

Modifikasi dan Karakterisasi Titania (M-TiO₂) Dengan Doping Ion Logam Transisi Feni dan Cuni

Yetria Rilda*, Syukri Arief, Abdi Dharna, dan Admin Alif

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Padang

Diterima 24-07-2009

Disetujui 13-02.2010

ABSTRACT

Structure and size of titania nanoparticles have been modified with doping the transition metal (FeNi and CuNi) and controlling the calcinations temperature. Gel and M-TiO₂ powder were characterized by FT-IR showed the changed in intensity at 4000-400 cm⁻¹. TG-DTA curve show the weigh of sample was decreased with the increasing of temperature 25-800°C. XRD pattern used to identify the titania structure shows the highest intensity of anatase at temperature calcination as 500°C. XRD of FeNi-TiO₂ and CuNi-TiO₂ FeNi 10.5-41.9 nm and CuNi 12.1-33.5 converted using Debye-Scherrer's equation and TEM analysis the distribution of crystal size as FeNi-TiO₂ and CuNi-TiO₂ 10-15 nm. SEM has shown that morphology of different surface from the FeNi-TiO₂ and CuNi-TiO₂ at different calcinations temperatures. Titania composition can be determined by EDX analysis give as FeNi-TiO₂ 1:1, 97.01% and CuNi-TiO₂ 1:1, 94.63% respectively. The surface area has been determined by BET as FeNi-TiO₂ was 64.38 m²/g and CuNi-TiO₂ was 40.9 m²/g.

Keywords: doped, ion transition, modification, nanoparticle, titania,

PENDAHULUAN

Pada dekade terakhir ini senyawa titania (TiO₂) telah menjadi pusat perhatian dari beberapa peneliti dan secara intensif sudah luas diaplikasikan sebagai senyawa katalis alternatif untuk mendegradasi polutan organik pada air yang terkontaminasi oleh bahan pencemar berupa zat warna, hidrokarbon, peptisida dan sel mikroba patogen (Znaidi *et al.*, 2001). Proses fotokatalitik diawali dengan penyerapan sinar UV-dekat oleh TiO₂ pada ~ 365-385 nm, dimana sinar UV ini mempunyai energi lebih besar atau sama dengan band gap TiO₂ anatase (3,2 eV), terjadi proses fotogenerasi dan menghasilkan rekombinasi elektron-hole (Dunlop *et al.*, 2002). Untuk meningkatkan aktifitas fotokatalitik dapat dilakukan proses modifikasi struktur, ukuran partikel dan luas permukaan dari TiO₂ melalui penambahan doping ion dopant transisi. Ion dopant dapat menghambat rekombinasi elektron-hole, agar proses reaksi katalitik dapat berlangsung lebih lama pada permukaan TiO₂ (Wang *et al.*, 2006; Yu *et al.*, 2006). Hasil degradasi proses fotokatalitik titania terhadap polutan organik berupa mineral-mineral CO₂ dan H₂O (Dunlop *et al.*, 2002).

Permasalahan yang dihadapi pada saat ini adalah Titania (TiO₂) yang tersedia secara komersial memiliki aktifitas fotokatalitik rendah, sehingga dibutuhkan titania yang memiliki aktifitas fotokatalitik yang lebih tinggi dengan kinerja yang lebih baik. Kinerja dari titania ditentukan oleh struktur anatase, luas permukaan besar, distribusi ukuran nano kristal, porositas, dan densitas gugus hidroksil lebih besar (Qourzal *et al.*, 2006). Titania terdiri dari tiga bentuk struktur kristal yaitu anatase, rutil dan brokrite. Pembentukan ketiga kristal ini dapat diatur melalui pengaturan temperatur kalsinasi dan ion dopant. TiO₂ anatase secara komersial lebih banyak diaplikasikan untuk proses fotokatalis karena memiliki aktifitas fotokatalitik relatif lebih tinggi (Qourzal *et al.*, 2004).

Penelitian yang sedang dikembangkan pada saat ini adalah bagaimana usaha untuk meningkatkan performan dari titania (TiO₂) melalui modifikasi struktur dan ukuran dengan doping ion dopant. Penggunaan ion dopant dari golongan halida, alkali, lantanida, dan transisi ternyata dapat meningkatkan kinerja dari fotokatalis TiO₂ (Sreethawong *et al.*, 2006; Burns *et al.*, 2002). Penambahan ion dopant sangat ditentukan oleh perbandingan konsentrasi dan komposisi dari ion

dopant terhadap matriks TiO_2 . Sedangkan untuk meningkatkan distribusi ion dopant kedalam matriks dapat dilakukan dengan pengaturan temperatur kalsinasi, sehingga pada temperatur-temperatur tertentu dihasilkan ukuran, jenis struktur dari TiO_2 yang berbeda. Efek yang diberikan oleh ion dopant yang tersubstitusi ke dalam matriks TiO_2 dapat meningkatkan aktifitas dari sistem fotokatalitik (Chan *et al.*, 1999; Syukri *et al.*, 2002; Arief *et al.*, 2003, Syukri *et al.*, 2003; Challa *et al.*, 2006).

