



SINTESIS DAN KARAKTERISASI DARI TiO₂/SiO₂ DENGAN DOPING CuO₂ MENGUNAKAN METODE KOPRESIPITASI

Ridwan Yusuf Lubis dan Mulkan Iskandar Nasution

Jurusan Fisika, FST, Universitas Islam Negeri Sumatera Utara Medan

ridwanyusuflubis@uinsu.ac.id, mulkaniskandar@uinsu.ac.id

Diterima: Agustus 2020. Disetujui: September 2020. Dipublikasikan: Oktober 2020

ABSTRAK

Pencemaran lingkungan merupakan suatu peristiwa yang sudah banyak terjadi yang menyebabkan penurunan kualitas lingkungan akibat adanya zat yang bersifat toxic akibat aktifitas manusia. Pencemaran air dapat dikurangi dengan kontrol pada limbah atau dengan menggunakan material fotokatalis sebagai penjernih air. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui manakah yang terbaik perbandingan antara suhu dan penambahan doping untuk digunakan sebagai fotokatalis. Bahan yang digunakan sebagai material fotokatalis adalah TiO₂/SiO₂ di doping dengan CuO₂. Material fotokatalis disintesis menggunakan metode kopresipitasi dengan tambahan PEG6000 untuk mengurangi terjadinya aglomerasi dan memperluas permukaan dari serbuk TiO₂/SiO₂ yang didoping dengan CuO₂. Variasi suhu yang digunakan adalah 100°C dan 250°C sedangkan variasi dopingnya 1% dari massa total sampel. Hasil dari analisa morfologi dari sampel menggunakan SEM menunjukkan suhu 100°C lebih membuat serbuk campuran lebih menempel pada PEG6000 dan penambahan doping mengurangi terjadinya aglomerasi, sedangkan untuk hasil analisa strukturnya menggunakan XRD menunjukkan bahwa tidak terjadi perubahan struktur kristalnya yaitu tetragonal anatase. Terjadi peningkatan densitas pada penambahan doping CuO₂ begitu juga dengan parameter kisi a dan c. Dari hasil analisa sampel dapat disimpulkan bahwa suhu terbaik yang dapat digunakan adalah 100°C dan penambahan doping.

Kata Kunci: Fotokatalis, TiO₂, SiO₂, PEG6000, Kopresipitasi

ABSTRACT

Environmental pollution is an event that has happened a lot which causes a decrease in the quality of the environment due to substances that are toxic due to human activities. Water pollution can be reduced by controlling waste or by using photocatalyst materials as water purifiers. This study aims to determine which is the best comparison between temperature and addition of doping to be used as a photocatalyst. The material used as a photocatalyst is TiO₂/SiO₂ doped with CuO₂. The photocatalyst material was synthesized using the coprecipitation method with the addition of PEG6000 to reduce agglomeration and expand the surface of TiO₂ / SiO₂ powder doped with CuO₂. The temperature variations used were 100°C and 250°C, while the doping variation was 1% of the total mass of the sample. The results of the morphological analysis of the samples using SEM showed that the temperature of 100°C made the mixed powder more attached to PEG6000 and the addition of doping reduced the occurrence of agglomeration, while the results of the structural analysis using XRD showed that there was no change in the crystal structure, namely

tetragonal anatase. There was an increase in density at the addition of CuO₂ doping as well as lattice parameters a and c. From the results of sample analysis, it can be concluded that the best temperature that can be used is 100°C and the addition of doping.

Keywords: Photocatalyst, TiO₂, SiO₂, PEG6000, Coprecipitation

PENDAHULUAN

Pencemaran lingkungan merupakan suatu peristiwa yang menyebabkan penurunan kualitas lingkungan pada tingkatan tertentu dikarenakan masuknya makhluk hidup atau zat lain akibat perbuatan atau aktifitas manusia. Pembuangan air limbah yang tidak terkontrol dan tidak dikelola dengan baik merupakan penyebab utama terjadinya pencemaran lingkungan baik dipedesaan maupun dipertanian. Penyumbang limbah terbanyak yang menyebabkan pencemaran air terdiri dari limbah rumah tangga (40%), limbah industri (30%), sisanya berasal dari limbah rumah sakit, pertanian, dan peternakan

Berbagai penelitian yang sudah dilakukan para peneliti bahwa TiO₂ merupakan material yang bagus untuk dipalikhaskan sebagai fotokatalis yang efisien dan ramah lingkungan. Peningkatan sifat fotokatalik dapat ditemukan pada lapisan TiO₂ - SiO₂ dengan struktur nano yang sudah diaplikasikan pada material pelapis yang memiliki sifat antifogging yang baik dan sebagai antimikroba dikarenakan sifat fotokatalik dan superhidrofilitas fotoinduksi.

