



Laporan Tesis - TK 142541

**Sintesa Partikel Tungsten Trioxide (WO_3)
sebagai Fotokatalis
dengan Metode Flame Spray Pyrolysis**

RESTU MULYA DEWA
NRP 2314201017

DOSEN PEMBIMBING
Dr. Widiyastuti, ST., MT.
Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng.

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN TEKNOLOGI PROSES
JURUSAN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016



Theses - TK 142541

Tungsten Trioxide (WO_3) Particles Synthesis as Photocatalyst Using Flame Spray Pyrolysis

RESTU MULYA DEWA
NRP 2314201017

SUPERVISOR

Dr. Widiyastuti, ST., MT.
Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng.

MASTER PROGRAM
PROCESS TECHNOLOGY
CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016

LEMBAR PENGESAHAN TESIS

Tesis ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar

Magister Teknik (M.T.)

Di

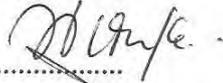
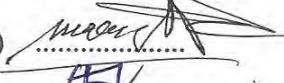
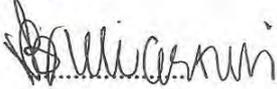
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

Restu Mulya Dewa
NRP. 2314201017

Tanggal Ujian : 14 Juli 2016
Periode Wisuda : September 2016

Disetujui oleh:

- | | | |
|--|-----------------|---|
| 1. Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.
NIP. 1975 03 06 2002 12 2002 | (Pembimbing I) |  |
| 2. Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng.
NIP. 1952 09 16 1980 03 1002 | (Pembimbing II) |  |
| 3. Prof. Dr. Ir. Suprpto, DEA
NIP. 1960 06 24 1987 01 1001 | (Penguji) |  |
| 4. Dr. Ir. Sri Rachmania Juliastuti, M. Eng.
NIP. 1959 07 30 1986 03 2001 | (Penguji) |  |
| 5. Dr. Tantular Nurtono, S.T., M. Eng.
NIP. 1972 05 20 1997 02 1001 | (Penguji) |  |

Direktur Program Pascasarjana




Prof. Dr. Djauhar Manfaat, M. Sc., Ph.D
NIP. 1960 12 02 1987 01 1001

SINTESA PARTIKEL TUNGSTEN TRIOXIDE (WO₃) SEBAGAI FOTOKATALIS DENGAN METODE FLAME SPRAY PYROLYSIS

Nama mahasiswa : Restu Mulya Dewa
NRP : 2314201017
Pembimbing : 1. Dr. Widiyastuti, ST., MT.
2. Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng.

ABSTRAK

Nanoteknologi telah menarik banyak perhatian sebagai kunci untuk masa depan yang berkelanjutan karena studi ini mampu menghasilkan material dengan ukuran, bentuk, dan sifat permukaan yang dapat dirancang untuk aplikasi tertentu. Banyak bahan berstruktur nano menemukan aplikasi penting dalam fotokatalitik yang menawarkan kemungkinan memperluas spektrum aplikasi untuk berbagai proses. Agar reaksi fotokatalitik dapat berlangsung, salah satu komponen yang harus ada adalah permukaan katalis.

Tungsten trioxide (WO₃) dapat menjadi salah satu alternatif material katalis karena memiliki properti istimewa dari segi kestabilan, inert, dan keunggulan dalam absorpsi cahaya tampak. Pada penelitian ini, produksi material WO₃ dilakukan menggunakan bahan baku ammonium tungsten pentahydrate (ATP) dengan metode *flame spray pyrolysis*. Metode ini dipilih karena sistemnya yang sederhana dan dapat menghasilkan partikel dengan kemurnian tinggi dalam waktu yang sangat singkat. Variabel yang digunakan adalah konsentrasi prekursor sebesar 0.01; 0.013; 0.015; 0.017 dan 0.02 M.

Partikel yang dihasilkan dikarakterisasi dengan analisa XRD, SEM, BET, dan fotodegradasi *methylene blue*. Hasil analisa SEM menunjukkan diameter partikel sebesar 47.3, 53.3, 66.6, 64.1 dan 54.6 nm masing-masing untuk prekursor dengan konsentrasi 0.01, 0.013, 0.015, 0.017 dan 0.02 M. Hasil analisa XRD menunjukkan partikel WO₃ yang diperoleh memiliki struktur kristal monoklinik dengan diameter kristal 21.89; 34.42; 39.81; 31.12; dan 26.26 nm masing-masing untuk konsentrasi 0.01; 0.013; 0.015; 0.017 dan 0.02 M.. Sedangkan berdasarkan uji fotodegradasi, partikel WO₃ yang dihasilkan dari prekursor berkonsentrasi 0.01 M memiliki kualitas fotodegradasi yang paling baik. Hasil analisa BET menunjukkan partikel WO₃ dari prekursor 0.013 M memiliki luas permukaan sebesar 6.696 m²/g, sedangkan luas permukaan partikel WO₃ dari prekursor 0.015 M adalah sebesar 2.535 m²/g. Dengan ukuran diameter partikel yang lebih kecil, WO₃ dari prekursor 0.013 M memiliki luas permukaan yang lebih besar dan mampu mendegradasi *methylene blue* lebih banyak dibanding WO₃ dari prekursor 0.015 M. Konsentrasi prekursor mempengaruhi diameter partikel yang dihasilkan dan hal ini dapat berpengaruh pada kualitas fotokatalitik.

Kata kunci: *flame spray pyrolysis*, fotokatalitik, katalis, tungsten trioxide.

TUNGSTEN TRIOXIDE (WO₃) PARTICLES SYNTHESIS AS PHOTOCATALYST USING FLAME SPRAY PYROLYSIS

By : Restu Mulya Dewa
Student Identity Number : 2314201017
Supervisor : 1. Dr. Widiyastuti, ST., MT.
2. Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng.

ABSTRACT

Nanotechnology has attracted a great deal of attention as the key for a sustainable future because this study is able to generate materials with size, shape, and surface properties that can be designed for particular application. Many of these nanostructured materials find important applications in photocatalytic which offers the possibility of extending the spectrum of applications to a variety of processes. In order for the photocatalytic reaction to take place, one of component that must be present is a catalyst surface.

Tungsten trioxide (WO₃) can be an alternative source of catalyst material due to its excellent properties such as stability, inert, and good absorption of visible light. In this research, WO₃ material production was performed by flame spray pyrolysis method using ammonium tungsten pentahydrate (ATP) as the raw material. This method is chosen due to its simple system and ability to produce particles with high purity in a rapid time. Variable used in this research was the precursor concentration; 0.01; 0.013; 0.015; 0.017 and 0.02 M.

The final products were characterized by XRD, SEM, and methylene blue photodegradation analysis. SEM analysis result indicated particle diameter size: 47.3, 53.3, 66.6, 64.1 and 54.6 nm for precursor with concentration 0.01, 0.013, 0.015, 0.017 and 0.02 M, respectively. XRD analysis result showed that the WO₃ particles had monoclinic crystalline structure with crystal diameter 21.89; 34.42; 39.81; 31.12; and 26.26 nm for the concentration 0.01; 0.013; 0.015; 0.017 and 0.02 M, respectively. Based on photodegradation analysis, WO₃ produced from precursor 0.01 M had the best quality of photodegradation. From BET analysis results, the surface area of WO₃ particles from 0.013 M precursor was 6.696 m²/g, meanwhile the surface area of WO₃ particles from 0.015 M precursor was 2.535 m²/g. With smaller particle diameter, WO₃ particles from 0.013 M precursor had bigger surface area and were able to degrade more methylene blue than WO₃ particles from 0.015 M precursor. Precursor concentration affects the diameter of produced particles and this parameter can also influence the photocatalytic quality.

Key words: flame spray pyrolysis, photocatalytic, catalyst, tungsten trioxide.

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	
LEMBAR PENGESAHAN	
KATA PENGANTAR	i
ABSTRAK	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR NOTASI	viii
BAB 1 PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Fotokatalitik	5
2.2 Tungsten Trioxide (WO ₃)	7
2.3 Metode Sintesis WO ₃	8
2.4 Mekanisme Pembentukan Partikel.....	10
2.5 Karakterisasi Partikel	12
2.5.1 Scanning Electromagnetic Microscope (SEM).....	12
2.5.2 X-Ray Diffraction (XRD)	13
2.6 Penelitian Terdahulu	14
BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Bahan dan Peralatan.....	21
3.2 Kondisi Operasi dan Variabel Penelitian	24
3.3 Prosedur Percobaan	
3.3.1 Pembuatan Larutan Prekursor	24

3.3.2 Sintesa Partikel WO ₃	24
3.3.3 Karakterisasi Partikel	25
3.3.4 Pengukuran Aktivitas Fotokatalitik.....	25
3.3.5 Simulasi Distribusi Temperatur di Dalam Reaktor	26

BAB 4 HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Properti Termal dengan TG-DTA.....	29
4.2 Proses Pembentukan Partikel pada <i>Flame Spray Pyrolysis</i>	31
4.3 Distribusi Temperatur di Dalam Reaktor <i>Flame Spray Pyrolysis</i>	32
4.4 Pengaruh Konsentrasi Prekursor terhadap Pembentukan Partikel	35
4.5 Evaluasi Performa Fotokatalitik	43

BAB 5 KESIMPULAN

49

DAFTAR PUSTAKA

ix

LAMPIRAN

APPENDIKS.....	A-1
----------------	-----

BIOGRAFI PENULIS

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Paradigma umum dan strategi untuk sintesa nanopartikel dengan FSP, dari desain konseptual hingga target aplikasi akhir.....	9
Gambar 2.2 Representasi skematik langkah-langkah penting yang terjadi pada proses spray pyrolysis secara sederhana	11
Gambar 2.3 Skema alat <i>Scanning Electromagnetic Microscope</i>	13
Gambar 2.4 Skema peralatan <i>X-Ray Diffraction</i>	14
Gambar 3.1 Skema peralatan sintesa partikel dengan <i>flame spray pyrolysis</i>	22
Gambar 3.2 Skema kolom kaca <i>flame spray pyrolysis</i>	23
Gambar 3.3 Skema <i>premixed burner</i>	23
Gambar 4.1 Hasil analisa TG-DTA pada ammonium tungstate pentahydrate	29
Gambar 4.2 Kurva DTG partikel ammonium tungstate pentahydrate (ATP)	30
Gambar 4.3 Distribusi temperatur di dalam reaktor	33
Gambar 4.4 Perbandingan distribusi temperatur di dalam reaktor dari hasil eksperimen dan simulasi	33
Gambar 4.5 Vektor kecepatan di setiap titik pada reaktor	34
Gambar 4.6 Waktu untuk mencapai ketinggian tertentu pada reaktor beserta temperatur di setiap titik ketinggian.....	35
Gambar 4.7 Hasil analisa SEM dengan variasi konsentrasi prekursor (a) 0.01 M; (b) 0.013 M; (c) 0.015 M; (d) 0.017 M; dan (e) 0.02 M	39
Gambar 4.8 Distribusi ukuran partikel WO_3 dengan variasi konsentrasi prekursor (a) 0.01 M; (b) 0.013 M; (c) 0.015 M; (d) 0.017 M; dan (e) 0.02 M.....	41
Gambar 4.9 Hasil analisa XRD WO_3 dengan variabel konsentrasi prekursor	43
Gambar 4.10 Fotodegradasi <i>methylene blue</i> oleh partikel WO_3 dengan variasi konsentrasi prekursor	44
Gambar 4.11 Hubungan diameter kristal dengan persentase konsentrasi akhir <i>methylene blue</i>	45
Gambar 4.12 Tipe adsorpsi isotermis yang ditunjukkan dalam hubungan antara tekanan gas (P) dan volume gas (V) pada adsorpsi WO_3 dari prekursor dengan konsentrasi (a) 0.013 M dan (b) 0.015 M.....	47

DAFTAR NOTASI

B = lebar dari setengah puncak tertinggi (FWHM, *Full Width Half Maximum*) (rad)

C = konsentrasi methylene blue setiap waktu setelah uji fotokatalitik (ppm)

C_0 = konsentrasi awal methylene blue sebelum uji fotokatalitik (ppm)

D_c = diameter kristal (nm)

d_i = diameter partikel yang terukur dengan pendekatan diameter Feret, di mana diameter partikel adalah jarak antara dua bidang paralel pada dua sisi berbeda yang saling tegak lurus (nm)

K = konstanta dari material (0.89)

M = konsentrasi larutan (Molar)

N = jumlah data diameter partikel

n_i = jumlah partikel dengan diameter d_i

σ = deviasi standar geometrik

λ = panjang gelombang sinar X yang digunakan (nm)

θ_B = sudut Bragg dari puncak tertinggi (rad)

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nanoteknologi telah menarik banyak perhatian dalam beberapa tahun terakhir sebagai kunci untuk masa depan yang berkelanjutan. Dalam arti luas, *nanochemistry* memanfaatkan alat-alat sintetis dan bahan kimia untuk menghasilkan material nano dengan ukuran, bentuk, dan sifat permukaan yang dapat dirancang untuk membangkitkan suatu fungsi dengan tujuan untuk dimanfaatkan dalam penggunaan aplikasi tertentu. Nanoteknologi memungkinkan untuk memanipulasi zat pada skala molekuler (kurang dari 100 nanometer), dan membantu mendapatkan informasi berharga bagi sintesis material baru dengan sifat tertentu dan tingkat produksi tinggi.

Banyak bahan berstruktur nano menemukan aplikasi penting dalam fotokatalisis yang menawarkan kemungkinan memperluas spektrum aplikasi untuk berbagai proses, termasuk oksidasi dan pemecahan oksidatif, reduksi, isomerisasi, substitusi, kondensasi dan polimerisasi (Colmenares et al., 2009). Dengan menerapkan konsep nanoteknologi untuk katalisis, kita dapat memahami lebih akurat transformasi yang terjadi pada permukaan katalis di tingkat molekuler. Namun demikian, meskipun telah ditemukan beberapa kemajuan dalam perancangan metode baru untuk memperoleh material, masih ada banyak kesulitan yang perlu diatasi. Dari sudut pandang materi, fotokatalis memerlukan serangkaian karakteristik tergantung pada aplikasinya, termasuk ukuran partikel, luas permukaan spesifik atau ruang antara tingkat elektronik.

Fotokatalitik merupakan bidang riset yang berkembang cukup pesat dengan potensi tinggi untuk beragam aplikasi industri seperti mineralisasi polutan organik, desinfeksi air dan udara, produksi bahan bakar terbarukan, serta sintesa organik. Tiga komponen yang harus ada agar reaksi fotokatalitik dapat berlangsung adalah; foton yang teremis (pada panjang gelombang yang sesuai), permukaan katalis (biasanya material semikonduktor), dan agen oksidasi yang kuat (de Lasa et al., 2005).

Katalis yang baik haruslah memenuhi beberapa kriteria agar dapat memberikan performa fotokatalitik yang maksimal. Fotokatalis yang ideal dapat terpenuhi bila memenuhi syarat-syarat: *photo-stability*, berasal dari bahan yang inert secara kimia maupun biologi, ketersediaan cukup dan berbiaya murah, serta memiliki kemampuan untuk mengadsorb reaktan di bawah aktivasi fotonik efisien (Colmenares et al., 2009).

Performa fotokatalis sangat tergantung pada struktur dan morfologi kristalnya. Secara umum, kristalinitas tinggi dan struktur dengan ukuran pori terkontrol sangat diinginkan untuk memaksimalkan performa fotokatalitik (Li et al., 2010). Ukuran pori berhubungan dengan luas permukaan yang besar. Dengan luas permukaan yang besar, produk katalis berpori menghasilkan kemampuan adsorpsi yang kuat dan aktivitas degradasi yang tinggi (Xie et al., 2011). Selain itu performa fotokatalitik juga dapat ditingkatkan dengan modifikasi yang melibatkan doping metal atau non-metal untuk mencegah reaksi rekombinasi elektron-hole (Singh dan Madras, 2013).

Tungsten trioxide (WO_3) adalah salah satu material katalis yang paling prospektif karena memiliki properti istimewa diantaranya *photostability* yang baik, unggul dalam absorpsi cahaya tampak, inert secara biologi dan kimia, dan memiliki stabilitas termal yang baik (Arutanti et al., 2014). Untuk memproduksi material WO_3 dengan performa yang baik, banyak metode yang telah dilakukan. Salah satunya adalah dengan metode *flame spray pyrolysis*. Metode sintesa ini dipilih karena oksida sederhana dengan mudah dapat dihasilkan dalam waktu yang pendek, sistem sederhana dan relatif tidak mahal untuk dioperasikan, dapat digunakan pada prekursor yang *volatile* maupun tidak *volatile*, kemurnian tinggi, dan rentang ukuran partikel yang dapat dibuat besar (Gurav et al., 1993).

Dalam hal ini, perlu adanya penelitian tentang sintesis dari bahan WO_3 berstruktur nano yang mampu menyerap energi fotonik dari matahari dengan tujuan mengubahnya menjadi bahan kimia atau energi listrik.

1.2 Rumusan Masalah

Dari uraian latar belakang di atas, metode sintesa *flame spray-pyrolysis* merupakan metode yang dapat digunakan untuk menghasilkan partikel WO_3 dengan beberapa keunggulan yang dimilikinya.

1.3 Batasan Masalah

Pada penelitian ini batasan-batasan yang digunakan adalah:

1. Penggunaan metode *flame spray-pyrolysis* sebagai metode sintesa WO_3 .
2. Larutan utama prekursor yang digunakan adalah ATP (ammonium tungsten pentahydrate) yang dilarutkan di dalam air.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan antara lain:

1. Menghasilkan partikel WO_3 yang ukuran dan morfologi partikelnya seragam dengan metode *flame spray-pyrolysis*.
2. Mempelajari parameter-parameter yang dapat mempengaruhi morfologi dan performa partikel WO_3 yang dihasilkan.
3. Mengevaluasi performa fotokatalitik partikel WO_3 yang dihasilkan.

1.5 Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini diharapkan dapat dihasilkan partikel WO_3 yang morfologi partikelnya seragam melalui metode *flame spray-pyrolysis* dengan beberapa parameter yang dapat mempengaruhi produk. Partikel yang dihasilkan juga diharapkan dapat dimanfaatkan sebagai bahan fotokatalis.

BAB 2

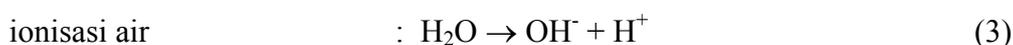
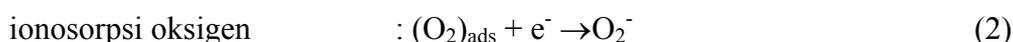
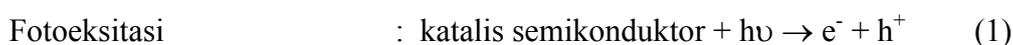
TINJAUAN PUSTAKA

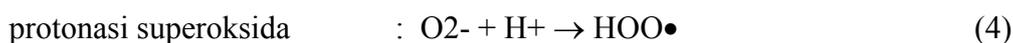
2.1 Fotokatalitik

Kata fotokatalitik berasal dari bahasa Yunani yang terdiri dari dua kata : *photo* (cahaya) dan *catalysis* (katalitik, terpisah, dekomposisi). Hal ini dapat dijelaskan secara umum sebagai proses di mana cahaya digunakan untuk mengaktifkan sebuah substansi, fotokatalis, yang memodifikasi laju reaksi kimia tanpa terlibat langsung dalam transformasi kimia. Perbedaan utama antara katalis termal konvensional dengan fotokatalis adalah pihak pengaktivasi, di mana katalis konvensional diaktifkan oleh panas, sedangkan fotokatalis diaktifkan oleh foton dengan energi tertentu.