Berdasarkan uraian diatas maka di dalam penelitian ini dilakukan proses sintesis dan karakterisasi titania modifikasi (M-TiO_2) dengan penambahan doping ion dopant ganda transisi yaitu M: Fe-Ni, Cu-Ni. Parameter kondisi sintesis yang dilakukan adalah penambahan ion dopant dengan bervariasi perbandingan komposisi ion dopant 0-4% dan pengaturan temperatur kalsinasi dari 400-600°C. Penelitian ini menargetkan untuk memperoleh powder titania FeNi- TiO_2 dan CuNi- TiO_2 yang berstruktur anatase dengan ukuran nano kristal. Metoda sintesis yang digunakan adalah teknik sol-gel, karena mempunyai beberapa keunikan yaitu (1) produktivitas tinggi, (2) ukuran dan struktur mudah dimodifikasi, (3) distribusi kristal merata dan homogen, (4) temperatur rendah, (5) leluasa memanipulasi stoikiometri, dan (6) sederhana.

BAHAN DAN METODA

Bahan Penelitian. Bahan-bahan kimia yang digunakan didalam penelitian ini adalah Titanium Isopropoksida (TIP : $\text{C}_{12}\text{H}_{28}\text{O}_4\text{Ti}$) (Aldrich, 97 %), Dietanol Amin (DEA : $\text{NH}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$) merck, Isopropanol (merck 98 %), Garam-garam asetat dari logam transisi (M (Oac)₂.nH₂O): Besi (III)(Merck), Nikel (II)(Merck), Tembaga (II)(Merck) gas nitrogen, Aquadest, kertas aluminium foil.

Alat-Alat Penelitian. Alat-alat yang digunakan didalam penelitian adalah seperangkat alat-alat gelas, hote plate dan magnetik stirer, bola penghisap, neraca analitis (Sartorius TE.2145), pH meter (CG803. Schoti Gerate), oven (Heraeus T.5042), furnace nitrogen (Thermolyne 1300 Furnace), cawan porselen, Mikroskop Foto Optis (Trinocular Carton), FT-IR (Jasco 460), TG-DTA (Thermographymetric – Diffensial Analyzer), XRD (X- Port PAN Analytical) dan SEM - EDX(Jeol JSM 6360 LA), BET (Quantachrome, Serial

1089111903. Model AS-68), TEM (Philips CM 12 Analysis Docuversion 3,2 image analysis system).

Metoda Penelitian. Penelitian ini dilakukan secara eksperiment di laboratorium. Beberapa langkah utama yang dilakukan terdiri dari beberapa tahapan (1) sintesis powder M- TiO_2 dengan metoda sol-gel, (2) karakterisasi bubuk M- TiO_2 . Data-data yang didapatkan dari keseluruhan pengujian ditabelkan atau digrafikkan untuk selanjutnya dianalisis.

Sintesis TiO_2 Doped Ion FeNi dan CuNi. Proses sintesis sol titania dilakukan dengan menambahkan 7,32 ml Titanium Isopropoksida (TIP) dengan adanya aliran gas nitrogen bertekanan 100 psi ke dalam 37,86 ml pelarut isopropanol dan kemudian ditambahkan 4,82 ml Dietanol Amin (DEA), homogenkan ± 15 menit, setelah homogen dilanjutkan penambahan garam asetat dari ion ganda FeNi dan CuNi dengan perbandingan divariasikan (1:1, 1:3, 3:1, 4:0, 0:4), dengan konsentrasi total 4% mol terhadap TIP yang telah diperhitungkan secara stoikiometri. Sol di homogenkan sampai ± 2 jam pada temperatur kamar. Volume total sol adalah 50 ml dengan perbandingan komposisi TIP dan DEA adalah 1:2. Sol dipanaskan pada temperatur 100-110°C selama ± 5 jam untuk mendapatkan gel kering. Untuk memperoleh bubuk Titania maka gel kering dibakar di dalam cawan porselin pada temperatur pembakaran 400, 500, dan 600°C selama ± 2 jam di dalam *furnace* yang dialirkan gas nitrogen bertekanan 100 psi. Setelah proses pembakaran diperoleh powder TiO_2 yang dihaluskan dengan cara penggerusan.

Karakterisasi TiO_2 Doped Ion FeNi dan CuNi. Karakterisasi dari M- TiO_2 dilakukan dengan analisis TG-DTA (Thermographymetric Analyzer, Shimazu DTG-50) dengan temperatur operasi 25-800°C, analisis FT-IR (Jasco 460 Perkin Elmer) untuk mengamati intensitas gugus fungsi pada angka gelombang range 4000-400 cm^{-1} , analisis XRD (X Port PAN Analytical, Rigaku RINT-2) berdasarkan pengukuran intensitas pada sudut 2 θ , dan *dicross-matching* dengan data base (JCPDS Card No. 12-2172). Dari data XRD dapat ditentukan struktur dan ukuran kristal berdasarkan hasil perhitungan dengan persamaan Debye-Scherrer-s. Perbedaan topografi permukaan dan komposisi kimia dianalisis dengan menggunakan SEM-EDX (Jeol JSM 6360 LA) dan luas permukaan diukur dengan BET (Quantachrome, Serial 1089111903 Model : AS-68).