Untuk mengurangi laju rekombinasi yang tinggi antara elektron yang mengalami fotogenerasi dan hole di TiO₂ - SiO₂, menggunakan tambahan doping logam. Diketahui dengan baik bahwa jumlah yang tepat dari ion logam transisi yang didoping ke TiO₂ - SiO₂ dapat menyebabkan pusat penangkapan elektron, dan juga dapat mengubah kristalinitas TiO₂ yang mengakibatkan penurunan pusat rekombinasi elektron / lubang . Ion dari doping pada logam TiO₂ telah mampu menginduksi pergeseran spektral ke wilayah cahaya tampak. Aktivitas fotokatalitik meningkat jika Pt, Pd, Au atau Ag digunakan sebagai dopan, tetapi logam ini jarang dan mahal

Sifat TiO₂ yang disintesis dapat diubah dan ditingkatkan dengan elemen doping ke dalam struktur TiO₂. Sifat dari nanopartikel TiO₂ yang dicampur dengan dopan

mempengaruhi struktur elektronik dan status perangkap TiOS, tepi bawah pita konduksi dan densitas status (DOS) TiO₂ terdiri dari orbital titanium 3d. Jadi, kation titanium diganti dengan kation lain (dengan berbagai orbital 3d) diharapkan memengaruhi sifat material secara signifikan dari TiO₂. Selanjutnya, dopan dapat meningkatkan kerusakan pada permukaan TiO₂. Cacat ini memiliki induk yang berbeda dengan bahan reaksi seperti air, oksigen dan karbon monoksida

Arutanti dkk. (2009) telah melakukan penjernihan air dengan cara menaburkan serbuk TiO₂ ke air limbah organik. Selanjutnya diperoleh bahwa kejernihan air meningkat dengan semakin tingginya konsentrasi TiO₂ yang di tambahkan kedalam air. Serbuk TiO₂ akan mengendap pada bagian dasar wadah air limbah dan susah untuk dipisahkan dengan air bersihnya meskipun menggunakan filter. Astuti (2015) telah melakukan penelitian terhadap material TiO₂ dengan ukuran kristal 59,09 nm. Peneliti melakukan sintesis TiO₂ dengan tambahan PEG 6000. TiO₂ yang disintesis mampu mereduksi zat pewarna pada limbah tekstil dan menurunkan nilai pH dari 10,9 menjadi 9,06. Rilda dkk (2014) melakukan sintesis pada nanopartikel TiO₂-SiO₂ berpori dengan metode kalsinasi sederhana dalam larutan polimer

SiO₂ ditambahkan pada sintesis TiO₂ bertujuan sebagai senyawa pendukung sehingga dapat mengurangi kemungkinan terjadi aglomerasi dan juga meningkatkan kinerja fotokatalis dari TiO₂. PEG 6000 merupakan polimer yang sangat bagus sebagai wadah dari serbuk TiO₂ - SiO₂ sehingga kemungkinan terjadinya aglomerasi akan berkurang. TiO₂ - SiO₂ akan menutupi permukaan dari material PEG 6000 dan meningkatkan kemampuan dari fotokatalis dari hasil sintesis TiO₂ - SiO₂.

Pada penelitian kali ini, peneliti mempersiapkan satu series sampel TiO₂/SiO₂ doping CuO₂ menggunakan metode Kopresipitasi. Tujuan dari peneliti kali ini

adalah untuk menginvestigasi perubahan struktur TiO₂/SiO₂ partikel terhadap pengaruh penambahan atom CuO₂ sebagai doping untuk mengetahui perubahan struktur sampel terhadap pengaruh konsentrasi doping, peneliti melakukan karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD) dan morfologinya menggunakan Scan Electron Microscope (SEM). Untuk mengetahui hasil yang diperoleh, maka peneliti melakukan analisis dan diskusi lebih lanjut.

METODE PENELITIAN

1. Sintesis TiO₂/SiO₂

Sintesis TiO₂/SiO₂ menggunakan metode kopresipitasi dengan penambahan PEG6000 dan juga Aquades.

Prosedur sintesis adalah sebagai berikut: Serbuk TiO₂, SiO₂ dan PEG6000 ditimbang menggunakan timbangan digital dengan ketelitian hingga 0,001 gram. Campuran total dari ketiga bahan tersebut adalah 10 gram dengan perbandingan massa TiO₂ : SiO₂ : PEG6000 (2 : 1 : 1) dengan massa total dari campuran adalah 10 gram. Campuran serbuk dari TiO₂/SiO₂ dengan tambahan PEG6000 tersebut dimasukkan ke dalam beaker gelas dan ditambahkan Aquades sebanyak 100 ml. Selanjutnya campuran yang sudah dituangkan Aquades tersebut diaduk menggunakan magnetic stirrer dengan suhu kamar selama 1 jam pada kecepatan putaran 200 rpm sehingga TiO₂, SiO₂ dan PEG6000 menyatu dan menjadi larutan berwarna putih.

2. Sintesis TiO₂/SiO₂ dengan Doping CuO₂

Prosedur sintesis dari TiO₂/SiO₂ dengan doping CuO₂ dengan metode kopresipitasi sama dengan langkah – langkah pada sintesis sebelumnya.