Reaksi fotokatalitik dapat terjadi secara homogen maupun heterogen. Namun fotokatalik heterogen lebih intensif dipelajari selama beberapa tahun terakhir karena kegunaan potensialnya dalam berbagai lingkungan, aplikasi terkait energi, dan sintesa organik. Pada fotokatalitik heterogen, skema reaksi menyiratkan formasi sebelumnya dari *interface* antara fotokatalis padat (metal atau semikonduktor) dan fluida mengandung reaktan dan produk reaksi. Istilah fotokatalitik heterogen digunakan terutama pada kasus di mana semikonduktor penyerap cahaya dimanfaatkan, yang berkontak baik dengan fase liquid maupun gas (Kondarides, 2009).

Reaksi fotokatalitik dimulai ketika elektron yang tereksitasi berpindah dari *band* valensi fotokatalis semikonduktor yang terisi menuju *band* konduksi kosong sebagai energi foton yang terabsorpsi. Energi foton ($h\nu$) yang sama atau lebih besar daripada *band gap* fotokatalis semikonduktor meninggalkan sebuah lubang di dalam band valensi. Kemudian terbentuklah elektron dan pasangan lubang ($e^- - h^+$). Rangkaian reaksi berikut ini telah diterima dengan luas:





Hidroperoksil radikal yang terbentuk pada reaksi (4) juga memiliki properti yang sama dengan O_2 yang memperpanjang *lifetime photohole*.



Baik oksidasi maupun reduksi dapat berlangsung pada permukaan fotokatalis semikonduktor yang tereksitasi (Colmenares et al., 2009).

Terdapat beberapa parameter operasi yang mempengaruhi efisiensi fotokatalis. Laju reaksi fotokatalitik bergantung secara besar pada absorpsi radiasi dari fotokatalis (Ustinovich et al., 2005). Meningkatnya laju degradasi berbanding lurus dengan kenaikan intensitas cahaya selama degradasi fotokatalitik (Karunakaran et al., 2005). Bentuk atau sumber cahaya tidak mempengaruhi alur reaksi (Stylidi et al., 2004). Dengan kata lain, mekanisme sensitisasi *band-gap* tidak memiliki pengaruh signifikan terhadap degradasi fotokatalitik. Sayangnya hanya 5% dari cahaya sinar matahari yang diradiasikan memiliki cukup energi untuk menghasilkan fotosensitisasi efektif. Lebih jauh, kehilangan energi akibat refleksi cahaya, transmisi dan transformasi menjadi panas merupakan faktor yang tak terelakkan dalam proses yang melibatkan cahaya (Yang et al., 2007).

Molekul organik yang dapat secara efektif menyerap hingga permukaan fotokatalis akan lebih rentan pada oksidasi langsung. Sedangkan degradasi fotokatalitik aromatik bergantung pada grup substituenya. Sebagai contoh, nitrofenol dilaporkan sebagai substrat pengabsorpsi yang lebih kuat dibandingkan dengan fenol dan juga terdegradasi lebih cepat (Bhatkhande et al., 2004). Konsentrasi substrat organik juga bergantung pada efisiensi fotonik selama oksidasi fotokatalitik.

Salah satu parameter penting yang mempengaruhi performa material nano pada oksidasi fotokatalitik adalah morfologi permukaan yaitu ukuran partikel dan aglomerat (Ding et al., 2004). Ukuran partikel nano yang lebih kecil dilaporkan memberikan aktivitas lebih tinggi pada fotomineralisasi fase gas bahan organik yang menggunakan titanium dioksida berstruktur nano. Selain itu laju reaksi fotokatalitik sangat dipengaruhi konsentrasi fotokatalis. Reaksi fotokatalitik

diketahui menunjukkan kenaikan proporsional pada fotodegradasi dengan kenaikan muatan katalis (Krysa et al., 2004). Secara umum pada aplikasi fotokatalitik, konsentrasi katalis optimum harus ditentukan untuk menghindari kelebihan katalis dan memastikan absorpsi total dari foton efisien.

Studi eksperimental hubungan laju reaksi dengan temperatur pada degradasi bahan organik telah dilakukan sejak 1970. Secara umum, kenaikan temperatur meningkatkan rekombinasi pembawa muatan dan proses desorpsi spesies reaktan yang teradsorpsi, menyebabkan penurunan aktivitas fotokatalitik. Fakta ini sesuai dengan persamaan Arrhenius, di mana konstanta laju reaksi orde pertama $\ln k_{app}$ harus meningkatkan secara linear dengan $\exp(-1/T)$ (Colmenares et al., 2009).

Sebuah fotokatalis ideal untuk oksidasi fotokatalitik ditandai dengan beberapa sifat seperti: *photo-stability*, berasal dari bahan yang inert secara kimia maupun biologi, ketersediaan cukup dan berbiaya murah, serta memiliki kemampuan untuk mengadsorb reaktan di bawah aktivasi fotonik efisien (Colmenares et al., 2009).

2.2 Tungsten trioxide (WO₃)

Tungsten oxide, baik trioxide maupun substoikiometrik, menunjukkan properti menarik untuk fotokromisme, elektrokromisme, *gas sensing*, atau *heat releasing*. Properti-properti ini terutama muncul dari banyak struktur, senyawa, dan bentuk yang dapat distabilkan. WO₃ merupakan semikonduktor tipe-n yang berstruktur heksagonal atau kubik simetris (Huang et al., 2011). Di samping oksida stoikiometrik WO₃ dan WO₂, beberapa formula yang umum ditemui adalah hidrotungstite H₂WO₄.H₂O, tungstite H₂WO₄ dan substoikiometrik W₁₈O₄₉. Adapun bentuk dan ukuran yang umum dijumpai adalah *nanotubes*, *nanorods*, *wires*, *hollow spheres*, dan *platelets* (Le Houx et al., 2009).

Sebagai material menjanjikan, tungsten trioxide (WO₃) menerima banyak perhatian karena sifat anti foto-korosi, kestabilan dalam asam, dan potensi untuk mengadsorb sejumlah fraksi spektrum cahaya matahari. Selama dua dekade terakhir, WO₃ telah ekstensif dipelajari untuk ilmu dasar dan beragam aplikasi luas dalam fotovoltaiik, fotokatalisis, dan *water splitting*. Berkaitan dengan *band*

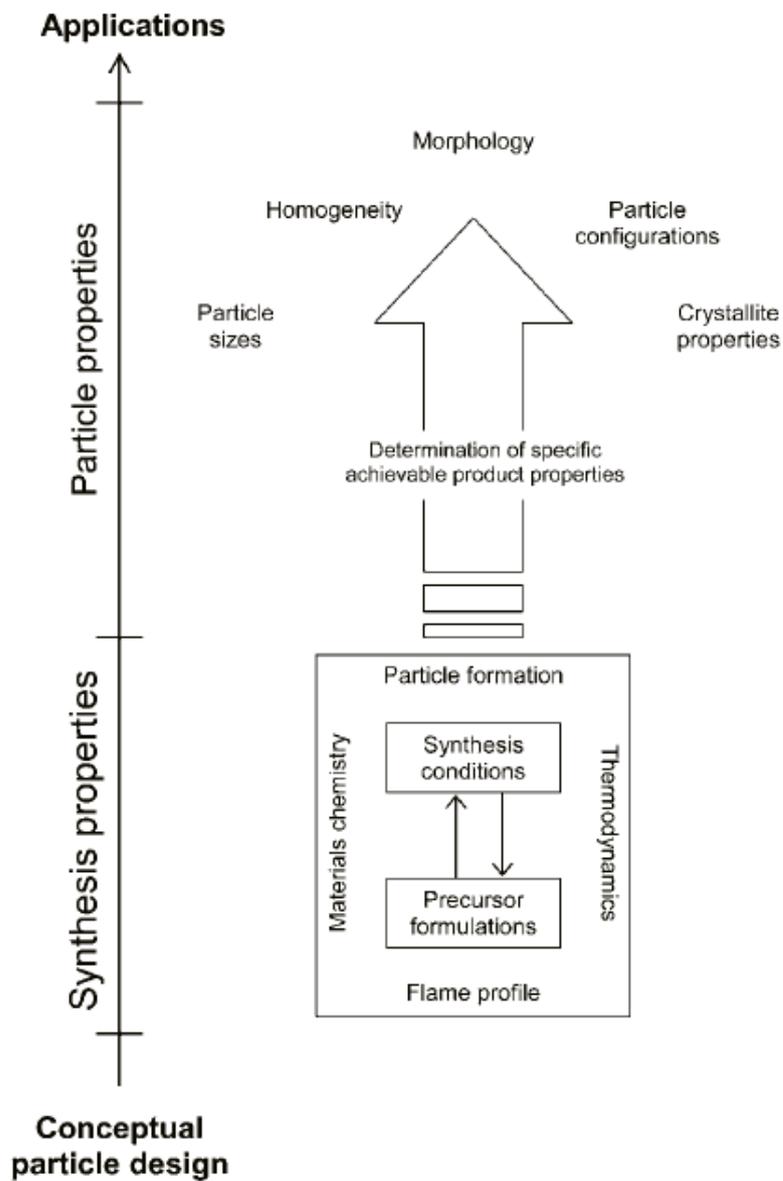
gap (2.4-2.8 eV), WO_3 terutama menyerap di region dekat ultraviolet dan region biru pada spektrum cahaya matahari (Liu et al., 2012).

Selain penyerapan cahaya tampak, ada banyak faktor lain yang mempengaruhi aktivitas fotokatalitik, seperti tingkat potensi *band* energi, pemisahan dari pasangan elektron-lubang penghasil cahaya atau struktur mikro dari fotokatalis. Seperti oksida logam biner sederhana lainnya, WO_3 memiliki sebuah pita valensi dalam yang terutama terdiri orbital O 2p (Sun et al., 2010).

2.3 Metode Sintesis WO_3

Pembakaran tepat dari prekursor yang disemprot pada proses flame spray pyrolysis merupakan teknik menjanjikan dan serba guna untuk sintesa cepat material nano dengan fungsi tertentu. Produksi partikel nano skala besar dengan teknologi flame aerosol adalah aspek kritis yang berkontribusi terhadap kemajuan teknologi nano yang lebih luas seperti pembuatan karbon hitam SiO_2 , pigmen TiO_2 , maupun katalis $\text{Pt/Al}_2\text{O}_3$.

Berdasarkan kondisi prekursor (aqueous-based, solvent-based, vapour) dan kondisi pembakaran, sintesa dengan flame aerosol terbagi dalam tiga kategori yaitu; (a) vapour-fed aerosol flame synthesis (VAFS) di mana prekursor metal diberikan dalam bentuk uap seperti SiCl_4 untuk membuat komoditas keramik, (b) flame-assisted spray pyrolysis (FASP) di mana prekursor disediakan dalam kondisi campuran dengan entalpi pembakaran yang rendah biasanya dalam bentuk larutan encer dan oleh sebab itu pembakaran butuh dibantu hidrogen eksternal atau flame hidrokarbon, dan (c) flame spray pyrolysis (FSP) di mana prekursor juga dalam bentuk liquid namun dengan entalpi pembakaran yang lebih besar, biasanya solven organik. FSP memiliki elemen teknologi penting seperti flame yang ditopang sendiri, penggunaan feed liquid dan prekursor yang kurang volatil, flame bersuhu tinggi, dan gradien temperatur yang luas. Parameter sintesa dan kondisi batas untuk memperoleh produk partikel dengan katakteristik yang diinginkan dapat dilihat pada Gambar 2.1 (Teoh et al., 2010).



Gambar 2.1 Paradigma umum dan strategi untuk sintesa nanopartikel dengan FSP, dari desain konseptual hingga target aplikasi akhir (Teoh et al., 2010).

FSP dapat memproduksi powder oksida metal dengan rentang ukuran 1-200 nm dari prekursor berbiaya rendah dengan laju produksi hingga 250 g/h. Pada spray pyrolysis konvensional, larutan diatomisasi ke dalam reaktor berdinding panas di mana droplet aerosol mengalami evaporasi dan konsentrasi bahan terlarut pada droplet, pengeringan, termolisis partikel pada temperatur lebih tinggi untuk membentuk partikel mikropori, dan partikel padat terbentuk oleh sintering. Sementara pada FSP, dengan penggunaan flame sebagai sumber panas, bahan

bakar pembantu disuplai secara terpisah dari droplet larutan prekursor. Selanjutnya droplet terevaporasi sangat cepat sehingga prekursor yang dilepas dapat langsung bereaksi dengan gas oksidan yang disediakan flame oksidasi-hidrogen (Madler et al., 2002).

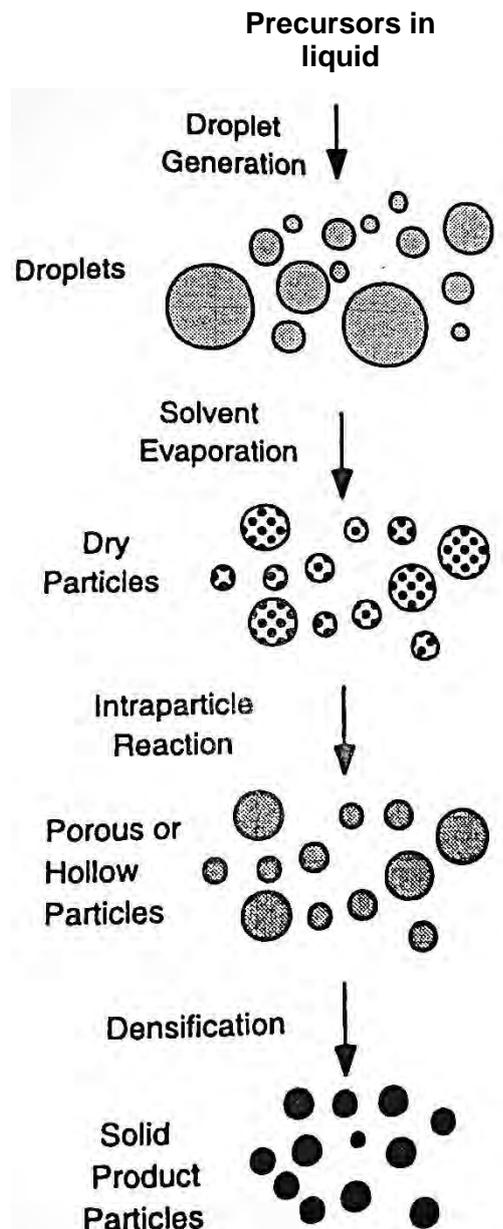
2.4 Mekanisme Pembentukan Partikel

Konversi liquid menjadi solid dapat diklasifikasikan sebagai proses kimia maupun fisik. Proses kimia yang pada reaksi prekursor dan berkaitan dengan *spray pyrolysis* adalah reaksi fase droplet untuk membentuk produk liquid atau solid dan reaksi gas-solid untuk membentuk produk solid. Sementara proses fisik terjadi pada pengeringan atau pendinginan yang melibatkan *spray pyrolysis*. Perbedaan utama antara proses kimia dan fisik adalah pada proses kimia prekursor mengalami reaksi kimia untuk membentuk produk yang mengandung beberapa elemen pada prekursor. Sedangkan pada proses fisik tidak terjadi reaksi kimia sehingga komposisi reaktan dan produk seringkali sama.

Langkah umum pada semua proses yang menggunakan reaktan liquid atau solid yang terdispersi pada liquid adalah pembentukan droplet yang mengandung prekursor dengan menggunakan *aerosol generator*. Pada *spray pyrolysis*, sebagai contoh reaksi kimia, droplet dilewatkan melalui lingkungan dengan temperatur tinggi, di mana solvent menguap dan prekursor bereaksi membentuk produk. Skema proses *spray pyrolysis* dapat dilihat pada Gambar 2.2. Seringkali tujuannya adalah untuk menyiapkan material kompleks dari sebuah larutan yang mengandung beberapa jenis reagent. Variasi dari proses ini adalah melibatkan prekursor solid ke dalam droplet prekursor liquid dan mereaksikannya di dalam sebuah aliran gas yang dipanaskan.

Flame pyrolysis melibatkan pelepasan droplet menuju *flame* yang menyediakan sumber energi yang dapat menghasilkan reaksi kimia intrapartikel yang menyebabkan konversi reagen menjadi produk akhir. Proses ini analog dengan *spray pyrolysis* biasa, kecuali bahwa energi termal diberikan oleh *flame* dan bukan oleh *furnace*. Perbedaan signifikan antara kedua metode pemanasan adalah gradien temperatur (lebih besar pada *flame* dibandingkan *furnace*), *residence times* (lebih singkat pada *flame* dibandingkan di dalam *furnace*), dan

paparan spesies kimia yang terbentuk sebagai hasil pembakaran yang tidak terdapat pada reaktor *spray pyrolysis*. Ada kemungkinan bahwa kebanyakan material inorganik akan terbentuk dengan *flame pyrolysis* karena material organik terbakar pada temperatur *flame* tertentu. Agar diperoleh *flame pyrolysis* dan bukan konversi gas-partikel, prekursor inorganik haruslah tidak volatil pada temperatur *flame* dan dibawa sebagai prekursor liquid ataupun solid (Kodas et al.,1999).



Gambar 2.2 Representasi skematik langkah-langkah penting yang terjadi pada proses *spray pyrolysis* secara sederhana (Kodas et al.,1999).

2.5 Karakterisasi Partikel

Karakterisasi partikel yang dilakukan diantaranya dengan metode SEM, XRD, dan BET, masing-masing untuk mengamati morfologi, kristalinitas, dan porositas partikel yang dihasilkan. Sedangkan aktivitas fotokatalitik akan diuji dengan fotodegradasi oleh methylene blue.

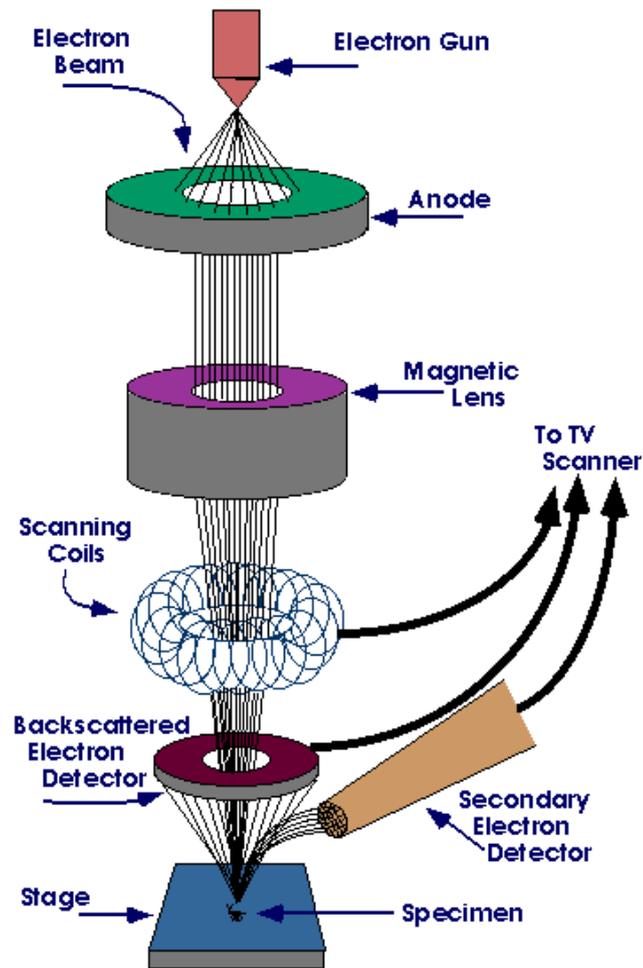
2.5.1 *Scanning Elecromagnetic Microscope (SEM)*

Scanning Elecromagnetic Microscope (SEM) adalah jenis [mikroskop elektron](#) yang dapat memperbesar gambar permukaan sampel dengan memindai dengan menggunakan pancaran elektron yang difokuskan.