HASIL DAN PEMBAHASAN

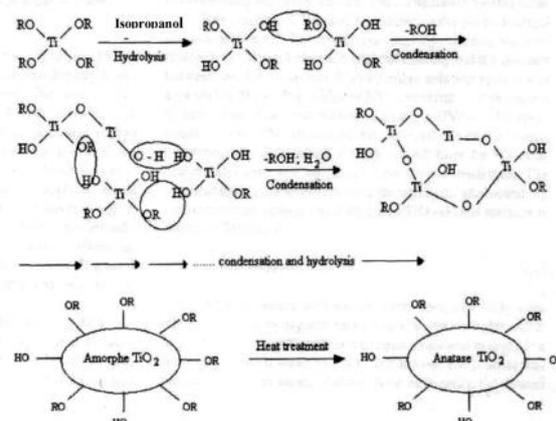
Sifat Fisik Sol, Gel dan Bubuk M-TiO₂

Teknik sol-gel merupakan metoda yang mempunyai beberapa keunikan dalam mensintesis powder TiO₂, disamping sederhana dalam prosesnya, metoda ini dapat mendistribusi ion dopant pada matriks TiO₂ secara merata dan homogen. Sintesis bubuk FeNi-TiO₂ dan CuNi-TiO₂ dengan teknik sol-gel, menggunakan bahan dasar logam alkoksida yaitu Titanium Isopropoksida (TIP) untuk matriks atau media pendistribusian ion dopant. Dietanol diamin (DEA) digunakan sebagai zat aditif untuk menghomogen dan menghambat terhidrolisisnya senyawa TIP sehingga dapat mempertahankan kereaktifan dari logam alkoksida dalam pembentukan sol yang stabil. Hasil penelitian Wang *et al.*, (2005), melaporkan hasil penelitiannya bahwa perbandingan yang tepat antara senyawa TIP dan DEA adalah 1:2. Kehomogenan dan kestabilan larutan sol sangat mempengaruhi pembentukan fase kristal dan sifat fisikokimia dari material TiO₂ (Sarravanan et al., xxxx). Pembentukan sol menjadi gel kering bertujuan untuk penguapan air dan dekomposisi residu organik. Gel yang terbentuk berupa jaringan tiga dimensi. Pembentukan gel dapat mempercepat proses pembentukan kisi-kisi kristal pada proses kalsinasi untuk pembentukan powder titania. Tabel 1. Menampilkan data pengamatan sifat fisik dari sol, gel, dan bubuk hasil doping ion FeNi pada permukaan TiO₂ yang diamati secara visual.

Pada penambahan ion dopant dengan komposisi yang berbeda memberikan warna sol dan gel yang spesifik. Perbedaan sifat fisik sol, gel dari dari ion dopant FeNi ditunjukkan dari warna sol, gel yang berbeda. Warna dari sol dan gel merupakan warna dari kombinasi ion dopant yang digunakan. Pembentukan sol menjadi gel kering dilakukan dengan pemanasan sol pada temperatur 100-110°C, temperatur tersebut dipilih didasarkan pada besaran titik didih pelarut yang

digunakan. Pada kondisi ini gel M-TiO₂ yang terbentuk lebih sempurna dan bersifat liat dengan warna yang spesifik, setelah melewati proses kondensasi dari penguapan air (titik didih 100°C) dan pelarut isopropanol (titik didih 87,3°C). Gel merupakan jaringan tiga dimensi berpori bersifat liat, transparan dengan warna yang sama dengan warna dari sol.

Menurut Sayilkan *et al.*, (2007), melaporkan bahwa mekanisme reaksi dari proses sol-gel seperti ditunjukkan pada Gambar 1, berlangsung dalam beberapa tahap reaksi yaitu hidrolisis dan kondensasi. Selanjutnya pemanasan gel pada temperatur kalsinasi 400-600°C bertujuan untuk pembentukan kristal dari M-TiO₂. Temperatur 400, 500, dan 600°C dipilih untuk proses kalsinasi berdasarkan pada perubahan-perubahan pola TG-DTA yang terjadi pada temperatur tersebut. Perubahan pola TG-DTA disertai dengan pengurangan berat yang diindikasikan sebagai perubahan fase struktur titania. Powder M-TiO₂ yang dikalsinasi pada ketiga temperatur kalsinasi secara visual menunjukkan warna yang berbeda. Jika diamati dengan mikroskop foto optis dengan pembesaran 100 kali, seperti ditunjukkan pada Tabel 2, akan terlihat lebih jelas perbedaan warna dan bentuk kisi-kisi kristal pada temperatur 400, 500, dan 600°C. Sedangkan untuk titania yang didoping dengan ion dopant CuNi memberikan warna kristal yang berbeda dengan ion dopant FeNi. Untuk memberikan informasi yang lebih



Gambar 1. Mekanisme reaksi sol-gel

Tabel 1. Sifat Fisik dari Sol, gel, dan bubuk TiO₂ dengan perbedaan komposisi ion dopant FeNi dan temperatur kalsinasi

Bubuk	Sifat-sifat Fisik Sol, Gel, dan Bubuk				
	Sol	Gel	Bubuk 400°C	Bubuk 500°C	Bubuk 600°C
Tanpa FeNi	B Homogen	B Homogen	K-A (+)	A-K	P (keras-kilat)
FeNi (1:1)	C-H Homogen	H-K Homogen	H-C (+)	Kr-H (+)	C-M (+)
FeNi (1:3)	H Homogen	H Homogen	H-C (++)	Kr-H (++)	Kr-M
FeNi (3:1)	K-H Homogen	C-H Homogen	H-C (++)	C-Kr	C-M (+++)

akurat dari struktur, ukuran dan bentuk kristal dari powder FeNi-TiO₂ dan CuNi-TiO₂ yang dihasilkan dilakukan analisis dengan alat instrument XRD, SEM, dan TEM.

