TUGAS AKHIR – TL141584

PENGARUH VARIASI pH DAN TEMPERATUR SINTERING TERHADAP NILAI SENSITIVITAS MATERIAL TiO_2 SEBAGAI SENSOR GAS CO

IKA SILVIANA WIDIANTI
NRP 2711 100 065

Dosen Pembimbing
Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2015

FINAL PROJECT – TL141584

THE EFFECT OF pH AND SINTERING TEMPERATURE ON SENSITIVITY VALUE OF TiO_2 MATERIAL AS CO GAS SENSOR

IKA SILVIANA WIDIANTI
NRP 2711 100 065

Advisor
Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.

MATERIALS AND METALLURGICALS ENGINEERING
Faculty of Industrial Technology
Sepuluh Nopember Institute of Technology
Surabaya
2015

PENGARUH VARIASI pH DAN TEMPERATUR SINTERING TERHADAP NILAI SENSITIVITAS MATERIAL TiO_2 SEBAGAI SENSOR GAS CO

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
Pada
Bidang Studi Material Inovatif
Program Studi S1 Jurusan Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :
Ika Silviana Widianti
NRP. 2711 100 065

Disetujui Oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si. .....(Pembimbing)

SURABAYA
Januari 2015

PENGARUH VARIASI pH DAN TEMPERATUR SINTERINGTERHADAP NILAI SENSITIVITAS MATERIAL TiO_2 SEBAGAI SENSOR GAS

Nama : Ika Silviana Widianti
NRP : 2711 100 065
Jurusan : Teknik Material dan Metalurgi ITS
Dosen Pembimbing : Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.

Abstrak

Telah dilakukan berbagai macam pengupayaan untuk mengoptimalkan potensi Titanium dioksida (TiO_2) sebagai sensor gas, mengingat TiO_2 merupakan semikonduktor metal oksida. Pada penelitian ini digunakan TiO_2 dalam bentuk serbuk, dengan pelarutnya H_2SO_4 yang diencerkan dengan air distilasi sehingga terbentuk variasi pH 1, 3, dan 5. Metode sol-gel dilakukan dengan perendaman dan dilanjutkan *stiring* selama 2,5 jam, kecepatan 700 rpm, dan temperatur 200ºC . *Drying* dilakukan selama 2 jam pada temperatur 350C, selanjutnya serbuk dikompaksi pada tekanan 200 bar agar terbentuk pellet. Pelet kemudian di*sintering* pada temperatur 700ºC, 800ºC, dan 900ºC selama 1 jam. Karakterisasi material dilakukan dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan *X-Ray Diffraction* (XRD). Sedangkan untuk luas permukaan spesifik sampel TiO_2 diuji dengan BET *Analyser*. Morfologi TiO_2 yang dihasilkan dari proses sol-gel berbentuk bulat (*spherical*) dan memiliki ukuran kristal 69,74 nm. Nilai sensitivitas didapatkan dari pengujian sensitivitas pada temperatur 100ºC dan variasi volume gas CO 5L, 12,5L, 25L. Respon terbaik adalah material TiO_2 pH 3 yang disinter dengan temperatur 900ºC, serta memiliki ukuran pori 50,83 nm.

Kata kunci: titanium dioksida (TiO_2), pH, metode sol-gel, sintering, nilai sensitivitas, gas CO

Halaman ini sengaja dikosongkan

THE EFFECT OF pH AND SINTERING TEMPERATURE ON SENSITIVITY VALUE OF TiO_2 MATERIAL AS CO GAS SENSOR

Name : Ika Silviana Widianti
NRP : 2711 100 065
Department : Material and Metallurgical Engineering ITS
Lecturer : Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.

Abstract

It has been done various efforts to optimize titanium dioxide (TiO_2) potential as a gas sensor material, since TiO_2 is a semiconductor metal oxide. In this research TiO_2 powder is used with H_2SO_4 as the solvent dissolved in distilled water to make various pH such as 1,3, and 5. The sol-gel method is done through submersion and samples is stirred 2,5 hours with 700 rpm speed, and 200ºC until the gel formed. Drying process is done by 2 hours holding at 350ºC, then the powder is compacted with 200 bar pressure to make pellets. Pellets are sintered at 700, 800, 900ºC for 1 hour. Material characterization is done by using Scanning Electron Microscope (SEM) and X-Ray Diffraction (XRD). Meanwhile, to identify spesific surface area of the TiO_2 sample is tested using BET Analyser. The morphology of TiO_2 by using sol-gel method are spherical in shape and have 69,74 nm crystal size. Sensitivity values are got from sensitivity test on 100ºC and variation of CO gas volume 5L, 12,5L, and 25L. The best response is found on material TiO_2 pH 3 which is sintered at 900ºC, and also has porous size of 50,83 nm .

Keywords: titanium dioxide (TiO_2), pH, sol-gel method, sinter, sensitivity value, CO gas

Halaman ini sengaja dikosongkan

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan Tugas Akhir ini dengan judul :

"Pengaruh Variasi pH dan Temperatur Sintering Terhadap Nilai Sensitivitas Material TiO_2 Sebagai Sensor Gas CO"

Tugas akhir ini disusun untuk memenuhi syarat memperoleh gelar Sarjana Teknik (S.T.) Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri Institut, Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.

Penulis juga mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Allah SWT yang selalu memberikan rahmat dan karunia serta kelancaran dalam menyelesaikan tugas akhir ini.
2. Ayah, Ibu, dan saudara serta keluarga atas segala doa, dukungan, dan pengertian yang telah diberikan selama ini.
3. Ibu Hariyati Purwaningsih, S.Si, M.Si selaku dosen pembimbing Tugas Akhir.
4. Bapak Dr. Sungging Pintowantoro, S.T, M.T selaku Ketua Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI – ITS.
5. Bapak Ir. Moh. Farid selaku dosen wali.
6. Dosen Tim Penguji seminar dan sidang serta seluruh dosen Teknik Material dan Metalurgi FTI – ITS, saya ucapkan terima kasih dan salam hormat saya.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan Tugas Akhir ini masih jauh dari kesempurnaan, untuk itu kritik dan saran yang membangun dari berbagai pihak sangat diharapkan.

Surabaya, Januari 2015

Penulis

Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL i
LEMBAR PENGESAHAN v
ABSTRAK vii
KATA PENGANTAR xi
DAFTAR ISI xiii
DAFTAR GAMBAR xv
DAFTAR GRAFIK xvii
DAFTAR TABEL xix

BAB I PENDAHULUAN
1.1 LATAR BELAKANG 1
1.2 RUMUSAN MASALAH 2
1.3 TUJUAN 3
1.4 BATASAN MASALAH 3
1.5 MANFAAT HASIL PENELITIAN 3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA
2.1 NANOMATERIAL 5
2.2 TITANIUM DIOKSIDA (TiO_2) 5
2.3 METODE SOL-GEL 6
2.4 KOMPAKSI 7
2.5 SINTERING 8
2.6 MEKANISME SENSOR GAS 9
2.7 PENELITIAN YANG TELAH DILAKUKAN SEBELUMNYA 10

BAB III METODE PENELITIAN
3.1 BAHAN 21
3.2 ALAT 21
3.3 PROSES PENELITIAN
3.3.1 DIAGRAM ALIR PENELITIAN 23
3.3.2 DIAGRAM ALIR PENGUKURAN SENSITIVITAS 25

3.3.3 REALISASI PENELITIAN 26
3.3.4 PROSEDUR PEMBENTUKAN SOL-GEL 26
3.3.5 DRYING 28
3.4 PROSES PEMBENTUKAN PELET TiO_2 DAN SINTERING 29
3.5 PENGUJIAN KARAKTERISASI
3.5.1 SEM (*Scanning Electron Microscope*) 30
3.5.2 XRD (*X-Ray Diffraction*) 31
3.5.3 Brunauer-Emmett-Teller *Analysis* (BET *Analysis*) 32
3.6 PENGUKURAN SENSITIVITAS 33

BAB VI ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN
4.1 SINTESA SOL-GEL TiO_2 35
4.2 HASIL PENGUJIAN 38
4.2.1 PENGUJIAN *X-Ray Diffraction* (XRD) 38
4.2.2 PENGUJIAN BET *Surface Analysis* 49
4.2.3 PENGUJIAN *Scanning Electron Microscopy* (SEM) 50
4.2.4 PENGUJIAN SENSITIVITAS 58

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN
5.1 KESIMPULAN 63
5.2 SARAN 63

DAFTAR PUSTAKA 65
LAMPIRAN
UCAPAN TERIMAKASIH
BIODATA PENULIS

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Realisasi Penelitian 26
Tabel 3.2 Informasi yang Terkandung Dalam Karakter Tinggi, Posisi Serta Lebar dan Bentuk Puncak Difraksi..... 31
Tabel 4.1 Analisa hasil XRD TiO_2 variasi pH 1..... 41
Tabel 4.2 Analisa hasil XRD TiO_2 variasi pH 3..... 42
Tabel 4.3 Analisa hasil XRD TiO_2 variasi pH 5..... 43
Tabel 4.4 Hasil perhitungan parameter kisi..... 44
Tabel 4.5 Analisa hasil XRD TiO_2 variasi temperatur sintering 700ºC..... 46
Tabel 4.6 Analisa hasil XRD TiO_2 variasi temperatur sintering 800ºC..... 47
Tabel 4.7 Analisa hasil XRD TiO_2 variasi temperatur sintering 900ºC..... 48
Tabel 4.8 Hasil pengujian BET serbuk TiO_2..... 49
Tabel 4.9 Hasil pengukuran grain size SEM variasi pH 1..... 54
Tabel 4.10 Hasil pengukuran grain size SEM variasi pH 3..... 55
Tabel 4.11 Hasil pengukuran grain size SEM variasi pH 5..... 57
Tabel 4.12 Nilai sensitivitas ($\Delta R/R0$) pada temperatur operasi 100ºC dengan variasi volume gas CO..... 60

Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Titanium dioksida (TiO_2) serbuk 5
Gambar 2.2 Fase kristal TiO_2: (a) anatase, dan (b) rutil 6
Gambar 2.3 Skema umum proses pembuatan sol-gel 7
Gambar 2.4 Perubahan struktur mikro pada saat sintering 8
Gambar 2.5 Pengaruh temperatur sintering terhadap penyusutan 9
Gambar 3.1 Diagram alir penelitian 24
Gambar 3.2 Diagram alir pengukuran sensitivitas sensor 25
Gambar 3.3 Proses pembentukan sol-gel (a)H_2SO_4 encer dengan tiga variasi pH, (b) perendaman serbuk TiO_2, (c) penambahan akuades pada serbuk TiO_2 yang telah direndam, (d) pencucian serbuk TiO_2 dengan magnetic stirer 27
Gambar 3.4 Mortar dan pestle 28
Gambar 3.5 Muffle furnace (a) dan Horizontal furnace (b) 28
Gambar 3.6 Ukuran pelet hasil proses kompaksi 29
Gambar 3.7 Mesin kompaksi hidrolik 29
Gambar 3.8 Mikroskop elektron 30
Gambar 3.9 Alat difraksi sinar-X 32
Gambar 3.10 Alat analisa BET 33
Gambar 3.11 Sistem pengukuran sensitivitas 34
Gambar 4.1 Hasil pengukuran (a)diameter dan (b) ketebalan pellet TiO_2 37
Gambar 4.2 Bentuk fisik pellet variasi pH TiO_2 hasil sintering dengan temperatur 700ºC yaitu (a) pH 1, (b) pH 3, (c) pH 5 37
Gambar 4.3 Bentuk fisik pellet variasi pH TiO_2 hasil sintering dengan temperatur 800ºC yaitu (a) pH 1, (b) pH 3, (c) pH 5 38
Gambar 4.4 Bentuk fisik pellet variasi pH TiO_2 hasil sintering dengan temperatur 900ºC yaitu (a) pH 1, (b) pH 3, (c) pH 5 38
Gambar 4.5 Serbuk TiO_2 (a) raw material dan setelah drying (b) pH 1, (c) pH 3, (d) pH 5 perbesaran 15000x 52

Gambar 4.6 Hasil SEM pellet TiO_2 variasi pH 1 dengan variasi temperatur sintering (a)700ºC, (b)800ºC, dan (c) 900ºC perbesaran 100000x 54
Gambar 4.7 Hasil SEM pellet TiO_2 variasi pH 3 dengan variasi temperatur sintering (a)700ºC, (b)800ºC, dan (c) 900ºC perbesaran 100000x 55
Gambar 4.8 Hasil SEM pellet TiO_2 variasi pH 5 dengan variasi temperatur sintering (a)700ºC, (b)800ºC, dan (c) 900ºC perbesaran 100000x 57

DAFTAR GRAFIK

Grafik 4.1 Hasil pengujian XRD serbuk TiO2 (a) raw material, (b) pH 1, (c) pH 3, dan (d) pH 5 40
Grafik 4.2 Hasil pengujian XRD pellet TiO2 variasi pH 1 dengan variasi temperatur sintering (a) 700ºC, (b) 800ºC, dan (c) 900ºC 41
Grafik 4.3 Hasil pengujian XRD pellet TiO2 variasi pH 3 dengan variasi temperatur sintering(a) 700ºC, (b) 800ºC, dan (c) 900ºC 42
Grafik 4.4 Hasil pengujian XRD pellet TiO2 variasi pH 5 dengan variasi temperatur sintering(a) 700ºC, (b) 800ºC, dan (c) 900ºC 43
Grafik 4.5 Hasil pengujian XRD pellet TiO2 variasi temperatur sintering 700ºC dengan variasi pH (a) 1, (b) 3, dan (c) 5 45
Grafik 4.6 Hasil pengujian XRD pellet TiO2 variasi temperatur sintering 800ºC dengan variasi pH (a) 1, (b) 3, dan (c) 5 46
Grafik 4.7 Hasil pengujian XRD pellet TiO2 variasi temperatur sintering 900ºC dengan variasi pH (a) 1, (b) 3, dan (c) 5 48
Grafik 4.8 Hasil pengujian sensitivitas pada temperatur operasi 100ºC dengan variasi volume gas CO 60

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB I
PENDAHULUAN

1.1 LATAR BELAKANG

Aplikasi semikonduktor metal oksida (MO_x) sebagai sensor gas tidak lagi terbatas hanya untuk peringatan adanya gas ledak saja. Pengembangan sensor gas untuk diaplikasikan lebih baik mulai dipertimbangkan, salah satunya adalah untuk pendeteksi gas polutan. Sensor dari semikonduktor metal oksida lebih dikenal karena responnya yang cepat.

Titanium dioksida (TiO_2) adalah salah satu contoh dari metal oksida (MO_x) yang bersifat tidak toksik, memiliki stabilitas termal cukup tinggi dan kemampuannya dapat digunakan berulang kali tanpa kehilangan aktivitas katalitiknya (Is Fatimah, 2009). Titanium dioksida banyak diaplikasikan sebagai sensor gas untuk mendeteksi dan mengukur gas CO dan H_2.

Metode pembuatan sensor metal oksida dengan sintesis kimia dan berbentuk tidak beraturan diterapkan hampir seluruhnya pada struktur nano sensor metal oksida. Metode sol-gel merupakan salah satu pilihan dari beberapa metode disebabkan karena keunggulannya dalam proses, seperti waktu pelaksaannya lebih singkat, temperatur yang digunakan lebih rendah, dapat menghasilkan serbuk metal oksida dengan ukuran nano partikel dan dapat menghasilkan karakteristik yang lebih baik dari pada proses metalurgi serbuk (Widodo, 2010).

Untuk aplikasi penginderaan gas, selektivitas gas, sensitivitas, dan daya tahan adalah sifat yang sangat penting. Untuk memperbaiki sifat-sifat tersebut, pengontrolan strukturmikro dengan mempersiapkan lapisan tipis nanostruktur dan mesopori yang memiliki luas permukaan tinggi dikenal lebih

efektif, karena jumlah gas molekul yang berinteraksi dengan semikonduktor dapat dinaikkan dengan cara ini (Mohammadi, dkk., 2006). Selain itu, penelitian tentang variasi pH terhadap fase dan ukuran kristal material keramik TiO_2 yang bertujuan membentuk fase anatase TiO_2 dan memperkecil ukuran kristal sehingga terjadi penambahan *defect* (Molea, dkk., 2013). Adanya *defect* menyebabkan ketidak seimbangan elektron, jika ada elektron yang mengalir maka ada arus listrik mengalir dengan arah sebaliknya. Hal inilah yang membuat material keramik TiO_2 semikonduktor menjadi material konduktor, karena dapat mengalirkan elektron (Della, 2014).

Hal-hal tersebut di atas mengenai sensor gas keramik/metal oksida (MO_x) melatar belakangi penelitian ini dengan tujuan untuk menganalisa perubahan fase dan struktur mikro dari material keramik TiO_2 menggunakan metode sol gel terhadap variasi pH dan temperatur sintering kemudian sensitivitas sensor diukur pada kondisi tertentu.

1.2 RUMUSAN MASALAH

1. Bagaimana pengaruh variasi pH terhadap fase dan struktur mikro material keramik TiO_2.
2. Bagaimana pengaruh temperatur sintering terhadap fase dan struktur mikro material keramik TiO_2.
3. Bagaimana pengaruh pH dan temperatur sintering terhadap nilai sensitivitas material keramik TiO_2 sebagai sensor gas.

1.3 TUJUAN

Tujuan dari tugas akhir ini adalah:

1. Menganalisa perubahan fase dan struktur mikro akibat variasi pH dan temperatur sintering pada material keramik TiO_2 yang dibuat dengan metode sol gel.
2. Menganalisa hasil pengukuran sensitivitas material keramik TiO_2 yang diaplikasikan sebagai sensor gas CO.

1.4 BATASAN MASALAH

1. Fluktuasi temperatur pada saat proses stirring, diabaikan.
2. Adanya pengotor, diabaikan.
3. Temperatur, tekanan, dan kelembapan, dianggap konstan.
4. Fluktuasi tekanan kompaksi diabaikan.

1.5 MANFAAT HASIL PENELTIAN

1. Mendapat pengembangan produk material keramik TiO_2 sebagai sensor gas.
2. Mengetahui pengaruh variasi pH dan temperatur sintering terhadap nilai sensitivitas material keramik TiO_2 sebagai sensor gas CO, yang dibuat dengan metode sol gel.

Halaman ini sengaja dikosongkan

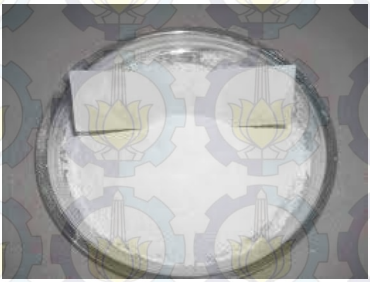
BAB II
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 NANOMATERIAL

Nanomaterial adalah material dengan ukuran di bawah 100 nanometer dan material ini memiliki sifat yang lebih baik atau bahkan berbeda dengan material *bulk*-nya. Salah satu nanomaterial yang saat ini banyak ditekuni ialah nikel oksida (NiO) nanopartikel. NiO ini sering dimanfaatkan pada aplikasi yang penting, yaitu sebagai katalis, gas sensor, magnetic material, *electrochromic films*, katoda baterai, serta superkapasitor (Noorlaily, dkk., 2012).

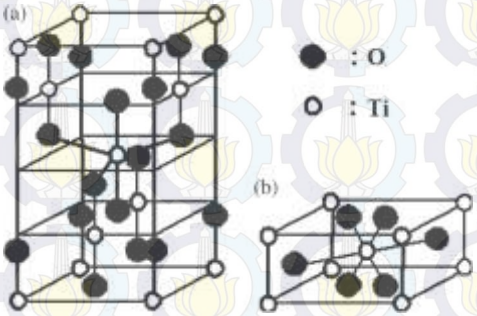
2.2 TITANIUM DIOKSIDA (TiO_2)

Titanium dioksida adalah material yang dikenal luas sebagai fotokatalis didasarkan pada sifat semikondukornya. Selain itu, diantara oksida logam yang lain, titanium dioksida dikenal tidak toksik (*non toxic*), memiliki stabilitas termal cukup tinggi, dan kemampuannya dipergunakan berulang kali tanpa kehilangan aktivitas katalitiknya. Sebagaimana oksida logam yang lain, peningkatan sifat mekanik, sifat elektronik, dan sifat katalitik TiO_2 dapat diupayakan melalui pembentukannya dalam skala molekuler atau dikenal sebagai nanopartikel (Is Fatimah, 2006).



Gambar 2.1 Titanium dioksida (TiO_2) serbuk

TiO_2 memiliki 3 modifikasi: brukit dan anatase (fase metastabil), dan rutil (fase yang stabil secara termodinamik), meskipun yang paling umum adalah anatase dan rutil (Ruiz, dkk., 2004). Bentuk kristal anatase diamati terjadi pada pemanasan TiO_2 bubuk mulai dari suhu 120°C dan mencapai sempurna pada 500°C. Pada suhu 700°C mulai terbentuk kristal rutil (Ollis & Elkabi, 1993) dan terjadi penurunan luas permukaan serta pelemahan aktivitas fotokatalis secara drastis. Penelitian Nursiah (1999) menunjukkan bahwa kalsinasi yang paling baik adalah pada 550°C selama 30 menit (Tjahjanto, dkk., 2001).



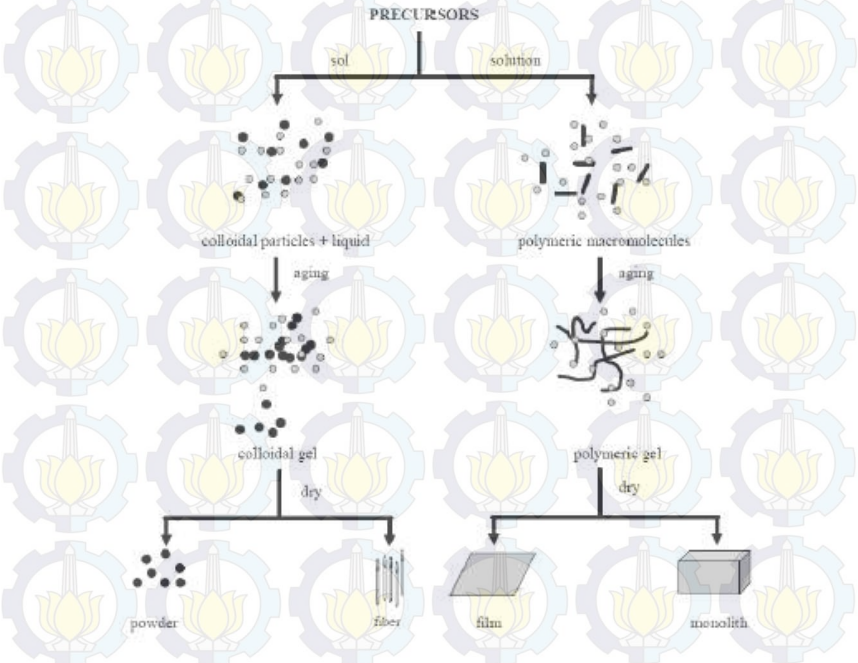
Gambar 2.2 Fase kristal TiO_2: (a) anatase, dan (b) rutil.

2.3 METODE SOL-GEL

Proses sol-gel dapat didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui rekasi kimia dalam larutan pada suhu rendah, dimana dalam proses tersebut terjadi perubahan fase dari suspense koloid (sol) membentuk fase cair kontinyu (gel).

Tahapan proses sol-gel meliputi hidrolisis, kondensasi, pematangan, dan pengeringan. Pada tahap pertama logam menjadi prekursor (aloksida) dilarutkan dalam alcohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, basa, atau netral menghasilkan sel koloid. Hidrolisis menggantikan ligan alkohol (-OR) dengan gugus hidroksil (-OH). Setelah mengalami rekasi

hidrolisis, reaksi kondensasi akan berlangsung. Reaksi kondensasi ada 2 yaitu kondensasi alkohol dan kondensasi air. Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan proses pematangan gel yang terbentuk. Pada proses ini, terjadi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat, dan menyusut di dalam larutan. Tahapan terakhir adalah proses penguapan larutan dari cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol-gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi (Fernandes, 2010).



Gambar 2.3 Skema umum proses pembuatan sol-gel

2.4 KOMPAKSI

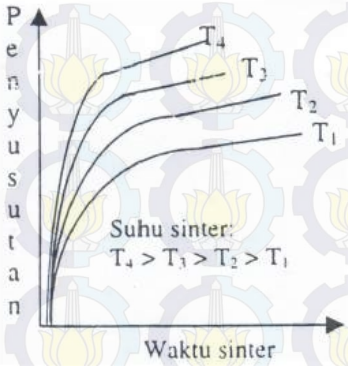
Kompaksi adalah proses pembentukan dengan cara menekan serbuk material. Penekanan merupakan suatu proses di

mana serbuk keramik dimasukkan ke dalam wadah berongga dengan bentuk tertentu dan ditekan dalam arah uniaksial sehingga serbuk akan mengalami konsolidasi dan memiliki bentuk yang sesuai dengan cetakannya. Proses ini juga disebut penekanan kering atau kompaksi uniaksial (Indiani, dkk., 2009).

2.5 SINTERING

Sintering adalah proses penggabungan partikel serbuk melalui peristiwa difusi pada saat suhu meningkat. Pada dasarnya sintering adalah peristiwa penghilangan pori-pori antara partikel bahan, pada saat yang sama terjadi penyusutan komponen, dan diikuti oleh pertumbuhan *grain* serta peningkatan ikatan antar partikel yang berdekatan, sehingga menghasilkan bahan yang lebih mampat/kompak. Peristiwa sintering dapat dilihat pada gambar 2.4. Suhu sintering mempengaruhi proses penyusutan, sedangkan pengaruh waktu sintering tidak banyak, hal ini dinyatakan oleh Richerson seperti ditunjukkan pada gambar 2.5. Sintering umumnya dapat terjadi di dalam produk pada suhu tidak melebihi dari setengah sampai duapertiga dari suhu meltingnya, suhu yang membuat atom cukup mampu untuk berdifusi (Ramlan, dkk., 2011).