SEM menggunakan sinar terfokus elektron berenergi tinggi untuk menghasilkan berbagai sinyal pada permukaan spesimen padat. Sinyal yang berasal dari elektron berinteraksi dengan sampel dan memberikan informasi tentang sampel termasuk morfologi eksternal (tekstur), komposisi kimia, dan struktur kristal serta orientasi dari bahan yang membentuk sampel. Pada kebanyakan aplikasi, data yang dikumpulkan dalam area yang dipilih dari permukaan sampel, dan gambar 2 dimensi yang dihasilkan menampilkan variasi spasial di properti ini.

Prinsip kerja SEM adalah sebagai berikut, sebuah pistol elektron memproduksi sinar elektron dan dipercepat dengan anoda lalu lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel dan sinar elektron yang terfokus memindai keseluruhan sampel lalu diarahkan ke gulungan pemindai. Ketika elektron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor. Skema kerja SEM dapat dilihat pada Gambar 2.3.

SEM memiliki resolusi yang lebih tinggi daripada mikroskop optik. Hal ini disebabkan oleh panjang gelombang de Broglie yang dimiliki elektron lebih pendek daripada gelombang optik. Makin kecil panjang gelombang yang digunakan maka makin tinggi resolusi mikroskop (Abdullah, 2009).



Gambar 2.3 Skema Alat *Scanning Electromagnetic Microscope* (SEM)

2.5.2 X-Ray Diffraction (XRD)

X-ray Diffraction (XRD) adalah teknik analisis yang cepat terutama digunakan untuk identifikasi fase dari bahan kristal dan dapat memberikan informasi tentang dimensi sel satuan. Max von Laue, pada tahun 1912, menemukan bahwa zat kristal bertindak sebagai tiga dimensi kisi-kisi difraksi untuk panjang gelombang sinar X. Difraksi sinar-X sekarang menjadi teknik umum untuk studi struktur kristal dan jarak atom. Difraksi sinar-X didasarkan pada interferensi konstruktif dari monokromatik sinar-X dan sampel kristal.

Sinar-X dapat terbentuk bila suatu logam sasaran ditembaki dengan berkas elektron berenergi tinggi. Dalam eksperimen digunakan sinar-x yang monokromatis. Kristal akan memberikan hamburan yang kuat jika arah bidang

kristal terhadap berkas sinar-x (sudut θ) memenuhi persamaan Bragg, seperti ditunjukkan dalam persamaan berikut (Calister, 2003).

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (1)$$

dengan:

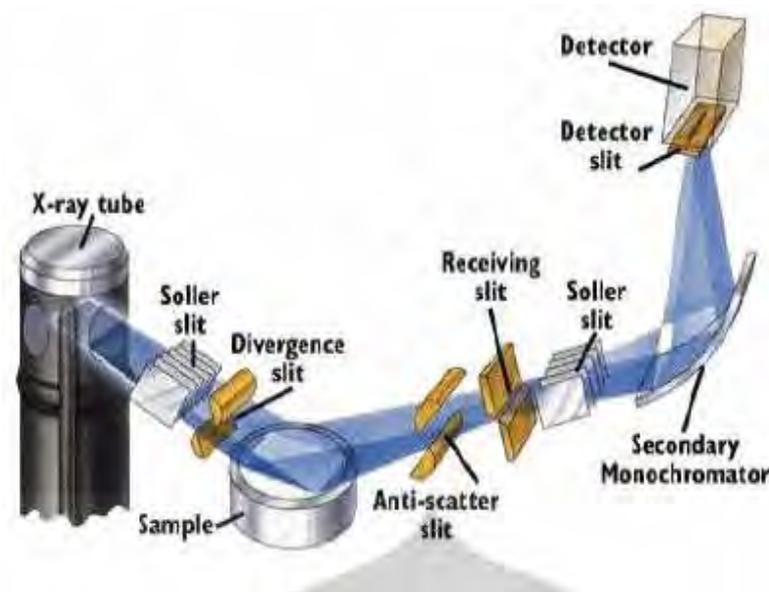
d = jarak antar bidang dalam kristal

θ = sudut deviasi

n = orde (0,1,2,3,.....)

λ = panjang gelombang

Persamaan (1) berkaitan dengan panjang gelombang radiasi elektromagnetik untuk sudut difraksi kisi dan jarak dalam sampel kristal. Difraksi sinar-X terdeteksi, diproses, dan dihitung. Konversi puncak difraksi dengan jarak d memungkinkan identifikasi mineral karena mineral masing-masing memiliki satu set unik jarak d . Hal ini dicapai dengan perbandingan jarak d dengan pola referensi standar.



Gambar 2.4 Skema Peralatan X-Ray Difraction

2.6 Penelitian Terdahulu

Beberapa penelitian mengenai sintesa partikel WO_3 dengan bermacam-macam metode untuk menghasilkan partikel dengan morfologi yang seragam maupun untuk memperbaiki performa fotokatalitiknya telah banyak dilakukan.

Pokhrel et al. (2009) melakukan sintesa *flame spray pyrolysis* untuk menghasilkan nanopartikel WO_3 dari beberapa jenis prekursor, yaitu tungsten hexacarbonyl, tungsten hexachloride, dan tungsten tetrachloride. Partikel dikarakterisasi dengan XRD, BET, HRTEM, dan spektrofotometer UV-vis. Hasil penelitian menunjukkan partikel yang terbentuk memiliki kristal isostruktural dengan fase monoklinik. Dari hasil analisa BET diperoleh ukuran kristal 7-10 nm, sedangkan dari analisa Rietveld/Le Bail kristal berukuran 6-8 nm. Sintesa WO_3 berstruktur nano dengan keadaan oksidasi W yang berbeda-beda di dalam prekursor memang tidak biasa namun mengagumkan karena sintesa ini memberikan kombinasi elegan berbagai solven organik yang sangat mudah terbakar. Prekursor W dengan kombinasi solven organik yang digunakan dalam penelitian ini dapat menjadi kandidat kuat untuk produksi kristal tunggal material nano WO_3 dengan ukuran partikel kurang dari 10 nm.

Le Houx et al. (2009) mengajukan kondisi baru untuk mempersiapkan partikel nanometrik tungsten trioxide dengan ukuran di bawah 30 nm. Sintesa yang diajukan adalah *solvothermal treatment* dengan *resistive* atau *microwave heating*. Penelitian terbagi ke dalam empat variabel yaitu tipe pemanasan, temperatur, *heating rate*, dan konsentrasi tungsten chloride. Untuk menganalisa karakter partikel digunakan analisa XRD, BET, SEM, TEM, HRTEM, dan ATR-FTIR. Dari hasil penelitian dapat diketahui bahwa morfologi produk dipengaruhi konsentrasi, temperatur, dan tipe pemanasan. Dengan *resistive heating*, permukaan spesifik 20-90 m^2/g untuk partikel 10-30 nm, fase kristal monoklinik. Sementara dengan *microwave heating* diperoleh permukaan spesifik 140 m^2/g dengan diameter 6 nm, fase kristal kubik. Untuk *resistive heating* di bawah $145^\circ C$, terbentuk tungstite platelet lebar ± 200 nm dan tebal 20 nm. Ukuran akan menurun ketika konsentrasi tungsten chloride meningkat dan partikel lebih bulat akan terbentuk. Untuk temperatur sintesa lebih tinggi, tungstite terdekomposisi dan terbentuk partikel di bawah 30 nm. Pada pemanasan $185^\circ C$, kenaikan konsentrasi dari 0.05 ke 0.1 $mol.L^{-1}$ menghasilkan lebih sedikit powder yang teraglomerasi. sedangkan kenaikan temperatur menyebabkan aglomerasi lebih banyak.

Li et al. (2010) menggunakan kopolimer polyisoprene-block-ethyleneoxide sebagai agen pembentuk untuk men-sintesa partikel WO_3 mesopori

yang memiliki properti fotokatalitik lebih baik. Performa fotokatalitik WO_3 akan ditingkatkan dengan memperbaiki struktur pori dan kristalinitasnya. Penelitian ini dilakukan dengan metode sintesa kalsinasi pada temperatur 400°C selama empat jam dan variabel percobaan rasio berat polimer dengan WO_3 yaitu 0:1 hingga 1.67:1. Kemudian dilakukan karakterisasi SEM, TEM, BET, BJH, XRD, dan fotodegradasi *methylene blue*. Dari hasil sintesa dan karakterisasi diperoleh hasil kesimpulan bahwa penggunaan polimer mempengaruhi partikel yang dihasilkan. Tanpa polimer dihasilkan aglomerasi partikel padat (25-30 nm), sedangkan dengan adanya polimer dihasilkan partikel berpori. Ukuran pori meningkat dengan bertambahnya kandungan polimer. Namun dengan rasio 1.67:1, struktur hancur. Luas permukaan meningkat dengan bertambahnya kandungan polimer hingga rasio 1:1. Dari analisa XRD diperoleh semua partikel yang dihasilkan memiliki fase kristal monoklinik.

Xie et al. (2011) melakukan sintesa partikel WO_3 murni berpori dengan hidrolisis WCl_4 pada larutan etanol dengan bantuan *polystyrene*. Pada studi ini diketahui WO_3 berpori yang terdiri dari kristal nano berukuran 10-20 nm sangat cocok untuk aplikasi filler, katalis, dan sensor. Peningkatan luas permukaan sampel dapat meningkatkan respon sensor. Dengan luas permukaan yang besar, produk WO_3 berpori menghasilkan kemampuan adsorpsi yang kuat dan aktivitas degradasi yang tinggi untuk *methylene blue* di bawah iradiasi cahaya tampak. Hal ini disebabkan oleh dua hal; (a) luas permukaan yang besar dari produk berpori dapat menyediakan lebih banyak *active sites*, (b) struktur berpori dapat memanfaatkan cahaya lebih efisien karena banyak hamburan dan refleksi cahaya insiden di dalam jaringan berpori.

Huang et al. (2011) menganalisa efek temperatur reaksi pada struktur dan properti photochromic WO_3 dengan sintesa hidrotermal. Morfologi dan properti *photochromic* partikel yang dihasilkan kemudian dianalisa dengan SEM, XRD, spektrofotometer UV-vis, dan *color difference meter*. Hasil penelitian menunjukkan temperatur hidrotermal memiliki pengaruh besar pada ukuran kristal, kristalinitas, struktur kristal produk yang dihasilkan, morfologi, ukuran partikel, dan aglomerasi. Semakin tinggi temperatur, lebih banyak energi untuk sistem reaksi akan diperoleh dan kristal akan tumbuh semakin sempurna sehingga

ukurannya pun meningkat. Kristalinitas produk yang meningkat ditandai dengan meningkatnya intensitas *peak* difraksi seiring kenaikan temperatur. Pada suhu di bawah 160°C hanya diperoleh fase heksagonal. Ketika melebihi 160°C, mulai diperoleh *powder* dengan fase kubik. Fase heksagonal WO₃ memperoleh *photochromism* lebih baik dibanding fase kubik.

Nandiyanto et al. (2013) memproduksi material WO₃ berpori agar seluruh permukaan dapat digunakan dengan efektif. Sintesa dilakukan dengan metode *spray pyrolysis* menggunakan polystyrene sebagai *colloidal template*. Untuk memperoleh partikel berpori dengan struktur pori terkontrol dan mengetahui pengaruh parameter terhadap karakteristik partikel, digunakan variabel konsentrasi prekursor serta rasio massa *host* dan *template*. Partikel yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi dengan analisa TGA, XRD, *nitrogen adsorption*, SEM, dan TEM. Dari penelitian yang dilakukan dapat disimpulkan bahwa diameter partikel meningkat dengan meningkatnya konsentrasi prekursor. Rasio massa PS/ATP 0.6 menghasilkan partikel WO₃ dengan laju fotokatalitik 2.5 kali lebih baik dibanding WO₃ tanpa pori. Hasil TEM menunjukkan telah dihasilkannya partikel makropori dengan penetrasi serta interaksi molekul dan cahaya pada bagian terdalam katalis aktif.

Arutanti et al. (2013) melakukan sintesa partikel WO₃ dengan ukuran kristal dan partikel terkontrol serta menginvestigasi hubungan kekristalan/ukuran partikel dengan aktivitas fotokatalitik. Adapun metode yang digunakan adalah *spray pyrolysis* dengan mengatur lima variabel yaitu ukuran kristal, ukuran partikel, temperatur sintesa, dan konsentrasi awal prekursor. Untuk mengetahui morfologi dan performa katalitik partikel, dilakukan karakterisasi dengan SEM, XRD, BET, fotodekomposisi rhodamine B, dan spektrofotometer UV-vis. Dari hasil penelitian diperoleh performa terbaik didapat dari partikel WO₃ yang dihasilkan dengan kondisi temperatur 1200°C, ukuran kristal 25 nm, konsentrasi prekursor 10 mmol/L, ukuran partikel 105 nm. Ukuran kristal maupun partikel berpengaruh penting dalam aktivitas fotokatalitik. Ukuran kristal (18-41 nm) dan partikel (588-660 nm) meningkat dengan peningkatan suhu sintesa (600-1000°C). Namun diatas suhu 1000, ukuran kristal (37-23 nm) dan partikel (177-87 nm)

semakin kecil. Pada suhu 900°C, ukuran partikel meningkat dengan meningkatnya konsentrasi prekursor.

Uresti et al. (2013) menggunakan metode berbeda, yaitu *microwave-assisted hydrothermal*, untuk menghasilkan nano partikel WO₃ tanpa bahan aditif. Dengan variabel waktu pemanasan di reaktor hidrotermal dan temperatur *treatment* termal, penelitian ini mampu menghasilkan partikel WO₃ berstruktur kristal monoklinik dan heksagonal yang kristalinitasnya meningkat pada suhu tinggi. Waktu reaksi pada *microwave hydrothermal* tidak mempengaruhi morfologi partikel aglomerat. Sedangkan temperatur mempengaruhi luas permukaan dan aktivitas WO₃. Luas permukaan menurun seiring temperatur sintesa meningkat dikarenakan pertumbuhan partikel WO₃ dan *mean pore diameter* berbanding lurus dengan suhu. Aktivitas WO₃ meningkat ketika temperatur *treatment* termal untuk membentuk oksida meningkat. Secara keseluruhan, sampel WO₃ dengan luas area spesifik terbesar dan struktur kristal heksagonal merupakan kandidat potensial untuk aplikasi gas sensor.

Singh dan Madras (2013) melakukan sintesa komposit WO₃-TiO₂ untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik TiO₂ di bawah sinar ultraviolet dan radiasi tampak. Penggunaan pasangan elektron-hole adalah kunci utama untuk degradasi cepat dari organik namun langkah yang mengganggu yaitu rekombinasi pasangan elektron-hole. Modifikasi permukaan pada katalis dapat mencegah reaksi rekombinasi elektron-hole dan meningkatkan efisiensi degradasi fotokatalitik. Modifikasi permukaan katalis melibatkan doping metal atau non-metal pada semikonduktor, impregnasi metal pada permukaan partikel nano semikonduktor, atau komposit semikonduktor. Dari hasil penelitian diperoleh *optimum loading* WO₃ untuk aktivitas maksimal yaitu sebesar 15% berat.

Kako et al. (2014) menemukan metoda sederhana untuk mempersiapkan WO₃ yang diisi NaOH dengan aktivitas fotokatalitik tinggi di bawah iradiasi cahaya tampak. Sebagai semikonduktor, WO₃ menunjukkan aktivitas tinggi untuk fotokatalitik evolusi O₂ namun aktivitas katalitik untuk dekomposisi organik gas terbatas. Sehingga perlu adanya studi untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik dan ketahanan tinggi terhadap dekomposisi organik pada fase gas. Aktivitas WO₃ yang diisi 5% berat NaOH 120 kali lebih tinggi dibandingkan WO₃ murni. Alasan

yang mungkin untuk aktivitas lebih tinggi pada WO_3 yang diisi NaOH adalah kenaikan potensial band konduksi dan penekanan akumulasi H_2O_2 . Untuk WO_3 -NaOH, elektron dapat dikonsumsi oleh reduksi O_2 satu-elektron atau dua-elektron. Reaksi reduksi ini menimbulkan kemudahan konsumsi elektron yang dihasilkan cahaya.