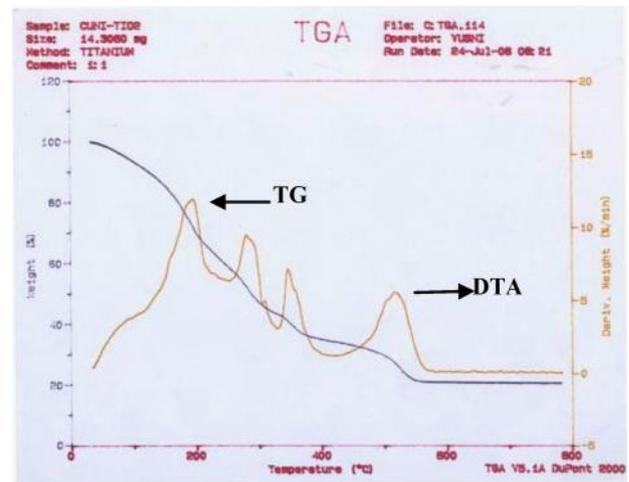
Analisis TG-DTA

Analisis pola TG-DTA pada Gambar 2 menunjukkan bahwa munculnya puncak-puncak eksotermik pada rentang temperatur 25-800°C, identik dengan perubahan-perubahan fase dari titania. Perubahan fase titania disertai dengan pengurangan berat pada temperatur tertentu. Pola TG-DTA dapat memberikan gambaran bahwa pembentukan produk akhir berupa oksida.

logam terbentuk setelah melewati siklus penguapan pelarut dan dekomposisi senyawa organik dengan laju pemanasan 10°C/min. Perhitungan yang didasarkan pada konversi perubahan komposisi berat sampel akhir dan awal, setelah melalui proses penguapan pelarut, air, dan gas akibat dekomposisi senyawa organik pada pemanasan temperatur tinggi yaitu lebih besar atau sama dengan 600°C, diperoleh berat dan temperatur akhir yang konstan (Rilda, 2007). Pola TG-DTA pada Gambar 2 menunjukkan 4 pola eksotermik, pada temperatur 25-200°C pola TG-DTA dari gel FeNi-TiO₂ menunjukkan pola yang berbeda dengan gel CuNi-TiO₂. Perbedaan disebabkan oleh adanya perbedaan kekuatan ikatan kompleks khelat antara matriks Titanium Isopropoksida (TIP) DEA dan ion dopant. Pada temperatur 200-350°C persentase pengurangan berat diindikasikan sebagai kehilangan

air kristal, dekomposisi dari senyawa asetat dan residu organik Dietanol Amin (DEA). Pada temperatur ~ 400°C terjadi perubahan pola dari TG-DTA disertai dengan pengurangan berat lebih besar, karena semakin sempurna proses dekomposisi residu organik dan pada pada temperatur ini diidentikkan terjadi kristalisasi fase M-TiO₂ dari amorf ke anatase. Hal ini dibuktikan dengan adanya puncak-puncak pada XRD.

Pada temperatur 500°C sampai dengan ~ 600°C terjadi perubahan pola dan pelebaran puncak eksotermik yang memberikan indikasi terjadinya transformasi dari fase anatase ke rutil. Sedangkan pada temperatur > 600°C pola menunjukkan garis datar, menunjukkan tidak terjadi perubahan struktur dari produk akhir yang telah terbentuk. Perubahan pola TG-



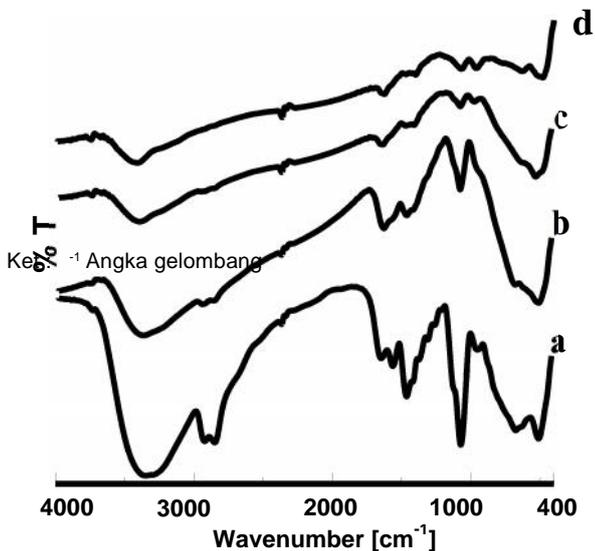
Gambar 2. Pola TG-DTA dari gel 4% CuNiTiO₂ pada temperatur 110°C

Tabel 2. Pengamatan foto optis bubuk FeNi-TiO₂ dengan mikroskop

Temperatur (°C)	Persentase perbandingan komposisi FeNi doped TiO ₂		
	1 : 1	1 : 3	3 : 1
400			
500			
600			

Tabel 3. Pengurangan berat titania modifikasi (M-TiO₂) dari ion dopant ganda transisi sebagai fungsi temperatur

Gel	Berat rata-rata (%)		
	Temperatur ~ 400°C	Temperatur ~ 500°C	Temperatur ~ 600°C
FeNi-TiO ₂	56,9	64,4	68,3
CuNi-TiO ₂	58,7	63,4	70,1

Gambar 3. Spektrum FT-IR dari CuNi-TiO₂ 1: 1 pada temperatur a).110°C, b). 400°C, c). 500°C, d). 600°C

DTA pada suhu 400°C, 500°C, dan 600°C mempunyai korelasi dengan data analisis XRD. Perubahan berat M-TiO₂ sebagai fungsi dari temperatur ditunjukkan pada Tabel 3.