Gambar 2.4 Perubahan struktur mikro pada saat sintering



Gambar 2.5 Pengaruh temperatur sintering terhadap penyusutan

2.6 MEKANISME SENSOR GAS

Bahan semikonduktor sensor gas tersusun atas sensor kimia listrik yang mampu merespon perubahan lingkungan kimia dengan menghasilkan sinyal listrik. Cara kerja sensor gas semikonduktor berpedoman pada fakta bahwa karakteristik listrik dari bahan tergantung jumlah molekul teradsorbsi.

Terdapat dua jenis serapan yang terjadi pada semikonduktor oksida logam, yaitu serapan fisika dan serapan kimia. Serapan fisika pada proses adsorbsi adalah serapan gas akibat adanya gaya Van der Waals yaitu gaya yang terjadi akibat medan listrik. Sedangkan serapan kimia pada adsorbsi terkait dengan pembentukan ikatan kimia antara molekul teradsorbsi dengan permukaan semikonduktor oksida logam.

Pada kondisi udara normal, permukaan bahan semikonduktor terlapisi oleh suatu lapisan yang diakibatkan oleh terserapnya oksigen. Proses ini meliputi penyerapan fisika, yang kemudian diikuti penyerapan kimia dengan menangkap elektron dari daerah dekat permukaan semikonduktor. Proses terserapnya gas oksigen di atas permukaan semikonduktor yang secara matematis dapat ditulis:

$$\frac{1}{2} O_{2(g)} \longrightarrow O_{(ads)} \quad \text{.....(2.1)}$$

$$O_{(ads)} + 2e^- \longrightarrow O^{2-}_{(ads)} \quad \text{……(2.2)}$$

Kemampuan sensor untuk mendeteksi suatu gas tertentu dapat dilihat dari nilai sensitivitas/ Sensitivitas merupakan kemampuan sensor untuk mendeteksi sejumlah gas dalam jumlah yang kecil, secara matematis nilai sensitivitas dalam prosentase (%) dapat dihitung dari persamaan:

$$S = \frac{\Delta R}{R_n} \times 100\% = \frac{|R_n - R_g|}{R_n} \times 100\% \quad \text{.....(2.3)}$$

dengan S = sensitivitas (%), Rn = resistansi pada udara normal (Ω), Rg = resistansi ketika diberi gas (Ω), dengan Rn dan Rg terukur pada kondisi isotermal (Sayono, dkk., 2007).

2.7 PENELITIAN YANG DILAKUKAN SEBELUMNYA

Penelitian-penelitian tentang nanomaterial telah banyak ditemukan. Baik itu dalam aspek struktur, kristal, maupun partikel. Ketiga aspek tersebut lebih sering ditemui dalam upaya perbaikan sifat material semikonduktor yang diaplikasikan sebagai sensor gas. Pada penelitian Hong-Ming Lin, dkk. di tahun 1997 menjelaskan tentang material nanokristal (NC), menunjukkan ukuran partikel yang kecil dan specific surface area yang luas, dapat diaplikasikan sebagai sensor gas yang efek permukaan hebatnya dibutuhkan. Dalam studi ini, Ti nanokristal disintesiskan dengan metode kondensasi gas dalam atmosfer 10 mbar Helium dan 500 mbar oksigen ditembak backfill ke dalam chamber untuk mengoksidasi Ti nanokristal. TiO_2 nanokristal kemudian didoping dengan Pt nanokristal untuk memperbaiki sensitivitas dan waktu respon sensor. Sensor NC TiO_2 dan NC Pt/TiO_2 dibandingkan dengan menguji hubungan antara temperatur operasi dan sensitivitas adlam gas CO dan NO_2. Temperatur operasi optimal untuk gas NO_2 dan CO adalah 190ºC untuk sensor NC TiO_2 dan 170ºC untuk sensor NC Pt/TiO_2. Sensitivitas maksimum sekitar

14 untuk sensor NC TiO_2 diteliti dengan gas NO_2 100 ppm dan waktu respon sensor antara 1-3 menit.

Sedangkan pada penelitian Andreia Molea, dkk. pada tahun 2013 serbuk TiO_2 disintesis dengan hidrolisis prekursor titanium triklorida. Larutan disiapkan dari 5 ml $TiCl_3$ (10% mengandung 15% HCl) dan 5 ml hidrogen peroksida 3%, ditambahkan ke dalam 5 ml akuades. Inisial pH dari larutan ini adalah 1, kemudian larutan ammonia NH_4OH (~25%) ditambahkan sehingga pHnya menjadi 3, 8.5, dan 10.5. Larutan ini kemudian distir sehingga prespitat putih titanium hidroksida terbentuk. Presipitat disaring, dicuci dengan akuades beberapa kali, dan dipanaskan pada 400ºC selama 1 jam. Spesimen diuji karakterisasi SEM, XRD, dan BET surface analysis serta spektoskopi UV-V. Hasil pengujian menunjukkan pada tingkat pH yang tinggi, hanya fase anatase TiO_2 yang diperoleh sedangkan pada kondisi asam fase rutil dan anatase muncul bersamaan, tetapi rutil merupakan fase predominannya. Sampel TiO_2 disintesis pada pH bervariasi memunculkan kecenderungan terhadap wavenumber Raman peak dari 144 cm^{-1}. Gambar SEM menunjukkan bahwa sampel memiliki ukuran partikel 20 – 50 nm. Pengujian fotodegradasi mengindikasikan bahwa semua sampel TiO_2 memunculkan aktivitas fotokatalitik, meskipun intensitas radiasi lampu rendah. meskipun sampel disintesis pada pH 3, yang diperolah kedua fase kristal, anatase dan rutil, memiliki aktivitas fotokatalitik tertinggi karena memiliki energy band gap yang lebih rendah dan nilai muatan negative tinggi pada permukaannya. Efisiensi foto degradasi metilen biru di dalam pada pH 3 adalah 47% pada sinar UV-A dan iradiasi terlihat, setelah 300 menit.

Berbagai macam metode digunakan untuk memperoleh nanostruktur TiO_2 dan kinerja TiO_2 dalam aplikasinya sebagai sensor gas. Pada tahun 2007, Mohammadi, dkk. meneliti tentang luas permukaan spesifik yang tinggi (SSA/Spesfic Surface Area) serbuk nanokristalin dan dip coated thin film TiO_2 telah disiapkan

dengan rute sol-gel partikulat dengan penambahan polymeric fugitive agent (FGA), yaitu trehalose dihidrat (THD), polietilen glikol (PEG6000) dan hidroksipropil selulosa (HPC). Salah satu SSA tertinggi yang dilaporkan di dalam literatur, diperoleh tanpa PFA, dicapai (yaitu, 181 m^2/g), sebuah nilai yang dapat bertambah lebih dari 304 m^2/g, 274 m^2/g, dan 200 m^2/g untuk masing-masing serbuk PEG/TiO_2, HPC/TiO_2, dan THD/TiO_2. Selanjutnya, ukuran kristal bervariasi dari 1 nm untuk serbuk hasil produksi sampai 4 nm untuk serbuk yang diberi perlakuan panas pada 600ºC. Lapisan tipis (thin film) diproduksi pada kondisi optimal menunjukkan sifat struktur mikro yang sangat baik untuk aplikasi pendeteksi gas. Itu menunjukkan respons stabil dan dapat diproduksi kembali terhadap CO dan NO_2 pada temperatur operasi rendah yaitu 200ºC. Kurva kaliberasi menunjukkan bahwa semua sensor diikuti hukum kekuatan ($S=A[gas]^B$) (dimana S adalah respon sensor, dan koefisien A dan B adalah konstanta) untuk kedua jenis gas dan mempunyai kemampuan deteksi yang baik terhadap gas berkonsentrasi rendah (25 ppm CO dan 0,5 ppm NO_2). Di antara semua sensor, sensor HPC/TiO_2 menunjukkan respon paling tinggi terhadap CO $\leq$ 100 ppm dan $NO_2 \leq 2$ ppm, di mana sensor PEG/TiO_2 memiliki respon tertinggi terhadap CO > 100 ppm dan $NO_2 > 2$ ppm yang dioperasikan pada temperatur 200ºC. Respon sensor terhadap kedua gas CO dan NO_2 berubah dengan temperatur operasi mencapai maksimum pada temperatur spesifik.

Flame Spray Synthesis (FSS) adalah metode lain yang digunakan oleh Martha Radecka, dkk. pada penelitian mereka di tahun 2010. FSS digunakan untuk menumbuhkan serbuk nano basis TiO_2 di mana nanosensor TiO_2:Cr diperoleh. Sifat struktur kristalit serbuk nano TiO_2:Cr pada komposisi Cr yang berbeda (0,1-5,0%) telah diteliti. Pembelajaran material menggunakan metode standar: difrasi sinar-X (XRD), Transmission Electron Microscope (TEM), dan analisa adsorpsi isothermal Brunauer-Emmett-Teller. Specific surface area yang tinggi (37-126 m^2/g)

dan ukuran kristal yang kecil (9-27 nm) telah tercapai. Penggabungan Cr ke dalam lattice TiO_2 mempengaruhi specific surface area serbuk nano, ukuran kristal, dan ratio rutil-anatase. Karakteristik nanosensor TiO_2:Cr pendeteksi gas terhadap interaksi dengan gas H_2 dicatat dalam sistem pengumpulan eksperimental. Deteksi hidrogen terjadi pada konsentrasi 50-3000 ppm pada temperatur antara 200-400ºC. Ini didemonstrasikan bahwa nanomaterial berbasis TiO_2:Cr menarik untuk aplikasi sensor terutama karena penurunan temperatur operasinya menjadi 210-250ºC, ditemani dengan peningkatan respon sensor. Dengan mempertimbangkan biaya pembuatannya, kandidat terbaik untuk penggunaan komersial adalah nanosensor TiO_2:1%Cr dan TiO_2:5%Cr.

Selain metode sol-gel *route* dan FSS, metode pembuatan nanokristal dapat juga menggunakan proses hidrotermal, seperti dibahas dalam penelitian Ana M. Ruiz, dkk pada tahun 2004. Nanokristalin titanium dioksida untuk meningkatkan stabilitas termal dibuat dengan subjek aloksida yang diturunkan gel TiO_2 ke sebuah perlakuan hidrotermal pada 150ºC selama 3 jam dalam larutan HNO_3 encer (pH 3 atau 2). Modifikasi struktural TiO_2 dianalisis dengan XRD dan morfologi serbuk diamati oleh FE-SEM. Perlakuan hidrotermal stabilisasi TiO_2 dengan dua cara yaitu, menekan termal pertumbuhan termal kristal TiO_2 dan pergeseran temperatur transformasi fase anatase menjadi rutile, meskipun derajat stabilisasi berbeda jauh tergantung pada pH penggunaan larutan HNO_3. TiO_2 hidrotermal diberi perlakuan pada pH 3 terdiri dari nanosphere anatase kecil dengan diameter rata-rata 13 dan 34 nm setelah kalsinasi pada 600ºC dan 800ºC, sedangkan TiO_2 yang tidak diberi perlakuan didominasi oleh fase rutile pada 700ºC. Penekanan pertumbuhan kristal bahkan lebih mencolok dengan perlakuan pada pH 2, rata-rata ukuran kristal anatase adalah 11 dan 26 nm setelah dikalsinasi pada 600ºC dan 800ºC. Dalam kasus ini, bagaimanapun transformasi adalah kurang terhalang, dengan fase rutile menempati 9, 22, dan 67%

TiO_2 setelah kalsinasi pada 600, 700, dan 800ºC. Hal ini menunjukkan bahwa transformasi tidak selalu berhubungan dengan ukuran kristal fase anatase. *Thick film* yang dibuat dengan bubuk TiO_2 tidak menunjukkan banyak perbedaan dalam respon sensor (ratio resistensi di udara dengan yang di gas) untuk mencairkan CO di udara 400-550ºC, meskipun serbuk hidrotermal diberi perlakuan pada pH 3 cenderung memberikan respon tertinggi. Namun, perlakuan secara hidrotermal ditemukan meningkatkan banyak transien respon sensor, menunjukkan bahwa itu adalah efektif dalam mengembangkan mesopori dalam film.

Metode pembuatan nanokristal TiO_2 lainnya adalah metode sonokimia. Metode sonokimia digunakan oleh Timuda, dkk. pada tahun 2010 untuk mensintesis nanokristal TiO_2 yang digunakan sebagai sel surya. Partikel nanokristalin TiO_2 merupakan komponen material yang penting pada sel surya tersensitasi dye (dye-sensitized solar cell, DSSC). Bahan TiO_2 yang umum digunakan adalah Degusa P25 yang memiliki ukuran kristal (apparent crystal size, ACS) 27.04 nm. Sebagai alternatif, dilakukan sintesa partikel nanokristalin TiO_2 dari $TiCl_4$, asetil aseton, dan akuades sebagai prekursornya, menggunakan metode sonokimia. Gelombang ultrasonik dihasilkan oleh cole palmer ultrasonic processor berdaya 130 W dengan frekuensi 20kHz. Pemaparan gelombang ultrasonik dilakukan pada 4 prekursor yang serupa dalam selang waktu berbeda yaitu ½, 1, 2, dan 4 jam. Sampel TiO_2 yang dihasilkan dalam bentuk bubuk yang memiliki ukuran kristal berskala nanometer. Karakterisasi XRD menunjukkan ukuran kristal adalah 20,96; 18,65; 16,78; 20,96 nm masing-masing untuk sampel hasil pemaparan selama ½, 1, 2, 4 jam. Hasil ini menunjukkan bahwa waktu pemaparan mempengaruhi ukuran kristal, setelah waktu optimum terlewati ukuran kristal membesar. Perhitungan parameter kisi dari sampel juga menunjukkan karakter yang serupa dengan karakter ukuran kristal. Pengamatan tentang fase kristal menunjukkan sampel

memiliki fase anatase, yang sesuai untuk aplikasi DSSC. Karakterisasi morfologi dilakukan dengan menggunakan SEM, dan memperlihatkan sampel memiliki struktur *mesoporous* serta mengalami penggumpalan.

Wei-Cheng Tian, dkk. di tahun 2013 menjelaskan tentang penggunaan metode Electron Beam Lithiography. Electron Beam Lithiography bukan merupakan metode yang paling popular, sintesis kimia digunakan untuk membentuk kawat nano periodic TiO_2 untuk sensor gas yang memiliki kinerja yang kuat dan cepat. Efek temperatur pada variasi temperatur operasi berkisar antara 200-350ºC. Pada temperatur optimal 300ºC, sensor yang diajukan secara cepat diperoleh kenaikan /perbaikan waktu (ΔR: 0.9 R_0 ke 0.1 R_0) dari 3.2/17.5 dan sebuah penyesuaian respon sensor ($\Delta R/R_0$) dari 21.7% pada kuantitas massa injeksi etanol 0,2 µg.

Perbaikan karakteristik material TiO_2 sebagai sensor gas dapat dilakukan dengan cara memperkecil ukuran partikel serbuk TiO2 itu sendiri atau dengan kata lain pembuatan nanokristalin TiO_2. Perbaikan – perbaikan yang telah dilakukan adalah dengan memvariasikan pH (Molea, dkk., 2013) dan parameter dalam metode, sol-gel misalnya.

Penelitian Della pada tahun 2014 tentang sensor gas dengan bahan TiO_2 serbuk dan pelarut H_2SO_4 pekat 98% yang dibuat dengan metode sol-gel. Larutan TiO_2 distir dengan magnetic stirrer selama 2,5 jam dan kecepatan putar bervariasi yaitu 600,700, dan 800 rpm pada kondisi pemanasan 200°C hingga terbentuk gel. drying dilakukan pada temperatur 350ºC selama 1 jam, proses kalsinasi selama 1 jam pada temperatur 500ºC kemudian dikompaksi dengan tekanan 200 bar sehingga terbentuk padatan/pelet. Sintering dilakukan pada temperatur 700ºC selama 1 jam. Spesimen sensor gas diuji karakterisasi SEM dan XRD. Hasil pengujian XRD menunjukkan bahwa ketiga variasi stiring telah merubah fase anatase raw material TiO_2 menjadi fase orthomobik yang tidak stabil ($TiOSO_4$). Sintering merubah fase $TiOSO_4$ tidak stabil menjadi fase TiO_2 anatase.

Sedangkan hasil SEM menunjukkan bahwa kecepatan stiring 700 dan 800 rpm dilanjutkan proses sintering dapat mereduksi kation Titanium.

Penelitian lainnya dilakukan oleh T. Nenov dan Z. Nenova di tahun 2012 tentang investigasi terhadap elemen keramik sensor kelembapan berbasis pada titanium dioksida (TiO_2) dengan dopan PbO, Bi_2O_3, dan $Na_2CO_3.10H_2O$. Untuk meneliti pengaruh kompleks dopan dan temperatur sintering pada parameter dan karakteristik dari material keramik sensor kelembapan, sebuah model percobaan telah ditunjukkan. Basis optimisasi berbagai tujuan pada fungsi metode umum telah dilakukan. Komposisi optimal dopan dan temperatur sintering dihitung untuk memperoleh sensor keramik dengan parameter optimal. Basis sampel percobaan pada komposisi optimal. Basis sampel percobaan pada komposisi optimal dan temperatur telah disusun dan diinvestigasi.

Selanjutnya adalah upaya penambahan doping pada prekursor TiO_2. Penambahan doping dengan unsur atau senyawa seperti logam mulia atau aluminium. Pada tahun 2007, Choi dkk. menjelaskan pembuatan serbuk erbuk TiO_2 komersial disimpan selama 4 hari di dalam HF untuk mempersiapkan larutan TiO_2. setelah 4 hari, bagian likuid diambil dengan menyaring larutan TiO_2 tersebut. Kemudian NH_4OH ditambahkan ke dalam likuid hasil penyaringan untuk menyempurnakan presipitasi pada pH antara 10 dan 11. Presipitat dicuci dengan akuades dan dilarutkan ke asam nitrit (HNO_3). Asam sitrik ditambahkan ke prekursor ini dicampur dengan ratio sitrat/nitrat (C/N) 0,5. Larutan cair $Al(NO_3)_3$ ditambahkan sebagai dopant. Campuran ini kemudian dipanaskan di hot plate dan setelah membentuk gelasi temperatur hot plate dinaikkan sampai 350ºC untuk drying sempurna. Kalsinasi akhir dilakukan di dalam crucible alumina pada temperatur 700, 800, dan 900ºC selama 1 jam. Pengujian karakterisasi sampel yang digunakan adalah XRD dan SEM. Sedangkan untuk pengukuran konduktivitas, sampel thick film

disiapkan pada substrat Al_2O_3 dengan elektroda Pt dan dihubungkan dengan kawat perak. Sedangkan untuk preparasi thick film, alpha triphenol sebagai pelarut, yang diultrasonifikasi untuk diaduk dengan serbuk yang disintesis dan diberikan tetes demi tetes di atas substrat alumina berelektroda. Film ini kemudian di-drying di dalam pemanasan pada 100ºC, diikuti densifikasi sebagian pada 800ºC selama 1 jam di muffle furnace. Sampel thick film diuji dalam furnace tabung pada 600ºC sebagai fungsi konsentrasi gas CO dan O_2 dengan 10% O_2 dan 90% N_2, total laju aliran gasnya 150 cm^3min^{-1}. Hasil pengujian XRD menunjukkan bahwa penambahan dopant aluminium hingga 7.5 wt.% tidak memyebabkan efek signifikan pada fase anatase nanoserbuk TiO_2. Sedangkan respon sensor meningkat di lingkungan oksigen dan CO dengan peningkatan temperatur kalsinasi untuk serbuk nano TiO_2 murni. Dengan penambahan dopant, kristalinitas tinggi juga diperlukan untuk memperbaiki sensitivitas sensor gas ini.

Khaled Z. Yahya pada tahun 2010 meneliti bahwa frekuensi dobel Q-switching Nd:YAG laser beam (λ=532 nm, kecepatan pengulangan 6 Hz dan durasi pulsa 10 ns) telah digunakan untuk menyimpan lapisan tipis TiO_2 murni dan didoping menggunakan (Ag, Pt, Pd, dan Ni) pada presentase doping yang bervariasi (1 wt.%, 2 wt.%, dan 3 wt.%) pada substrat gelas dan Si (III) untuk diaktifkan oleh sinar iradiasi terlihat sebagaimana iradiasi ultraviolet. Beberapa parameter pertumbuhan dipertimbangkan untuk spesifikasi keadaan optimum, yaitu temperatur substrat (200-500ºC), tekanan oksigen ($10\text{-}5x10^{-2}$ mbar) dan densitas energi laser *fluence* (0.8, 1.2, dan 1.8) J/cm^3. Sifat struktur TiO_2 murni dan doping dengan logam mulia diinvestigasi dengan XRD. Hasil XRD menunjukkan bahwa temperatur substrat lebih dari 300ºC struktur thin film yang tersimpan berubah dari amorphous menjadi kristalin menyerupai fase TiO_2 anatase tetragonal, dan pada temperatur substrat 500ºC kedua fase rutile dan anatase diproduksi.

Ditemukan bahwa TiO_2 *thin film* dengan doping 3 wt.% (Ag, Pt, Pd, dan Ni) adalah unsur yang paling sensitif pada gas CO. Hasil SEM dan AFM menunjukkan ukuran butir nanokristalin yang diobservasi di permukaan tergantung pada temperatur substrat, 500ºC merupakan temperatur terbaik dan tekanan parsial $5x10^{-1}$ mbar adalah tekanan terbaik selama perkembanga proses. TiO_2 didoping dengan logam Pt yang memiliki ukuran butir paling kecil (11 nm), kekasaran RMS ditingkatkan dengan kenaikan temperatur substrat (Ts) yaitu (11.2 nm) untuk lapisan tipis yang didepositkan pada 500ºC dan sampel sangat kasar dengan nilai RMS 28 nm untuk lapisan tipis TiO_2 yang didoping dengan 3 wt.% Pt. Pengukuran transmisi UV-VIS menunjukkan bahwa lapisan tipis ini sangat transparan pada daerah panjang gelombang terlihat, dengan transmisi rata-rata ~90% yang membuatnya cocok menjadi aplikasi sensor. *Band gap* optikal ditemukan 3.2 eV dengan transisi tak langsung dan 3.6 eV dengan transisi langsung pada 400ºC. Sensitivitas terhadap gas CO diukur pada konsentrasi 50 ppm. TiO_2 didoping menggunakan logam mulia memiliki sensitivitas yang lebih tinggi daripada TiO_2 murni sebagaimana TiO_2 doping Pt didepositkan pada Si (III) memiliki sensitivitas maksimum terhadap gas CO bernilai 23% dengan temperatur operasi anil pada 250ºC, dan resistansi menurun mencapai 10^9 Ω dengan peningkatan konsentrasi doping karena peningkatan pada arus pendeteksi mencapai (10 nA) pada lapisan TiO_2.

Pada latar belakang dijelaskan bahwa titanium dioksida banyak diaplikasikan sebagai sensor gas untuk mendeteksi dan mengukur gas CO dan H_2. G.C. Mather, dkk. pada tahun 1999 membuat sebuah laporan kerja. Laporan kerja ini berupa penjelasan mengenai mekanisme sensor gas H_2 oleh *thick-film* TiO_2, diletakkan pada substrat alumina dengan screen printing. Peran aktivitas katalitik dari material elektroda pada respon sensor diuji dengan elektroda platina dan emas. Impedansi analiser (20 Hz -1 MHz) digunakan untuk memantau impedansi

lapisan sebelum dan sesudah terkena H_2. Melanjutkan pemantauan resistansi/hambatan lapisan/film ditunjukkan dengan sebuah pengukuran DC sederhana. Resistansi lapisan diukur sebagai fungsi temperatur (500-650ºC), waktu dan komposisi fase gas (udara dan 0-10% H_2 di sebuah aliran gas berbasis N_2). Fase kesetimbangan gas PO_2 (dipantau dengan sebuah sensor zirconia berbasis oksigen) digunakan juga untuk identifikasi mekanisme deteksi hidrogen pada lapisan.

Maka dari itu pada penelitian tugas akhir ini adalah membuat sensor gas dengan bahan TiO_2 serbuk dan pelarut H_2SO_4 pekat 98% yang dibuat dengan metode sol-gel. Variasi pH yang digunakan dalam penelitian ini adalah 1; 3; 5. Variasi pH didapatkan dengan mengencerkan H_2SO_4 menggunakan akuades secara bertahap. Proses selanjutnya adalah drying, dilanjutkan kompaksi dan kemudian sintering. Ketiga urutan proses ini dilakukan berdasarkan jurnal penelitian yang ditulis oleh Della, 2014. Sampel pada penelitian ini berbentuk pellet hasil kompaksi yang disinter pada temperatur 700ºC, 800ºC, dan 900ºC. Pengujian yang dilakukan adalah dengan SEM dan XRD untuk identifikasi fase dan morfologi serta BET *analyser* untuk mengetahui luas permukaan spesifik (SSA). TiO_2 di dalam penelitian tugas akhir ini diaplikasikan sebagai sensor gas untuk mendeteksi gas CO dengan variasi volume 5L, 12,5L, dan 25L pada temperatur aplikasi 100ºC (Lin, dkk., 1997). Persamaan (2.3), menurut Sayono, dkk. dapat digunakan untuk menentukan nilai sensitivitas sensor.