BAB 3

METODE PENELITIAN

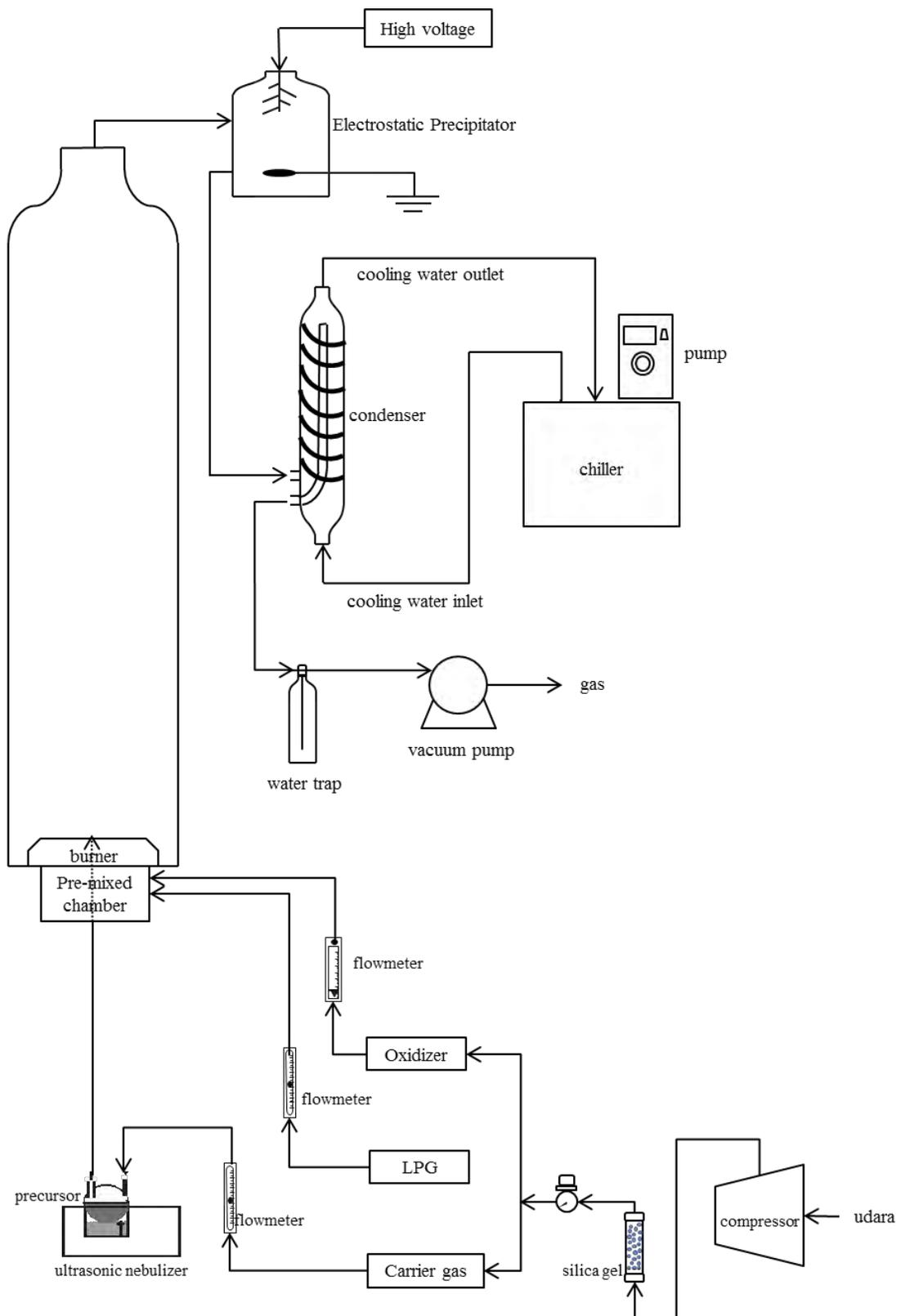
3.1 Bahan dan Peralatan Penelitian

Bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain:

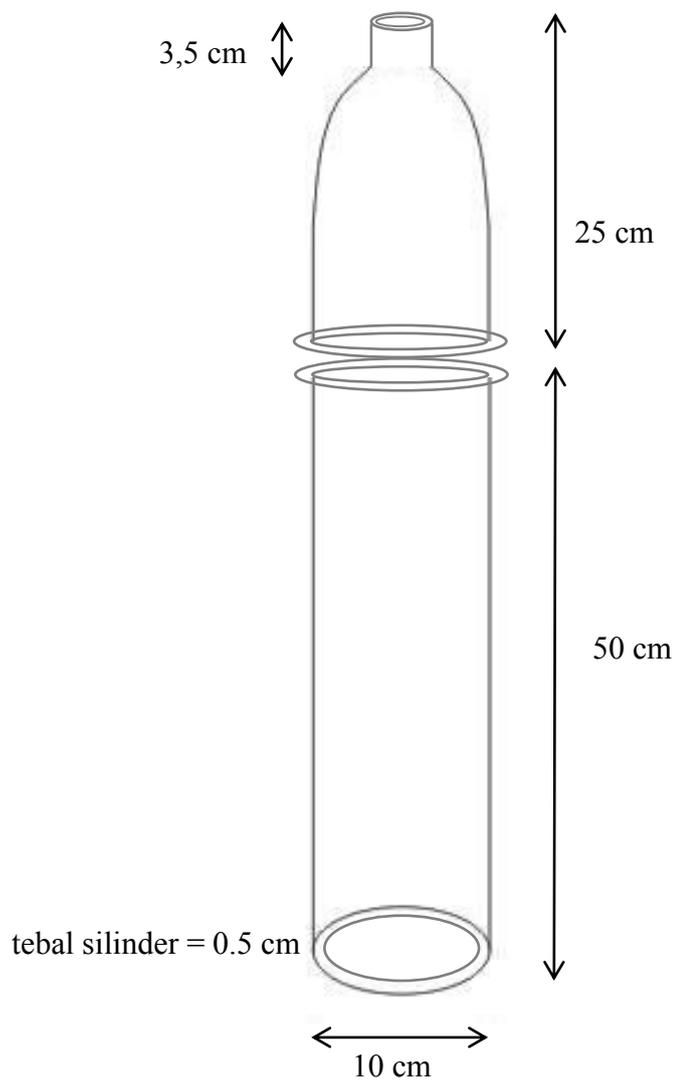
1. Kristal ATP (ammonium tungstate pentahydrate $(\text{NH}_4)_{10}\text{W}_{12}\text{O}_{41}\cdot 5\text{H}_2\text{O}$; purity 88-90%; Kanto Chemical Co., Inc., Japan)
2. *Ultra pure water* (pH 5.7, PT. Otsuka Indonesia)
3. Udara (*compressed air*)
4. Gas LPG (*commercial grade*, PT Pertamina)
5. *Methylene blue* ($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{SCl}$ purity 69.6%, SAP Chemicals)

Peralatan yang digunakan di dalam penelitian ini adalah:

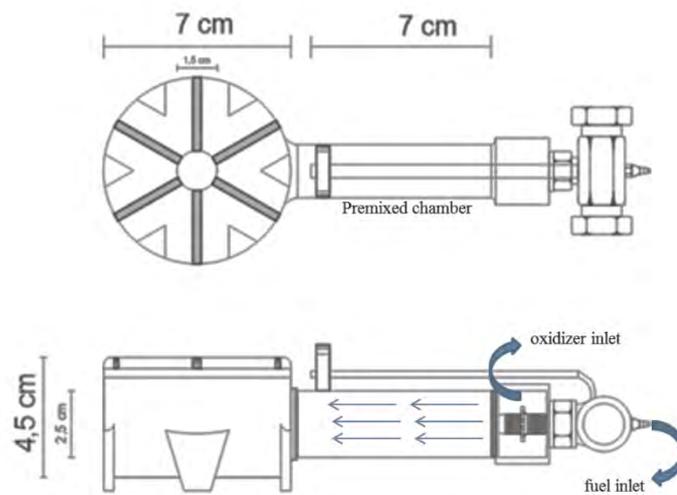
1. *Flowmeter* (KOFLOC RK 1200, Jepang) berfungsi sebagai pengukur laju aliran *carrier gas*, oksigen, dan *fuel gas*.
2. *Ultrasonic nebulizer* (OMRON NE-U17, Jepang) berfungsi sebagai penghasil droplet larutan yang akan dispray menuju zona pembakaran.
3. *Burner (homemade)* berfungsi sebagai sumber panas.
4. *Electrostatic precipitator (homemade)* berfungsi menangkap partikel WO_3 yang dihasilkan pada proses *flame spray pyrolysis*.
5. *Water trap (homemade)* berfungsi untuk menampung kondensat dan menangkap partikel yang masih lolos dari *electrostatic presipitator*.
6. *Vacuum pump* (1-stage vacuum pump, KW 19-534, 1/2 HP) berfungsi untuk menarik gas hasil sintesa *flame spray pyrolysis*.
7. *Compressor* udara (Hitachi, 0.75OU-8.5S, USA) berfungsi untuk menghasilkan udara dengan tekanan yang lebih tinggi, pada penelitian ini tekanan kompresor diatur pada nilai 2 kg/cm^2 .



Gambar 3.1 Skema peralatan sintesa partikel dengan *flame spray pyrolysis*



Gambar 3.2 Skema kolom kaca *flame spray pyrolysis*



Gambar 3.3 Skema *premixed burner*

3.2 Kondisi Operasi dan Variabel Penelitian

Kondisi operasi yang digunakan pada penelitian ini adalah:

1. Pelarutan kristal ATP dengan *ultra pure water* yang disertai dengan pengadukan dengan *magnetic stirrer*.
2. Laju alir udara sebagai *oxidizer* sebesar 35.9 L/menit.
3. Laju alir gas LPG sebagai bahan bakar sebesar 1.5 L/menit
4. Laju alir *carrier gas* sebesar 3 L/menit.
5. Tekanan udara keluar dari kompresor sebesar 2 kg/cm².

Variabel yang digunakan pada penelitian ini adalah konsentrasi larutan prekursor ATP sebesar 0.010 M; 0.013 M; 0.015 M; 0.017 M dan 0.02 M.

3.3 Prosedur Percobaan

3.3.1 Pembuatan Larutan Prekursor

Untuk men-sintesa partikel WO₃, digunakan ATP ((NH₄)₁₀W₁₂O₄₁.5H₂O; purity 88-90%) sebesar 3.132; 4.072; 4.699; 5.325 dan 6.265 gram yang masing-masing dilarutkan ke dalam 100 ml *ultra pure water* sebagai larutan prekursor. Sehingga diperoleh konsentrasi masing-masing 0.01, 0.013, 0.015, 0.017 dan 0.02 M.

3.3.2 Sintesa Partikel WO₃

Larutan prekursor dimasukkan ke dalam *ultrasonic nebulizer* yang akan mengubah bentuk larutan prekursor menjadi droplet-droplet. Selanjutnya droplet akan dibawa oleh udara yang berperan sebagai *carrier gas* yang sebelumnya telah dialirkan melewati silika gel untuk mendapatkan udara yang benar-benar kering.

Kemudian droplet dibawa menuju *burner* dan masuk ke dalam kolom kaca yang berfungsi sebagai reaktor tempat berlangsungnya reaksi pembakaran, hingga dihasilkan partikel WO₃. Aliran keluar reaktor akan masuk ke dalam *electrostatic precipitator* yang berfungsi untuk menangkap partikel yang dihasilkan. Sisa gas pembakaran akan dihisap dengan menggunakan *vacuum pump* dan terus dialirkan menuju kondensor untuk dikondensasi. Air yang

terkondensasi kemudian ditangkap di dalam *water trap*, sedangkan gas sisa yang bebas air dan partikel dikeluarkan melalui saluran pembuangan.

3.3.3 Karakterisasi Partikel

Terdapat beberapa macam analisa yang dapat dilakukan untuk mengetahui karakter partikel. Analisa termogravimetri dengan TG-DTA (DTA-60/60H, Shimadzu) berfungsi untuk mengetahui perubahan massa material selama proses pemanasan sehingga dapat diperoleh kinetika reaksi dari ATP menjadi WO_3 . Analisa dilakukan menggunakan udara (O_2 dan N_2) sebagai gas pereaksi dengan laju alir 50 ml/menit, di mana *heating rate* diatur $7.5^\circ\text{C}/\text{menit}$. Untuk mengetahui morfologi partikel WO_3 yang dihasilkan, dilakukan analisa *Scanning Elecromagnetic Microscope* (SEM). Sedangkan analisa kemurnian dan derajat kristalinitas dilakukan dengan analisa *X-Ray Diffraction* (XRD Philips 30 mA, 40 kV).

3.3.4 Pengukuran Aktivitas Fotokatalitik

Untuk mengetahui aktivitas fotokatalitik dilakukan uji fotodegradasi *methylene blue* di bawah radiasi sinar matahari dengan intensitas 1050-1500 lux. Partikel WO_3 sebanyak 4 mg dimasukkan ke dalam 20 ml larutan yang mengandung *methylene blue* dengan konsentrasi 4 mg/L. Proses fotodegradasi dilakukan dengan pengadukan terus-menerus menggunakan *magnetic stirrer*. Sebelum memulai proses fotodegradasi, larutan dibiarkan pada kondisi gelap selama 30 menit untuk mencapai kesetimbangan (adsorpsi/desorpsi) antara *methylene blue* dengan partikel WO_3 yang dihasilkan. Konsentrasi *methylene blue* pada sampel setelah perlakuan pada kondisi gelap dicatat sebagai konsentrasi awal (C_0). Untuk mengukur degradasi *methylene blue* dalam larutan, sampel diambil pada variabel waktu setiap 10 menit (dicatat sebagai konsentrasi, C) dan dianalisa menggunakan spektrofotometer UV-vis (Genesys 10S, Thermo Scientific). Proses fotodegradasi diamati hingga nilai absorbansi terbaca konstan atau kurang lebih selama kurun waktu satu jam.

3.3.5 Simulasi Distribusi Temperatur di Dalam Reaktor

Simulasi dilakukan dengan pemodelan simulasi *computational fluid dynamics* menggunakan *software* Ansys Fluent 16.2. Tahapan utama proses simulasi meliputi:

1. *Pre processing*

Pada tahapan ini dilakukan pendefinisian domain yang akan dihitung dengan membuat model geometri menggunakan *software* Desain Modeler Ansys Workbench 14.5 kemudian membagi geometri menjadi *grid* menggunakan *software* Meshing.

2. *Solver*

Hasil pembagian geometri dalam bentuk file.msh diimpor ke dalam *software* Ansys Fluent 16.2. Pada tahap ini dilakukan pendefinisian kondisi awal, kondisi batas, dan pemodelan yang akan dipakai. Pendefinisian yang diinput yaitu:

- a. *initial and boundary condition*. Kondisi awal dan kondisi batas yang ditentukan meliputi; laju alir inlet LPG sebagai bahan bakar 0.169 m/s, inlet *oxydizer* sebesar 4.05 m/s, dan inlet *carrier gas* 0.339 m/s, temperatur awal 303 K, serta tekanan outlet 0 atm.
- b. pemodelan simulasi. Pemodelan yang digunakan meliputi pemodelan turbulensi *standard k-ε* dan pemodelan pembakaran. Model turbulensi *standard k-ε* secara luas telah diaplikasikan pada kasus *steady state* praktis dan menghasilkan ketelitian yang baik untuk rentang interval aliran tertentu. Simulasi pembakaran pada reaktor menggunakan Ansys Fluent dapat didekati dengan pemodelan *non-premixed combustion* berdasarkan fraksi campuran antar reaktan.
- c. material. Dalam pemodelan pembakaran dirincikan inlet masuk dengan bahan bakar yang terdiri dari 50% C₃H₈ dan 50% C₄H₁₀, *oxydizer* dan *carrier gas* terdiri dari 79% N₂, 21% O₂.
- d. *solver*. Skema penyelesaian persamaan kekekalan massa menggunakan *Pressure-Velocity Coupling* dengan algoritma SIMPLEC karena sistem penyelesaian *steady* dan dapat lebih cepat mencapai konvergensi.

3. *Post processing*

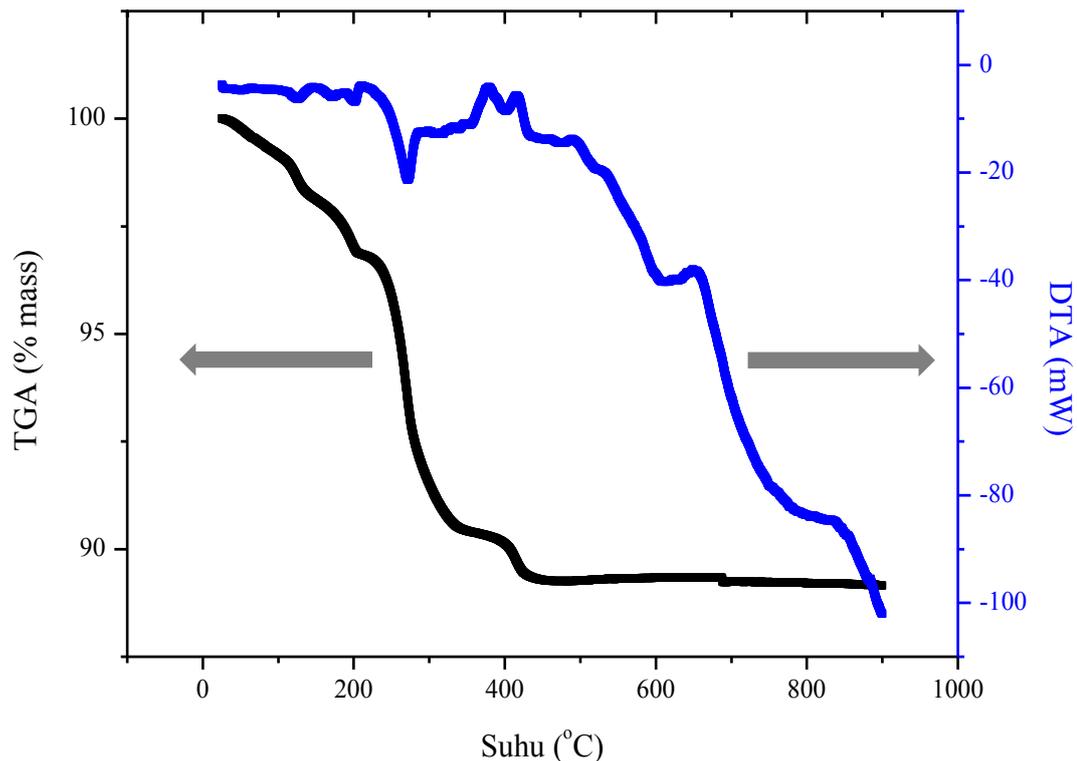
Pada tahap terakhir ini dilakukan pengamatan hasil simulasi yaitu kontur temperatur dan plot distribusi temperatur pada reaktor.

BAB 4

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Properti Termal dengan TG-DTA

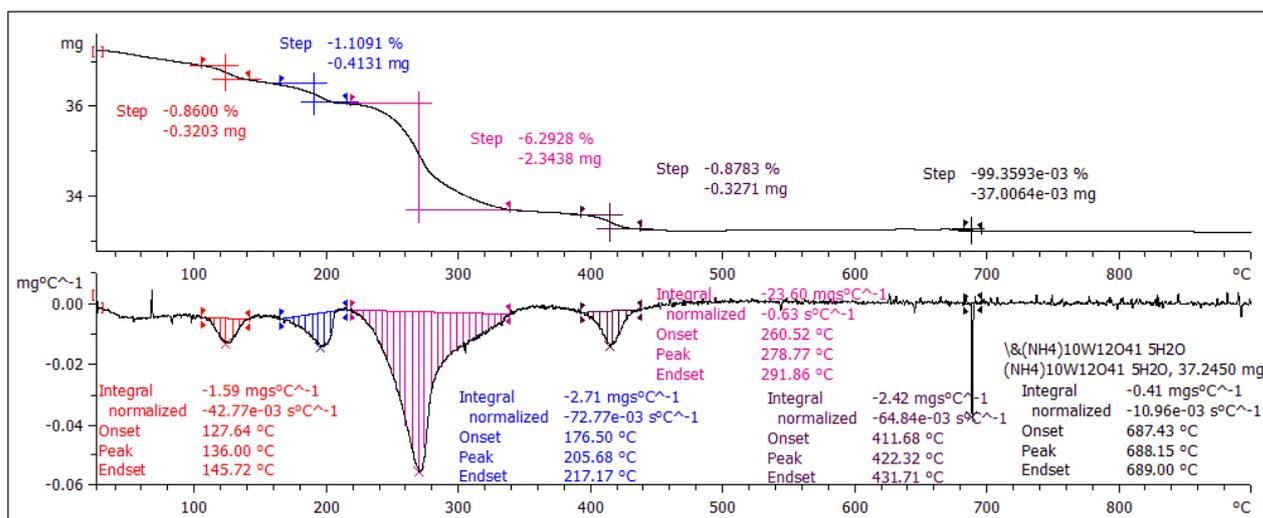
Analisis TG-DTA dilakukan untuk mengetahui kinetika reaksi suatu senyawa dengan melihat perubahan massa selama proses pemanasan pada kurun waktu tertentu. Pada penelitian ini dilakukan analisa TG-DTA terhadap partikel Ammonium Tungstate Pentahydrate (ATP) 88-90%, dengan menggunakan udara (O_2 dan N_2) sebagai gas pereaksi. Hasil analisa ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Hasil analisa TG-DTA pada ammonium tungstate pentahydrate

Beberapa fitur pada kurva TGA yang tidak mudah terlihat dapat dianalisa lebih jelas dengan menggunakan turunan pertama kurva TGA, yang dikenal pula sebagai kurva *Differential Thermogravimetry* (DTG). Sebagai contoh, setiap

perubahan dalam laju penurunan massa dapat langsung terlihat pada kurva DTG dalam bentuk *peak* yang mengindikasikan terjadinya sebuah reaksi. Kurva DTG juga menunjukkan persamaan terhadap kurva *Differential Thermal Analysis* (DTA) yang memungkinkan perbandingan lebih mudah dibuat. Kurva DTG untuk partikel ATP dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Kurva DTG partikel ammonium tungstate pentahydrate (ATP)

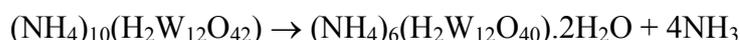
Berdasarkan hasil TGA, terlihat adanya penurunan massa cukup signifikan yang teramati pada suhu $\pm 100\text{-}200^\circ\text{C}$. Hal ini terjadi karena peristiwa evaporasi air yang terkandung pada senyawa ATP. Massa yang hilang pada rentang suhu ini adalah sebesar 1.82%. Evaporasi air ini juga dapat dibuktikan dengan adanya *peak* endotermik pada rentang suhu $127.64^\circ - 145.72^\circ\text{C}$, tepatnya suhu 136°C yang menunjukkan adanya penyerapan panas. Reaksi pelepasan molekul air (H_2O) berlangsung menurut reaksi:



Pada reaksi di atas, terjadi dehidrasi ATP dan produk reaksi adalah ammonium paratungstate yang terdehidrasi $((\text{NH}_4)_{10}(\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{42}))$ (Lassner dan Schubert, 1999).