Analisis FT-IR

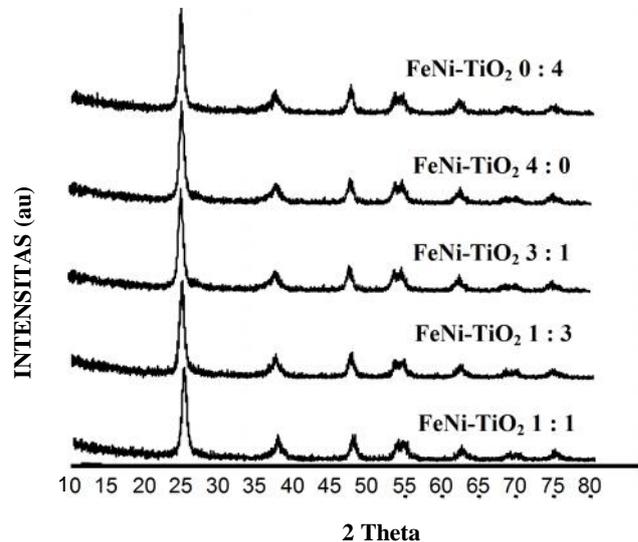
Proses pembentukan kompleks antara ion dopant dengan DEA dan matriks TIP dapat diamati dari pola spektrum FT-IR pada Gambar 3, berdasarkan pengamatan intensitas gugus fungsi pada rentang angka gelombang 4000-400cm⁻¹. Perubahan intensitas gugus-gugus fungsi pada angka gelombang tersebut terjadi akibat perlakuan panas pada proses kalsinasi pada temperatur 400-600°C. Sedangkan pola FT-IR M-TiO₂ dari ion dopant dengan komposisi berbeda hampir sama, perbedaan hanya terjadi pada persentase intensitas yang dihasilkan.

Pola FT-IR dapat memberikan informasi bahwa struktur molekul dari M-TiO₂ dipengaruhi oleh temperatur kalsinasi. Pada temperatur kalsinasi yang berbeda memberikan persentase intensitas yang berbeda. Perubahan intensitas terjadi pada pita serapan 3600-3000 cm⁻¹ identik dengan gugus fungsi OH, 1600-1575 cm⁻¹ gugus fungsi HOH Semakin besar temperatur

Tabel 4. Angka gelombang dari gugus fungsi O-Ti-O dan Ti-O-Ti pada bubuk M-TiO₂ dari ion dopant ganda transisi pada temperatur kalsinasi 500°C

Bubuk	⁻¹ (cm ⁻¹)
TiO ₂	724
FeNi-TiO ₂ 1:1	628
CuNi-TiO ₂ 1:1	636

Ket: ⁻¹ Angka gelombang

Gambar 4. Spektrum XRD dari FeNi-TiO₂ pada temperatur 500°C

kalsinasi menyebabkan terjadi pengurangan intensitas OH dan HOH yang signifikan pada daerah pita-pita tersebut (Schulert & Hising, 2000). Pengurangan intensitas identik dengan terjadinya dekomposisi senyawa organik. Pada daerah 900-400 cm⁻¹ identik dengan pembentukan Ti-O-Ti dan O-Ti-O. Proses modifikasi dengan penambahan ion dopant FeNi dan CuNi menyebabkan terjadi pergeseran angka gelombang Ti-O-Ti dan O-Ti-O. Perubahan ini disebabkan karena tersubstitusinya ion dopant menyebabkan terjadi perubahan vibrasi ikatan didalam matriks TiO₂. Pada Tabel 4 menunjukkan efek ion dopant dan pengaturan temperatur kalsinasi dapat mempengaruhi angka gelombang dari M-TiO₂.

3.4 Analisis XRD

Pada Gambar 4 menunjukkan pola analisis XRD dari powder FeNi-TiO₂. Efek penambahan ion dopant dengan komposisi yang berbeda memberikan pola spektrum XRD yang mempunyai kemiripan satu sama lainnya yaitu intensitas anatase tertinggi pada 2θ:25,1° (101) (JCPDS Card No. 12-2172, 1988) dengan persentase intensitas yang berbeda. Pada temperatur 400°C intensitas anatase lebih rendah jika dibandingkan intensitas anatase pada temperatur 500°C. Pada temperatur 500°C masing-masing ion dopant dengan komposisi yang berbeda memberikan

perbedaan persentase intensitas anatase yaitu, FeNi-TiO₂ 0:4 = 13,4 au, FeNi-TiO₂ 4:0 = 150,2 au, FeNi-TiO₂ 1 : 1 = 184,2 au, FeNi-TiO₂ 1:3 = 179,8 au, FeNi-TiO₂ 3:1 = 169,3 au, CuNi-TiO₂ 0:4 = 216,1 au, CuNi-TiO₂ 0:4 = 216,1 au, CuNi-TiO₂ 4:0 = 160,5 au, CuNi-TiO₂ 1:1 = 241,7 au, CuNi-TiO₂ 1:3 = 233,7 au, CuNi-TiO₂ 3:1 = 197,9 au, dimana intensitas anatase paling tinggi diperoleh pada komposisi 1:1.