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB III
METODE PENELITIAN

3.1 BAHAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain:

1. Titanium dioksida (TiO_2) dalam bentuk serbuk, Merck
2. Asam sulfat (H_2SO_4) dalam bentuk likuid, SAP-Chemical
3. Air distilasi/akuades (H_2O)

3.2 ALAT

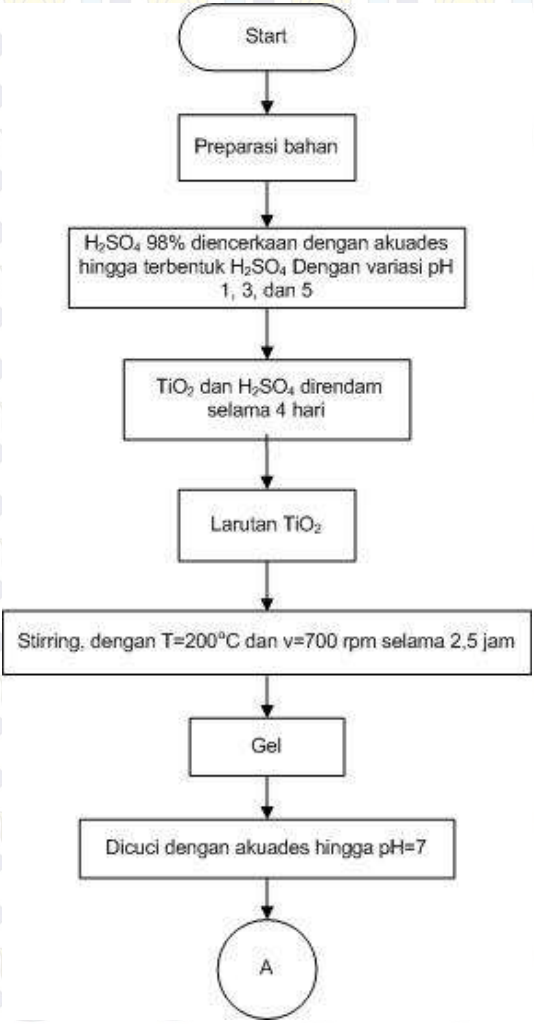
Peralatan yang digunakan pada penelitian ini antara lain:

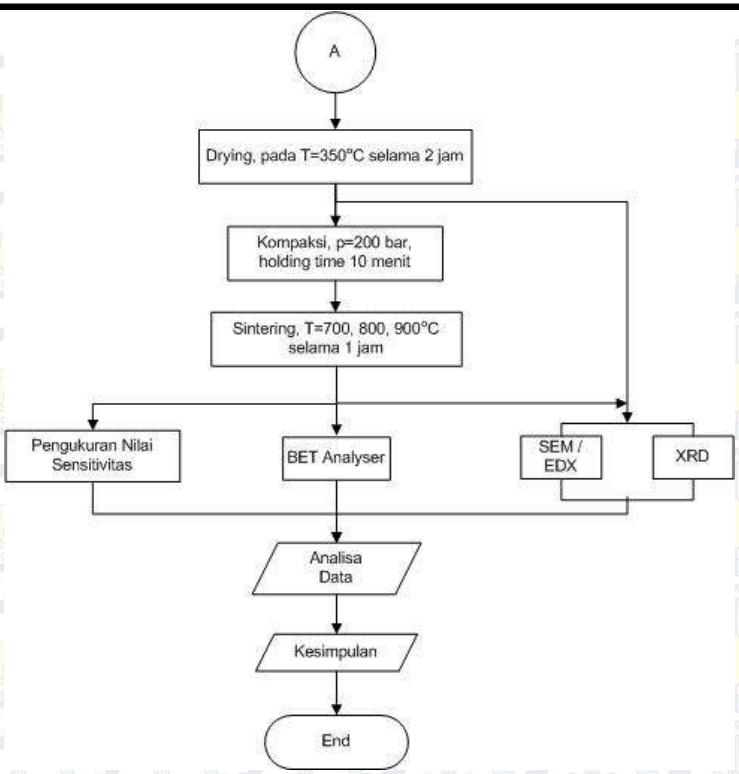
1. Beaker glass
   Digunakan sebagai wadah untuk merendam, melarutkan, dan membuat sol gel dari bahan dasar serbuk
2. Neraca Analitik
   Digunakan untuk menimbang massa serbuk
3. Pengaduk
   Digunakan untuk mengaduk larutan
4. *Hot plate* dan *magnetic stirrer*
   Digunakan untuk membentuk *solution* dari serbuk dan pelarutnya menjadi gel
5. Tabung ukur
   Digunakan untuk mengukur volume larutan
6. Pipet tetes
   Digunakan untuk mengambil cairan/larutan
7. Kertas saring
   Digunakan untuk memisahkan endapan TiO2 dari larutan
8. *Furnace*
   Digunakan untuk proses pemanasan, seperti *drying, kalsinasi, dan sintering*.
9. Alat kompaksi
   Digunakan untuk memadatkan spesimen serbuk menjadi pellet

10. Stopwatch
    Digunakan untuk menghitung waktu untuk melaksanakan proses, seperti waktu untuk stirring, waktu untuk drying, dsb.
11. Cawan keramik
    Digunakan sebagai wadah pada saat proses pemanasan
12. *Mortar* dan *pestle*
    Mortar adalah wadah dan *pestle* adalah penumbuk. Kedua alat ini digunakan untuk menghancurkan spesimen serbuk yang menggumpal
13. Sarung tangan dan masker
    Sebagai alat kesehatan dan keselamatan selama melakukan penelitian
14. Alat pengujian, yaitu: *Scanning Electron Microscope* (SEM), *X-Ray Difractiometry* (XRD), BET *Surface Analysis*, dan wadah dari *stainless steel* untuk pengukuran sensitivitas
15. pH meter
    Digunakan untuk mengukur derajat keasaman dari larutan $TiO_2 + H_2SO_4$
16. Autolab Potensiostat
    Digunakan untuk mengukur resistansi udara sebelum dan sesudah ditambah gas uji

3.3 PROSES PENELITIAN

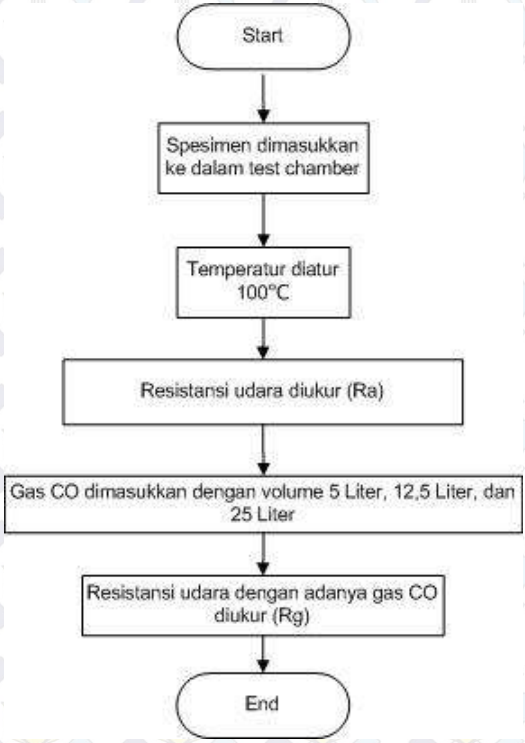
3.3.1 DIAGRAM ALIR PENELITIAN





Gambar 3.1. Diagram alir penelitian

3.3.2 DIAGRAM ALIR PENGUKURAN SENSITIVITAS



Gambar 3.2 Diagram alir pengukuran sensitivitas sensor

3.3.3 REALISASI PENELITIAN

Tabel 3.1. Realisasi penelitian

Spesi-men	pH	Temperatur Sintering (°C)	Pengujian					
			SEM	XRD	BET	Sensitivitas (T= 100 °C) Gas CO		
						5L	12,5L	25L
1	1	700	v	v				
2		800	v	v				
3		900	v	v	v	v	v	v
4	3	700	v	v	v	v	v	v
5		800	v	v	v	v	v	v
6		900	v	v	v	v	v	v
7	5	700	v	v				
8		800	v	v				
9		900	v	v	v	v	v	v

3.3.4 PROSEDUR PEMBENTUKAN SOL GEL

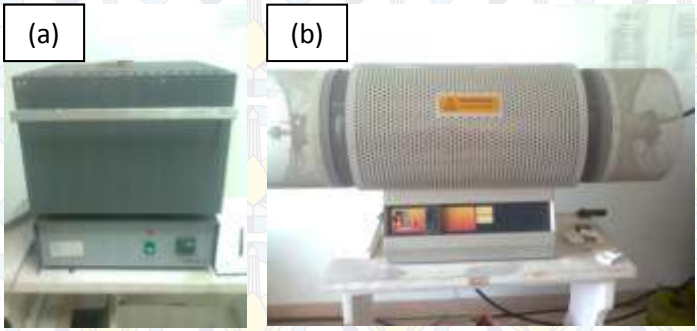
Proses pembentukan sol gel dimulai dengan merendam 4 gram serbuk TiO_2 di dalam 24 mL larutan H_2SO_4 yang diencerkan dengan akuades hingga volumenya mencapai 1000 mL, pH yang terukur adalah 1,3. Dari larutan ini kemudian diambil 10 mL dan diencerkan lagi dengan 1000 mL akuades sampai pH nya 3,3. Kemudian dari larutan dengan pH 3,3 diambil 10 mL dan diencerkan lagi dengan 1000 mL akuades, pH yang terukur adalah 5,3. Serbuk TiO_2 kemudian direndam dalam larutan H_2SO_4 encer ini selama 4 hari. Setelah 4 hari, terbentuk larutan TiO_2 (sol) dan kemudian diukur pHnya. Masing-masing sampel dengan variasi pH, diaduk dengan *magnetic stirrer* pada temperatur 200°C selama 2,5 jam dengan kecepatan 700 rpm. Hasil dari proses ini berbentuk gel. Gel kemudian dicuci dengan air suling/akuades dengan cara diaduk mengunakan *magnetic strirer* berkecepatan 700 rpm selama 10-15 menit sehingga pHnya menjadi 7.

Gambar 3.3 Proses pembentukan sol-gel (a)H_2SO_4 encer dengan tiga variasi pH, (b) perendaman serbuk TiO_2, (c) penambahan akuades pada serbuk TiO_2 yang telah direndam, (d) pencucian serbuk TiO_2 dengan *magnetic stirer*

3.3.5 DRYING

Drying adalah proses penguapan cairan yang terkandung di dalam gel sehingga dapat terbentuk serbuk. Gel dipanaskan di dalam *furnace* (gambar 3.4) dengan menggunakan cawan *crucible*. Proses *drying* dilakukan pada temperatur 350°C selama 2 jam. Setelah dingin, spesimen dikeluarkan dari *furnace* kemudian digerus dengan menggunakan mortar dan pestle (gambar 3.3) agar gumpalan dapat menjadi halus seperti serbuk. Serbuk tersebut kemudian diuji SEM dan XRD agar dapat diketahui perubahan struktur kristal setelah proses stirring.

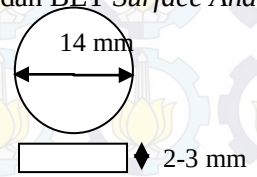
Gambar 3.4 *Mortar* dan *pestle*



Gambar 3.5 *Muffle furnace* (a) dan *Horizontal furnace* (b)

3.4 PROSES PEMBENTUKAN PELET TiO_2 DAN SINTERING

Proses pembuatan bulks sensor gas TiO_2 setelah drying adalah dengan cara kompaksi. Tujuan proses kompaksi adalah membentuk *green body* sesuai dengan bentuk cetakan yang diinginkan. Proses kompaksi menggunakan tekanan 20 MPa atau sama dengan 200 bar. Proses kompaksi dilakukan sebanyak tiga kali sehingga pelet yang terbentuk adalah 3 buah dari masing-masing spesimen. Pelet berbentuk padatan seperti kepingan uang logam dengan diameter 14 mm dan tebal 2-3 mm (gambar 3.5). Pelet hasil kompaksi digerus dengan mortar dan pestle untuk diuji karakterisasi XRD, SEM dan BET *Surface Analysis*.



Gambar 3.6 Ukuran pelet hasil proses kompaksi

Gambar 3.7 Mesin kompaksi hidrolik

Pelet hasil kompaksi mudah pecah karena tidak ada ikatan antar butir. Sehingga perlu dilakukan sintering agar mendapatkan energi untuk membentuk ikatan antar butir karena memberikan kesempatan butir berdifusi. Sintering dilakukan dengan meletakkan pelet pada cawan keramik dan memanaskannya di dalam furnace pada temperatur 700, 800, dan 900°C selama 1 jam. Setelah dingin, spesimen dikeluarkan dari furnace dan diuji karakterisasi SEM, XRD, dan BET *Surface Analysis*.

3.5 PENGUJIAN KARAKTERISASI

3.5.1 SEM (Scanning Electron Microscope)

SEM *(Scanning Electron Microscope)* adalah sebuah mikroskop elektron yang didesain untuk menganalisa permukaan dari objek solid secara langsung. SEM memiliki perbesaran 10 - 3000000x, *depth of field* 4 - 0,4 mm dan resolusi sebesar 1 – 10 nm. Kombinasi dari perbesaran yang tinggi, *depth of field* yang besar, resolusi yang baik, kemampuan untuk mengetahui komposisi dan informasi kristalografi membuat SEM banyak digunakan untuk keperluan penelitian dan industri.

Gambar 3.8 Mikroskop elektron

3.5.2 XRD (X-Ray Diffraction)

XRD (*X-Ray Diffraction*) merupakan instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi material kristalit maupun non-kristalit, contohnya adalah identifikasi struktur kristalit (kualitatif) dan fase (kuantitatif) dalam suatu bahan dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar X. Jadi identifikasi fase kristalin dengan cara menentukan parameter struktur kisi dan menentukan ukuran partikel.

Prinsip kerja XRD adalah berkas sinar pertama dan kedua memiliki lintasan sebesar (2d sin Θ) untuk sampai pada titik pengamatan. Agar terjadi inteferensi yang saling menguatkan maka beda liintasan yang bersangkuta haruslah merupakan kelipatan dari panjang gelombang sinar-x tersebut. Ini berarti:

$$2d \sin \Theta = n\lambda;\ n=1,2,\ldots \qquad \ldots\ldots\ldots(3.1)$$

persamaan tersebut di atas di sebut dengan hukum Bragg. Di mana **d** adalah jarak antar bidang yang sama, **Θ** adalah sudut difraksi, dan **λ** adalah panjang gelombang sinar-x yang digunakan.

Tabel 3.2. Informasi yang Terkandung Dalam Karakter Tinggi, Posisi Serta Lebar dan Bentuk Puncak Difraksi.

No.	Karakter	Informasi dari material	Informasi dari instrumen
1	Posisi puncak (2Θ)	• Fase kristal/identifikasi • Struktur kristal • Parameter kisi • Regangan seragam	• Kesalahan 2Θ • Ketidaktepatan penempatan sampel

2	Tinggi puncak (intensitas)	• Identifikasi • Komposisi • Hamburan tak koheren • Extinction • Preferred-orientation	
3	Lebar dan bentuk puncak	• Ukuran kristal (bukan partikel atau grain) • Distribusi ukuran	• Duplet radiasi • Divergensi aksial • Kedataran permukaan sampel

Gambar 3.9 Alat difraksi sinar-X

3.5.3 Brunauer Emmett Teller Analysis (BET *Analysis*)

Analisis BET bertujuan untuk menjelaskan adsorpsi fisik molekul gas pada permukaan yang solid, serta berfungsi sebagai dasar yang sangat penting untuk teknik analisis pengukuran luas dari material secara spesifik. Pada tahun 1938, Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmett, dan Edward Teller menerbitkan sebuah artikel tentang teori BET.

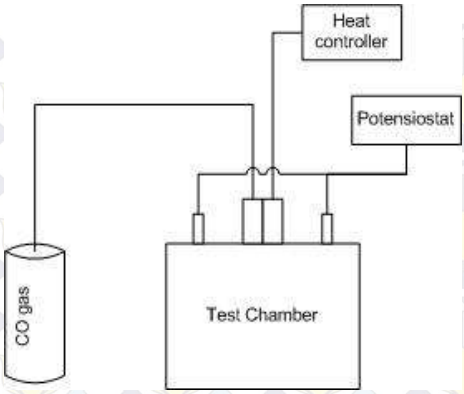
Luas permukaan dari sampel baik berupa bubuk atau padat dapat dihitung dari volume gas yang terserap ke permukaan.

Secara umum, padatan menyerap gas yang terikat secara perlahan karena efek dari gaya Van der Waals sehingga area permukaan pengukuran dapat dilihat dari banyaknya gas yang teradsorpsi. Adsorpsi terus terjadi sampai konsentrasi dalam fase gas setimbang. Metode data dari BET terdiri dari dua poin yaitu proses isotherm (adsorspsi) dan total luas permukaan BET (single/multi poin).

Gambar 3.10 Alat analisa BET

3.6 PENGUKURAN SENSITIVITAS

Spesimen hasil sintering yaitu dalam bentuk pellet, dilakukan uji pengukuran sensitivitas. Pengukuran sensitivitas dilakukan dengan memasukkan spesimen ke *test chamber*. Sebelum pengukuran dimulai, *test chamber* diisi dengan spesimen dan dipanaskan sampai temperatur 100℃ untuk mengukur resistansi udara (R_0). Setelahnya gas CO dimasukkan dengan variasi volume gas yaitu 5L, 12,5L, dan 25L ke dalam *test chamber*. *Test chamber* dengan temperatur 100ºC yang berisikan spesimen kemudian diukur resistansi setelah dipapar dengan gas CO (Rg). Rangkaian pengukuran sensitivitas dapat dilihat pada gambar 3.11.



Gambar 3.11. Sistem pengukuran sensitivitas

BAB IV
ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 SINTESA SOL-GEL TiO_2

Penelitian ini menggunakan metode sintesa sol-gel untuk membuat sensor gas CO dengan bahan utama keramik titanium dioksida. Variasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah derajat keasaman (pH) dan temperatur sintering yang bertujuan untuk menganalisa perubahan fase dan struktur mikro. Metode sol-gel ini diawali dengan pembentukan prekursor kemudian dilanjutkan dengan proses sol dan gelasi.

Penelitian ini menggunakan zat pelarut yang digunakan untuk melarutkan titanium dioksida. Zat pelarut tersebut adalah larutan asam sulfat (H_2SO_4) 98% yang kemudian diencerkan dengan menggunakan akuades sehingga terbentuk variasi pH 1, 3, dan 5. Komposisi zat terlarut dan zat pelarut yang didapatkan dari hasil percobaan yaitu 4 gram TiO_2 dan 24 mL H_2SO_4 sesuai dengan persamaan reaksi (4.1). Kemudian larutan didiamkan selama 4 hari dalam keadaan *glass beaker* tertutup rapat oleh aluminium *foil*. Pada tahap ini spesimen mengalami proses hidrolisis oleh air yang ditunjukkan oleh persamaan reaksi (4.2). Tahap selanjutnya adalah proses *stiring* dengan menggunakan *hot plate stirer* dengan kecepatan 700 RPM dan temperatur operasi 200^oC selama 2,5 jam. Selama proses *stiring* larutan tidak berubah warna (tetap berwarna putih). Akan tetapi alokasi waktu stiring selama 2,5 jam menyebabkan zat pelarut menguap (tidak seluruhnya) dan meninggalkan $Ti(SO_4)_2$ yang menggumpal.

$$TiO_2(s)+2H_2SO_{4(l)} \longrightarrow Ti(SO_4)_{2(s)}+2H_2O_{(l)} \quad \text{..... (4.1)}$$

$$TiO_2(s)+2H_2SO_{4(l)}+H_2O_{(l)} \longrightarrow Ti(SO_4)_{2(s)}+3H_2O_{(l)} \quad \text{.....(4.2)}$$

Proses hidrolisis pada persamaan (4.2) adalah proses di mana TiO_2 bereaksi dengan H_2O sehingga menghasilkan sol koloid. Tahap selanjutnya adalah proses *stiring*, pada proses ini terjadi

reaksi kondensasi dan menghasilkan gel berwarna putih. Reaksi kondensasi adalah terjadinya perpanjangan ikatan atau jaringan dan membentuk larutan yang homogen. Hasil dari reaksi kondensasi ini akan dihasilkan produk berupa penguapan zat pelarut dan pembentukan gel.

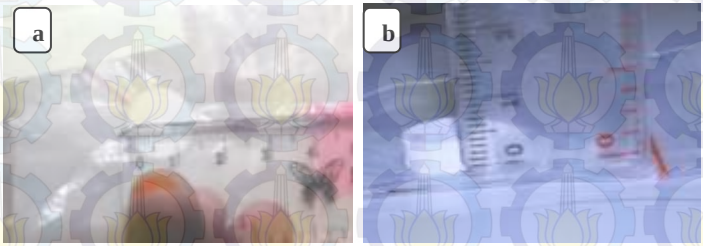
Setelah terbentuk gel, spesimen tetap belum dapat diuji karakterisasi. Sehingga kemudian dilakukan pencucian terhadap gel tersebut dengan menggunakan akuades. Metode pencuciannya adalah gel dimasukkan ke dalam 1000 mL akuades kemudian diaduk dengan hot plate stirer selama ±10-15 menit. Penggunaan *stirer* dimaksudkan untuk mempercepat proses penetralan gel agar dapat dipanaskan di dalam *furnace*. Berikut ditunjukkan reaksi yang terjadi

$$Ti(SO_4)_{2\,(s)} + 2H_2O_{(l)} \longrightarrow TiO_{2(s)} + H_2SO_{4(g)} + OH^-_{(g)} \text{ .... (4.3)}$$

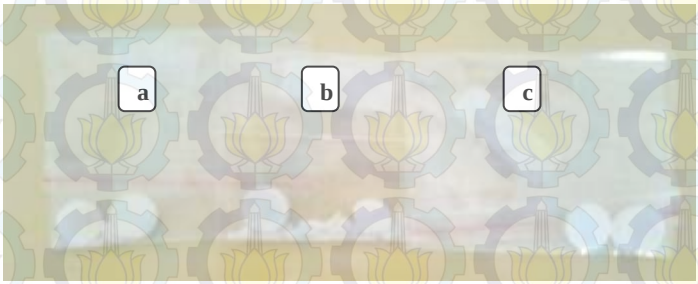
Setelah pH larutan mencapai netral (pH 7), kemudian dilakukan drying pada temperatur 350°C selama 1 jam untuk menghilangkan kandungan air sesuai dengan penelitian Choi, dkk (2006). Proses drying dilakukan selama 2 jam, material yang dihasilkan adalah serbuk yang kering dan berwarna putih. Serbuk memiliki sifat alami berupa aglomerasi, sehingga meskipun telah melalui proses pemanasan produk yang terbentuk cenderung menggumpal. Produk lalu digerus dengan mortar dan pestle untuk mendapatkan serbuk yang halus.

Setelah serbuk yang halus didapatkan kemudian serbuk dikompaksi dengan tekanan 200 bar dan waktu tahan 10 menit. Dikarenakan rekomendasi pada penelitian sebelumnya (Della, 2014) dilakukan *trial* penggunaan tekanan kompaksi 300 bar. Namun karena pada dasarnya material TiO_2 murni adalah material getas, pellet yang terbentuk selalu retak/pecah. Sehingga kemudian dilakukan pengulangan proses kompaksi dengan menggunakan tekanan 200 bar dan penambahan waktu tahan hingga mencapai 10 menit.

Pellet-pellet yang dihasilkan berdiameter 14 mm dan tebal 2-3 mm (Gambar 4.1). Akan tetapi, pelet ini masih tetap mudah retak/pecah. Tahap selanjutnya adalah proses sintering dengan 3 variasi pH yaitu 700ºC, 800ºC, 900ºC dan dengan waktu tahan 1 jam. Perlakuan sintering ini diharapkan dapat membentuk ikatan antar partikel yang lebih padat, tetapi tidak membuat pelet kehilangan porositas sepenuhnya mengingat aplikasinya sebagai sensor.

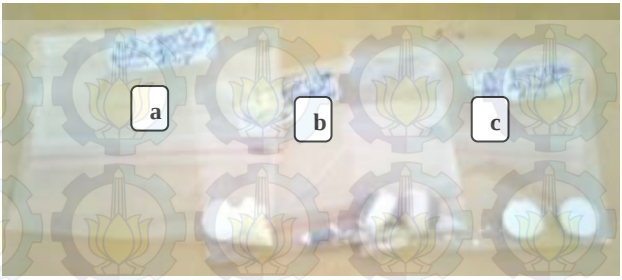


Gambar 4.1 Hasil pengukuran (a)diameter dan (b) ketebalan pellet TiO_2

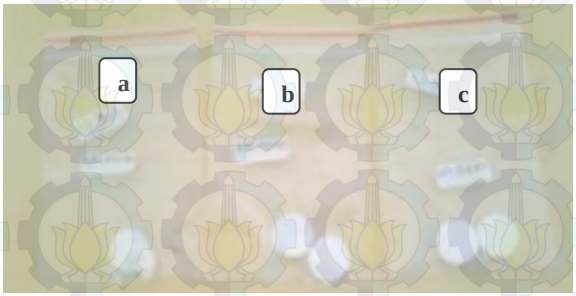


Gambar 4.2 Bentuk fisik pellet variasi pH TiO_2 hasil sintering dengan temperatur 700C yaitu (a) pH 1, (b) pH 3, (c) pH 5

Hasil kompaksi yang ditunjukkan oleh gambar 4.2 adalah bagian permukaan dan bawah pellet terbentuk secara sempurna sedangkan bagian tengahnya retak. Sehingga kepingan pellet yang dihasilkan tidak mencapai 2 mm.