Peak endotermik selanjutnya terlihat pada rentang suhu $176.5^\circ - 217.17^\circ\text{C}$, tepatnya pada 205.68°C . Pada suhu ini terjadi penurunan massa ATP sebesar 3.19% dari massa sebelumnya. Penurunan massa pada suhu ini disebabkan oleh adanya pelepasan amonia dan reaksi perubahan ammonium

paratungstate (APT) menjadi ammonium metatungstate (AMT). Reaksi ini biasanya berlangsung pada rentang suhu 180-225°C, menurut reaksi sebagai berikut:



Kemudian pada rentang suhu 260.52° - 291.86°C terbentuk *peak* endotermik yang cukup terjal, tepatnya pada 278,77°C. *Peak* ini menandai peristiwa pembentukan tungsten trioxide (WO₃) dengan penurunan massa sebesar 8.12% dari massa sebelumnya. Namun produk WO₃ yang terbentuk pada suhu ini masih dalam bentuk amorf. Adapun reaksi yang terjadi adalah:



Pada rentang suhu 411.68° - 431.71°C terlihat satu *peak* tepatnya pada suhu 422.32°C yang menandai terlepasnya semua residu amonia dan air, serta terbentuknya produk tungsten trioxide (WO₃). Fase kristal WO₃ yang terbentuk dari pemanasan pada suhu ini adalah *monoclinic*. Reaksi pembentukan WO₃ adalah sebagai berikut:



Sedangkan *peak* terakhir pada 688.15°C menandai perubahan fase kristal WO₃ dari *monoclinic* menjadi *orthorhombic*. Penelitian terdahulu mengenai tungsten trioxide memberikan urutan pembentukan struktur kristal. Modifikasi *monoclinic* mengalami dua transisi, yaitu transisi *monoclinic-orthorhombic* pada suhu 480°C dan transisi *orthorhombic-tetragonal* pada suhu 740°C. Awalnya terbentuk fase *triclinic* terlebih dahulu kemudian menjadi *monoclinic* pada suhu sekitar 200°C (Salje dan Viswanathan, 1974).

4.2 Proses Pembentukan Partikel pada *Flame Spray Pyrolysis*

Metode yang digunakan pada sintesa partikel ini adalah *flame spray pyrolysis*. Larutan prekursor yang telah diatomisasi menjadi bentuk droplet-droplet dengan menggunakan *ultrasonic nebulizer* selanjutnya didorong menuju kolom kaca untuk dibakar sehingga diperoleh partikel WO₃. Energi dalam proses *flame* dihasilkan dari reaksi kimia untuk pembentukan partikel. Energi yang

dilepaskan dipindahkan secara konveksi dan radiasi yang sangat penting untuk sintesa partikel nano.

Reaksi pembakaran terjadi di dalam kolom kaca. Gas LPG dan udara dari kompresor sebagai *oxidizer* yang telah bercampur sebelumnya di dalam *premixed chamber*, masuk bersamaan dengan prekursor dan kemudian terbakar setelah keluar dari *burner*.

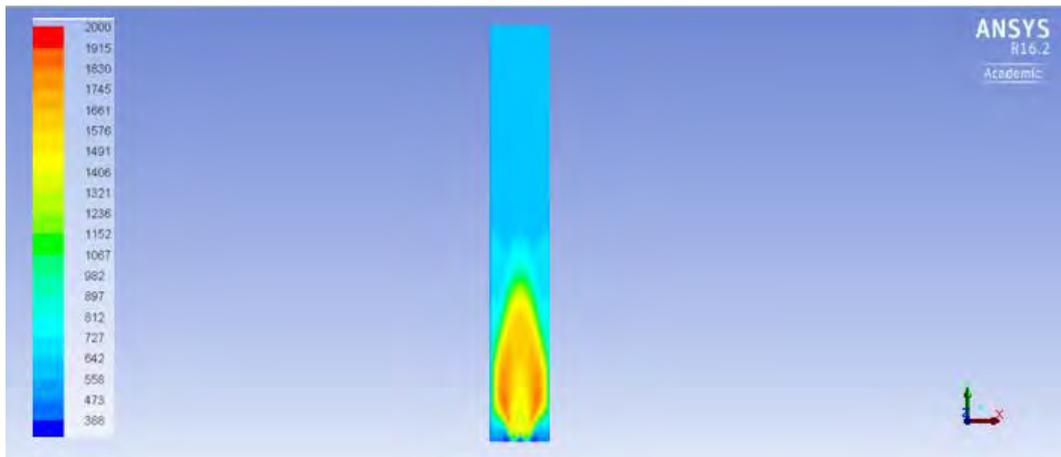
Berdasarkan jenis prekursor yang masuk ke dalam *flame reactor* diklasifikasikan menjadi dua, yaitu vapor dan liquid. Pada penelitian ini digunakan larutan prekursor, maka termasuk jenis *liquid fed aerosol flame synthesis*. Jenis sintesa ini lebih serbaguna karena dapat menggunakan prekursor yang tidak volatil.

Prekursor akan dikonversi menjadi produk berbentuk partikel. Proses pertama yang terjadi dalam sintesa *flame spray pyrolysis* adalah evaporasi solvent, dalam hal ini digunakan air. Evaporasi yang sempurna akan membentuk partikel padat, sedangkan evaporasi tidak sempurna akan membentuk *hollow particles* atau *shell-like particles*. Selama proses evaporasi, konsentrasi solute meningkat dan tekanan uap solvent terhadap droplet menurun. Pada waktu yang sama, evaporasi solvent akan menyebabkan berkurangnya ukuran droplet. Seiring dengan meningkatnya temperatur reaksi, terjadi dekomposisi ATP sehingga menghasilkan partikel WO_3 .

4.3 Distribusi Temperatur dan Waktu Tinggal di Dalam Reaktor *Flame Spray Pyrolysis*

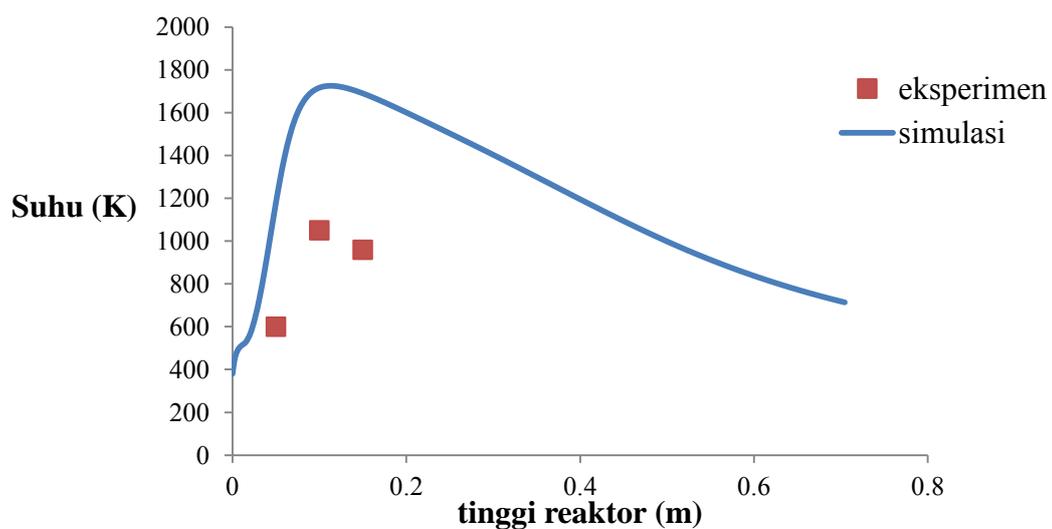
Distribusi temperatur diperoleh dari simulasi berbasis *Computational Fluid Dynamics* (CFD) pada kondisi operasi tertentu. *Software* yang digunakan adalah Ansys Fluent 16.2. Gambar 4.3 menunjukkan pola distribusi temperatur yang dihasilkan pada kondisi pembakaran 0.169 m/s LPG dengan laju alir *oxidizer* sebesar 4.05 m/s dan *carrier gas* 0.339 m/s. Dari pola distribusi temperatur, dapat dilihat persebaran suhu di setiap titik yang berbeda di dalam reaktor. Pada ketinggian reaktor 0 hingga 0.15 m terjadi kenaikan suhu yang cukup signifikan. Hal ini ditandai dengan adanya gradasi warna kuning hingga jingga pada bagian bawah reaktor. Suhu tertinggi terjadi pada ketinggian reaktor 0.112 m, di mana

suhu pada titik tersebut mencapai 1725.3 K. Setelah ketinggian 0.15 m, suhu di dalam reaktor berangsur-angsur turun yang ditandai dengan perubahan warna pola distribusi temperatur menjadi warna biru muda. Penurunan suhu terus terjadi hingga pada ujung atas reaktor mencapai suhu 713.8 K.



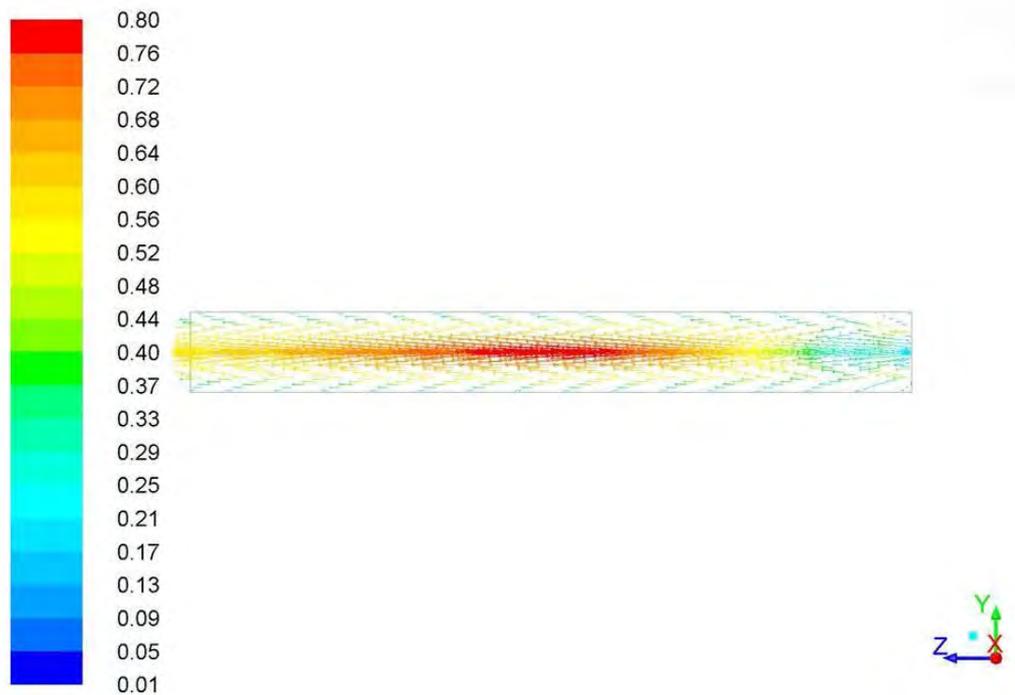
Gambar 4.3 Distribusi temperatur di dalam reaktor

Dari hasil pengukuran temperatur yang dilakukan pada saat eksperimen, diperoleh pola yang sama dengan distribusi temperatur dari hasil simulasi. Gambar 4.4 menunjukkan terjadi kenaikan temperatur hingga titik tertentu kemudian nilai temperaturnya turun. Ketiga titik pengukuran dari hasil eksperimen dilakukan pada ketinggian reaktor 0.05, 0.1, dan 0.15 m dengan hasil berturut-turut yaitu 600, 1050, dan 960 K.



Gambar 4.4 Perbandingan distribusi temperatur di dalam reaktor dari hasil eksperimen dan simulasi

Dari simulasi ini dapat diketahui pula kecepatan *carrier gas* sebagai pembawa partikel di setiap titik di dalam reaktor. Vektor kecepatan *carrier gas* dapat dilihat pada Gambar 4.5. Nilai kecepatan berbeda-beda di setiap ketinggian reaktor yang ditandai perbedaan gradasi warna. Pada ketinggian 0.1 m, kecepatannya 0.37 m/s. Kecepatan *carrier gas* semakin meningkat hingga 0.8 m/s pada ketinggian 0.4 m, ditandai perubahan warna dari biru kehijauan menjadi merah. Kemudian pada ketinggian 0.5 m, kecepatan berangsur turun hingga di ujung atas reaktor kecepatannya 0.52 m/s.

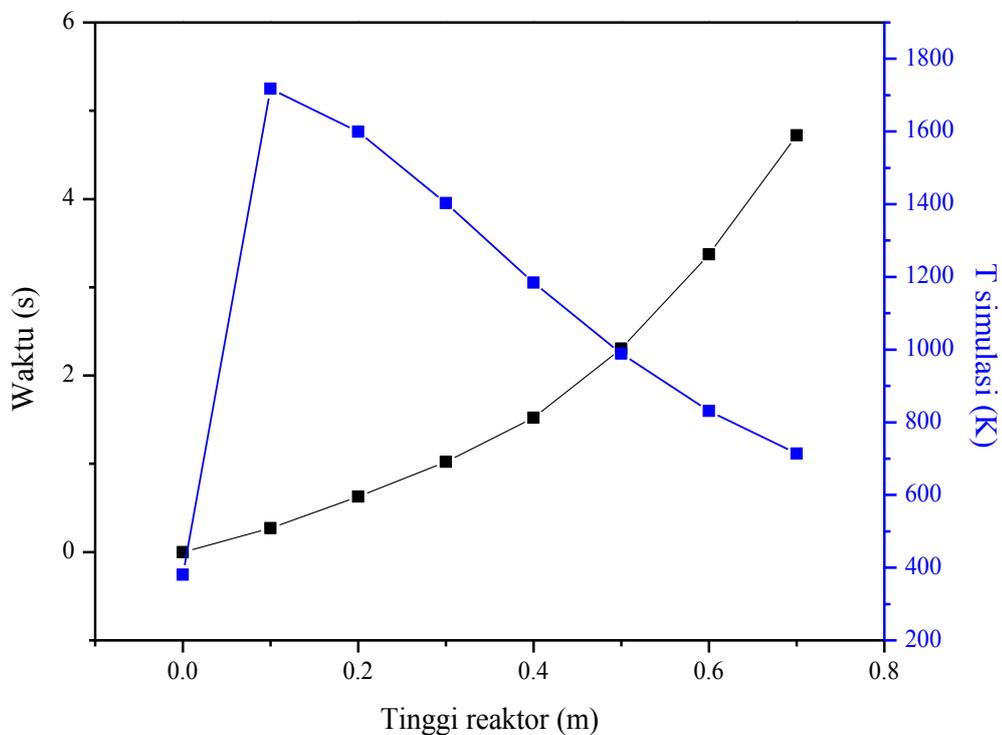


Gambar 4.5 Vektor kecepatan di setiap titik pada reaktor (m/s)

Dengan mengetahui kecepatan *carrier gas*, dapat diperoleh waktu yang diperlukan untuk mencapai jarak ketinggian tertentu dengan membagi titik ketinggian reaktor terhadap kecepatan pada titik tersebut. Total waktu untuk mencapai ujung reaktor inilah yang disebut sebagai waktu tinggal partikel di dalam reaktor. Pada simulasi dengan kondisi inlet *carrier gas* 0.339 m/s, waktu tinggal di dalam reaktor adalah 4.72 s. Perhitungan waktu tinggal dapat dilihat pada Appendiks A-5.

Apabila data waktu untuk mencapai ketinggian tertentu pada reaktor digabung dengan data temperatur di setiap titik ketinggian, maka akan diperoleh

kombinasi yang cukup menarik seperti terlihat pada Gambar 4.6. Gerak partikel selama berada di dalam reaktor dapat diketahui beserta temperatur pada kondisi tersebut. Dari sini dapat diperkirakan apakah temperatur yang tercapai sudah memenuhi untuk terbentuknya partikel yang diinginkan. Dari Gambar 4.6 diketahui ketinggian 0.1 m tercapai dalam waktu 0.27 s dengan temperatur paling tinggi yaitu 1725.3 K. Sedangkan untuk mencapai ujung atas reaktor setinggi 0.7 m diperlukan waktu 4.72 s dengan temperatur 713.8 K. Secara teoritis, temperatur yang dicapai sudah cukup untuk proses pembentukan partikel karena proses pelepasan residu amonia dan air pada ATP serta pembentukan produk WO_3 membutuhkan suhu $400^{\circ}-500^{\circ}C$ (Lassner dan Schubert, 1999).



Gambar 4.6 Waktu untuk mencapai ketinggian tertentu pada reaktor beserta temperatur di setiap titik ketinggian

4.4 Pengaruh Konsentrasi Prekursor terhadap Pembentukan Partikel

Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi ammonium tungstate pentahydrate (ATP) terhadap pembentukan partikel, digunakan lima macam konsentrasi prekursor yaitu 0.01; 0.013; 0.015; 0.017 dan 0.02 M. Variabel konsentrasi ini dipilih karena cocok untuk memproduksi partikel, di mana

konsentrasi yang terlalu rendah mengakibatkan rendahnya produksi partikel, sedangkan konsentrasi yang terlalu tinggi sulit diperoleh terkait kelarutan ATP di dalam air.