Ukuran kristal dihitung berdasarkan formula Debye-Schereer dengan persamaan $L = \frac{k}{\Delta \cos}$, L: ukuran

kristal, k': konstanta (0.89), λ : panjang gelombang radiasi (0,154 nm), Δ : Full Width at half Maximum Height (FWMH) dan θ : sudut Bragg. Pada temperatur kalsinasi 500°C diperoleh ukuran kristal untuk masing-masing ion dopant berada dalam rentang (FeNi 10,5-41,9 nm) dan (CuNi 12,1-33,5 nm) dan data-data ini korelasi dengan hasil analisis TEM yaitu ukuran kristal berada dalam rentang 10-15 nm. Dari data ini menunjukkan bahwa ukuran kristal dari bubuk M-TiO₂ terjadi peningkatan jika temperatur kalsinasi bertambah besar.

Pada temperatur 600°C muncul puncak pada sudut difraksi 2θ : 25,1° dan 2θ : 27,3°, dimana diindikasikan pada suhu tersebut terbentuk titania sebagai campuran struktur anatase dan rutil. Perubahan struktur titania dari anatase ke rutil dapat disebabkan oleh efek ion dopant dan pengaturan temperatur kalsinasi. Pengaturan temperatur kalsinasi dapat mempengaruhi distribusi ion-ion dopant pada permukaan TiO₂ dan ion dopant akan tersubstitusi ke kisi-kisi struktur kristal, sehingga terjadi proses penataan ulang dari struktur titania yang menyebabkan perubahan jarak dari Ti-O-Ti dan O-Ti-O ke jarak lebih panjang. Rutil mempunyai struktur Ti-O-Ti dengan jarak lebih panjang dari anatase. Pengaturan parameter-parameter ini dapat memodifikasi struktur dan ukuran dari titania (Samuel *et al.*, 2004; Miyake & Tada, 2004; Wang *et al.*, 2006).

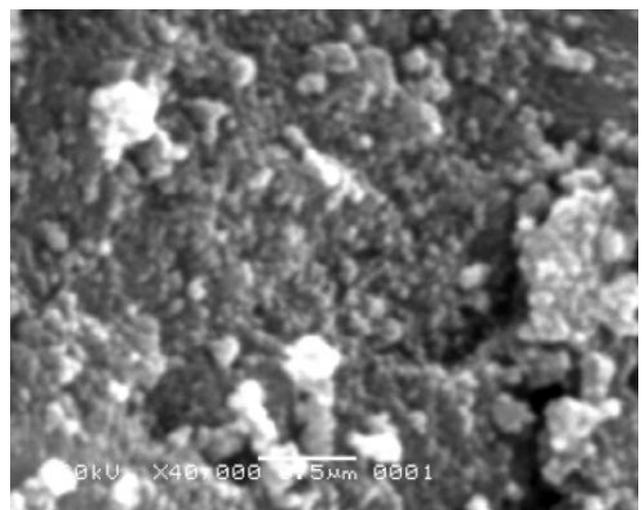
Analisis SEM-EDX.

Tabel 5. Pengaruh temperatur terhadap intensitas anatase dan ukuran kristal titania modifikasi dari ion dopant ganda FeNi 1:1, CuNi 1:1

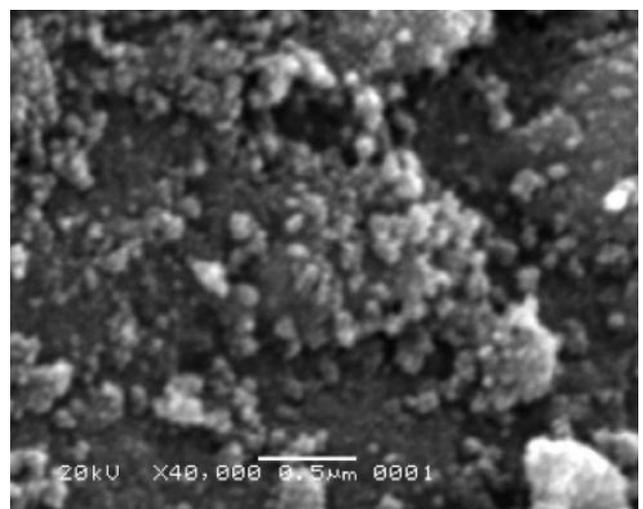
Temp. (°C)	FeNi-TiO ₂		CuNi-TiO ₂	
	Intensitas Anatase au	Ukuran Kristal nm	Intensitas Anatase au	Ukuran Kristal nm
400	47,0	9,32	185,6	6,18
500	124,2	13,9	211,7	15,5
600	121,5	33,5	53,64	18,6

Gambar 5 dan Gambar 6 menampilkan pola SEM FeNi-TiO₂ 1:1 dan CuNi-TiO₂ 1:1 pada temperatur 500°C. Pertumbuhan kristal dan distribusi ion dopant dipengaruhi oleh temperatur kalsinasi. Jika temperatur ditingkatkan maka semakin besar jumlah pertumbuhan kristal dan ion dopant yang terdistribusi pada permukaan TiO₂. Gambar 5 dan Gambar 6 menampilkan pola SEM pembesaran 40.000 kali dari powder FeNi-TiO₂ dan CuNi-TiO₂. Pada temperatur 500°C pertumbuhan kristal lebih sempurna dan penyebaran ion dopant lebih merata pada permukaan titania.