Gambar 4.3 Bentuk fisik pellet variasi pH TiO_2 hasil sintering dengan temperatur 800C yaitu (a) pH 1, (b) pH 3, (c) pH 5



Gambar 4.4 Bentuk fisik pellet variasi pH TiO_2 hasil sintering dengan temperatur 900C yaitu (a) pH 1, (b) pH 3, (c) pH 5

4.2 HASIL PENGUJIAN

4.2.1 PENGUJIAN *X-Ray Diffraction* (XRD)

Titanium dioksida raw material direndam di dalam zat pelarut H_2SO_4. Namun sebelumnya zat pelarut diencerkan menjadi 3 variasi pH yaitu 1,3, dan 5. Kemudian proses stiring dengan kecepatan 700 RPM dengan temperatur 200ºC selama 2,5 jam dilakukan dan didapatkan hasil berupa gel berwarna putih. Gel hasil proses stiring ini tidak di uji XRD dikarenakan masih berbentuk solusi. Agar supaya fase yang terbentuk dapat teridentifikasi, solusi ini harus dipanaskan terlebih dahulu.

Pemanasan yang dilakukan adalah proses drying pada temperatur 350°C selama 2 jam yang betujuan untuk menghilangkan molekul zat pelarut dan molekul air yang masih tersisa di dalam spesimen.

Metode perhitungan hasil pengujian XRD dilakukan berdasarkan persamaan-persamaan berikut

$$B\ (\text{radian}) = \sqrt{fwhm^2 \propto - fwhm^2 Si} \quad \text{..... (4.5)}$$

$$B\ (\text{radian}) = 4\varepsilon \frac{\sin\theta}{\cos\theta} \quad \text{..... (4.6)}$$

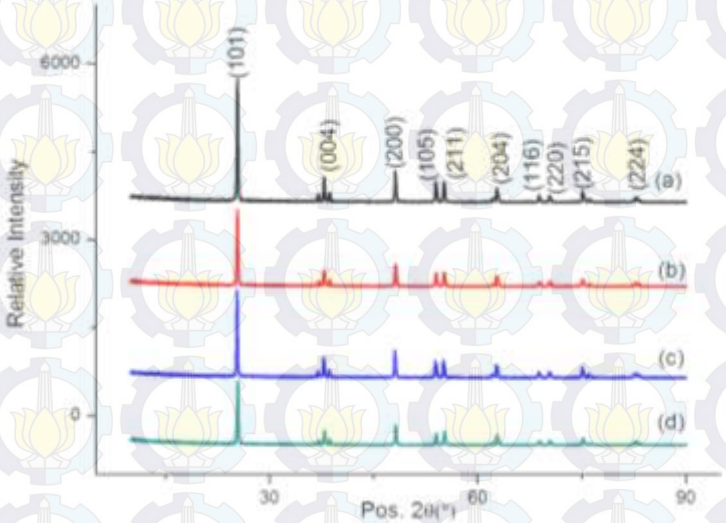
$$D\ (\text{Å}) = \frac{0{,}9\lambda}{B\cos\theta} \quad \text{..... (4.7)}$$

B adalah lebar setengah puncak (FWHM) dalam radian. D adalah crystal size dalam nm, λ adalah panjang gelombang yang digunakan dalam uji XRD yaitu 1,54056 Å, dan θ adalah posisi sudut terbentuknya puncak, serta ε nilai microstrain. Persamaan (4.7) adalah rumus Debye Scharrer untuk perhitungan ukuran kristal yang terbentuk pada sampel.

Metode *peak boardening* digunakan untuk menganalisa hasil pengujian XRD. Analisa yang dilakukan antara lain perubahan posisi 2 θ , FWHM, *crystal size*, dan *microstrain*. Untuk menganalisa FWHM dgunakan *software* Match! Ver. 2.2.2. dengan metode *profile fitting*. Standart dalam persamaan (4.5) menggunakan silikon sebagai material standart dan dilakukan *fit profile* dengan software yang sama, sehingga didapatkan nilai sebesar 0,000973 radian. Hasil perhitungan ditunjukkan oleh tabel 4.1, 4.2, dan 4.3.

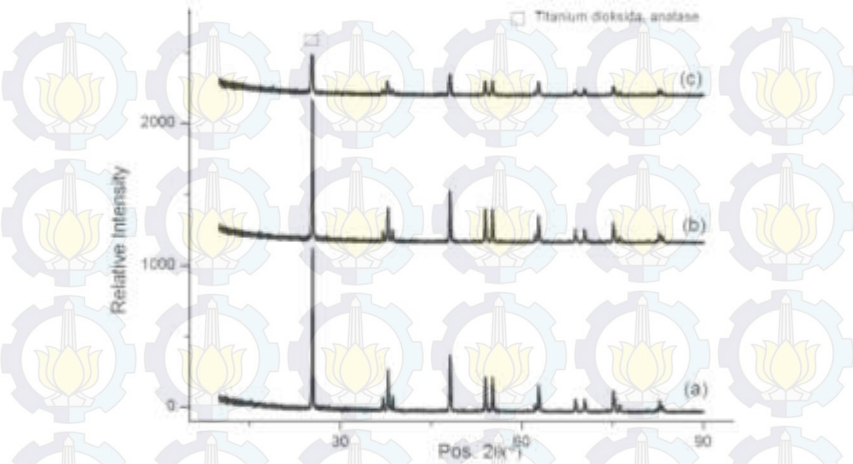
Hasil pengujian XRD titanium dioksida murni (raw material) pada Grafik 4.1 menyatakan bahwa spesimen memiliki fase tunggal anatase sesuai dengan nomor PDF 00-021-1272. Serta memiliki struktur kristal tetragonal dan rumus kimia titanium oksida (TiO_2). Hasil pengujian XRD pada Grafik 4.1 juga menunjukkan bahwa serbuk TiO_2 yang dilarutkan dengan pelarut

H_2SO_4 dengan pH yang bervariasi 1, 3, dan 5, memiliki fase tunggal anatase sesuai dengan nomor PDF 00-021-1272. Sehingga secara otomatis juga memiliki struktur kristal berbentuk tetragonal sama seperti titanium dioksida murni (raw material). Setelah dilakukan proses stiring (sol-gel) dan drying, serbuk TiO_2 yang dihasilkan sudah kering, namun masih terjadi agglomerasi.



Grafik 4.1 Hasil pengujian XRD serbuk TiO_2 (a) raw material, (b) pH 1, (c) pH 3, dan (d) pH 5

Serbuk TiO_2 kemudian dikompaksi dengan tekanan 200 bar dan holding time 10 menit. Hasilnya adalah pellet dengan diameter 14 mm dan tebal 2-3 mm. Kemudian pellet tersebut disinter dengan 3 variasi temperatur sintering yaitu 700ºC, 800ºC, dan 900ºC dengan holding time 1 jam. Tujuan dilakukan sintering adalah untuk membentuk ikatan antar butir agar lebih kuat, akan tetapi tidak menghilangkan seluruh porositas yang ada. Untuk menganalisa hasil proses sinter, dilakukan pengujian XRD. Grafik hasil pengujian XRD setelah sintering dapat dilihat pada Grafik 4.2, Grafik 4.3 dan Grafik 4.4.

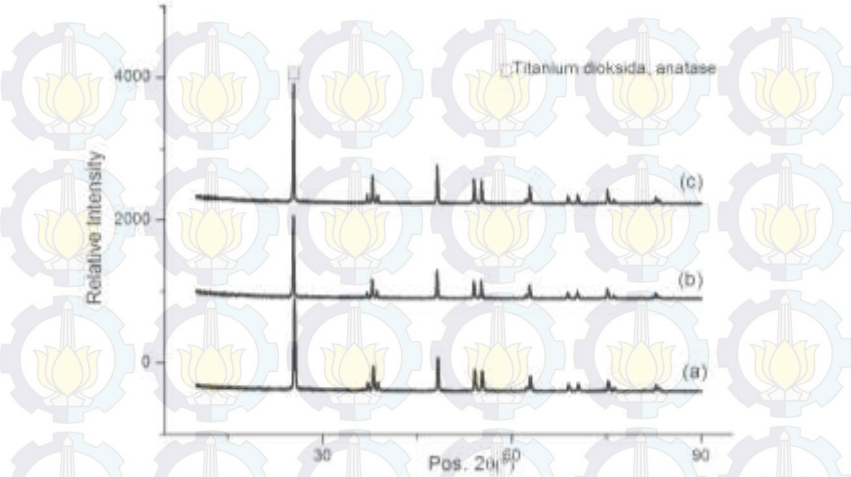


Grafik 4.2 Hasil pengujian XRD serbuk TiO_2 variasi pH 1 dengan variasi temperatur sintering (a) 700ºC, (b) 800ºC, dan (c) 900ºC

Tabel 4.1 Analisa hasil XRD TiO_2 variasi pH 1

Variasi	Fase	2Θ	FWHM	B (rad)	D (nm)	ε (10^{-3})
700ºC	anatase	25.45	0.159	0.00099	143.5237	1.096
800ºC	anatase	25.43	0.157	0.000962	147.7362	1.066
900ºC	anatase	25.26	0.244	0.001896	74.9438	2.115

Serbuk dengan variasi pH 1 dan temperatur sintering 700ºC memiliki fase tunggal anatase dengan struktur kristal tetragonal, rumus kimianya TiO_2 dengan nomor PDF 00-021-1272. Serbuk dengan variasi pH 1 dan temperatur sintering 800ºC memiliki fase tunggal anatase dengan struktur kristal tetragonal, rumus kimianya TiO_2 dengan nomor PDF 00-021-1272. Serbuk dengan variasi pH 1 dan temperatur sintering 900ºC memiliki fase tunggal anatase dengan struktur kristal tetragonal, rumus kimianya TiO_2 dengan nomor PDF 00-021-1272.

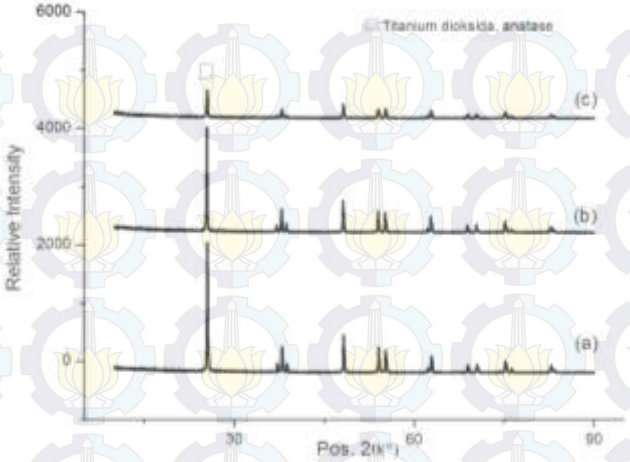


Grafik 4.3 Hasil pengujian XRD serbuk TiO_2 variasi pH 3 dengan variasi temperatur sintering(a) 700ºC, (b) 800ºC, dan (c) 900ºC

Tabel 4.2 Analisa hasil XRD TiO_2 variasi pH 3

Variasi	Fase	2Θ	FWHM	B (rad)	D (nm)	ε (10^{-3})
700ºC	anatase	25.48	0.259	0.002038	69.7450	2.253
800ºC	anatase	25.37	0.134	0.000644	220.7320	0.715
900ºC	anatase	25.29	0.167	0.001086	130.8367	1.210

Serbuk dengan variasi pH 3 dan temperatur sintering 700°C memiliki fase tunggal anatase dengan struktur kristal tetragonal, rumus kimianya TiO_2 dengan nomor PDF 00-021-1272. Serbuk dengan variasi pH 3 dan temperatur sintering 800°C memiliki fase tunggal anatase dengan struktur kristal tetragonal, rumus kimianya TiO_2 dengan nomor PDF 00-021-1272. Serbuk dengan variasi pH 3 dan temperatur sintering 900°C memiliki fase tunggal anatase dengan struktur kristal tetragonal, rumus kimianya TiO_2 dengan nomor PDF 00-021-1272.



Grafik 4.4 Hasil pengujian XRD serbuk TiO_2 variasi pH 5 dengan variasi temperatur sintering (a) 700ºC, (b) 800ºC, dan (c) 900ºC

Tabel 4.3 Analisa hasil XRD TiO_2 variasi pH 5

Variasi	Fase	2Ɵ	FWHM	B (rad)	D (nm)	ε (10^{-3})
700ºC	Anatase	25.5	0.137	0.000695	204.6455	0.768
800ºC	Anatase	25.42	0.143	0.000784	181.2602	0.869
900ºC	Anatase	25.44	0.201	0.001454	97.7404	1.610

Serbuk dengan variasi pH 5 dan temperatur sintering 700°C memiliki fase tunggal anatase dengan struktur kristal tetragonal, rumus kimianya TiO_2 dengan nomor PDF 00-021-1272. Serbuk dengan variasi pH 5 dan temperatur sintering 800°C memiliki fase tunggal anatase dengan struktur kristal tetragonal, rumus kimianya TiO_2 dengan nomor PDF 00-021-1272. Serbuk dengan variasi pH 5 dan temperatur sintering 900°C memiliki fase tunggal anatase dengan struktur kristal tetragonal, rumus kimianya TiO_2 dengan nomor PDF 00-021-1272.

Hasil pengujian XRD setelah sintering menunjukkan bahwa semua spesimen memiliki fase anatase dan memiliki struktur kristal tetragonal. Semua spesimen memiliki rumus kimia TiO_2. Untuk mengetahui bahwa struktur kristal dari serbuk TiO_2 setelah dipanaskan benar-benar berbentuk tetragonal sesuai dengan kartu PDF yang digunakan, maka dilakukan analisis parameter kisi yang menggunakan program *CellCalc* Ver. 1.51. Struktur kristal tetragonal memiliki parameter kisi $a=b$, $a\neq c$.

Tabel 4.4 Hasil perhitungan parameter kisi

	Variasi pH	Parameter kisi	
		a	***c***
Drying 350℃	1	3,78184	9,52231
	3	3,78639	9,51817
	5	3,78195	9,50482
Sintering 700℃	1	3,78240	9,51129
	3	3,76876	9,44465
	5	3,77209	9,48562
Sintering 800℃	1	3,78414	9,51551
	3	3,78170	9,51138
	5	3,78070	9,50810
Sintering 900℃	1	3,78218	9,33823
	3	3,78017	9,49715
	5	3,77809	9,49175

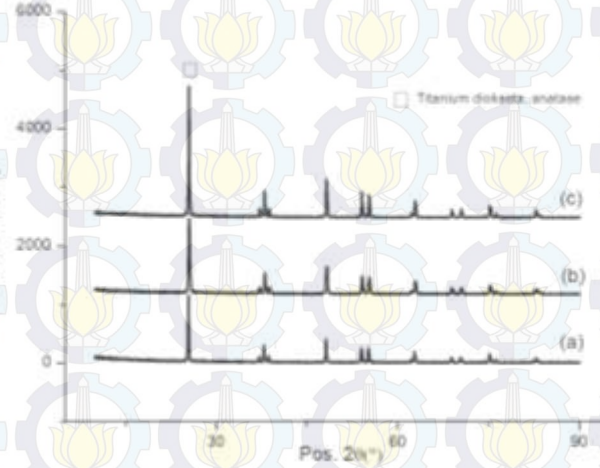
Keterangan: Sesuai dengan kartu PDF # 00-021-1272, $a=b$=3,785 dan c=9,513

Berdasarkan perhitungan parameter kisi yang ditunjukkan oleh Tabel 4.4 di atas, diketahui bahwa hampir semua spesimen memiliki besar $a=b$ yang sesuai dengan kartu PDF dengan nomor 00-021-1272 dengan selisih paling besar ±0,005. Sehingga dapat dikatakan bahwa spesimen-spesimen tersebut lebih pendek ±0,005 ke arah sumbu-x dan sumbu-y. Kecuali untuk spesimen dengan variasi pH 5 yang disinter dengan temperatur 700℃ dan

900C lebih pendek 0,01 pada sumbu-x dan sumbu-y nya karena nilai *a* dan *b* lebih kecil 0,01 dari acuan kartu PDF nomor 00-021-1272.

Sedangkan untuk besar parameter kisi *c* hanya spesimen dengan temperatur sintering 800C saja yang memenuhi standar dari kartu PDF nomor 00-021-1272. Semua spesimen hasil sintering dengan temperatur 700C dan 900Cmengalami pengecilan ukuran kristal tetragonal kecuali untuk spesimen dengan variasi pH 1 yang disintering dengan temperatur 700C. Sehingga dapat disimpulkan bahwa dari keseluruhan data hasil perhitungan paramater kisi, TiO_2 dengan variasi pH 3 yang disinter dengan temperatur 700C memiliki ukuran kristal paling kecil. Hal ini membuktikan bahwa perhitungan ukuran kristal (D) yang telah dilakukan adalah benar. Karena menurut perhitungan ukuran kristal, TiO_2 dengan variasi pH 3 yang disintering dengan temperatur 700C memiliki ukuran kristal paling kecil (Tabel 4.1).

- **Pengaruh Temperatur Sintering 700C pada variasi pH TiO_2**



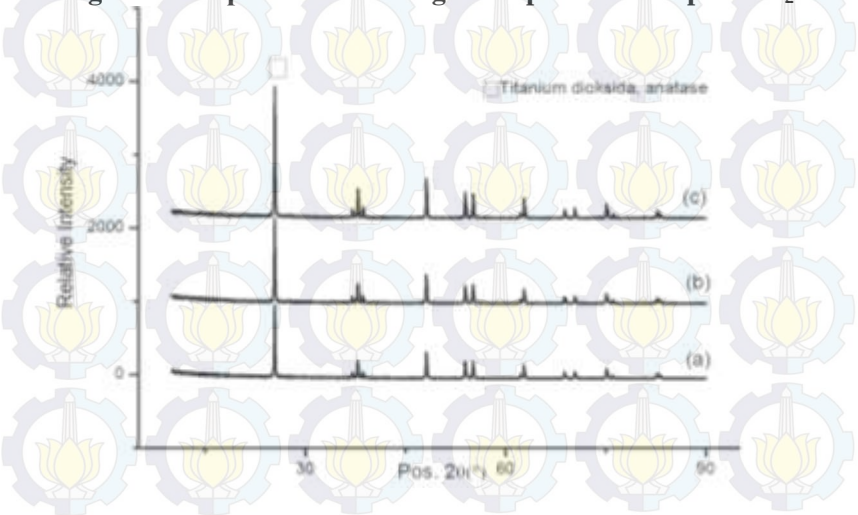
Grafik 4.5 Hasil pengujian XRD serbuk TiO_2 variasi temperatur sintering 700°C dengan variasi pH (a) 1, (b)3, dan (c) 5

Tabel 4.5 Analisa hasil XRD TiO_2 variasi temperatur sintering 700ºC

Variasi	Fase	2Θ	FWHM	B (rad)	D (nm)	ε (10^{-3})
pH 1	anatase	25.45	0.159	0.00099	143.7362	1.096
pH 3	anatase	25.48	0.259	0.00204	69.7450	2.253
pH 5	anatase	25.5	0.137	0.00069	204.6455	0.768

Pengaruh temperatur sintering pada ketiga variasi pH dapat dilihat pada Grafik 4.5, Grafik 4.6, dan Grafik 4.7. Proses sintering variasi 700ºC menimbulkan respon yang berbeda pada ketiga variasi pH. Tabel 4.5 menunjukkan, variasi pH 5 memiliki ukuran kristal yang besar. Nilai ukuran kristal yang besar juga dialami oleh TiO_2 variasi pH 1, namun tidak setinggi ukuran kristal pada variasi pH 5. Sedangkan TiO_2 variasi pH 3 mengalami hal sebaliknya, yaitu ukuran kristal yang dimiliki adalah yang paling kecil dari ketiga variasi pH.

- **Pengaruh Temperatur Sintering 800C pada variasi pH TiO_2**



Grafik 4.6 Hasil pengujian XRD serbuk TiO_2 variasi temperatur sintering 800ºC dengan variasi pH (a) 1, (b)3, dan (c) 5

Tabel 4.6 Analisa hasil XRD TiO_2 variasi temperatur sintering 800ºC

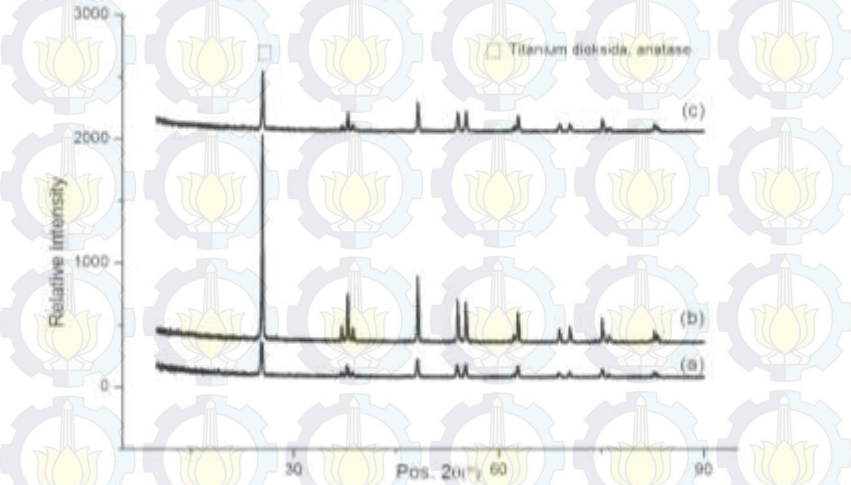
Variasi	Fase	2Ɵ	FWHM	B (rad)	D (nm)	ε (10^{-3})
pH 1	anatase	25.43	0.157	0.00096	147.7362	1.066
pH 3	anatase	25.37	0.134	0.00064	220.7320	0.715
pH 5	anatase	25.42	0.143	0.00078	181.2602	0.869

Ketika variasi temperatur sintering dinaikkan menjadi 800°C, terjadi penambahan ukuran kristal TiO_2. TiO_2 variasi pH 1 dan 3, mengalami penambahan ukuran kristal sedangkan variasi pH 5 mengalami kebalikannya yaitu ukuran kristal yang semakin kecil.

Adanya peningkatan ukuran kristal pada variasi temperatur sintering yang kedua ini mengindikasikan bahwa terjadi pertumbuhan butir dikarenakan energi yang diberikan semakin bertambah. Namun teori ini tidak sesuai pada variasi pH 5 dimana ukuran kristal yang dimiliki semakin berkurang, baik pada temperatur 800C maupun 900C.

Pengaruh variasi temperatur sintering 900°C, hasil pengujian XRD dan analisanya ditunjukkan oleh Grafik 4.7 dan Tabel 4.7. Respon yang ditunjukkan oleh ketiga variasi pH ketika dipanaskan dengan temperatur 900°C adalah penurunan ukuran kristal pada ketiga variasi pH tersebut. Apabila dibandingkan dengan penggunaan temperatur sintering 700°C dan 800°C, nilai ukuran kristal yang dicapai dengan menggunakan temperatur ini lebih optimal karena terbentuk kristal berukuran <140 nm.

- **Pengaruh Temperatur Sintering 900℃ pada variasi pH TiO_2**



Grafik 4.7 Hasil pengujian XRD serbuk TiO_2 variasi temperatur sintering 900°C dengan variasi pH pH (a) 1, (b)3, dan (c) 5

Tabel 4.7 Analisa hasil XRD TiO_2 variasi temperatur sintering 900°C

Variasi	Fase	2Θ	FWHM	B (rad)	D (nm)	ε (10^{-3})
pH 1	anatase	25.26	0.244	0.0019	74.9438	2.12
pH 3	anatase	25.29	0.167	0.00109	130.8367	1.21
pH 5	anatase	25.44	0.201	0.004004	97.7404	1.61

Proses sintering dalam penelitian ini tidak mengakibatkan terjadinya reduksi kation titanium seperti halnya pada penelitian Della (2014). Tidak semua spesimen mengalami peningkatan ukuran kristal seiring dengan peningkatan temperatur sintering. Berdasarkan hasil pengujian XRD, dapat disimpulkan bahwa pH yang semakin asam akan menghambat energi yang diberikan dari proses pemanasan yang cukup tinggi dalam tugas akhir ini, yaitu 900℃ sehingga menyebabkan butiran-butiran partikel tidak

mengalami pertumbuhan. Hasil ini sesuai dengan pernyataan Molea, dkk (2013) yang menyebutkan bahwa di lingkungan asam, ukuran kristal akan lebih kecil karena asam bertindak sebagai elektrolit dan mencegah pertumbuhan partikel.

4.2.2 PENGUJIAN BET *Surface Analysis*

Pengujian BET *surface analysis* ini dilakukan untuk mengetahui kereaktifan permukaan dari pellet hasil proses sintering. Setelah dilakukan sintering pellet kemudian digerus menjadi serbuk. Serbuk spesimen ini kemudian diuji tiga pengujian karakterisasi, salah satunya adalah BET *surface analysis*.

Pengujian BET dilakukan sampai ke bagian pori dari partikel serbuk. Ada lima buah serbuk spesimen yang diuji BET, hal ini ditentukan melalui perhitungan ukuran kristal dari hasil XRD. Kelima serbuk spesimen tersebut antara lain TiO_2 varisasi pH 1 variasi temperatur sintering 900ºC, TiO_2 variasi pH 5 variasi temperatur sintering 900ºC, TiO_2 variasi pH 3 variasi temperatur sintering 700ºC, 800ºC, dan 900ºC.

Tabel 4.8 Hasil pengujian BET serbuk TiO_2

Spesimen (pH;Tsinter)	Luas permukaan aktif SSA (m^2/g)	Ukuran pori Dv(r) nm
1;900	0,345	2,90
3;700	8,763	45,20
3;800	10,883	1,72
3;900	9,022	50,83
5;900	8,006	1,54

Dengan metode sol-gel, TiO_2 dengan pelarut H_2SO_4 dengan variasi pH 3 dengan temperatur sintering 700ºC memiliki luas permukaan aktif sebesar 8,763 m^2/g . Sedangkan TiO_2 variasi pH 3 yang disinter dengan temperatur 800ºC memiliki luas permukaan aktif sebesar 10,833 m^2/g. TiO_2 variasi pH 3 yang

disinter dengan temperatur 900ºC memiliki luas permukaan aktif sebesar 9,022 m^2/g. Sedangkan TiO_2 variasi pH 1 dan pH 5 yang menggunakan temperatur sintering 900ºC memiliki luas permukaan aktif sebesar 0,345 dan 8,006 (m^2/g). Pori yang teridentifikasi sebagai mikropori ditemukan pada serbuk TiO_2 pH 3;Tsinter 800ºC dan TiO_2 pH 5;Tsinter 900ºC. Sedangkan ketiga spesimen lainnya termasuk dalam mesopori (2-50 nm).