Morfologi dan ukuran produk partikel dapat dideteksi menggunakan SEM (*scanning electromagnetic microscope*). Dari hasil analisa SEM diketahui bahwa morfologi partikel WO_3 yang dihasilkan untuk semua variasi konsentrasi berbentuk bulat seperti pada Gambar 4.7 (a-e). Diameter rata-rata partikel diperoleh dengan mengukur diameter setiap partikel yang dihasilkan menggunakan *software* ImageMIF. Dari hasil perhitungan diperoleh diameter rata-rata untuk variasi konsentrasi 0.01, 0.013, 0.015, 0.017 dan 0.02 M masing-masing adalah 47.3, 53.3, 66.6, 64.1 dan 54.6 nm. Adapun persamaan rata-rata geometrik yang digunakan adalah:

$$d_p = \exp\left(\frac{\sum n_i d_i}{N}\right) \quad (1)$$

dengan:

n_i = jumlah partikel dengan diameter d_i

d_i = diameter partikel yang terukur dengan pendekatan diameter Feret, di mana diameter partikel adalah jarak antara dua bidang paralel pada dua sisi berbeda yang saling tegak lurus

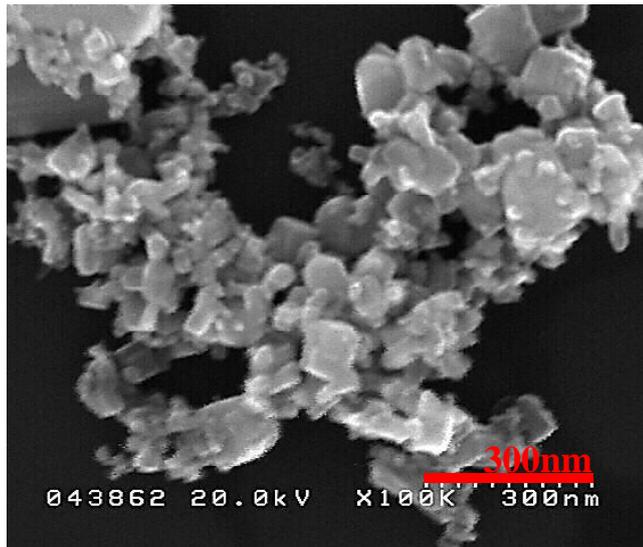
N = jumlah data diameter partikel

Selain diameter partikel, dilakukan pula perhitungan distribusi ukuran partikel. Ukuran partikel dapat dinyatakan dalam bentuk kurva frekuensi relatif. Distribusi ukuran partikel yang dinyatakan dalam kurva frekuensi relatif dihitung dengan bantuan *software* OriginPro 8. Melalui *software* ini, diameter partikel yang telah diukur sebelumnya dibagi ke dalam beberapa kelompok ukuran diameter partikel kemudian dihitung frekuensi relatifnya, yaitu jumlah frekuensi setiap kelompok ukuran dibagi total sampel diameter yang diukur. Perhitungan frekuensi relatif dapat dilihat pada Appendix A-2. Grafik distribusi ukuran partikel WO_3 ditunjukkan pada Gambar 4.8 (a-e). Distribusi ini menggambarkan populasi partikel. Adapun untuk menghitung deviasi standar digunakan persamaan deviasi standar geometrik:

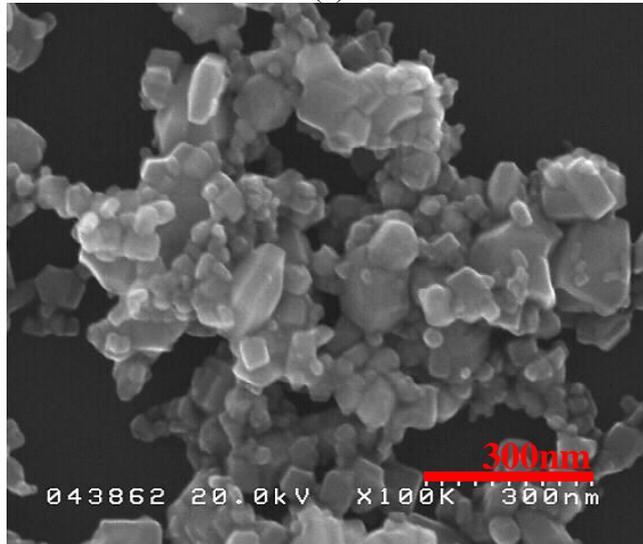
$$\sigma = \exp\left(\frac{\sum n_i(\ln d_i - \ln d_p)^2}{N-1}\right)^{1/2} \quad (2)$$

Dari hasil perhitungan diameter partikel dapat dilihat bahwa terjadi peningkatan diameter WO₃ dari konsentrasi 0.01 M ke 0.015 M. Ukuran partikel meningkat dengan bertambahnya konsentrasi prekursor. Hasil serupa juga terlihat dari penelitian Arutanti pada tahun 2014 yang menginvestigasi pengaruh konsentrasi awal prekursor terhadap pembentukan partikel WO₃. Dari keempat konsentrasi prekursor yang digunakan, yaitu 2.5, 5, 10, dan 15 mmol/L, terjadi peningkatan ukuran partikel seiring dengan meningkatnya konsentrasi prekursor. Hal ini terjadi karena kenaikan konsentrasi prekursor memberi peluang produksi partikel yang lebih besar (Arutanti et al., 2014). Namun untuk konsentrasi 0.02 M diameter partikelnya lebih kecil dibandingkan dengan WO₃ yang dihasilkan dari prekursor berkonsentrasi 0.015 M. Hal ini dipengaruhi kelarutan ATP yang terbatas yaitu 60 gram/liter di bawah suhu 90°C. Sementara untuk membuat prekursor dengan konsentrasi 0.02 M diperlukan 6.265 gram ATP. Jumlah massa ini melewati batas kelarutan ATP sehingga tidak semua partikel terlarut dalam pelarut dan menyebabkan terhalanginya pembentukan partikel yang lebih besar.

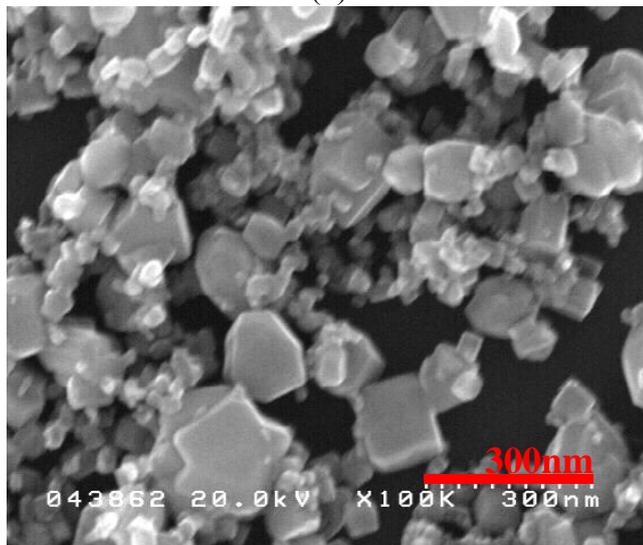
Berdasarkan grafik distribusi ukuran partikel, hanya WO₃ dari konsentrasi prekursor 0.013 M yang menghasilkan partikel dengan ukuran yang distribusinya seragam (*monodispersed*). Hal ini terlihat dari Gambar 4.8(b) yang menunjukkan variabel konsentrasi 0.013 M memiliki rentang ukuran diameter partikel lebih sedikit dan memiliki nilai standar deviasi yang paling kecil dibandingkan keempat variabel konsentrasi lainnya yaitu 1.34.



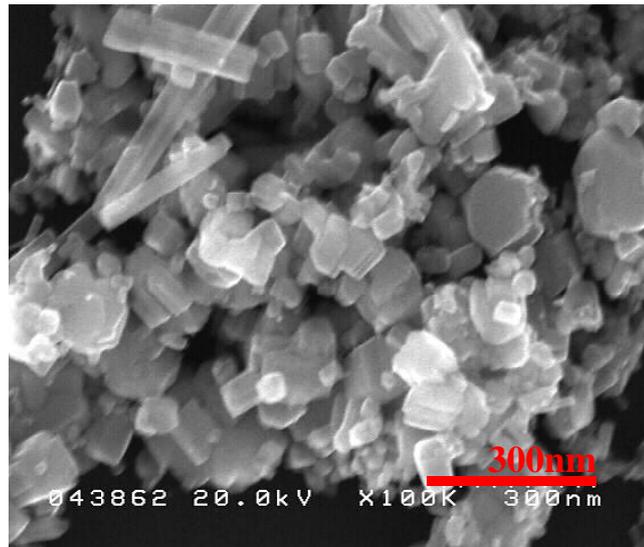
(a)



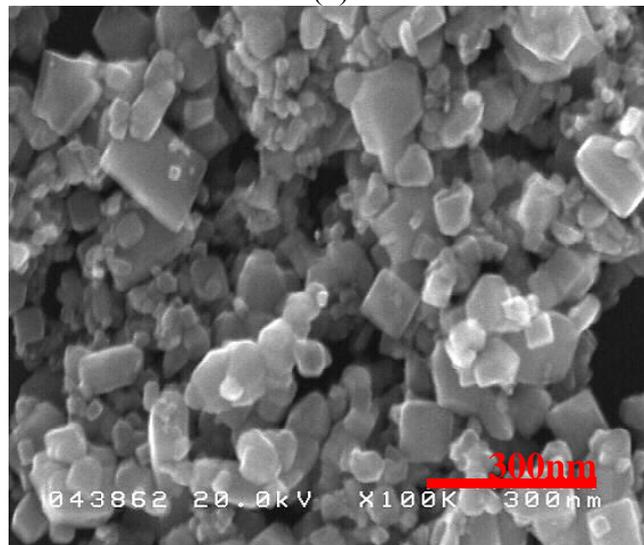
(b)



(c)

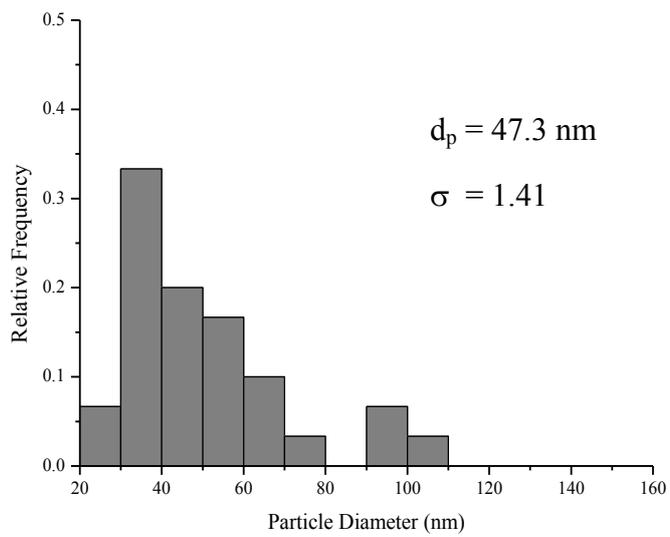


(d)

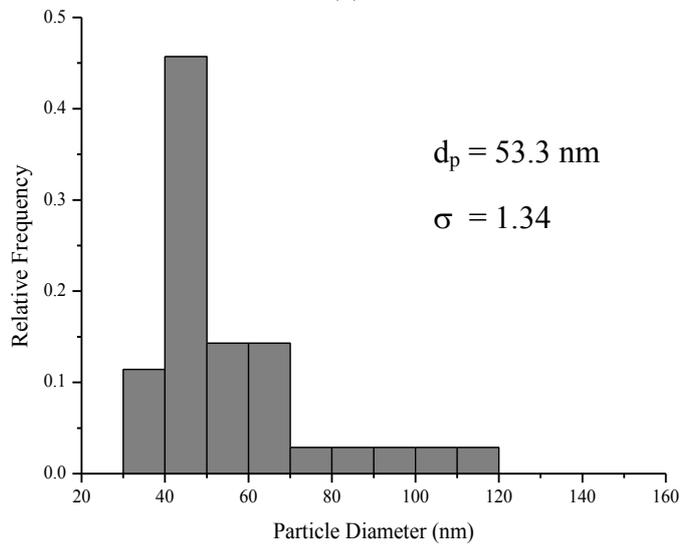


(e)

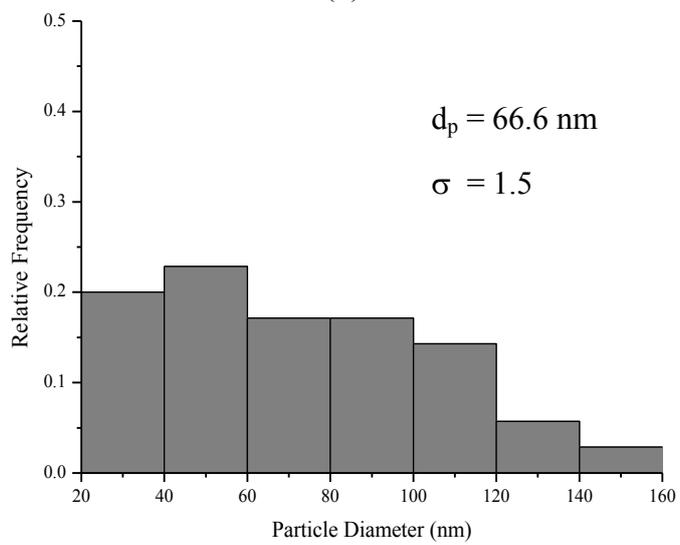
Gambar 4.7 Hasil analisa SEM dengan variasi konsentrasi prekursor (a) 0.01 M; (b) 0.013 M; (c) 0.015 M; (d) 0.017 M; dan (e) 0.02 M



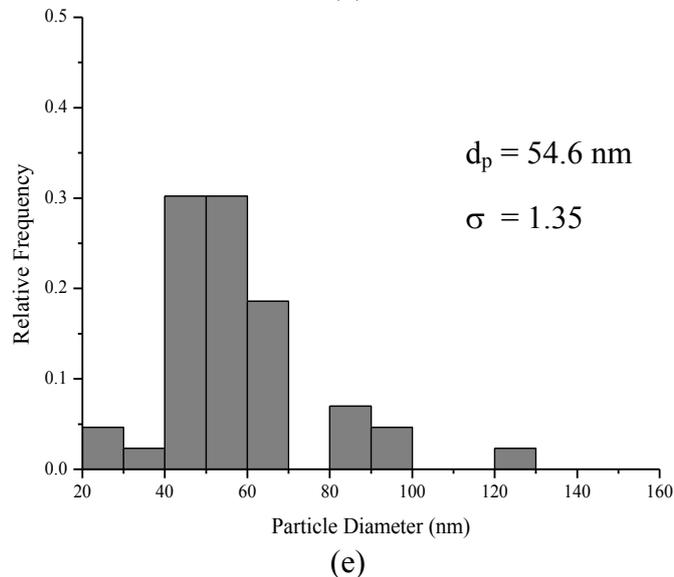
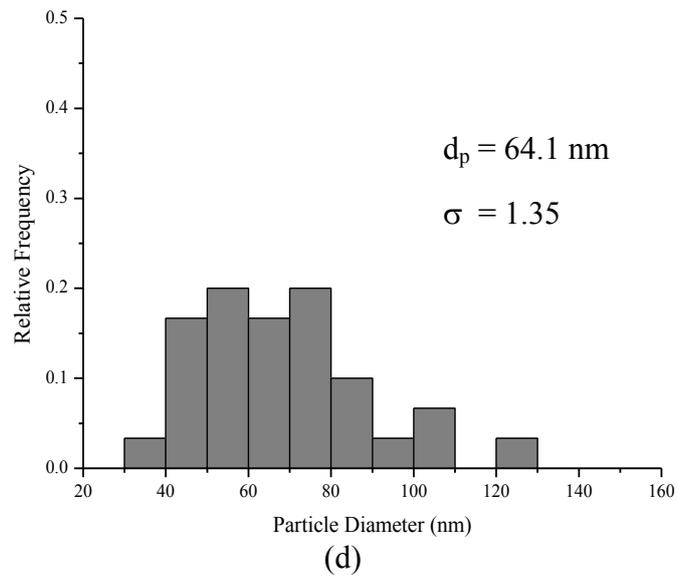
(a)



(b)



(c)



Gambar 4.8 Distribusi ukuran partikel WO_3 dengan variasi konsentrasi prekursor (a) 0.01 M; (b) 0.013 M; (c) 0.015 M; (d) 0.017 M; dan (e) 0.02 M

Hasil analisa partikel dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) ditunjukkan pada Gambar 4.9. WO_3 memiliki beberapa modifikasi (*triclinic*, *orthorhombic*, *tetragonal*, *hexagonal*, *cubic*). Fase *triclinic*, *monoclinic*, *orthorhombic*, dan *tetragonal* pada dasarnya memiliki pengaturan WO_6 *octahedra* yang sama sehingga semua fase tersebut dapat bertransformasi satu sama lain. Perbedaannya hanya pada peletakan atom W dari pusat WO_6 *octahedra*. Oleh sebab itu, partikel WO_3 hanya memiliki tiga pengaturan kristal yang benar-benar berbeda, yaitu *monoclinic*, *hexagonal*, dan *cubic* (Szilágyi et al., 2012). Hasil pola

XRD memperlihatkan semua partikel yang diperoleh memiliki struktur kristal *monoclinic*. Perhitungan diameter kristal dapat dilihat pada Appendix A-1, di mana diameter kristal yang terbentuk dihitung dengan persamaan Scherrer sebagai berikut:

$$D_c = K \frac{\lambda}{B \cos \theta_B} \quad (3)$$

dengan:

D_c = diameter kristal

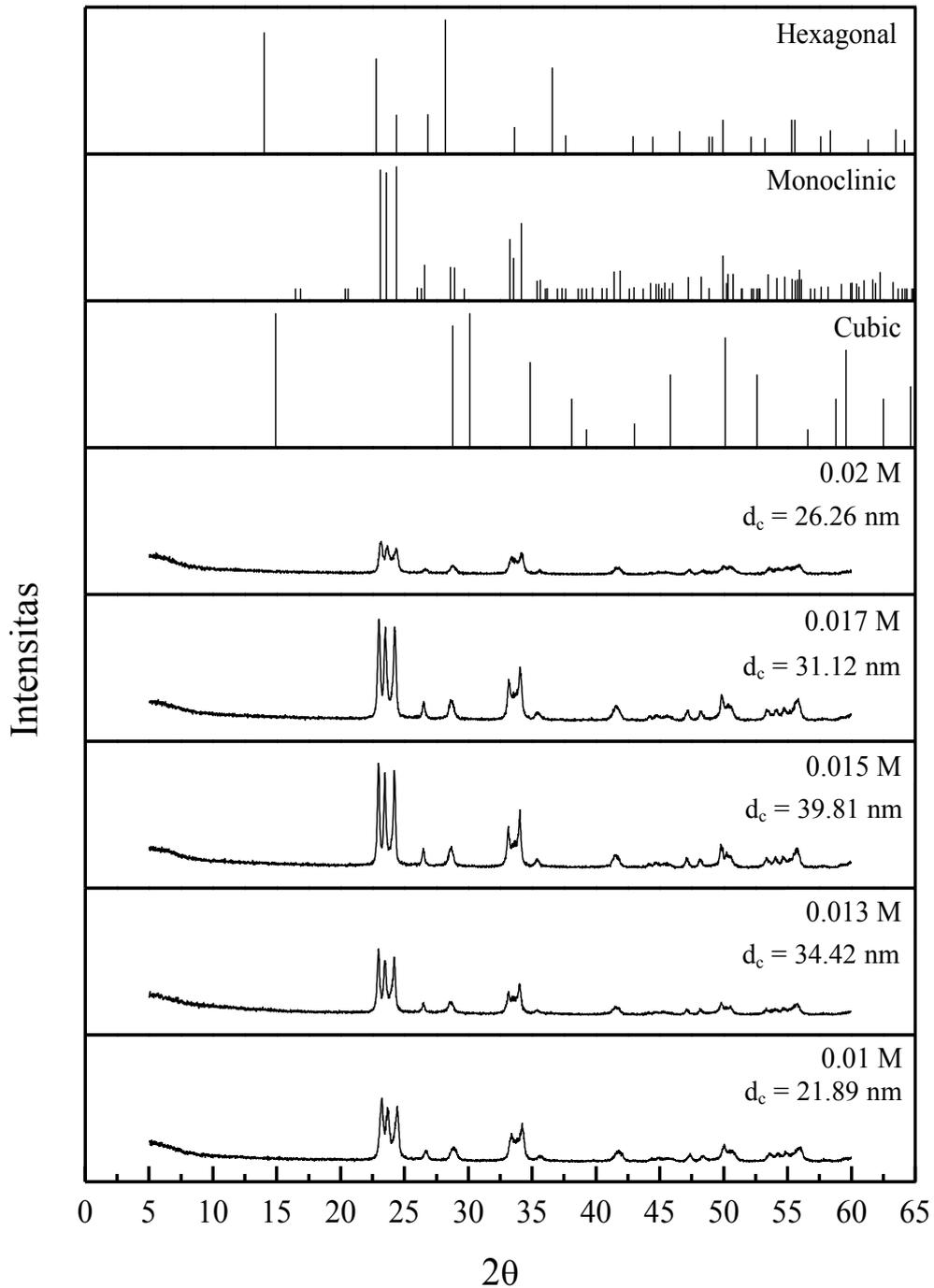
K = konstanta dari material

λ = panjang gelombang sinar X yang digunakan

θ_B = sudut Bragg dari puncak tertinggi

B = lebar dari setengah puncak tertinggi (FWHM, *Full Width Half Maximum*)