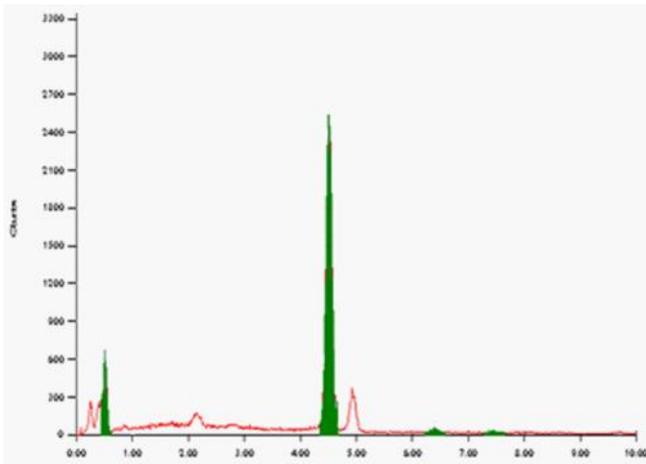
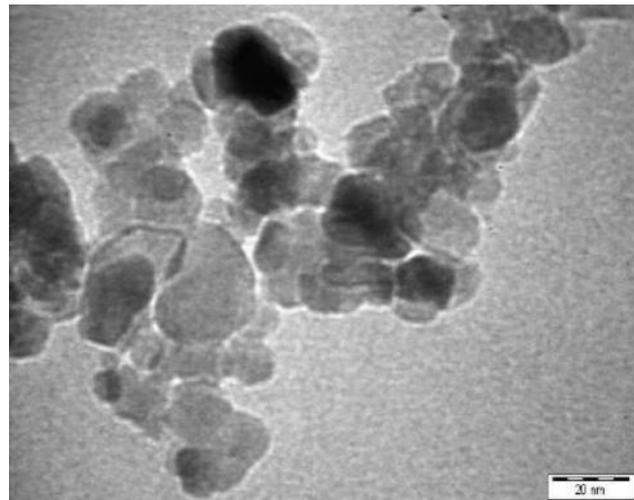
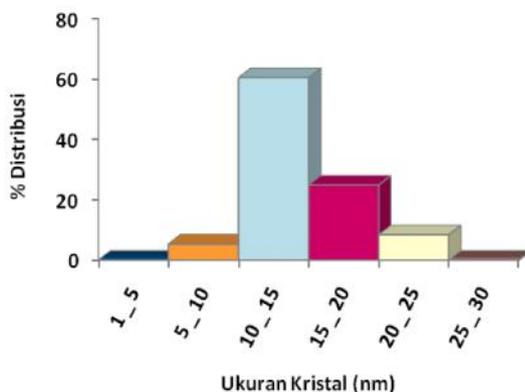
Pola SEM titania menampilkan morfologi permukaan yang kasar, membentuk bongkahan seperti batu karang. Pola SEM memberikan korelasi dengan data analisis XRD dimana pada temperatur 500°C memberikan intensitas anatase yang lebih tinggi jika dibandingkan pada proses kalsinasi pada temperatur 400°C. Dari analisis EDX pada Gambar 7 diperoleh informasi bahwa intensitas tertinggi dari Ti pada tingkat



Gambar 5. Pola SEM CuNi-TiO₂ 1:1 temperatur 500°C



Gambar 6. Pola SEM FeNi-TiO₂ 1:1 temperatur 500°C

Gambar 7. Pola EDX dari FeNi-TiO₂ 1:1 pada temperatur 500°CGambar 8. Pola TEM FeNi-TiO₂ pada temperatur 500°C memberikan perbedaan dalam memodifikasi permukaan titania (Yu *et al.*, 2006).Gambar 9. Distribusi ukuran kristal dari pola TEM FeNi-TiO₂ pada temperatur 500°C

energi 4,5 keV. Distribusi ion dopant ganda FeNi dan CuNi pada permukaan titania dengan persentase komposisi ion dopant 1:1, temperatur kalsinasi 500°C memberikan puncak Ti untuk ion dopant FeNi 97,01% dan ion dopant Cu Ni 94,63%.

Analisis TEM. Pada Gambar 8 merupakan pola TEM dari FeNi-TiO₂, partikel berbentuk spherical. Analisis foto TEM menunjukkan kristal FeNi-TiO₂ dan CuNi-TiO₂ dengan ukuran kristal dalam rentang 10-15 nm terdistribusi secara dominan, dan pada Gambar 9 ditunjukkan bahwa persentase distribusi ukuran kristal untuk masing-masing ion dopant adalah 60,71% untuk FeNi dan 52,73% CuNi.

Analisis BET. Pengukuran luas permukaan powder M-TiO₂ dengan BET diperoleh informasi bahwa dengan doping FeNi pada temperatur 500°C mempunyai luas permukaan yaitu 64,4 m²/g dan CuNi 40,9 m²/g. Perbedaan luas permukaan dari ion dopant yang berbeda menunjukkan bahwa ion dopant yang berbeda

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa titania yang diperoleh dari proses modifikasi dengan penambahan doping ion dopant FeNi dan CuNi memiliki beberapa karakter yaitu sifat fisik sol dan gel yang homogen. Ukuran kristal berdasarkan perhitungan dari data XRD adalah berada dalam rentang FeNi (10,5-41,9) nm dan CuNi (12,1-33,5) nm, peningkatan ukuran kristal terjadi dengan bertambah besarnya temperatur kalsinasi 400, 500, dan 600°C. Pada Hasil perhitungan ukuran kristal dengan analisis TEM memberikan korelasi dengan XRD, ukuran kristal berada dalam rentang 10-15 nm, masing-masingnya terdistribusi sebanyak 60,7% dan 52,7%. Dari pola SEM, topografi permukaan menunjukkan penyebaran partikel merata dan homogen pada temperatur 500°C dengan persentase komposisi kimia dari analisis EDX adalah FeNi-TiO₂ 1:1 = 97,01% dan CuNi-TiO₂ 1:1 = 94,63% dan luas permukaan yang diperoleh dalam dalam penelitian ini adalah FeNi-TiO₂ 64,4 m²/g dan CuNi-TiO₂ 40,9 m²/g.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini dibiayai oleh Hibah Bersaing, DIKTI Dengan No. Kontrak 005/SP2H/PP/DP2M/III/2008. Tahun Anggaran 2007/2008.