Berdasarkan kelima hasil uji BET tersebut diketahui bahwa semakin tinggi temperatur sintering akan menurunkan luas permukaan aktif material. Hal ini dikarenakan semakin banyak partikel yang berikatan pada temperatur yang lebih tinggi sehingga berakibat pada berkurangnya luas permukaan aktif. Namun dalam tugas akhir ini diketahui bahwa terdapat tiga spesimen yang memiliki luas permukaan aktif terbesar yaitu TiO_2 pH 3;Tsinter 800ºC, TiO_2 pH 3;Tsinter 900ºC, dan TiO_2 pH 3;Tsinter 700ºC. Luas permukaan aktif mempengaruhi nilai sensitivitas sensor TiO_2. Semakin besar luas permukaan aktif artinya semakin banyak luasan yang mampu mengabsorbsi molekul gas CO. Pori yang teridentifikasi adalah pori pada partikel serbuk TiO_2. Sehingga partikel TiO_2 dengan ukuran yang hampir sama besar belum pasti memiliki ukuran pori yang hampir sama juga. Berdasarkan hasil pengujian BET *surface analysis* didapatkan hasil bahwa TiO_2 pH 3;Tsinter 700ºC dan TiO_2 pH 3;Tsinter 900ºC memiliki ukuran pori rata-rata 45,20 nanometer dan 50,83 nanometer.

4.2.3 PENGUJIAN *Scanning Electron Microscope* (SEM)

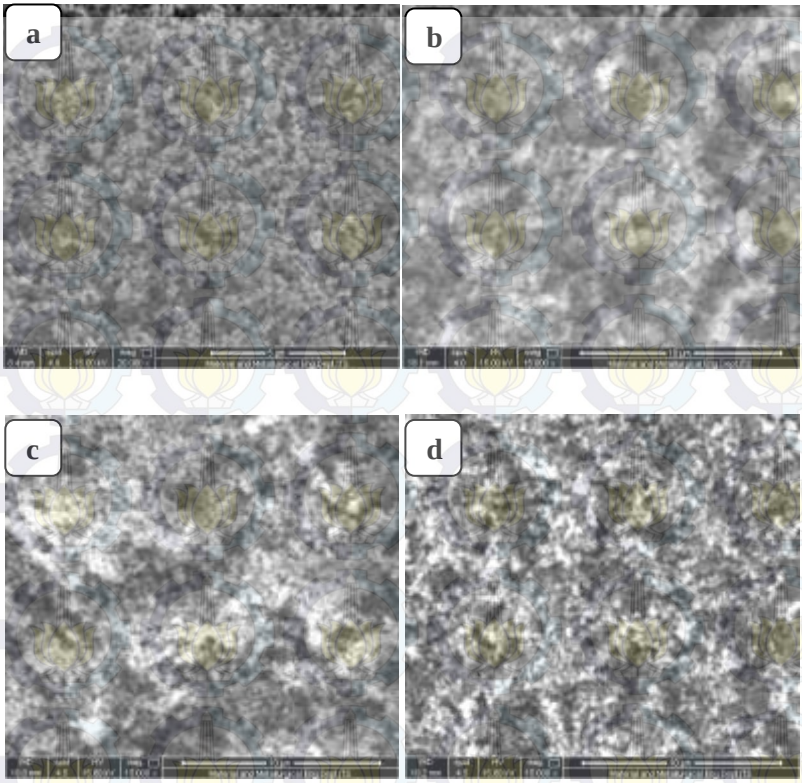
Tujuan dilakukan pengujian SEM adalah untuk mengetahui struktur mikro dari spesimen uji atau material uji. Pengujian SEM dapat juga digunakan untuk mengetahui ukuran partikel serbuk, porositas, bentuk partikel serbuk, dsb.

Pada tugas akhir ini bahan utama yang digunakan adalah titanium dioksida (TiO_2) yang bersifat semikonduktor. Secara fisik, serbuk titanium dioksida berwarna putih dan bersifat menggumpal (aglomerasi). Aglomerasi merupakan sifat alami TiO_2. Gambar 4.5(a) menunjukkan struktur mikro raw material TiO_2.

Zat pelarut yang digunakan adalah H_2SO_4 yang kemudian diencerkan dengan akuades sehingga menjadi 3 variasi pH yang terdiri atas 1, 3, dan 5. Serbuk TiO2 kemudian direndam di dalam zat pelarut H_2SO_4 selama ±4 hari. Kemudian dilakukan *stiring* dengan kecepatan 700 RPM dengan temperatur 200ºC selama 2,5 jam. Hasil proses *stiring* dicuci dengan menggunakan akuades sampai mencapai pH 7 dan setelahnya spesimen di *drying* pada temperatur 350ºC selama 1 jam.

Setelah proses *drying* dilakukan pengujian SEM pada ketiga variasi pH ini. Hasil pengujian ditunjukkan oleh gambar 4.5(b), 4.5(c), dan 4.5(d). Pada gambar tersebut terlihat bahwa terjadi pengurangan ukuran partikel ketika digunakan pelarut H_2SO_4 pH 1 dan mengalami peningkatan ukuran kristal ketika digunakan pelarut H_2SO_4 pH 1 dan pH 5.

Serbuk hasil proses *drying* kemudian dikompaksi dengan tekanan 200 bar dan *holding time* selama 10 menit, kemudian terbentuk pellet berukuran diameter 14 mm dan tebal 2-3 mm. Pellet ini kemudian disinter dengan 3 variasi temperatur *sintering* yaitu 700ºC, 800ºC, dan 900ºC dengan holding time 1 jam. Hasil pengujian SEM pellet TiO_2 ditunjukkan oleh gambar 4.5 sampai dengan gambar 4.7.

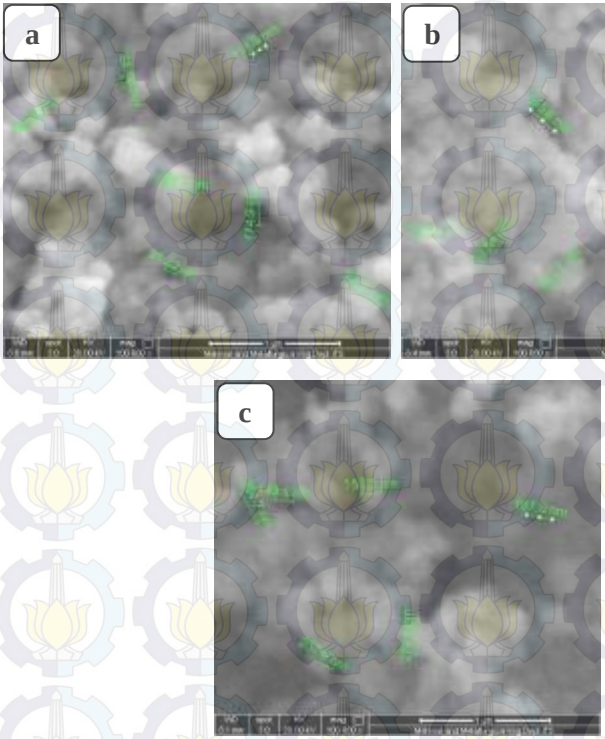


Gambar 4.5 Serbuk TiO_2 (a) *raw material* dan setelah *drying* (b) pH 1, (c) pH 3, (d) pH 5 perbesaran 15000x

Hasil pengujian SEM pada Gambar 4.5 (a) menunjukan bahwa TiO_2 *raw material* memiliki butiran-butiran halus yag berbentuk bulat (*spherical*). Struktur mikro yang dimiliki oleh ketiga variasi pH yang ditunjukkan oleh gambar 4.5(b) variasi pH 1, 4.5(c) variasi pH 3, dan 4.5(d) variasi pH 5 juga hampir sama. Selain itu distribusi partikel juga tampak tersebar dan penggumpalan (aglomerasi) yang berukuran cukup besar terlihat pada variasi pH 1 (gambar 4.5(b)) dan pH 3 (gambar 4.5(c)).

Setelahnya TiO_2 dengan variasi pH 1, pH 3, dan pH 5 diberi perlakuan pemanasan (*sintering*) dengan tiga temperatur berbeda yaitu 700ºC, 800ºC, dan 900ºC. Kemudian diidentifikasi struktur mikronya dengan menggunakan SEM. Tahapan *sintering* merupakan peristiwa penghilangan pori-pori antara partikel bahan, pada saat yang sama terjadi penyusutan komponen, dan diikuti oleh pertumbuhan grain serta peningkatan ikatan antar partikel yang berdekatan, sehingga menghasilkan bahan yang lebih mampat/kompak (Indiani, dkk., 2009). Struktur mikro TiO_2 yang ditunjukkan oleh Gambar 4.6 adalah variasi pH 1 yang dipanaskan dengan tiga temperatur berbeda. Ketiga variasi temperatur tersebut mampu mempertahankan bentuk partikel yang dimiliki oleh serbuk TiO_2. Penambahan ukuran butir terjadi pada TiO_2 pH 1 yang disinter dengan temperatur 700ºC (gambar 4.6(a)) dan temperatur sintering 800ºC (gambar 4.6(b)). Sebaliknya, ketika digunakan temperatur 900ºC (gambar 4.6(c)) terjadi fenomena berkurangnya ukuran butir.

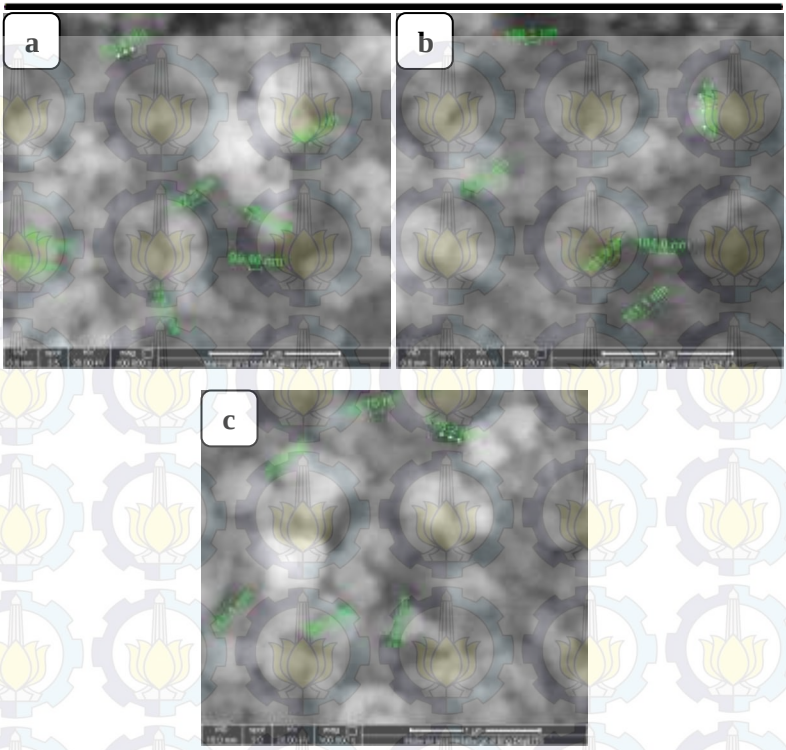
Bertambahnya ukuran partikel disebabkan oleh kenaikan variasi temperatur *sintering*. Sehingga dapat dikatakan bahwa TiO_2 variasi pH 1 dan dengan digunakan temperatur 900ºC sebagai temperatur tertinggi maka pH 1 bertindak sebagai elektrolit dan mencegah pertumbuhan butir dan/atau penggumpalan partikel (Molea, dkk., 2013).



Gambar 4.6 Hasil SEM serbuk TiO_2 variasi pH 1 dengan variasi temperatur sintering (a)700ºC, (b)800ºC, dan (c) 900ºC perbesaran 100000x

Tabel 4.9 Hasil pengukuran *grain size* SEM variasi pH 1

Temperatur *sintering* (ºC)	*Range* ukuran partikel (nm)
700	169,2 – 321,7
800	189,4 – 321,7
900	157,5 – 279,8



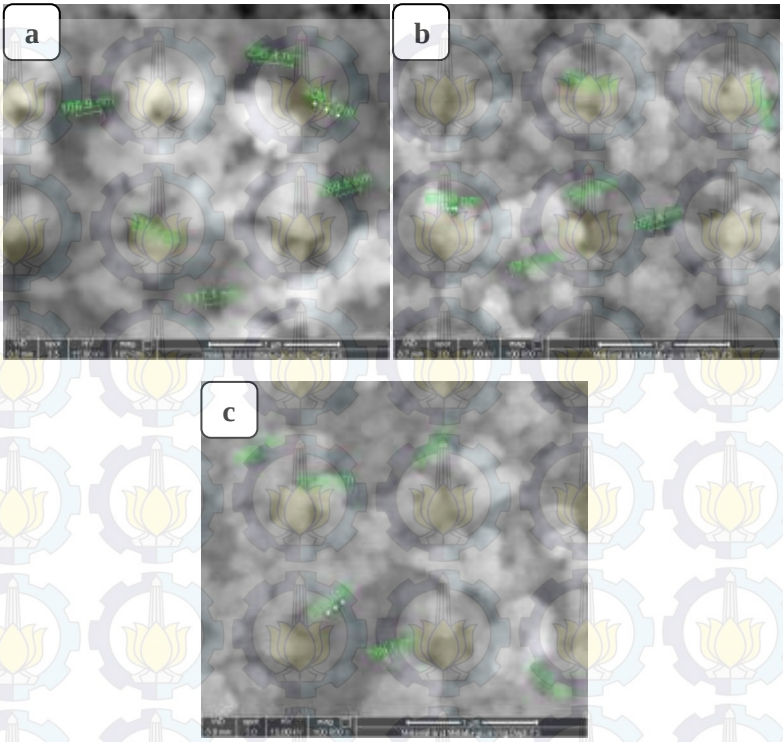
Hasil SEM serbuk TiO_2 variasi pH 3 dengan variasi temperatur sintering (a)700ºC, (b)800ºC, dan (c) 900ºC perbesaran 100000x

Tabel 4.10 Hasil pengukuran *grain size* SEM variasi pH 3

Temperatur *sintering* (ºC)	*Range* ukuran partikel (nm)
700	180,4 -258,0
800	184,0 – 267,0
900	249,5 – 336,2

Hasil SEM serbuk TiO_2 yang ditunjukkan oleh gambar 4.7 adalah variasi pH 3 yang juga dipanaskan dengan tiga variasi temperatur sintering yang berbeda. Pada ketiga variasi temperatur tersebut ukuran partikel TiO_2 pH 3 terus meningkat dengan bertambahnya temperatur *sintering*. Hasil ini bertentangan dengan pernyataan oleh Molea, dkk. (2013) bahwa derajat keasaman yang rendah dapat bertindak sebagai elektrolit dan mencegah pertumbuhan butir. Sehingga variasi pH 3 tidak dapat bertindak sebagai elektrolit untuk mencegah pertumbuhan butir pada partikel serbuk TiO_2. Apabila dibandingkan antara gambar 4.6 dan 4.7 dapat terlihat bahwa pada TiO_2 pH 3 jarak antar partikelnya lebih jauh daripada TiO_2 pH 1. Hasil ini menjelaskan bahwa penggunaan pH 1 menghasilkan sebaran partikel yang lebih baik.

Gambar 4.8 menunjukkan hasil SEM TiO_2 variasi pH 5 yang dipanaskan dengan tiga temperatur berbeda. Terlihat pada gambar bahwa struktur mikro partikel TiO_2 yang dihasilkan adalah bulat (*spherical*). Apabila dibandingkan dengan gambar 4.6 dan 4.7, ukuran butir yang dimiliki TiO_2 variasi pH 5 terlihat lebih kecil daripada TiO_2 variasi pH 1 dan pH 3. Serta berdasarkan data pengukuran ukuran partikel yang ditunjukkan oleh tabel 4.9, 4.10, dan 4.11 hanya TiO_2 variasi pH 5 yang mengalami penurunan tajam daripada kedua variasi pH sebelumnya. Hal ini menunjukkan bahwa TiO_2 variasi pH 5 tidak stabil ketika dipanaskan dengan temperatur yang cukup tinggi, karena partikel yang dihasilkan mengalami reduksi ukuran sampai 100 nm pada Tsinter 800ºC dan kenaikan ukuran 30 nm pada 900ºC .



Hasil SEM serbuk TiO_2 variasi pH 5 dengan variasi temperatur sintering (a)700ºC, (b)800ºC, dan (c) 900ºC perbesaran 100000x

Tabel 4.11 Hasil pengukuran *grain size* SEM variasi pH 5

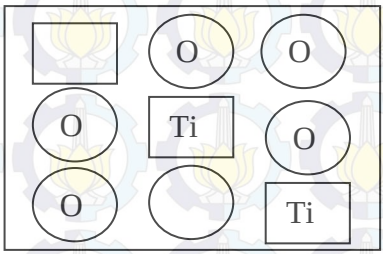
Temperatur *sintering* (ºC)	*Range* ukuran partikel (nm)
700	200,7 – 315,7
800	152,7 – 174,6
900	169,6 – 237,2

4.2.4 PENGUJIAN SENSITIVITAS

Pengujian sensitivitas dilakukan dengan menggunakan alat potensiostat. Spesimen dimasukkan ke dalam sebuah *chamber* yang telah disambungkan dengan selang dari regulator gas CO untuk mengatur masuknya gas CO ke dalam *chamber*. Potensiostat digunakan untuk mengetahui arus yang mengalir pada pellet dengan memberikan tegangan 1,5 volt. Penggunaan tegangan sebesar 1,5 volt dimaksudkan sebagai titik aman supaya elektron berpindah. Hal tersebut dikarenakan material semikonduktor TiO_2 yang berfase anatase memiliki *energy band gap* sebesar 3,2 eV. Apabila tegangan yang diberikan terlalu kecil maka elektron bebas akan kesulitan berpindah dari pita konduksi ke pita valensi.

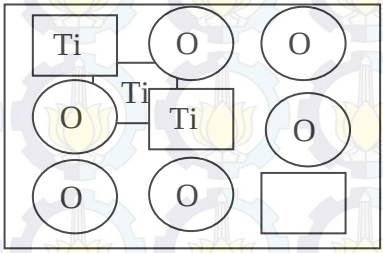
Mekanisme sensor gas hampir mendekati mekanisme suatu material semikonduktor. Pada tugas akhir ini digunakan material TiO_2 dalam bentuk serbuk tanpa ada penambahan senyawa lain (tidak menggunakan *doping*). Sehingga TiO_2 di penelitian ini termasuk sebagai material semikonduktor intrinsik. Semikonduktor intrinsik terbentuk ketika perlakuan panas yang diberikan mengganggu elektron pada kulit terluar sehingga elektron tersebut akan lepas. Karena elektron terlepas maka terjadi kekosongan (*hole*) dan sebagaimana partikel yang dapat menghantarkan listrik *hole* ini dapat berpindah serta dianggap sebagai partikel yang bermuatan positif. Perpindahan *hole* menyebabkan gerakan elektron yang berikatan. Berdasarkan hasil pengujian XRD, TiO_2 setelah di*sintering* dengan tiga variasi temperatur berbeda tidak mengalami perubahan fase, struktur kristal, maupun rumus kimia. Sehingga mekanisme perpindahan elektron yang mungkin terjadi adalah melalui *defect* yang terbentuk karena ukuran kristal yang kecil. Ada dua macam *defect* yang mungkin terjadi pada TiO_2 murni, yaitu Shotkky *defect* dan Frenkel *defect*. Shao, dkk. (2004) menjelaskan bahwa dengan berkurangnya ukuran kristal, akan banyak *defect* yang terbentuk di dalam material itu dalam hal ini adalah TiO_2.

- **Shotkky *defect***
  Vakansi/kehilangan 1 kation (Ti^{4+}) dan 1 anion (O^{2-})



  Null (*perfect crystal*) = $V_{Ti}^{''''} + V_{O}^{\cdot\cdot} + 2h$

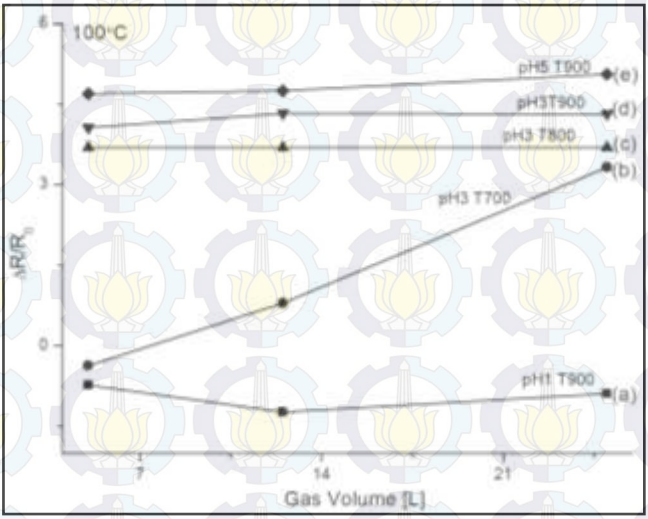
- **Frenkel *defect***
  Pindahnya kation (dislokasi) dan menyisipnya kation tersebut di tempat lain



  $M_{Ti}^{X} = V_{Ti}^{''''} + Ti_{i}^{\cdot\cdot}$

Tegangan sebesar 1,5 volt tersebut diberikan selama 60 detik sehingga dapat diketahui perubahan resistansi yang terjadi pada spesimen. Perubahan resistansi ini yang digunakan untuk menentukan nilai sensitivitas pellet TiO_2. Pengujian ini menggunakan temperatur operasi sensor 100ºC dan variasi volume gas CO yaitu 5 L, 12,5 L, dan 25 L. Sebelum terpapar gas CO, spesimen diukur terlebih dahulu resistansi awalnya. Kemudian mengukur resistansi setelah dipapar dengan gas CO 5 L, 12,5 L, dan 25 L. Nilai resistivitas sensor dapat dihitung

menggunakan persamaan (2.3). Hasil pengujian sensitivitas sensor ditunjukkan pada grafik 4.8.



Grafik 4.8 Hasil pengujian sensitivitas pada temperatur operasi 100°C dengan variasi volume gas CO

Tabel 4.12 Nilai sensitivitas ($\Delta R/R_0$) pada temperatur operasi 100°C dengan variasi volume gas CO

Spesimen (pH;Tsinter)	Variasi Volume Gas CO (L)		
	5	12,5	25
1; 900	-0,73499	-1,235573	-0,88988
3; 700	-0,09333	1,067737	3,598499
3; 800	-0,99832	-0,99832	-0,99832
3; 900	-1,1702678	-0,9057403	-0,9183835
5; 900	-1,11324	-1,06061	-0,75203

Sensitivitas material semikonduktor seharusnya semakin besar seiring dengan penambahan gas uji yang diberikan. Namun pengujian dari spesimen-spesimen di atas tersebut menunjukkan

ketidak sesuaian dengan teori yang ada. Kelima spesimen yang dipapar dengan gas CO sebanyak 5L memiliki nilai di bawah 0 (nol). Kenaikan nilai sensitivitas setiap penambahan gas CO dapat ditemukan pada pellet TiO_2 pH 3;T_{sinter} 700ºC dan TiO_2 pH 5;T_{sinter} 900ºC. Pellet TiO_2 pH 1;T_{sinter} 900ºC, nilai sensitivitasnya turun ketika dipapar gas CO sampai 12,5L dan kembali naik saat gas CO ditambah sampai 25L. Pellet TiO_2 pH 3;T_{sinter} 900ºC mengalami kebalikannya, nilai sensitivitasnya naik ketika dipapar gas CO 12,5L dan turun setelah gas CO ditambah sampai 25L.

Setelah dilakukan pengujian ini, dapat disimpulkan bahwa spesimen yang memiliki sensitivitas bagus ketika dipapar dengan gas CO adalah TiO_2 pH 3;Tsinter 900ºC. Spesimen tersebut memiliki ukuran pori sebesar 50,83 nm. Ini sesuai dengan teori mekanisme sensor gas yang menyebutkan bahwa semakin besar ukuran pori maka semakin banyak molekul gas CO yang diserap oleh permukaan material semikonduktor dan semakin cepat respon material semikonduktor tersebut dalam mendeteksi gas.

Penambahan gas CO pada *test chamber* yang berisi O_2 mengakibatkan tekanan parsial O_2 (P_{O_2}) berkurang. Hal inilah yang terjadi pada TiO_2 pH 3;Tsinter 900ºC, di dalam material TiO_2 yang merupakan semikonduktor jenis intrinsik terdapat vakansi kation (Ti^{4+}) dan vakansi anion (O^{2-}). Pada material TiO_2 pH 3;Tsinter 900ºC, ketika di*sinter* dengan temperatur yang tinggi akan menghasilkan banyak *defect* yang mana membuat material TiO_2 mengalami kehilangan kation maupun anion. Karena vakansi anion berbanding terbalik dengan tekanan parsial O_2 (P_{O_2}) maka dengan berkurangnya P_{O_2} vakansi/kehilangan anion O^{2-} akan bertambah. Vakansi anion juga berbanding lurus dengan temperatur. Sehingga dari hasil pengujian ini dapat disimpulkan bahwa TiO_2 pH 3 yang di*sinter* dengan temperatur 900ºC memiliki respon yang bagus setelah dipapar dengan gas CO karena penggunaan temperatur *sintering* yang tinggi menghasilkan banyak *defect*, dalam hal ini adalah vakansi anion yang berbanding lurus dengan temperatur *sintering*.