Dari hasil analisa tersebut dapat dilihat adanya peningkatan intensitas *peak* seiring dengan meningkatnya konsentrasi prekursor. Hal ini menunjukkan terjadinya peningkatan derajat kristalinitas partikel pada konsentrasi yang lebih tinggi. Untuk kelima konsentrasi prekursor 0.01; 0.013; 0.015; 0.017 dan 0.02 M diperoleh diameter kristal berturut-turut sebesar 21.89; 34.42; 39.81; 31.12; dan 26,26 nm. Peningkatan diameter kristal hanya terjadi dari konsentrasi 0.01 M hingga 0.015 M. Sedangkan pada konsentrasi 0.017 dan 0.02 M, terjadi penurunan ukuran diameter kristal, yang nilainya bahkan lebih kecil daripada ukuran diameter kristal dengan prekursor 0.013 M. Hal ini dapat disebabkan karena semakin tinggi konsentrasi larutan prekursor yang dibuat, kelarutan ammonium tungstate pentahydrate (ATP) semakin kecil. Akibatnya terdapat lebih sedikit partikel ATP terlarut pada prekursor yang menghalangi produksi partikel yang lebih besar.



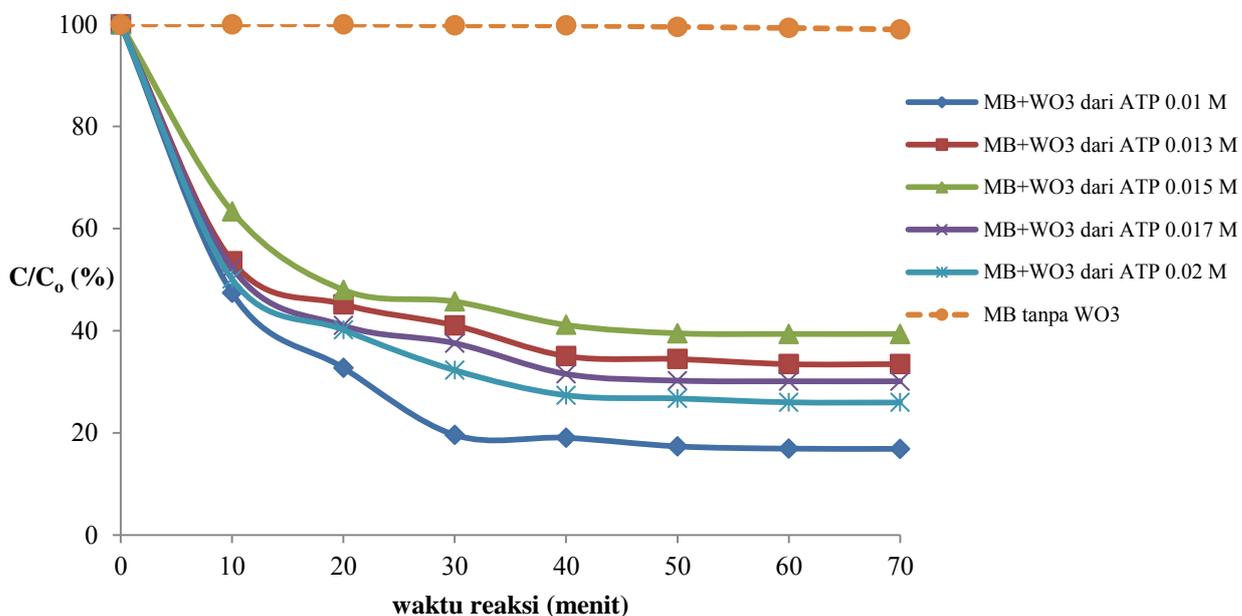
Gambar 4.9 Hasil analisa XRD WO_3 dengan variabel konsentrasi prekursor

4.5 Evaluasi Performa Fotokatalitik

Aktivitas fotokatalitik partikel WO_3 yang telah disintesa diukur dengan menggunakan larutan *methylene blue* di bawah sinar matahari hingga pengukuran absorbansinya konstan selama kurang lebih 80 menit. *Methylene blue* merupakan

salah satu polutan yang terdapat pada aliran limbah dari pabrik yang menggunakan bahan pewarna. Eksperimen dengan indikator *methylene blue* memiliki keunggulan diantaranya warna *methylene blue* yang menghilang seiring proses fotokonversi dan perubahan warna ini mudah diukur dengan spektrofotometer pada $\lambda = 664 \text{ nm}$ (de Lasa, et. al, 2005).

Perubahan absorbansi larutan *methylene blue* dengan penambahan partikel WO_3 terhadap waktu reaksi fotodegradasi ditunjukkan pada Gambar 4.10. Absorbansi *methylene blue* berangsur-angsur menurun dengan meningkatnya waktu reaksi hingga 30 menit, kemudian nilai absorbansi konstan hingga akhir reaksi fotodegradasi. Perubahan absorbansi ini menunjukkan adanya perubahan konsentrasi *methylene blue* sebelum reaksi fotodegradasi (C_0) dibandingkan dengan konsentrasi setelah waktu reaksi t menit (C). Perhitungan konsentrasi akhir *methylene blue* sebagai indikator kualitas fotokatalitik dapat dilihat pada Appendix A-3.

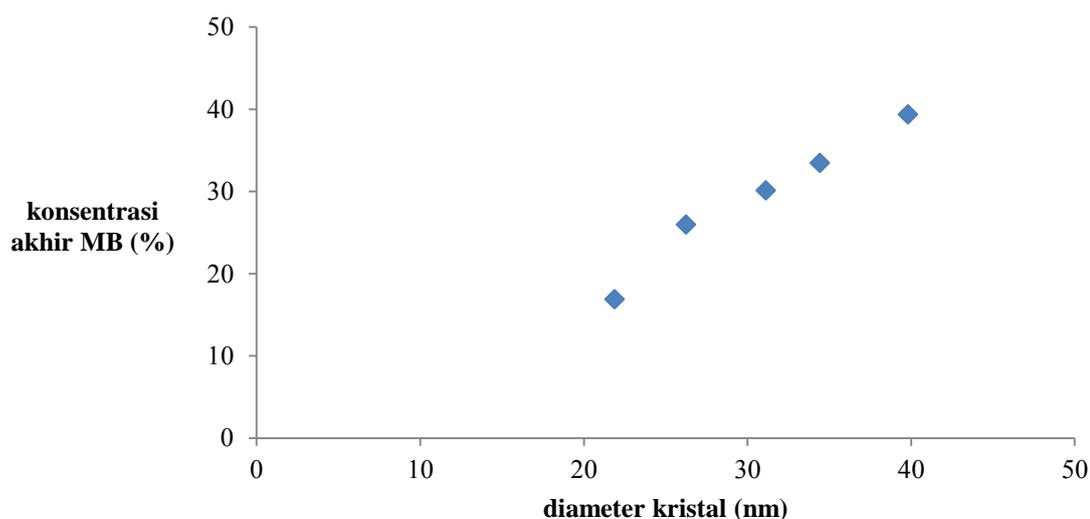


Gambar 4.10 Fotodegradasi *methylene blue* oleh partikel WO_3 dengan variabel konsentrasi prekursor.

Hasil penelitian menunjukkan adanya perbedaan kualitas fotodegradasi pada masing-masing partikel WO_3 . Kualitas fotodegradasi dapat dilihat dari konsentrasi akhir *methylene blue* setelah proses fotokatalitik selesai. Persentase

konsentrasi akhir *methylene blue* ini bervariasi dari 16.87% hingga 39.37%. Partikel WO_3 yang dihasilkan dari prekursor berkonsentrasi 0.01 M memiliki kualitas fotodegradasi yang paling baik dibandingkan keempat konsentrasi yang lainnya karena mampu mendegradasi *methylene blue* hingga konsentrasi akhirnya tinggal 16.87%. Ini berarti partikel WO_3 tersebut telah mendegradasi sebanyak 83.13% *methylene blue* yang terkandung dalam larutan uji. Sedangkan partikel WO_3 dari prekursor berkonsentrasi 0.013, 0.015, 0.017 dan 0.02 M masing-masing mendegradasi *methylene blue* hingga konsentrasi akhirnya sebesar 33.46%; 39.37%; 30.1%; dan 25.94%.

Kemampuan degradasi *methylene blue* oleh WO_3 berbanding terbalik dengan diameter kristal WO_3 . Hal ini ditunjukkan pada Gambar 4.11 yang memperlihatkan hubungan antara diameter kristal dengan kualitas fotodegradasi yang di-plot dalam persentase konsentrasi akhir *methylene blue*. Semakin kecil diameter kristal maka semakin kecil pula konsentrasi akhir *methylene blue*, artinya lebih banyak *methylene blue* yang terdegradasi. Diameter kristal yang kecil mengindikasikan diameter partikel yang juga kecil. Pada massa partikel yang sama yang digunakan untuk uji aktivitas fotokatalitik, jumlah partikel akan meningkat dengan semakin berkurangnya ukuran partikel. Kondisi ini diikuti dengan peningkatan total area permukaan katalis, di mana semakin banyak area yang dapat digunakan sebagai tempat reaksi (Arutanti, 2014).

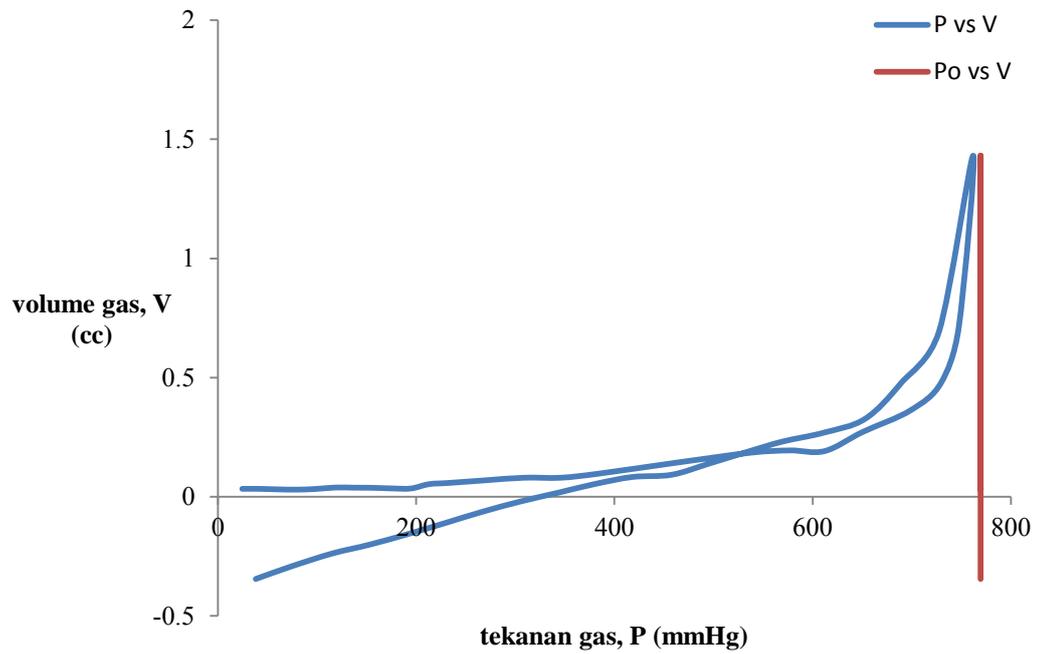


Gambar 4.11 Hubungan diameter kristal dengan persentase konsentrasi akhir *methylene blue*.

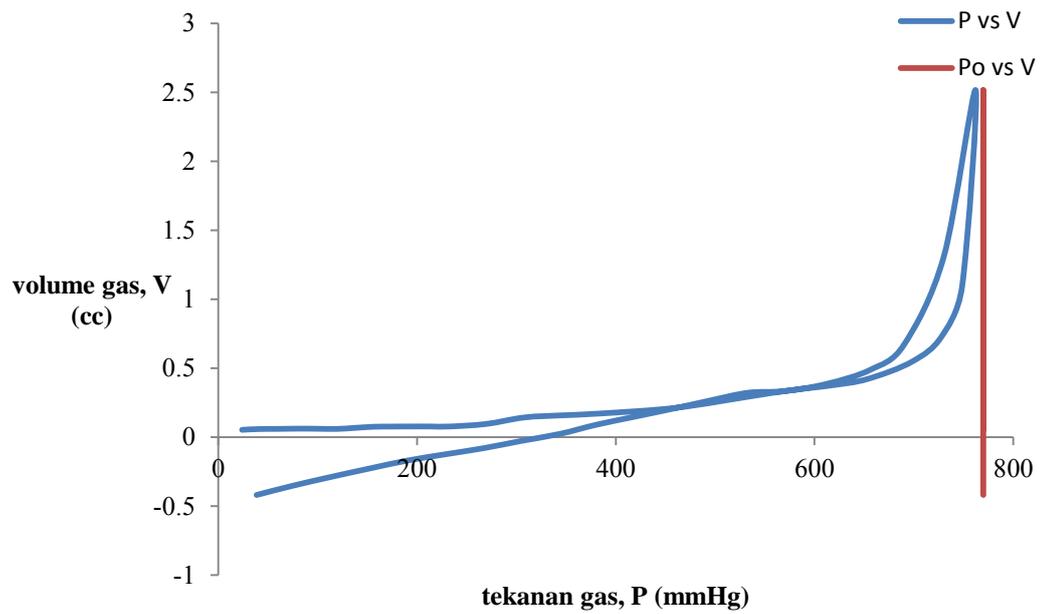
Untuk mengetahui secara akurat luas permukaan partikel sebagai tempat berlangsungnya reaksi fotokatalitik, dapat dilakukan analisa Brunauer-Emmett-Teller (BET). Analisa BET menyediakan evaluasi yang teliti mengenai area permukaan spesifik material dengan menggunakan adsorpsi multilayer nitrogen yang diukur sebagai fungsi tekanan relatif. Teknik ini meliputi evaluasi area eksternal dan area pori untuk menentukan total area permukaan spesifik dalam m^2/g yang menghasilkan informasi penting berkaitan dengan efek porositas permukaan dan ukuran partikel dalam berbagai aplikasi.

Pada penelitian ini, analisa BET dilakukan terhadap dua variabel konsentrasi prekursor, yaitu 0.013 dan 0.015 M. Hasil analisa menunjukkan partikel WO_3 dari prekursor 0.013 M memiliki luas permukaan sebesar $6.696 \text{ m}^2/\text{g}$, sedangkan luas permukaan partikel WO_3 dari prekursor 0.015 M adalah sebesar $2.535 \text{ m}^2/\text{g}$. Ini berarti dalam massa yang sama, WO_3 dari prekursor 0.013 M memiliki luas permukaan lebih besar 2.6 kali dibandingkan WO_3 dari prekursor 0.015 M. Dengan luas permukaan yang lebih besar, WO_3 dari prekursor 0.013 M memiliki lebih banyak ruang sebagai tempat berlangsungnya reaksi fotokatalitik sehingga mampu mendegradasi *methylene blue* lebih banyak dibandingkan dengan WO_3 dari prekursor 0.015 M.

Selain mengetahui luas permukaan spesifik dari partikel, analisa BET juga dapat digunakan untuk memperoleh informasi terkait proses adsorpsi yang terjadi. Hubungan umum antara jumlah gas (volume, V) yang diadsorpsi padatan pada suhu (T) tetap dan sebagai fungsi tekanan gas (P) didefinisikan sebagai adsorpsi isotermis. Dengan memperhitungkan semua fenomena yang terlibat dalam proses adsorpsi, tipe adsorpsi isotermis dapat diketahui. Gambar 4.12(a-b) menunjukkan tipe isotermis pada adsorpsi partikel WO_3 dari prekursor 0.013 dan 0.015 M. Kurva yang terbentuk dari kedua adsorpsi pada partikel WO_3 memperlihatkan adsorpsi isotermis tipe III. Adsorpsi tipe ini berkaitan dengan sistem di mana interaksi antar molekul adsorbat (zat yang diadsorpsi) lebih kuat daripada interaksi antara adsorbat dan adsorbent (zat yang mengadsorpsi). Dalam hal ini mula-mula serapan molekul gas lambat sampai penutupan permukaan cukup sehingga interaksi antara molekul teradsorpsi dan molekul bebas mulai mendominasi proses.



(a)



(b)

Gambar 4.12 Tipe adsorpsi isoteremis yang ditunjukkan dalam hubungan antara tekanan gas (P) dan volume gas (V) pada adsorpsi WO_3 dari prekursor dengan konsentrasi (a) 0.013 M dan (b) 0.015 M.