DAFTAR PUSTAKA

- Arief, S., Terazawa, T., Ban, T., Ohya, Y., & Takahashi, Y.** 2003. Direct patterning of nickel films on glass substrates. *Materials Science and Engineering B*. **100**: 132-135.
- Burns, Andrew, W.Li., Baker, C., & Shah, S.I.** 2002. Sol-gel synthesis and characterization of neodymium-Ion doped Nanostructured titania thin films. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **703**: 521-552.
- Challa, K.** 2006. *Nanomaterials—Toxicity, Health and Environmental Issue*, 1st ed. Vol. 5. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.KgaA, Weinheim.
- Chan, C.K., Porter, J.F., Li, Y., Guo, W., & Chan, C.** 1999. Effect of calcination on the microstructure and photocatalytic Properties of nanosized titanium dioxide powder prepared by Vvpor hydrolysis. *J. Am. Ceram. Soc.* **62(3)**: 566-572.
- Dunlop, P.S.M., Byrne, J.A., Manga, N., & Eggins, B.R.** 2002. The photocatalytic removal of bacterial pollutants from drinking water. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* **148**: 355-363.
- Miyake, Y. & Tada, H.** 2004. Photocatalytic degradation of methylene blue with metal doped mesoporous titania under irradiation of white light. *J. Chem. Engineering of Japan* **37(5)**: 630-635.
- Qourzal, S., Assabbane, A., & Ait-ichou, Y.** 2004. Synthesis of TiO₂ via hydrolysis of Titanium Tetraisopropoxide and its photocatalytic activity on a suspended mixture with activated carbon in the degradation of 2-naphthol. *J. Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* **163**: 317-321.
- Qourzal, S., Tamimi, M., Assabbane, A., Bouamrane, A., Nounah, A., Laanab, L. & Ait-ichou, Y.** 2006. Preparation of TiO₂ Photocatalyst Using TiCl₄ as a Precursor and Its Photocatalytic Performance. *Journal of Applied Science* **7**: 1553-1559.
- Rilda, Y.** 2007. Efek Dopant Ion Tunggal Terhadap Modifikasi Struktur dan Karakter Fotokatalis Powder Titania. *Prosiding Seminar Hasil Penelitian Research Grant TPSDP ADB Loan No: 1792-INO, National Seminar on Research and Studies X.*
- Samuel, V., Muthukumar, P., Gaikwad, S.P., Dhage, S.R., & Ravi, V.** 2004. Synthesis of mesoporous rutile TiO₂. *Materials Letters* **58**: 2514-2516.
- Sarravanan, P., Jose, T.A., Thomas, P.J., & Kulkarni, G.U.** 2001. Submicron particles of Co, Ni and Co-Ni alloys. *Bull. Mater. Sci.* **24**: 515-521.
- Sayilkan, F., Asilturk, M., Tatar, P., Kiraz, N., Arpac, E., & Sayilkan, H.** 2007. Preparation of re-usable photocatalytic filter For degradation of malachite green dye under UV and Vis-irradiation. *Journal of Hazardous Materials* xxxxxx
- Schulert, U. & Hising, N.** 2000. *Synthesis of Inorganic Material.* Wiley-VCH, Weinheim.
- Sreethawong, T. & Yoshikawa, S.** 2006. Enhanced photocatalytic hydrogen evolution over Pt supported on mesoporous TiO₂ prepared by single-step sol-gel process with surfactant template. *International Journal of Hydrogen Energy* **31**: 786-796.
- Syukri., Ban, T., Ohya, Y., & Takahashi, Y.** 2003. A simple synthesis of metallic Ni and Ni-Co alloy fine powders from a mixed-metal acetate precursor. *Materials Chemistry and Physics*. **78**: 645-649.
- Syukri., Ito, Y., Ban, T., Ohya, Y., & Takahashi, Y.** 2002. Use of 2-Hydroxylhydrazine as a new modifier in dip-coating nickel films. *Thin Solid Films* **422**: 48-54.
- Wang, D.Y., Lin, H.C., & Yen, C.C.** 2006. Influence of metal plasma ion implantation on photo-sensitivity of anatase TiO₂ thin films. *Thin Solid Film* **515**: 1047-1052.
- Wang, Z., Ergang, N.S., Daous, M.A.A. & Stein, A.** 2005. Synthesis and characterization of three-dimensionally ordered macroporous carbon/Titania nanoparticle composites. *Chem. Mater* **17**: 6805-6813.
- Yu.H., Li, X.J., Zheng, S.J., & Xu, W.** 2006. Photocatalytic activity of TiO₂ thin film non-uniformly doped by Ni. *Material chemistry and Physics* **97**: 59-63.
- Znaidi, L., Seraphimova, R., Bocquet, J.F., Colbeau-Justin. C., & Pommier, C.** 2001. A semi-continuous process for the synthesis of nanosize TiO₂ powders and their use as photocatalysts. *Materials Letters* **45**: 2978-2912.