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB V
KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Beberapa kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah :

- Metode sol-gel pada material TiO_2 yang dilarutkan dengan H_2SO_4 dengan variasi pH 1, 3, dan 5 menghasilkan struktur mikro berbentuk bulat kecil (*spherical*) dan fase stabil anatase.
- Perlakuan *sintering* dengan variasi temperatur 700ºC, 800ºC, dan 900ºC menghasilkan fase stabil anatase.
- Metode sol-gel pada TiO_2 dengan variasi pH 3 dan temperatur sintering 900ºC memiliki respon yang baik pada aplikasinya sebagai sensor gas CO dengan pengujian sensitivitas pada temperatur 100ºC dan variasi volume gas CO 5L, 12,5L, dan 25L.

5.2 Saran

Adapun sedikit saran yang dapat dilakukan pada penelitian selanjutnya, yaitu:

- Membuat TiO_2 dengan *interconnected porous* untuk memaksimalkan aplikasinya sebagai sensor gas.
- Membuat *thin film* TiO_2 sebagai aplikasi untuk pendeteksi gas selain gas CO.

Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR PUSTAKA

Bama, Akhmad A. & Ramlan. 2011. "*Pengaruh Suhu dan Waktu Sintering Terhadap Sifat Bahan Porselen untuk Bahan Elektrolit Padat (Komponen Elektronik)*". **Jurnal Penelitian Sains** vol. 14, 3(B): 14305.

Fatimah, Is. 2009. "*Dispersi TiO_2 ke dalam SiO_2 Montmorillonit: Efek Jenis Prekursor*". **Jurnal Penelitian Saintek.** Vol. 14 No. 1 April 2009: 41-58.

Karunagaran, B., dkk. 2006. "*TiO2 thin film gas sensor for monitoring ammonia*". **Material Characterization** 58 (2007): 680-684.

Lin, H., Keng, C., and Tung, C. 1997. "*Gas-Sensing Properties of Nanocrystalline TiO_2*". **NanoStructured Materials** 9, 747-750.

Mather, G.C., dkk. 1999. "*Detection Mechanism of TiO_2-based Ceramic H_2 Sensors*". **Journal of the European Ceramic Society** 19: 887-891.

Mohammadi, M. R., dkk. 2007. "*Sensor Performance of Nanosctructured TiO_2 Thin Films Derived from Particulate Sol-Gel Route and Polymeric Fugitive Agents*". **Journal Sensor & Actuators.** B124 (2007) 78 83.

Molea, Anderia, dkk. 2013. "*Influence of pH on The Formulation of TiO_2 Nano-crystalline Powder with High Photocatalytic Activity*". **Powder Technology** vol. 253: 22-28.

Narendra D.W., Risky. 2012. "*Kapasitor Elektrokimia dari Material Tungsten Trioksida (WO_3) dengan Metode Sol Gel dan Proses Kalsinasi*". Surabaya: Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS.

Noorlaily, P., dkk. 2012. "*Studi Awal pada Sintesis Nikel Oksida Nanokristalin Menggunakan Ethylene Glycol: Pengaruh Temperatur*". **Prosiding Seminar Nasional 2012.** Bandung: Fisika (Institut Teknologi Bandung).

Nugroho, Eko Prasetio. 2011. "*Sintesis Nanopartikel Tungsten Trioksida (WO_3) Menggunakan Metode Sol Gel dan Post*

Hydrothermal". Surabaya: Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS.

Ratnasari, Della. 2014. "*Pengaruh Variasi Kecepatan Stiring & Temperatur Sintering Terhadap Perubahan Struktur Mikro & Fase Material Sensor Gas* TiO_2". Surabaya: Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, FTI-ITS.

Ruiz, Ana M., dkk. 2004. "*Microstructure Control of Thermally Stable* TiO_2 *Obtained by Hydrothermal Process for Gas Sensor*". **Journal Sensors & Actuators,** 103 (204) 312-2317.

Sayono, Tjipto Sujitno & Toto Trikasjono. 2007. "*Desposisi Lapisan Tipis ZnO:Al pada Substrat Alumina untuk Bahan Sensor Gas*". **Prosiding PPI-PDIPTN 2007.** Yogyakarta: Pustek Akselerator dan Proses Bahan – BATAN.

Tian, Wei-Cheng, dkk. 2013. "*Sensing Performance of Precisely Ordered* TiO_2 *Nanowire Gas Sensor Fabricated by Electron-Beam Lithiography*". **Journal Sensors.** http://www.mdpi.com/journal/sensors. 865-874.

Widodo, Slamet. 2010. "*Teknologi Sol Gel pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida untuk Aplikasi Sensor Gas*". **Seminar Rekayasa Kimia dan Proses 2010.** Bandung: PPET – LIPI.

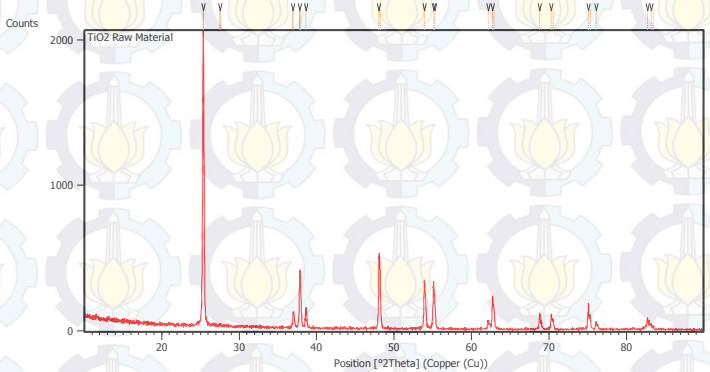
Yahya, Khaled Z. 2010. "*Characterization of Pure and Dopant* TiO_2 *Thin Films for Gas Sensors Application*". University of Technology, Departement of Applied Science.

Halaman ini sengaja dikosongkan

LAMPIRAN

A. Pengujian XRD

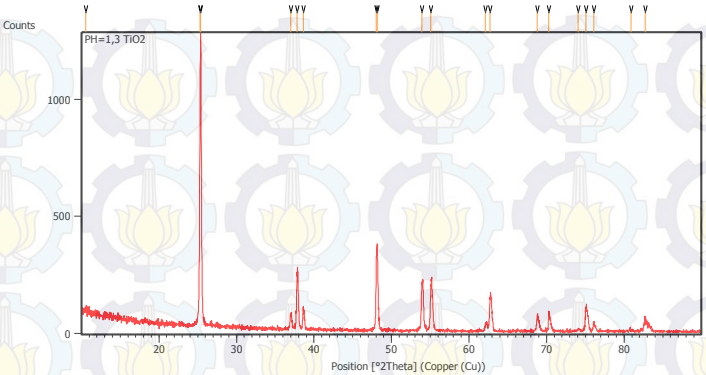
A.1 Raw material TiO_2



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.3572	2029.37	0.1506	3.51253	100.00
27.5309	16.52	0.2007	3.23995	0.81
36.9645	109.12	0.0669	2.43190	5.38
37.8382	376.95	0.1632	2.37576	18.57
37.9419	304.49	0.0816	2.37539	15.00
38.6474	121.20	0.2448	2.32786	5.97
48.0464	453.32	0.1428	1.89213	22.34
48.2202	352.23	0.1224	1.89040	17.36
53.9005	325.81	0.1224	1.69963	16.05
55.0929	284.29	0.1020	1.66563	14.01
55.2719	190.67	0.1224	1.66066	9.40
62.1432	56.60	0.1632	1.49251	2.79
62.7079	218.46	0.1224	1.48042	10.77
62.9134	139.21	0.1224	1.47975	6.86
68.7786	111.60	0.1020	1.36381	5.50
70.3008	99.43	0.1224	1.33796	4.90
70.5534	66.26	0.1224	1.33711	3.27
75.0986	179.15	0.1020	1.26394	8.83
75.3363	83.56	0.1224	1.26367	4.12
76.0839	54.47	0.1428	1.25000	2.68
82.7094	64.57	0.1224	1.16585	3.18
83.1922	37.06	0.1224	1.16031	1.83
83.4703	18.08	0.1632	1.16002	0.89

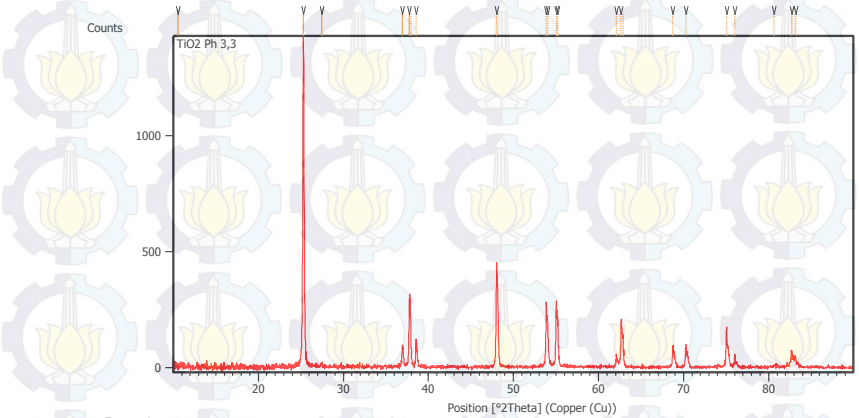
A.2 Serbuk TiO_2 variasi pH 1



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.5194	14.34	0.8029	8.40993	1.14
25.3025	1015.47	0.1020	3.51709	81.02
25.3889	1253.34	0.0836	3.50822	100.00
37.0289	63.08	0.2342	2.42781	5.03
37.7898	206.72	0.1004	2.38066	16.49
38.6307	87.98	0.2007	2.33075	7.02
48.0435	305.47	0.0816	1.89224	24.37
48.1526	341.42	0.0836	1.88977	27.24
53.9168	194.50	0.1338	1.70056	15.52
55.0600	166.92	0.0836	1.66793	13.32
62.1259	35.30	0.1338	1.49412	2.82
62.7257	146.95	0.1673	1.48127	11.72
68.7961	70.87	0.1673	1.36464	5.65
70.3007	78.68	0.1338	1.33907	6.28
74.0856	7.23	0.3346	1.27975	0.58
75.0622	99.31	0.2676	1.26551	7.92
76.0816	29.91	0.1673	1.25107	2.39
80.9103	5.65	0.5353	1.18815	0.45
82.7230	61.13	0.1338	1.16666	4.88

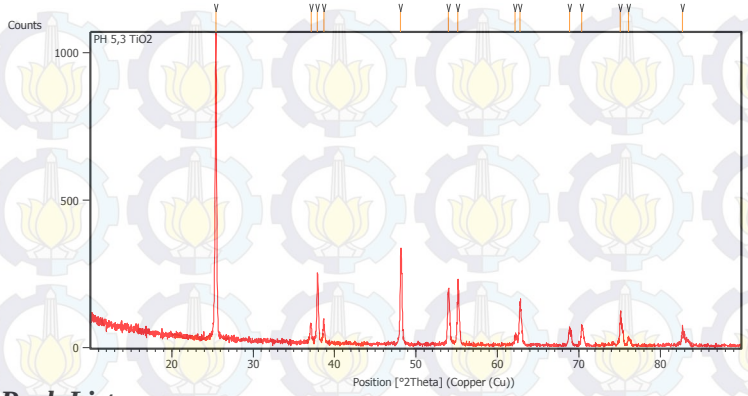
A.3 Serbuk TiO_2 variasi pH 3



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.5253	11.26	0.8029	8.40522	0.79
25.3073	1428.63	0.1506	3.51934	100.00
27.4462	12.03	0.2007	3.24975	0.84
36.9402	95.65	0.0836	2.43344	6.70
37.7713	290.55	0.1428	2.37981	20.34
37.9130	208.94	0.1020	2.37714	14.63
38.5429	112.73	0.0612	2.33393	7.89
48.0239	434.59	0.1224	1.89296	30.42
53.8634	275.63	0.0816	1.70071	19.29
54.0150	195.18	0.1224	1.69629	13.66
55.0339	270.32	0.0816	1.66727	18.92
55.2083	180.31	0.1224	1.66242	12.62
62.0820	45.52	0.1224	1.49384	3.19
62.6578	194.30	0.1428	1.48149	13.60
62.8757	122.16	0.1224	1.48054	8.55
68.7488	89.09	0.0816	1.36433	6.24
70.3057	99.51	0.1224	1.33788	6.97
75.0633	151.30	0.0816	1.26444	10.59
76.0256	41.09	0.1224	1.25081	2.88
80.6256	4.82	0.9792	1.19064	0.34
82.6990	69.99	0.1224	1.16597	4.90
83.1728	37.02	0.1224	1.16053	2.59

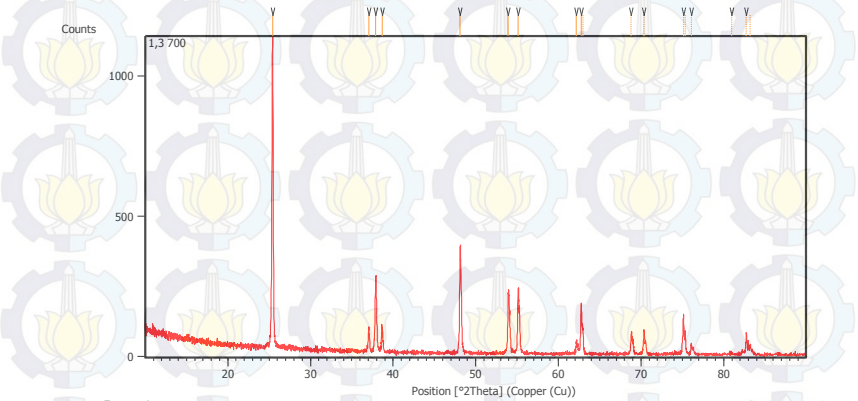
A.4 Serbuk TiO_2 variasi pH 5



Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.4413	1007.03	0.1673	3.50111	100.00
37.1092	62.01	0.1673	2.42274	6.16
37.8920	224.02	0.1506	2.37447	22.25
38.6632	82.58	0.0836	2.32887	8.20
48.1107	276.43	0.1506	1.89132	27.45
53.9722	179.12	0.2676	1.69894	17.79
55.1584	206.25	0.0836	1.66518	20.48
62.1839	29.59	0.1338	1.49287	2.94
62.7823	142.90	0.2007	1.48007	14.19
68.8691	60.40	0.2007	1.36337	6.00
70.3722	69.38	0.1673	1.33789	6.89
75.1050	104.22	0.1171	1.26489	10.35
76.1029	26.25	0.2676	1.25077	2.61
82.7425	53.35	0.1338	1.16643	5.30

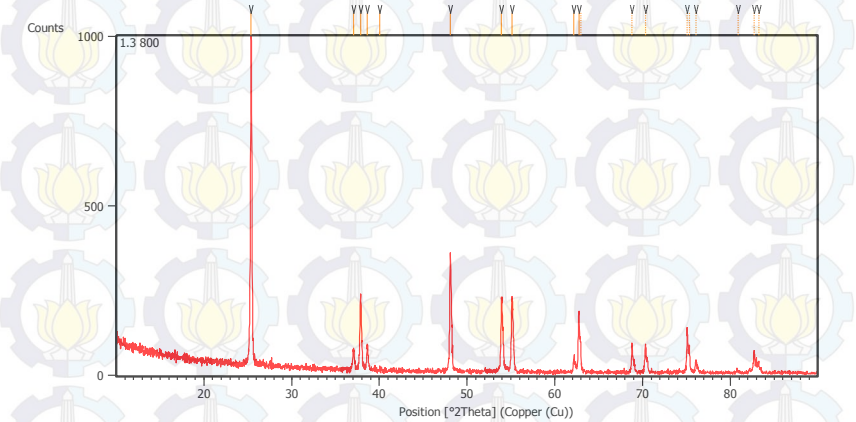
A.5 Serbuk TiO_2 variasi pH 1, variasi temperatur sintering 700°C



Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.4409	1063.38	0.1506	3.50116	100.00
37.0533	86.98	0.1171	2.42627	8.18
37.9011	266.67	0.1673	2.37393	25.08
38.6801	87.66	0.2007	2.32789	8.24
48.1251	380.26	0.1338	1.89079	35.76
53.9222	179.52	0.0836	1.70040	16.88
55.1382	227.88	0.1004	1.66574	21.43
62.1747	39.88	0.1004	1.49307	3.75
62.7493	167.36	0.1224	1.47955	15.74
62.9920	82.26	0.1020	1.47809	7.74
68.8198	73.79	0.1632	1.36310	6.94
70.3754	83.17	0.1632	1.33673	7.82
75.1214	127.57	0.1020	1.26361	12.00
75.3367	84.11	0.1020	1.26366	7.91
76.0907	38.15	0.1224	1.24991	3.59
80.9790	5.19	0.4896	1.18634	0.49
82.7525	79.20	0.1224	1.16535	7.45
83.2237	35.92	0.1224	1.16283	3.38

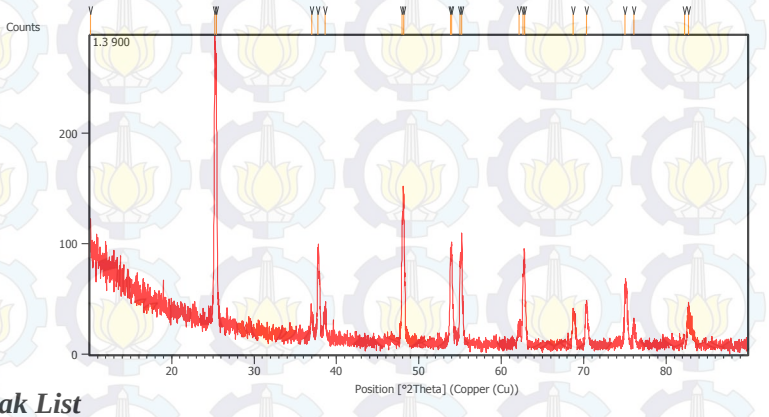
A.6 Serbuk TiO_2 variasi pH 1, variasi temperatur sintering 800°C



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.3914	969.78	0.1506	3.50788	100.00
37.0450	58.43	0.2007	2.42680	6.03
37.8652	222.34	0.1338	2.37609	22.93
38.6335	64.18	0.1171	2.33059	6.62
40.0700	14.52	0.0502	2.25029	1.50
48.0877	339.01	0.1004	1.89217	34.96
53.9084	191.11	0.1004	1.70080	19.71
55.1231	209.59	0.1004	1.66617	21.61
62.1581	33.24	0.1338	1.49343	3.43
62.7451	179.46	0.0816	1.47964	18.51
62.9578	76.09	0.1428	1.47881	7.85
68.7942	72.94	0.0816	1.36354	7.52
70.3387	79.17	0.1632	1.33734	8.16
75.0887	129.82	0.1020	1.26408	13.39
75.3453	70.73	0.1224	1.26354	7.29
76.0785	33.60	0.1632	1.25008	3.47
80.8994	6.30	0.4896	1.18730	0.65
82.7215	67.58	0.1428	1.16571	6.97
83.2754	26.43	0.4896	1.15936	2.73

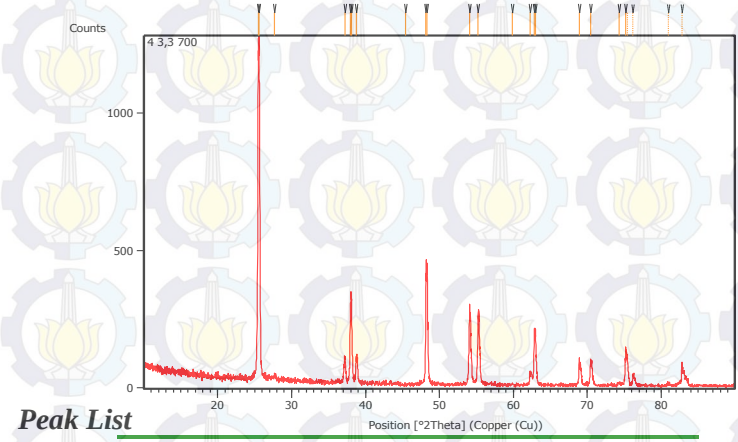
A.7 Serbuk TiO_2 variasi pH 1, variasi temperatur sintering 900°C



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.1480	29.42	0.2007	8.71685	12.54
25.2243	234.63	0.1171	3.53073	100.00
25.4615	189.76	0.1338	3.49837	80.88
36.9833	17.33	0.3346	2.43070	7.39
37.7493	79.20	0.2007	2.38312	33.75
38.6176	24.44	0.2676	2.33151	10.42
47.9615	95.48	0.1632	1.89528	40.69
48.1547	128.68	0.1673	1.88969	54.84
53.8178	74.88	0.1632	1.70204	31.91
53.9580	91.88	0.1171	1.69936	39.16
55.0022	70.07	0.1224	1.66816	29.86
55.2065	94.83	0.0816	1.66247	40.42
62.1598	14.74	0.2676	1.49339	6.28
62.6432	64.06	0.1632	1.48180	27.30
62.8223	79.01	0.1338	1.47923	33.68
68.7227	29.19	0.4015	1.36592	12.44
70.3319	35.75	0.3346	1.33856	15.24
75.0392	49.46	0.2007	1.26584	21.08
76.1096	14.29	0.3346	1.25068	6.09
82.2327	7.42	0.2448	1.17140	3.16
82.7283	30.12	0.2342	1.16660	12.84

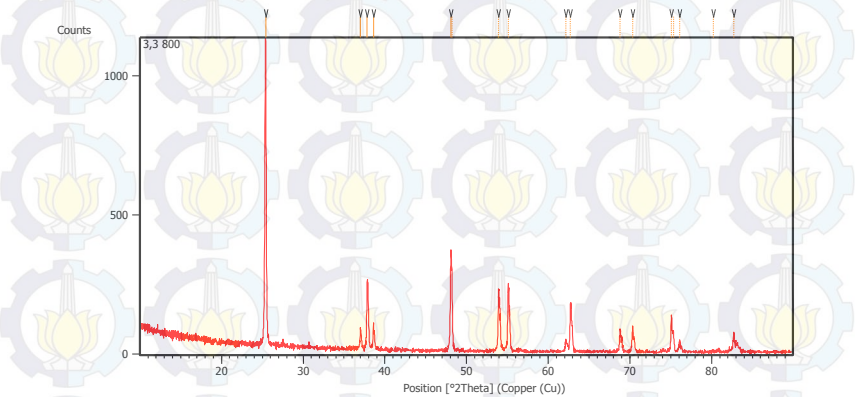
A.8 Serbuk TiO_2 variasi pH 3, variasi temperatur sintering 700°C



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.4728	1083.66	0.1004	3.49685	97.55
25.6275	1110.93	0.0836	3.47609	100.00
27.6906	12.13	0.4015	3.22162	1.09
37.2076	90.55	0.2676	2.41656	8.15
37.9323	234.62	0.1020	2.37008	21.12
38.1049	289.63	0.1171	2.36170	26.07
38.7346	86.15	0.2676	2.32474	7.75
45.3910	5.98	0.1673	1.99811	0.54
48.1720	348.48	0.1224	1.88749	31.37
48.3290	426.91	0.0669	1.88328	38.43
54.0582	280.22	0.1171	1.69644	25.22
55.2091	228.00	0.0836	1.66377	20.52
59.8723	4.03	0.3346	1.54486	0.36
62.2296	41.31	0.2007	1.49188	3.72
62.8278	194.88	0.1020	1.47789	17.54
62.9869	182.57	0.1338	1.47576	16.43
68.9128	100.64	0.0612	1.36148	9.06
70.4535	97.43	0.1004	1.33654	8.77
74.2640	9.53	0.2007	1.27712	0.86
75.1961	128.56	0.2040	1.26254	11.57
75.4445	101.00	0.1224	1.26213	9.09
76.1315	39.68	0.1020	1.24934	3.57
80.9675	6.19	0.4896	1.18648	0.56
82.7951	66.49	0.2040	1.16486	5.98

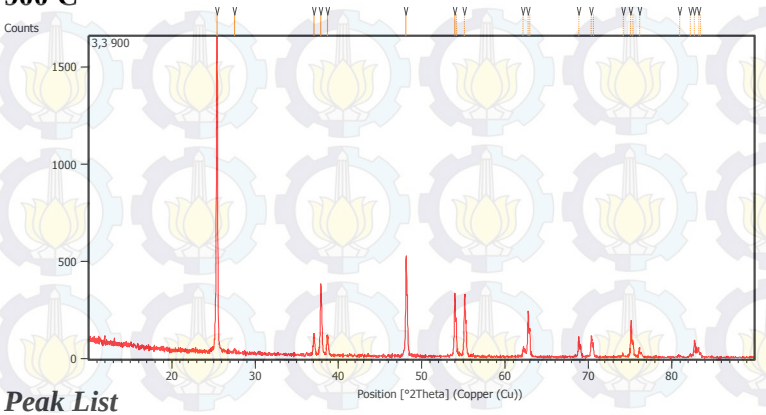
A.9 Serbuk TiO_2 variasi pH 3, variasi temperatur sintering 800°C



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.4051	1101.08	0.2007	3.50602	100.00
37.0317	72.28	0.1338	2.42764	6.56
37.8353	237.16	0.1171	2.37791	21.54
38.6095	97.39	0.0502	2.33198	8.85
48.0876	361.64	0.1224	1.89061	32.84
48.2185	274.06	0.1020	1.89047	24.89
53.9162	189.88	0.1224	1.69917	17.24
55.0932	197.88	0.1224	1.66562	17.97
62.1482	34.04	0.2040	1.49240	3.09
62.7197	166.73	0.1224	1.48017	15.14
68.8201	76.84	0.1632	1.36309	6.98
70.3494	89.61	0.1020	1.33716	8.14
75.0737	121.52	0.1632	1.26429	11.04
75.3224	70.43	0.1632	1.26387	6.40
76.0999	36.97	0.1224	1.24978	3.36
80.2132	3.21	0.2448	1.19572	0.29
82.7358	66.49	0.1632	1.16555	6.04