APPENDIKS

1. Perhitungan massa Ammonium Tungsten Pentahydrate (ATP) yang ditambahkan untuk setiap variabel konsentrasi

$$M = \frac{n}{v} = \frac{m}{BM \cdot v}$$

misal untuk variabel konsentrasi ATP 0.01 M

$$0.01 \text{ M} = \frac{m}{3132.52 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0.1 \text{ L}}$$

$$m = 3.132 \text{ gram}$$

Tabel A.1 Perhitungan massa ammonium tungsten pentahydrate

Konsentrasi Prekursor (M)	BM (g/mol)	v (L)	m (gram)
0.01	3132.52	0.1	3.132
0.013	3132.52	0.1	4.072
0.015	3132.52	0.1	4.699
0.017	3132.52	0.1	5.325
0.02	3132.52	0.1	6.265

2. Perhitungan diameter kristal dari Analisa XRD (*X-Ray Diffraction*)

Persamaan Scherer

$$D = K \frac{\lambda}{B \cos \Theta_B}$$

Keterangan:

D : Diameter kristal (nm)

λ : Panjang gelombang sinar x yang digunakan

Θ_B : Sudut Bragg

B : FWHM (*Full Width Half Maximum*) satu puncak tertinggi

K : Konstanta material (0,89)

Tabel A.2 Perhitungan diameter kristal

Konsentrasi Prekursor	K	λ (nm)	Θ_B (rad)	B (FWHM) (rad)	$\cos \Theta_B$	D (nm)
0.01 M	0.89	0.1541	0.2024	0.0064	0.9796	21.89
0.013 M	0.89	0.1541	0.2004	0.0041	0.9799	34.42
0.015 M	0.89	0.1541	0.2002	0.0035	0.9800	39.81
0.017 M	0.89	0.1541	0.2005	0.0045	0.9799	31.12
0.02 M	0.89	0.1541	0.2021	0.0053	0.9796	26.26

3. Perhitungan frekuensi relatif diameter partikel WO_3

Untuk membuat kurva frekuensi relatif diperlukan data pengukuran diameter partikel. Contohnya pada variabel konsentrasi prekursor 0.02 M, hasil pengukuran diameter partikel WO_3 dalam satuan nm yang diperoleh dengan bantuan *software* ImageMIF adalah sebagai berikut:

126.164	85.890	67.808	54.658	54.452
41.301	86.301	87.123	42.329	59.178
67.808	51.575	42.329	46.438	49.315
59.384	53.425	43.767	41.507	26.712
63.699	61.644	53.425	51.370	39.041
43.562	45.616	46.233	63.904	43.562
57.123	41.507	56.918	91.233	66.986
91.233	60.616	56.507	53.219	61.644
53.425	28.767	41.918		

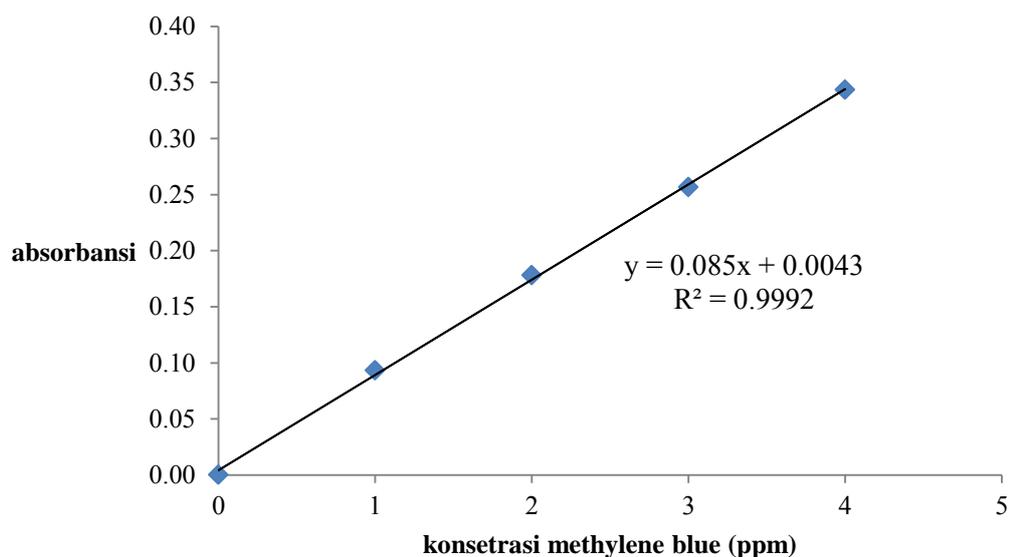
Dengan bantuan *software* OriginPro 8, data di atas dibagi ke dalam beberapa kelompok ukuran diameter dan dihitung frekuensi setiap ukuran serta frekuensi relatifnya. Frekuensi relatif setiap kelompok (f_i) diperoleh dari hasil bagi frekuensi setiap kelompok ukuran (n_i) dibagi total sampel diameter yang diukur ($\sum n_i$) sehingga $f_i = \frac{n_i}{\sum n_i}$. Hasilnya dapat dilihat pada tabel A.3.

Tabel A.3 Perhitungan Frekuensi Relatif

D partikel (nm)	Jumlah (n _i)	Frekuensi relatif (f _i)
25	2	0.0465
35	1	0.0233
45	13	0.3023
55	13	0.3023
65	8	0.1861
75	0	0
85	3	0.0698
95	2	0.0465
105	0	0
115	0	0
125	1	0.0233
Total (Σn _i)	43	

4. Perhitungan konsentrasi *methylene blue* pada evaluasi performa fotokatalitik

Untuk dapat mengetahui konsentrasi *methylene blue* dalam larutan yang telah ditambahkan WO₃ sebagai fotokatalis, diperlukan adanya kurva kalibrasi nilai absorbansi *methylene blue* pada beberapa konsentrasi. Berikut ini kurva kalibrasi larutan *methylene blue*:



Gambar A.1 Kurva kalibrasi konsentrasi *methylene blue*

Dari kurva di atas diperoleh persamaan $y = 0.085x + 0.0043$, di mana y adalah nilai absorbansi dan x adalah konsentrasi *methylene blue*. Kualitas fotokatalitik ditentukan dari perbandingan nilai konsentrasi *methylene blue* setelah n -menit reaksi terhadap konsentrasi awal *methylene blue*.

Tabel A.4 Perhitungan performa fotokatalitik untuk setiap variasi konsentrasi

M	t (menit)	abs	C	C/Co (%)
0.01	0	0.658	7.811	100
	10	0.505	5.969	76.417
	20	0.469	5.532	70.826
	30	0.459	5.409	69.251
	40	0.448	5.276	67.552
	50	0.440	5.180	66.317
	60	0.437	5.139	65.792
	70	0.436	5.135	65.745
	80	0.436	5.135	65.745
0.013	0	0.712	8.466	100
	10	0.654	7.765	91.718
	20	0.588	6.962	82.230
	30	0.571	6.760	79.849
	40	0.558	6.605	78.020
	50	0.545	6.450	76.191
	60	0.541	6.397	75.560
	70	0.538	6.358	75.104
	80	0.537	6.351	75.018
0.015	0	0.756	8.995	100
	10	0.709	8.425	93.659
	20	0.667	7.923	88.084
	30	0.627	7.430	82.605
	40	0.624	7.395	82.215
	50	0.614	7.281	80.941
	60	0.610	7.232	80.396
	70	0.600	7.106	79.001
	80	0.600	7.106	79.001
0.017	0	0.706	8.393	100
	10	0.640	7.591	90.443
	20	0.552	6.528	77.781
	30	0.524	6.188	73.728
	40	0.518	6.122	72.938
	50	0.512	6.043	72.003
	60	0.503	5.943	70.811

	70	0.503	5.936	70.724
	80	0.502	5.930	70.652
M	t (menit)	abs	C	C/Co (%)
0.012	0	0.679	8.064	100
	10	0.584	6.920	85.819
	20	0.513	6.057	75.108
	30	0.490	5.783	71.713
	40	0.479	5.654	70.112
	50	0.472	5.571	69.080
	60	0.464	5.468	67.809
	70	0.463	5.457	67.674
	80	0.463	5.451	67.599

5. Perhitungan waktu tinggal partikel di dalam reactor

Dari hasil simulasi diketahui kecepatan *carrier gas* di sepanjang reactor. Waktu yang diperlukan untuk mencapai jarak ketinggian tertentu diperoleh dengan membagi titik ketinggian reactor terhadap kecepatan pada titik tersebut,

$$t_i = \frac{z_i}{v_i}$$

Tabel A.5 Hasil waktu yang peroleh untuk mencapai ketinggian tertentu.

Tinggi reactor z_i (m)	Kecepatan v_i (m/s)	Waktu t_i (s)	Waktu kumulatif (s)
0	0	0	0
0.1	0.37	0.27	0.27
0.2	0.56	0.36	0.63
0.3	0.76	0.39	1.02
0.4	0.8	0.5	1.52
0.5	0.64	0.78	2.30
0.6	0.56	1.07	3.37
0.7	0.52	1.34	4.72

Total waktu untuk mencapai ujung reactor inilah yang disebut sebagai waktu tinggal partikel di dalam reactor, yaitu 4.72 s.

BAB 5

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian dan hasil analisa yang telah dilakukan, dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Partikel WO_3 dapat diperoleh dari ammonium tungstate pentahydrate (ATP) dengan menggunakan sintesa *flame spray pyrolysis*. Morfologi WO_3 yang seragam diperoleh dari konsentrasi prekursor 0.013 M.
2. Salah satu parameter yang mempengaruhi pembentukan partikel adalah konsentrasi larutan prekursor. Untuk konsentrasi prekursor 0.01; 0.013; 0.015; 0.017; dan 0.02 M, diameter partikel yang dihasilkan berturut-turut adalah 47.3, 53.3, 66.6, 64.1 dan 54.6 nm.
3. Kemampuan degradasi *methylene blue* oleh WO_3 berbanding terbalik dengan diameter kristal WO_3 . Diameter kristal yang kecil mengindikasikan diameter partikel yang juga kecil. Pada massa partikel yang sama yang digunakan untuk uji aktivitas fotokatalitik, jumlah partikel akan meningkat dengan semakin berkurangnya ukuran partikel. Kondisi ini diikuti dengan peningkatan total area permukaan katalis, di mana semakin banyak area yang dapat digunakan sebagai tempat reaksi.

5.2 Saran

Agar dapat mengetahui faktor lain yang mempengaruhi morfologi dan performa partikel, perlu dilakukan penelitian terhadap parameter selain konsentrasi. Salah satu parameter yang perlu diuji adalah variabel laju alir oxidizer dan gas LPG untuk memperoleh variasi temperatur reaksi.

DAFTAR PUSTAKA

- Arutanti, O., Ogi, T., Nandiyanto, A.B.D., Iskandar, F., Okuyama, K. (2014), "Controllable Crystallite and Particle Sizes of WO₃ Particles Prepared by a Spray-Pyrolysis Method and Their Photocatalytic Activity", *American Institute of Chemical Engineers J.*, Vol. 60, No. 1, hal. 41-49.
- Bhatkhande, D.S., Kamble, S.P., Sawant, S.B., Pangarkar, V.G. (2004), "Photocatalytic and Photochemical Degradation of Nitrobenzene Using Artificial Ultraviolet Light", *Chem. Eng. J.*, Vol. 102, hal. 283–290.
- Colmenares, J.C., Luque, R., Campelo, J.M., Colmenares, F., Karpinski, Z., Romero, A.A. (2009), "Nanostructure Photocatalysts and Their Applications in the Photocatalytic Transformation of Lignocellulosic Biomass: An Overview", *Materials*, Vol. 2, hal. 2228-2258.
- De Lasa, H., Serrano, B., Salaiques, M., (2005), *Photocatalytic Reaction Engineering*, Springer, New York.
- Ding, H., Sun, H., Shan, Y. (2004), "Preparation and Characterization of Mesoporous SBA-15 Supported Dye-Sensitized TiO₂ Photocatalyst", *J. Photochem. Photobiol. A.*, Vol. 169, hal. 101–107.
- Hernandes-Uresti, D.B., Sanchez-Martinez, D., de la Cruz, A.M., Sepulveda-Guzman, S., Torres-Martinez, L.M. (2014), "Characterization and Photocatalytic Properties of Hexagonal and Monoclinic WO₃ Prepared via Microwave-assisted Hydrothermal Synthesis", *Ceramics International*, Vol. 40, hal. 4767-4775.
- Huang, J., Xu, X., Gu, C., Fu, G., Wang, W., Liu, J. (2012), "Flower-like and Hollow Sphere-like WO₃ Porous Nanostructures: Selective Synthesis and Their Photocatalysis Property", *Material Research Bulletin*, Vol. 47, hal. 3224-3232.
- Huang, R., Shen, Y., Zhao, L., Yan, M. (2012). "Effect of Hydrothermal Temperature on Structure and Photochromic Properties of WO₃ Powder", *Advanced Powder Technology*, Vol. 23, hal. 211-214.
- Kako, T., Meng, X., Ye, J. (2014). "Enhancement of Photocatalytic Activity for WO₃ by Simple NaOH Loading", *Applied Catalysis A-General*, Vol. 488, hal. 183-188.
- Karunakaran, C. dan Senthilvelan, S. (2005), "Photooxidation of Aniline on Alumina with Sunlight and Artificial UV Light", *Catal. Commun.*, Vol. 6, hal. 159–165.

- Kodas, T.T., dan Hampden-Smith, M., (1999), "*Aerosol Processing of Materials*", John Wiley & Sons Inc., New York.
- Kondarides, D.I. (2009), *Photocatalysis*, Lecture handout: Department of Chemical Engineering, University of Patras, Greece.
- Krysa, J., Keppert, M., Jirkovsky, J., Stengl, V., Subrt, J. (2004), "The Effect of Thermal Treatment on the Properties of TiO₂ Photocatalyst", *Mater. Chem. Phys.*, Vol. 86, hal. 333–339.
- Lassner, E. dan Schubert W.D., (1999), *Tungsten: Properties, Chemistry, Technology of the Element, Alloys, and Chemical Compounds*, Plenum Publishers, New York.
- Le Houx, N., Pourroy, G., Camerel, F., Comet, M., Spitzer, D. (2010), "WO₃ Nanoparticles in 5-30 nm Range by Solvothermal Synthesis under Microwave or Resistive Heating", *J. Phys. Chem. C.*, Vol. 114, hal. 155-161.
- Li, L., Krissanasaeranee, M., Pattinson, S.W., Stefik, M., Wiesner, U., Steiner, U., Eder, D. (2010), "Enhanced Photocatalytic Properties in Well-ordered Mesoporous WO₃", *Chem. Commun.*, Vol. 46, hal. 7620-7622.
- Madler, L., Kammler, H.K., Mueller, R., Pratsinis, S.E. (2002), "Controlled Synthesis of Nanostructured Particles by Flame Spray Pyrolysis", *Aerosol Science*, Vol. 33, hal. 369-389.
- Nandiyanto, A.B.D., Iskandar, F., Okuyama, K. (2009), "Macroporous Anatase Titania Particle: Aerosol Self-Assembly Fabrication with Photocatalytic Performance", *Chemical Engineering Journal*, Vol. 152, hal. 293-296.
- Nandiyanto, A.B.D., Arutanti, O., Ogi, T., Iskandar, F., Tae Oh, K., Okuyama, K. (2013), "Synthesis of Spherical Macroporous WO₃ Particles and Their High Photocatalytic Performance", *Chemical Engineering Science*, Vol. 101, hal. 523-532.
- Pokhrel, S., Birkenstock, J., Schowalter, M., Rosenauer, A., Madler, L. (2010), "Growth of Ultrafine Single Crystalline WO₃ Nanoparticles Using Flame Spray Pyrolysis", *Crystal Growth and Design*, Vol. 10, No. 2, hal. 632-639.
- Salje, E. dan Viswanathan, K. (1975), "Physical Properties and Phase Transitions in WO₃", *Acta Cryst.*, Vol. 31, hal 356-359.

- Singh, S.A. dan Madras, G. (2013), "Photocatalytic Degradation with Combustion Synthesized WO_3 and $\text{WO}_3\text{-TiO}_2$ Mixed Oxides under UV and Visible Light", *Separation and Purification Technology*, Vol. 105, hal. 79-89.
- Stylidi, M., Kondarides, D.I., Verykios, X.E. (2004), "Visible Light-Induced Photocatalytic Degradation of Acid Orange 7 in Aqueous TiO_2 Suspensions", *Appl. Catal. B*, Vol. 47, hal. 189–201.
- Szilágyi, IM., Fórizs, B., Rosseler, O., Szegedi, Á., Németh, P., Király, P., Tárkányi, G., Vajna, B., Varga-Josepovits, K., László, K., Toth, AL., Baranyai, P., Leskelä, M. (2012), " WO_3 Photocatalysts: Influence of Structure and Composition", *Journal of Catalysis*, Vol. 294, hal. 119-127.
- Supothina, S., Seeharaj, P., Yoriya, S., Sriyudthsak, M. (2007), "Synthesis of Tungsten Oxide Nanoparticles by Acid Precipitation Method", *Ceramics International*, Vol. 33, hal. 931-936.
- Teoh, W.Y., Amal, R., Mdlar, L. (2010), "Flame Spray Pyrolysis: An Enabling Technology for Nanoparticles Design and Fabrication", *Nanoscale*, Vol. 2, hal. 1324-1347.
- Ustinovich, E.A., Shchukin, D.G., Sviridov, D.V. (2005), "Heterogeneous Photocatalysis in Titania-Stabilized Perfluorocarbon-in-Water Emulsions: Urea Photosynthesis and Chloroform Photodegradation", *J. Photochem. Photobiol. A.*, Vol. 175, hal. 249–252.
- Xie, Z., Zhu, Y., Xu, J., Huang, H., Chen, D., Shen, G. (2011), "Porous WO_3 with Enhanced Photocatalytic and Selective Gas Sensing Properties", *CrystEngComm*, Vol. 13, hal. 6393-6398.
- Yang, L. dan Liu, Z. (2007), "Study on Light Intensity in the Process of Photocatalytic Degradation of Indoor Gaseous Formaldehyde for Saving Energy", *Energy Convers. Management*, Vol. 48, hal. 882–889.

BIOGRAFI PENULIS



RESTU MULYA DEWA, atau yang biasa dipanggil Restu, adalah anak pertama dari dua bersaudara, buah cinta pasangan Sahadi dan Arbainah. Lahir 24 tahun silam di Balikpapan, 4 Desember 1991. Penulis menempuh pendidikan Taman Kanak-Kanak, SD, dan SMP di bawah institusi pendidikan yang sama, yaitu YPPSB (Yayasan Pendidikan Prima Swarga Bara) di kota Sangata. Kemudian pendidikan tingkat atas ditempuh di SMAN 1 Balikpapan. Setelah lulus SMA pada tahun 2010, penulis melanjutkan pendidikan di Institut Teknologi Sepuluh

Nopember Surabaya dengan program studi Teknik Kimia. Pada tahun terakhir studi S-1, penulis memilih Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran dan menyelesaikan 2 tugas akhir sebagai syarat memperoleh gelar Sarjana Teknik Kimia yaitu *Pra Desain Pabrik Semen Magnesium dari Dolomit* dan skripsi berjudul *Pengaruh Ukuran dan Konsentrasi Polystyrene sebagai Template Terhadap Karakteristik Partikel dalam Sintesa Zirkonia Makropori*. Kemudian penulis langsung melanjutkan pendidikan S2 di Jurusan Teknik Kimia dengan tesisnya yang berjudul *Sintesa Partikel Tungsten Trioxide (WO_3) sebagai Fotokatalis dengan Metode Flame Spray Pyrolysis*. Tesis yang disusun pada buku ini dapat terwujud berkat bimbingan Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng. dan Dr. Widiyastuti, ST., MT. serta bantuan dosen Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran yaitu Dr. Tantular Nurtono, ST., M. Eng. dan Dr. Siti Machmudah, ST., M. Eng.

Nama	: Restu Mulya Dewa
Alamat	: Jl. Danau Bedugul G. 206, Sangata, Kutai Timur, Kalimantan Timur 75611
No. HP	: 0852 5027 3424
E-mail	: mulyadewa@gmail.com