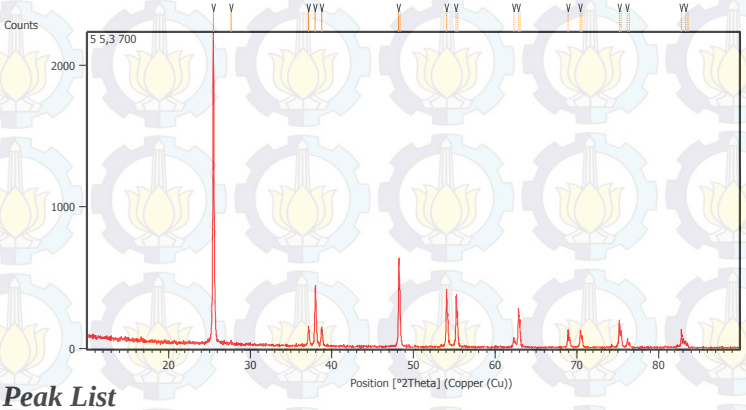
A.10 Serbuk TiO_2 variasi pH 3, variasi temperatur sintering 900°C



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.4106	1561.33	0.1506	3.50528	100.00
27.5536	21.79	0.1004	3.23733	1.40
37.0426	102.10	0.0836	2.42695	6.54
37.9082	368.08	0.1171	2.37350	23.57
38.6796	99.69	0.2007	2.32792	6.38
48.1230	496.12	0.1004	1.89086	31.78
53.9753	323.62	0.1020	1.69745	20.73
54.1614	164.38	0.1020	1.69626	10.53
55.1492	305.23	0.1224	1.66406	19.55
62.1871	44.23	0.2040	1.49157	2.83
62.7669	224.68	0.1428	1.47917	14.39
62.9822	143.93	0.1020	1.47830	9.22
68.8569	104.97	0.1428	1.36245	6.72
70.3563	109.89	0.1224	1.33704	7.04
70.5908	69.71	0.1020	1.33649	4.46
74.1965	9.62	0.3264	1.27706	0.62
75.1080	158.36	0.1632	1.26380	10.14
75.3801	78.51	0.1224	1.26305	5.03
76.1429	42.45	0.1428	1.24918	2.72
80.9409	6.24	0.4896	1.18680	0.40
82.2558	17.02	0.1224	1.17113	1.09
82.7364	88.65	0.0816	1.16554	5.68
83.2601	40.48	0.1020	1.15953	2.59
83.4826	21.94	0.1224	1.15988	1.41

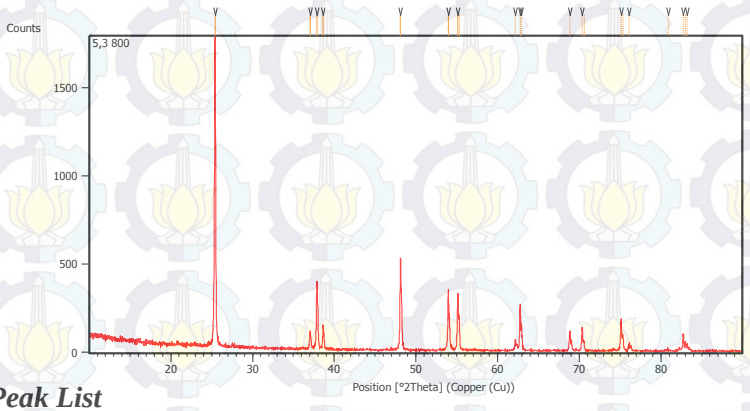
A.11 Serbuk TiO_2 variasi pH 5, variasi temperatur sintering 700°C



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.4867	2196.51	0.1338	3.49498	100.00
27.6489	17.56	0.2007	3.22638	0.80
37.1336	131.08	0.0836	2.42121	5.97
37.9699	409.50	0.1171	2.36978	18.64
38.7436	134.10	0.1004	2.32422	6.11
48.1906	554.97	0.1224	1.88681	25.27
48.3527	371.48	0.0612	1.88553	16.91
54.0502	395.38	0.0816	1.69527	18.00
55.2233	341.27	0.1224	1.66200	15.54
55.3849	241.30	0.0612	1.66166	10.99
62.2682	58.92	0.1632	1.48982	2.68
62.8452	265.75	0.1224	1.47752	12.10
63.0267	178.06	0.0816	1.47736	8.11
68.9329	118.18	0.1428	1.36114	5.38
70.4078	102.30	0.1632	1.33619	4.66
70.6361	84.87	0.0816	1.33574	3.86
75.1855	189.96	0.1224	1.26269	8.65
75.4272	120.69	0.0612	1.26237	5.49
76.1899	51.23	0.1632	1.24853	2.33
76.4264	29.15	0.1224	1.24834	1.33
82.8055	128.79	0.0816	1.16474	5.86
83.3352	42.82	0.1020	1.15868	1.95
83.5850	21.10	0.1224	1.15872	0.96

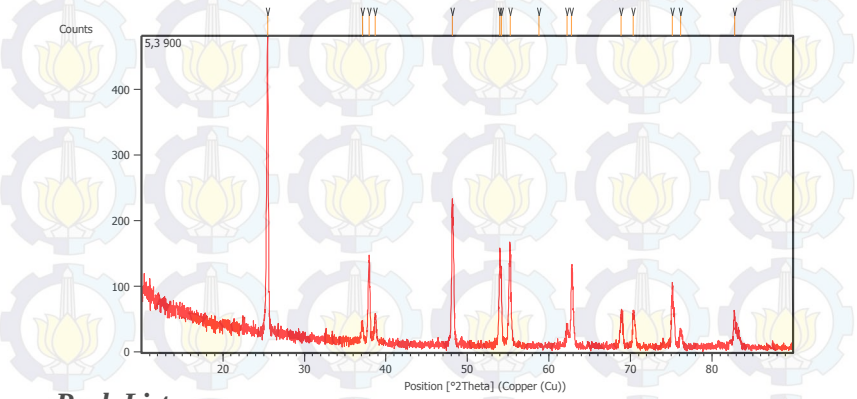
A.12 Serbuk TiO_2 variasi pH 5, variasi temperatur sintering 800°C



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.4084	1760.93	0.1506	3.50557	100.00
37.0508	95.76	0.0836	2.42643	5.44
37.8643	338.29	0.1171	2.37614	19.21
38.6556	138.11	0.0669	2.32931	7.84
48.1208	520.68	0.1171	1.89094	29.57
53.9674	342.03	0.1004	1.69908	19.42
55.1348	318.84	0.1020	1.66446	18.11
55.3036	189.30	0.1224	1.66390	10.75
62.1699	54.29	0.1224	1.49194	3.08
62.7400	241.90	0.1020	1.47974	13.74
62.9315	155.44	0.1224	1.47570	8.83
68.8614	112.50	0.1428	1.36237	6.39
70.3630	130.08	0.1020	1.33693	7.39
70.5939	56.32	0.1224	1.33644	3.20
75.1254	177.87	0.1224	1.26355	10.10
75.3643	85.11	0.1020	1.26327	4.83
76.1212	40.09	0.1428	1.24948	2.28
80.9173	6.93	0.4896	1.18709	0.39
82.7517	96.26	0.1428	1.16536	5.47
82.9916	52.61	0.1224	1.16549	2.99
83.2213	39.08	0.1224	1.15998	2.22

A.13 Serbuk TiO_2 variasi pH 5, variasi temperatur sintering 900°C

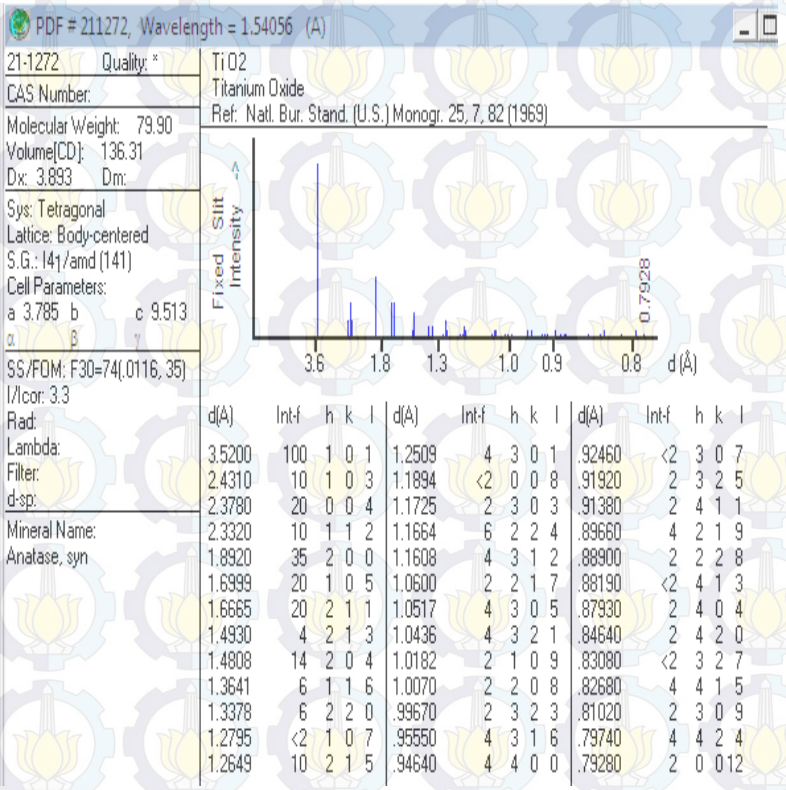


Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.4850	454.22	0.1338	3.49520	100.00
37.1469	28.93	0.2342	2.42037	6.37
37.9663	132.13	0.0836	2.37000	29.09
38.7154	39.27	0.2342	2.32585	8.65
48.1276	202.20	0.0669	1.89069	44.52
53.9891	146.24	0.1020	1.69705	32.20
54.1651	99.63	0.1004	1.69335	21.93
55.2465	137.49	0.2342	1.66274	30.27
58.7584	3.50	0.4015	1.57146	0.77
62.2552	24.22	0.2007	1.49133	5.33
62.8011	118.37	0.2676	1.47967	26.06
68.8365	42.94	0.1673	1.36394	9.45
70.3748	53.71	0.2007	1.33785	11.83
75.1241	87.09	0.2007	1.26462	19.17
76.1466	25.45	0.4015	1.25016	5.60
82.8215	45.69	0.1338	1.16552	10.06

B. Kartu JCPDF

B.1 PDF #00-021-1272, TiO_2 Anatase, syn.



PDF # 211272, Wavelength = 1.54056 (A)

21-1272 Quality: *

CAS Number:

Molecular Weight: 79.90
Volume[CD]: 136.31
Dx: 3.893 Dm:

Sys: Tetragonal
Lattice: Body-centered
S.G.: I41/amd (141)
Cell Parameters:
a 3.785 b c 9.513
α β γ

SS/FOM: F30=74(.0116, 35)
I/Icor: 3.3
Rad:
Lambda:
Filter:
d-sp:

Mineral Name:
Anatase, syn

TiO2
Titanium Oxide
Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 7, 82 (1969)

Fixed Slit Intensity

3.6 1.8 1.3 1.0 0.9 0.8 d (Å)

0.7928

d(A)	Int-f	h	k	l	d(A)	Int-f	h	k	l	d(A)	Int-f	h	k	l
3.5200	100	1	0	1	1.2509	4	3	0	1	.92460	<2	3	0	7
2.4310	10	1	0	3	1.1894	<2	0	0	8	.91920	2	3	2	5
2.3780	20	0	0	4	1.1725	2	3	0	3	.91380	2	4	1	1
2.3320	10	1	1	2	1.1664	6	2	2	4	.89660	4	2	1	9
1.8920	35	2	0	0	1.1608	4	3	1	2	.88900	2	2	2	8
1.6999	20	1	0	5	1.0600	2	2	1	7	.88190	<2	4	1	3
1.6665	20	2	1	1	1.0517	4	3	0	5	.87930	2	4	0	4
1.4930	4	2	1	3	1.0436	4	3	2	1	.84640	2	4	2	0
1.4808	14	2	0	4	1.0182	2	1	0	9	.83080	<2	3	2	7
1.3641	6	1	1	6	1.0070	2	2	0	8	.82680	4	4	1	5
1.3378	6	2	2	0	.99670	2	3	2	3	.81020	2	3	0	9
1.2795	<2	1	0	7	.95550	4	3	1	6	.79740	4	4	2	4
1.2649	10	2	1	5	.94640	4	4	0	0	.79280	2	0	0	12

C. Pengujian Peak Boardening

C.1 Data hasil uji fitting profile

Spesimen	2Θ	FWHM
Raw material TiO_2	25,25	0,168
Serbuk TiO_2 pH 1	25,42	0,2
Serbuk TiO_2 pH 3	25,24	0,152
Serbuk TiO_2 pH 5	25,28	0,186
Serbuk TiO_2 pH 1, sintering 700^{o}C	25,45	0,159

Serbuk TiO_2 pH 1, sintering 800°C	25,43	0,157
Serbuk TiO_2 pH 1, sintering 900°C	25,26	0,244
Serbuk TiO_2 pH 3, sintering 700°C	25,48	0,259
Serbuk TiO_2 pH 3, sintering 800°C	25,37	0,134
Serbuk TiO_2 pH 3, sintering 900°C	25,29	0,167
Serbuk TiO_2 pH 5, sintering 700°C	25,5	0,137
Serbuk TiO_2 pH 5, sintering 800°C	25,42	0,143
Serbuk TiO_2 pH 5, sintering 900°C	25,44	0,201

C.2 Perhitungan Peak Boardening (micro strain & crystal size)

a. Raw material TiO_2

B $= \sqrt{fwhm^2 \propto - fwhm^2 Si}$

$= \sqrt{((\frac{0,168}{2})deg)^2 - ((\frac{0,112}{2})deg)^2}$

$= \sqrt{(0,00147rad)^2 - (0,00097rad)^2}$

= 0,0011 radian

Micro strain

B $= 4\varepsilon \frac{sin\theta}{cos\theta}$

$\varepsilon = \frac{B\ cos\theta}{4\ sin\theta}$

$= \frac{0,0011 \cos 12,63}{4\ sin\ 12,63}$

= 1,228 x 10^{-3}

Cos 12,63 = 0,9758
Sin 12,63 = 0,2187

Crystal size

D $= \frac{0,9\lambda}{B cos\theta}$

$= \frac{0,9(1,54x\ 10-10)}{(0,0011)cos12,63}$

= 1,291 x 10^{-7} Å

= 129 nm

b. Serbuk TiO_2 variasi pH 1

B $= \sqrt{fwhm^2 \propto - fwhm^2 Si}$

$= \sqrt{((\frac{0,2}{2})deg)^2 - ((\frac{0,112}{2})deg)^2}$

$= \sqrt{(0,00175rad)^2 - (0,00097rad)^2}$

= 0,00145 radian

Micro strain

B $= 4\varepsilon \frac{sin\theta}{cos\theta}$

$\varepsilon = \frac{B\ cos\theta}{4\ sin\theta}$

$= \frac{0,00145 \cos\ 12,71}{4\ sin\ 12,71}$

= 1,609 x 10^{-3}

Cos 12,71 = 0,9755
Sin 12,71 = 0,2200

Crystal size

D $= \frac{0,9\lambda}{Bcos\theta}$

$= \frac{0,9(1,54x\ 10-10)}{(0,00145)cos\ 12,71}$

= 9,788 x 10^{-8} Å

= 97,88 nm

c. Serbuk TiO_2 variasi pH 3

B $= \sqrt{fwhm^2 \propto - fwhm^2 Si}$

$= \sqrt{((\frac{0,152}{2})deg)^2 - ((\frac{0,112}{2})deg)^2}$

$= \sqrt{(0,00133rad)^2 - (0,00097rad)^2}$

= 0,00091 radian

Micro strain

B $= 4\varepsilon \frac{sin\theta}{cos\theta}$

$\varepsilon = \frac{B\ cos\theta}{4\ sin\theta}$

$= \frac{0,00091 \cos 12,62}{4 \sin\ 12,62}$

Cos 12,62 = 0,9758
Sin 12,62 = 0,2185

$= 1{,}01 \times 10^{-3}$

Crystal size

$$D = \frac{0{,}9\lambda}{B\cos\theta}$$

$$= \frac{0{,}9(1{,}54 \times 10{-}10)}{(0{,}00091)\cos 12{,}62}$$

$= 1{,}569 \times 10^{-7}$ Å

$= 156{,}9$ nm

d. Serbuk TiO_2 variasi pH 5

$$B = \sqrt{fwhm^2 \propto - fwhm^2 Si}$$

$$= \sqrt{((\frac{0{,}1859}{2})deg)^2 - ((\frac{0{,}112}{2})deg)^2}$$

$$= \sqrt{(0{,}001622rad)^2 - (0{,}00097rad)^2}$$

$= 0{,}001298$ radian

Micro strain

$$B = 4\varepsilon \frac{\sin\theta}{\cos\theta}$$

$$\varepsilon = \frac{B\cos\theta}{4\sin\theta}$$

$$= \frac{0{,}001298 \cos 12{,}64}{4 \sin 12{,}64}$$

$= 1{,}447 \times 10^{-3}$

Cos 12,64 = 0,9758
Sin 12,64 = 0,2188

Crystal size

$$D = \frac{0{,}9\lambda}{B\cos\theta}$$

$$= \frac{0{,}9(1{,}54 \times 10{-}10)}{(0{,}001298)\cos 12{,}64}$$

$= 1{,}0946 \times 10^{-7}$ Å

$= 109{,}46$ nm

e. Serbuk TiO_2 variasi pH 1, variasi temperatur sintering 700°C

$$B = \sqrt{fwhm^2 \propto - fwhm^2 Si}$$

$= \sqrt{((\frac{0,1591}{2})deg)^2 - ((\frac{0,112}{2})deg)^2}$

$= \sqrt{(0,001388rad)^2 - (0,00097rad)^2}$

= 0,00099 radian

Micro strain

$B = 4\varepsilon \frac{sin\theta}{cos\theta}$

$\varepsilon = \frac{B\, cos\theta}{4\, sin\theta}$

$= \frac{0,00099 \cos 12,73}{4\, sin\ 12,73}$

= 1,096 x 10^{-3}

Cos 12,73 = 0,9754
Sin 12,73 = 0,2204

Crystal size

$D = \frac{0,9\lambda}{B cos\theta}$

$= \frac{0,9(1,54x\ 10-10)}{(0,00099)cos\ 12,73}$

= 1,435 x 10^{-7} Å

= 143,5 nm

f. Serbuk TiO_2 variasi pH 1, variasi temperatur sintering 800°C

$B = \sqrt{fwhm^2 \propto - fwhm^2 Si}$

$= \sqrt{((\frac{0,1568}{2})deg)^2 - ((\frac{0,112}{2})deg)^2}$

$= \sqrt{(0,001368rad)^2 - (0,00097rad)^2}$

= 0,000962 radian

Micro strain

$B = 4\varepsilon \frac{sin\theta}{cos\theta}$

$\varepsilon = \frac{B\, cos\theta}{4\, sin\theta}$

$= \frac{0,000962 \cos 12,72}{4\, sin\ 12,72}$

Cos 12,72 = 0,9755
Sin 12,72 = 0,2202

$= 1{,}066 \times 10^{-3}$

Crystal size

$$D = \frac{0{,}9\lambda}{B\cos\theta}$$

$$= \frac{0{,}9(1{,}54 \times 10{-}10)}{(0{,}000962)\cos 12{,}72}$$

$= 1{,}477 \times 10^{-7}$ Å

$= 147{,}7$ nm

g. Serbuk TiO_2 variasi pH 1, variasi temperatur sintering 900°C

$$B = \sqrt{fwhm^2 \propto - fwhm^2 Si}$$

$$= \sqrt{((\frac{0{,}2442}{2})deg)^2 - ((\frac{0{,}112}{2})deg)^2}$$

$$= \sqrt{(0{,}002131rad)^2 - (0{,}00097rad)^2}$$

$= 0{,}001896$ radian

Micro strain

$$B = 4\varepsilon \frac{\sin\theta}{\cos\theta}$$

$$\varepsilon = \frac{B\cos\theta}{4\sin\theta}$$

$$= \frac{0{,}001896 \cos 12{,}63}{4 \sin 12{,}63}$$

$= 2{,}115 \times 10^{-3}$

Cos 12,63 = 0,9758
Sin 12,63 = 0,2187

Crystal size

$$D = \frac{0{,}9\lambda}{B\cos\theta}$$

$$= \frac{0{,}9(1{,}54 \times 10{-}10)}{(0{,}001896)\cos 12{,}63}$$

$= 7{,}494 \times 10^{-8}$ Å

$= 74{,}94$ nm

h. Serbuk TiO_2 variasi pH 3, variasi temperatur sintering 700°C

$$B = \sqrt{fwhm^2 \propto - fwhm^2 Si}$$

$$= \sqrt{((\frac{0,2588}{2})deg)^2 - ((\frac{0,112}{2})deg)^2}$$

$$= \sqrt{(0,002258rad)^2 - (0,00097rad)^2}$$

= 0,002038 radian

Micro strain

$$B = 4\varepsilon \frac{sin\theta}{cos\theta}$$

$$\varepsilon = \frac{B\ cos\theta}{4\ sin\theta}$$

$$= \frac{0,002038 \cos 12,74}{4\ sin\ 12,74}$$

= 2,254 x 10^{-3}

Cos 12,74 = 0,9754
Sin 12,74 = 0,2205

Crystal size

$$D = \frac{0,9\lambda}{Bcos\theta}$$

$$= \frac{0,9(1,54x\,10-10)}{(0,002038)cos12,74}$$

= 6,974 x 10^{-8} Å

= 69,74 nm

i. Serbuk TiO_2 variasi pH 3, variasi temperatur sintering 800°C

$$B = \sqrt{fwhm^2 \propto - fwhm^2 Si}$$

$$= \sqrt{((\frac{0,1337}{2})deg)^2 - ((\frac{0,112}{2})deg)^2}$$

$$= \sqrt{(0,001167rad)^2 - (0,00097rad)^2}$$

= 0,00064 radian

Micro strain

$$B = 4\varepsilon \frac{sin\theta}{cos\theta}$$

$$\varepsilon = \frac{B\ cos\theta}{4\ sin\theta}$$

$$= \frac{0,00064 \cos 12,69}{4\ sin\ 12,69}$$

Cos 12,69 = 0,9756
Sin 12,69 = 0,2197

= 7,15 x 10^{-4}

Crystal size

$$D = \frac{0,9\lambda}{B\cos\theta}$$

$$= \frac{0,9(1,54x\,10-10)}{(0,00064)\cos 12,69}$$

= 2,207 10^{-7} Å

= 220,7 nm

j. Serbuk TiO_2 variasi pH 3, variasi temperatur sintering 900°C

$$B = \sqrt{fwhm^2 \propto - fwhm^2 Si}$$

$$= \sqrt{((\frac{0,1671}{2})deg)^2 - ((\frac{0,112}{2})deg)^2}$$

$$= \sqrt{(0,001458rad)^2 - (0,00097rad)^2}$$

= 0,001086 radian

Micro strain

$$B = 4\varepsilon \frac{\sin\theta}{\cos\theta}$$

$$\varepsilon = \frac{B\cos\theta}{4\sin\theta}$$

$$= \frac{0,001086\cos 12,65}{4\sin 12,65}$$

= 1,21 x 10^{-3}

Cos 12,65 = 0,9757
Sin 12,65 = 0,2189

Crystal size

$$D = \frac{0,9\lambda}{B\cos\theta}$$

$$= \frac{0,9(1,54x\,10-10)}{(0,001086)\cos 12,65}$$

= 1,3084 x 10^{-7} Å

= 130,84 nm

k. Serbuk TiO_2 variasi pH 5, variasi temperatur sintering 700°C

$B = \sqrt{fwhm^2 \propto - fwhm^2 Si}$

$= \sqrt{((\frac{0,137}{2})deg)^2 - ((\frac{0,112}{2})deg)^2}$

$= \sqrt{(0,001196rad)^2 - (0,00097rad)^2}$

= 0,000695 radian

Micro strain

$B = 4\varepsilon \frac{sin\theta}{cos\theta}$

$\varepsilon = \frac{B\, cos\theta}{4\, sin\theta}$

$= \frac{0,000695 \cos 12,75}{4\, sin\ 12,75}$

= 7,675 x 10^{-4}

Cos 12,75 = 0,9753
Sin 12,75 = 0,2207

Crystal size

$D = \frac{0,9\lambda}{Bcos\theta}$

$= \frac{0,9(1,54x\ 10-10)}{(0,000695)cos12,75}$

= 2,0464x 10^{-7} Å

= 204,64 nm

l. Serbuk TiO_2 variasi pH 5, variasi temperatur sintering 800°C

$B = \sqrt{fwhm^2 \propto - fwhm^2 Si}$

$= \sqrt{((\frac{0,1432}{2})deg)^2 - ((\frac{0,112}{2})deg)^2}$

$= \sqrt{(0,00133rad)^2 - (0,00097rad)^2}$

= 0,000784 radian

Micro strain

$B = 4\varepsilon \frac{sin\theta}{cos\theta}$

Cos 12,71 = 0,9755
Sin 12,71 = 0,2200

$$\varepsilon = \frac{B\cos\theta}{4\sin\theta}$$

$$= \frac{0{,}000784\cos 12{,}71}{4\sin 12{,}71}$$

$= 8{,}692 \times 10^{-4}$

Crystal size

$$D = \frac{0{,}9\lambda}{B\cos\theta}$$

$$= \frac{0{,}9(1{,}54\times 10-10)}{(0{,}000784)\cos 12{,}71}$$

$= 1{,}8126 \times 10^{-7}$ Å

$= 181{,}26$ nm

m. Serbuk TiO_2 variasi pH 5, variasi temperatur sintering 900°C

$$B = \sqrt{fwhm^2 \propto - fwhm^2 Si}$$

$$= \sqrt{((\frac{0{,}2005}{2})deg)^2 - ((\frac{0{,}112}{2})deg)^2}$$

$$= \sqrt{(0{,}00175rad)^2 - (0{,}00097rad)^2}$$

$= 0{,}001454$ radian

Micro strain

$$B = 4\varepsilon\frac{\sin\theta}{\cos\theta}$$

$$\varepsilon = \frac{B\cos\theta}{4\sin\theta}$$

$$= \frac{0{,}001454\cos 12{,}72}{4\sin 12{,}72}$$

$= 1{,}610 \times 10^{-3}$

Cos 12,72 = 0,9755
Sin 12,72 = 0,2202

Crystal size

$$D = \frac{0{,}9\lambda}{B\cos\theta}$$

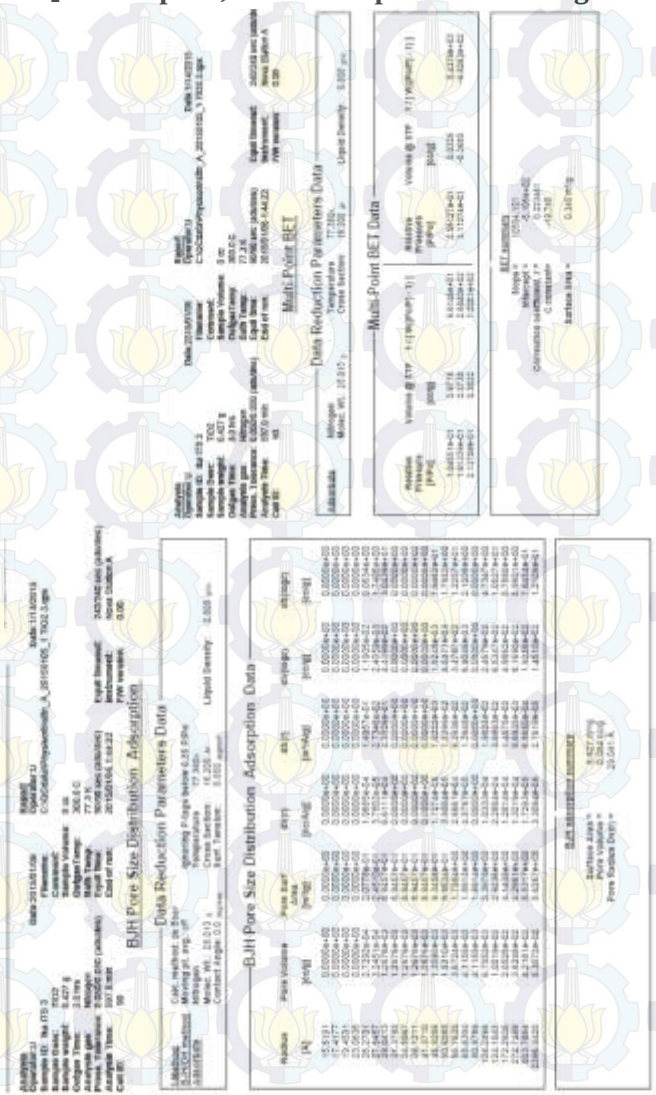
$$= \frac{0{,}9(1{,}54\times 10-10)}{(0{,}001454)\cos 12{,}72}$$

$= 9{,}774 \times 10^{-8}$ Å

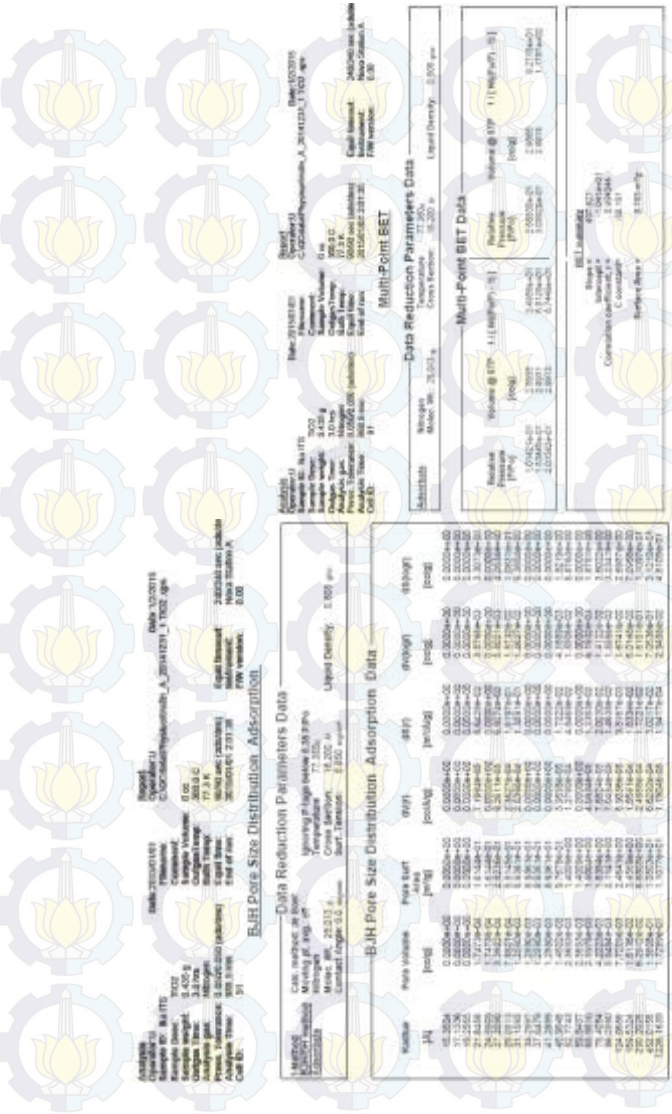
$= 97{,}74$ nm

D.Data Hasil Pengujian BET

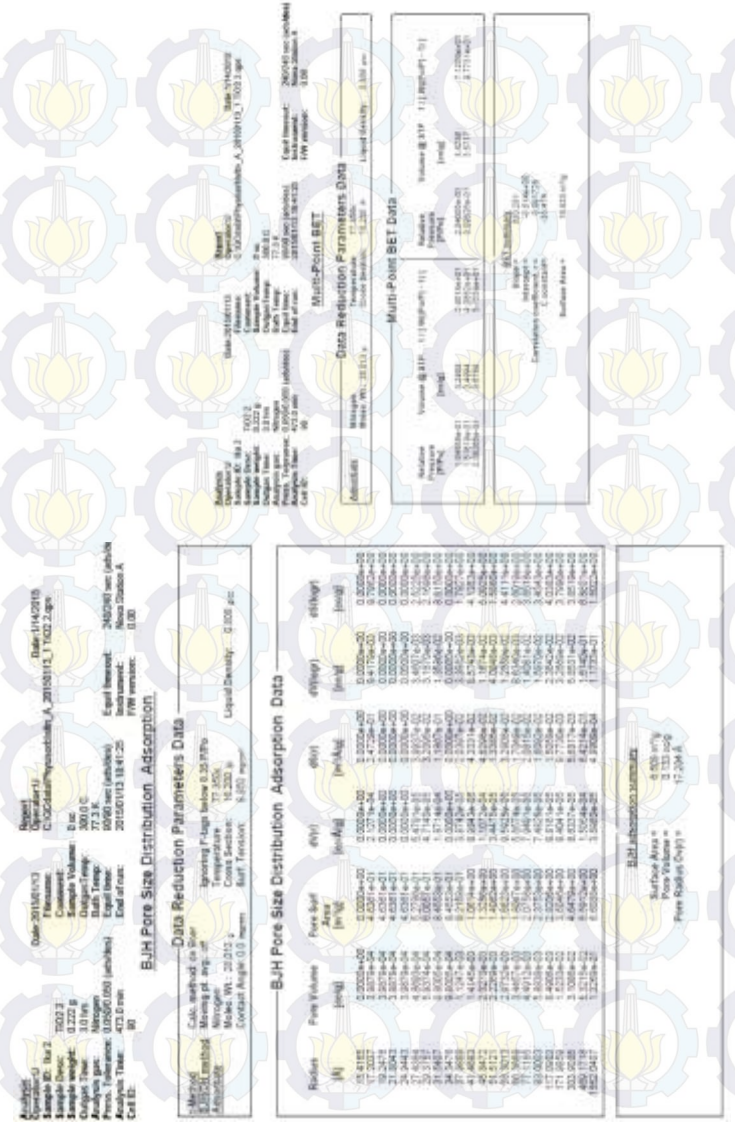
D.1 TiO_2 variasi pH 1, variasi temperatur sintering 900°C



D.2 TiO_2 variasi pH 3, variasi temperatur sintering 700°C



D.3 TiO_2 variasi pH 3, variasi temperatur sintering 800°C



D.4 TiO_2 variasi pH 3, variasi temperatur sintering 900°C

Analysis
Operator:U Date:2015/01/09
Sample ID: Ika ITS 4
Sample Desc: TiO2
Sample weight: 0.294 g
Outgas Time: 3.0 hrs
Analysis gas: Nitrogen
Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des)
Analysis Time: 1182.3 min
Cell ID: 90

Report
Operator:U Date:1/14/2015
Filename: C:\QCdata\Physisorb\stn_A_20150108_1 TiO2.qps
Comment:
Sample Volume: 0 cc
OutgasTemp: 300.0 C
Bath Temp: 77.3 K
Equil time: 90/90 sec (ads/des)
End of run: 2015/01/09 4:31:57
Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)
Instrument: Nova Station A
F/W version: 0.00

BJH Pore Size Distribution Adsorption

Data Reduction Parameters Data

1-Method
BJH/DH method
Adsorbate

Calc. method: de Boer
Moving pt. avg.: off
Nitrogen
Molec. Wt.: 28.013 g
Contact Angle: 0.0 degrees

Ignoring P-tags below 0.35 P/Po
Temperature 77.350 K
Cross Section: 16.200 Å²
Surf. Tension: 8.850 erg/cm²
Liquid Density: 0.808 g/cc

BJH Pore Size Distribution Adsorption Data

Radius [Å]	Pore Volume [cc/g]	Pore Surf Area [m²/g]	dV(r) [cc/Å/g]	dS(r) [m²/Å/g]	dV(logr) [cc/g]	dS(logr) [cc/g]
15.4095	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
17.1583	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
19.2092	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
21.6514	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
24.8944	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
27.4636	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
29.5698	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
31.7158	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
34.4564	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
37.8486	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
41.1053	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
45.1967	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
50.8084	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
57.7295	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
65.7158	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
78.5072	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
95.9371	2.5377e-04	5.2903e-02	1.5655e-05	3.2536e-03	3.4500e-03	7.1523e-01
120.3120	1.4539e-03	2.5341e-01	3.7068e-05	6.1613e-03	1.0206e-02	1.6966e+00
165.1189	1.0181e-02	1.3097e+00	1.5280e-04	1.8508e-02	5.7511e-02	6.9661e+00
313.1085	1.5456e-01	1.0532e+01	6.0435e-04	3.8603e-02	4.1366e-01	2.6424e+01
508.2616	4.8257e-01	2.3439e+01	2.1665e-03	8.5250e-02	2.5166e+00	9.9027e+01
1138.3098	9.3915e-01	3.1461e+01	4.1162e-04	7.2357e-03	9.8789e-01	1.7357e+01

BJH adsorption summary

Surface Area = 31.461 m²/g
Pore Volume = 0.939 cc/g
Pore Radius Dv(r) = 508.262 Å

Analysis
Operator:U Date:2015/01/09
Sample ID: Ika ITS 4
Sample Desc: TiO2
Sample weight: 0.294 g
Outgas Time: 3.0 hrs
Analysis gas: Nitrogen
Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des)
Analysis Time: 1182.3 min
Cell ID: 90

Report
Operator:U Date:1/14/2015
Filename: C:\QCdata\Physisorb\stn_A_20150108_1 TiO2.qps
Comment:
Sample Volume: 0 cc
OutgasTemp: 300.0 C
Bath Temp: 77.3 K
Equil time: 90/90 sec (ads/des)
End of run: 2015/01/09 4:31:57
Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)
Instrument: Nova Station A
F/W version: 0.00

Multi-Point BET

Data Reduction Parameters Data

Adsorbate Nitrogen
Molec. Wt.: 28.013 g
Temperature 77.350 K
Cross Section: 16.200 Å²
Liquid Density: 0.808 g/cc

Multi-Point BET Data

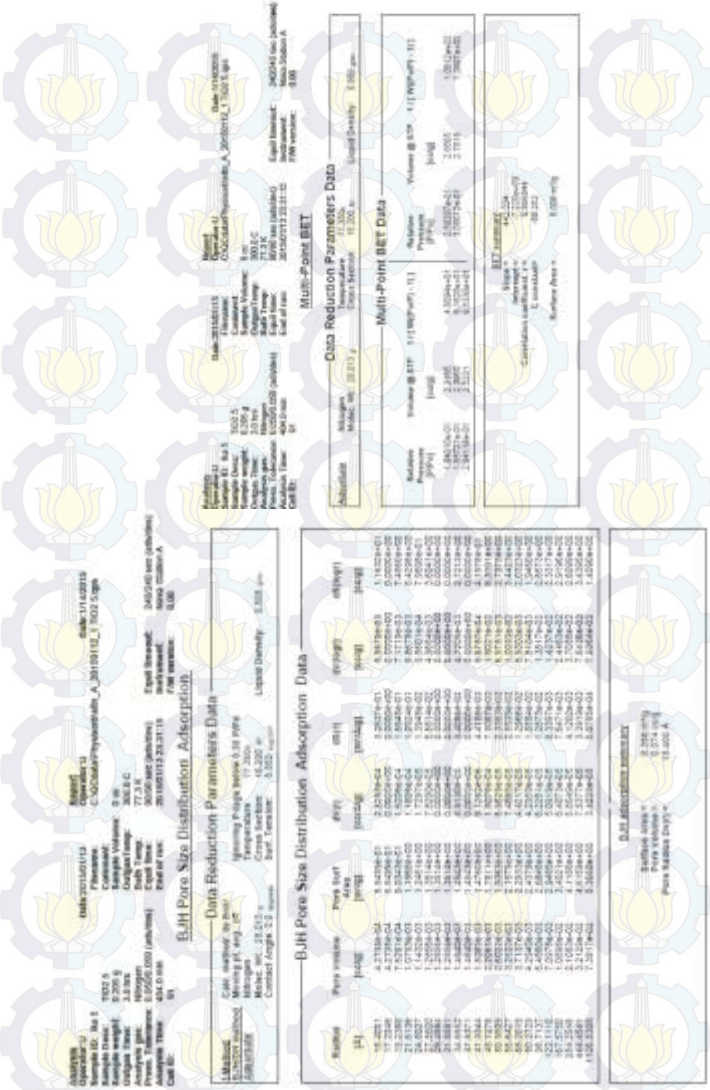
Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]			

BET summary

Slope = [illegible]
Intercept = [illegible]
Correlation coefficient, r = [illegible]
C constant= [illegible]

Surface Area = [illegible]

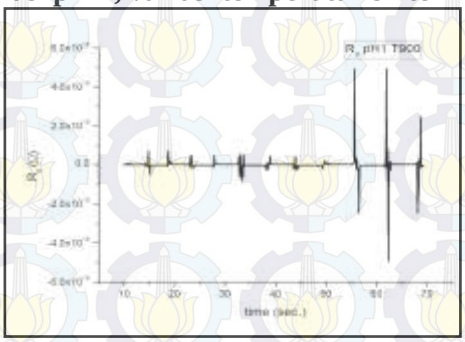
D.5 TiO_2 variasi pH 5, variasi temperatur sintering 900°C



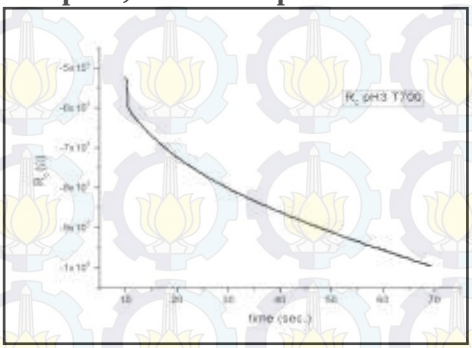
E. Grafik Sensitivitas

E.1 R_0 100°C

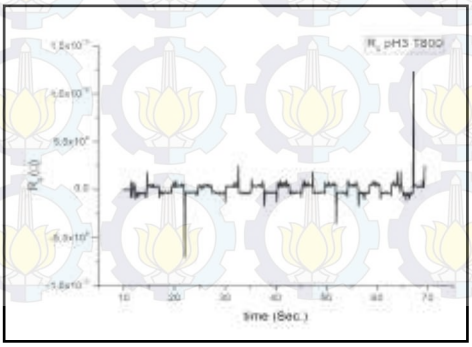
a. TiO_2 variasi pH 1, variasi temperatur sintering 900°C



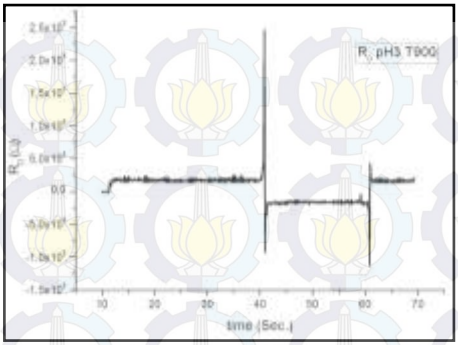
b. TiO_2 variasi pH 3, variasi temperatur sintering 700°C



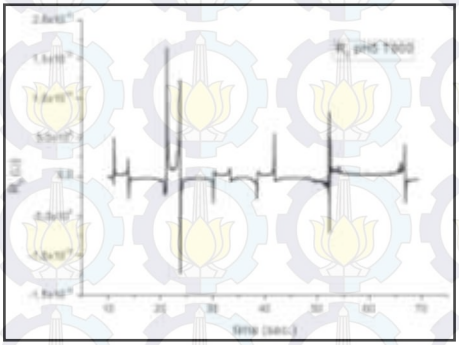
c. TiO_2 variasi pH 3, variasi temperatur sintering 800°C



d. TiO_2 variasi pH 3, variasi temperatur sintering 900°C

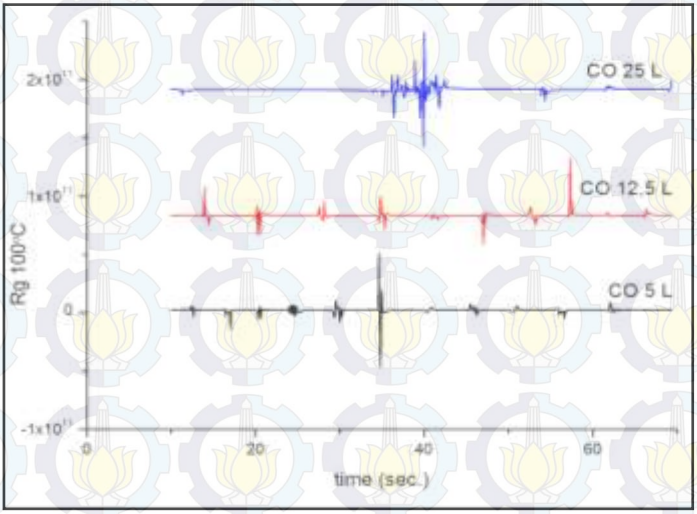


e. TiO_2 variasi pH 5, variasi temperatur sintering 900°C

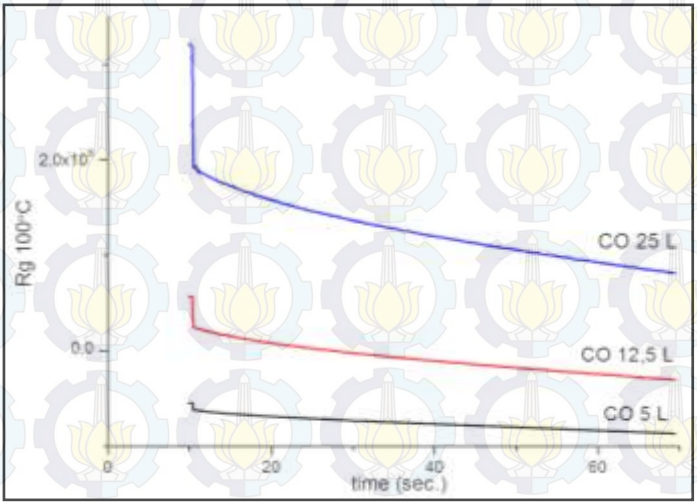


E.2 Rg 100°C

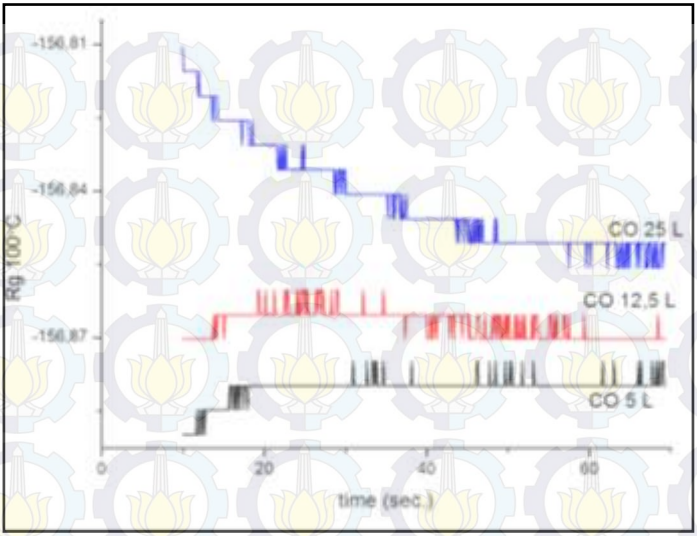
a. TiO_2 variasi pH 1, variasi temperatur sintering 900°C



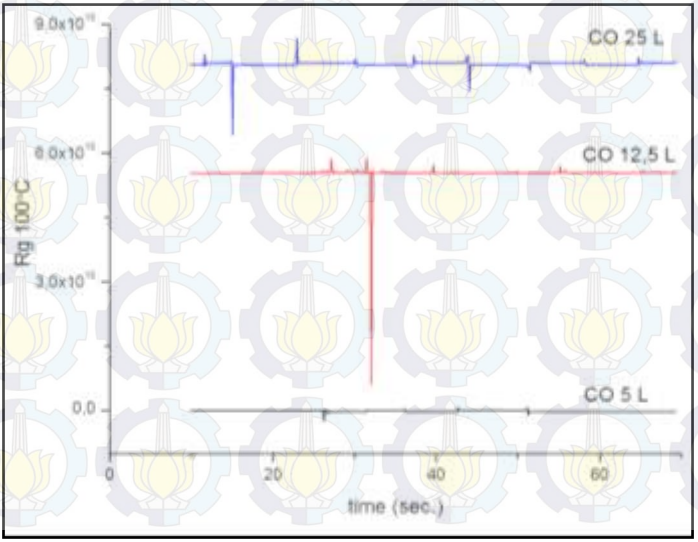
b. TiO_2 variasi pH 3, variasi temperatur sintering 700°C



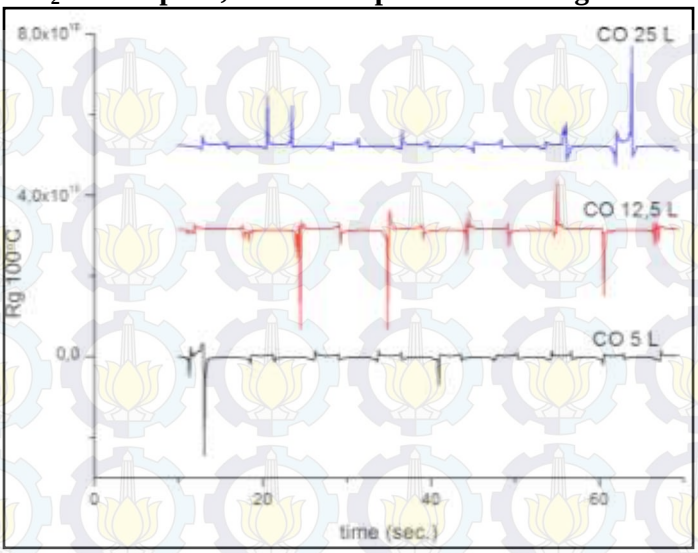
c. TiO_2 variasi pH 3, variasi temperatur sintering 800°C



d. TiO_2 variasi pH 3, variasi temperatur sintering 900°C



e. TiO_2 variasi pH 5, variasi temperatur sintering 900^{o}C



Halaman ini sengaja dikosongkan

BIOGRAFI

Penulis bernama lengkap Ika Silviana Widianti, dilahirkan di Surabaya pada tanggal 20 Agustus 1993, yang merupakan putra pertama dari pasangan Tamsil Rahman dan Sri Setya Widiarti. Penulis menempuh pendidikan formal di SD Negeri Kepatihan Bojonegoro, SMP Negeri 1 Bojonegoro, dan SMA Negeri 1 Bojonegoro. Setelah lulus SMA pada tahun 2011, penulis mengikuti program SMNPTN dan diterima sebagai mahasiswa Jurusan Teknik Material dan Meralurgi FTI-ITS. Selama perkuliahan, penulis diberi amanah sebagai staf Departemen Riset dan Teknologi HMMT FTI-ITS 2012/2013 dan sebagai sekretaris Departemen Keilmiahan HMMT FTI-ITS 2013/2014. Penulis pernah melaksanakan kerja praktek di PT. Zenith Allmart Precisindo, Krian, Jawa Timur. Penulis menutup kuliah di kampus dengan Tugas Akhir **"Pengaruh Variasi pH dan Temperatur Sintering Terhadap Nilai Sensitivitas Material TiO_2 Sebagai Sensor Gas CO"**.

Email : ika.silviana65@gmail.com