Campuran dari serbuk ditimbang menggunakan timbangan digital dengan perbandingan massa TiO₂ : SiO₂ : PEG6000 (2 : 1 : 1) dan doping CuO₂ dengan massa 1% dari massa total campuran. Campuran serbuk sampel dimasukkan ke dalam beaker gelas dan ditambahkan Aquades sebanyak 100 ml kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer pada suhu kamar selama 1 jam pada kecepatan putaran 200 rpm. Campuran dari serbuk sampel dengan doping setelah 1 jam

berubah menjadi warna coklat muda. Selanjutnya sampel dikalsinasi menggunakan Oven pada suhu 100°C selama 2 jam. Sampel yang sudah dikalsinasi kemudian digerus selama 0,5 jam untuk mengurangi aglomerasi setelah pencampuran.

3. Teknik Analisis Data

Teknik analisis data yang digunakan untuk melihat hasil dari sintesis serbuk sampel adalah sebagai berikut :

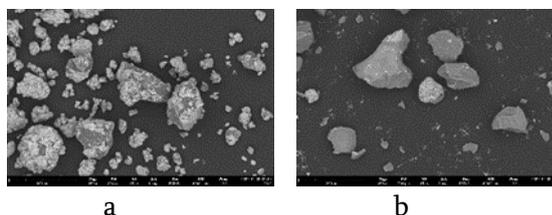
Scan Electron Microscope (SEM) dan digunakan untuk melihat morfologi dan senyawa yang muncul dari sampel TiO₂/SiO₂ dengan variasi suhu 100°C, 250°C dan sampel yang didoping CuO₂ dengan suhu 100°C setelah diberikan treatment.

X-Ray Diffraction (XRD) digunakan untuk melihat perubahan struktur dari sampel TiO₂/SiO₂. Hasil analisa XRD akan menunjukkan pengaruh dari variasi suhu dan doping terhadap struktur sampel.

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Hasil Uji SEM

a. Hasil Uji SEM Variasi Suhu

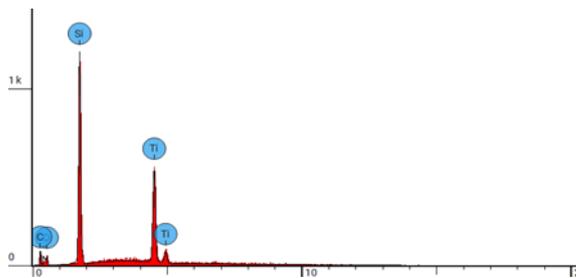


Gambar 1. Hasil Uji SEM dengan Perbesaran 650x (a) TiO₂/SiO₂ suhu 100°C, (b) TiO₂/SiO₂ suhu 250°C

Dari hasil foto pengujian SEM dengan perbesaran 650x dapat terlihat ada bagian gelap hitam dan terang putih keabuan. Terlihat ada gumpalan – gumpalan yang merupakan PEG6000 baik pada suhu 100°C maupun suhu 250°C. Dari foto SEM dapat diamati bahwa serbuk TiO₂/SiO₂ yang sudah tercampur menempel pada permukaan butiran PEG6000 meskipun tidak menutupi semua permukaannya. Pada sampel dengan variasi suhu 100°C dapat diamati bahwa serbuk dari TiO₂/SiO₂ lebih banyak menempel pada permukaan PEG6000 dibandingkan dengan yang suhu 250°C.

Tabel 1. SEM EDX TiO₂/SiO₂ Suhu 100°C (A)

| Element Number | Element Symbol | Element Name | Atomic Conc. | Weight Conc. |
|----------------|----------------|--------------|--------------|--------------|
| 6 | C | Carbon | 30.86 | 13.40 |
| 8 | O | Oxygen | 9.34 | 5.40 |
| 14 | Si | Silicon | 31.22 | 31.70 |
| 22 | Ti | Titanium | 28.59 | 49.50 |

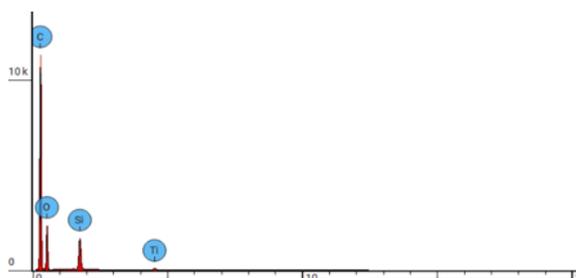


Gambar 2. SEM EDX TiO₂/SiO₂ Suhu 100°C

Dari table table dan gambar SEM EDX diatas dapat dilihat bahwa unsur Titanium (Ti) 49,5 % dan Silikon (Si) 31,7% masih dominan dibanding dengan unsur lainnya. Adapun munculnya senyawa karbon itu dari campuran PEG6000 setelah dilakukanya kalsinasi. Hasil dari SEM ini menunjukkan bahwa kualitas dari campuran serbuk sampel pada suhu 100°C masih tergolong bagus dan tidak merusak struktur TiO₂ dan SiO₂.

Tabel 2. SEM EDX TiO₂/SiO₂ Suhu 250°C (B)

| Element Number | Element Symbol | Element Name | Atomic Conc. | Weight Conc. |
|----------------|----------------|--------------|--------------|--------------|
| 6 | C | Carbon | 75.40 | 67.60 |
| 8 | O | Oxygen | 21.77 | 26.00 |
| 14 | Si | Silicon | 2.53 | 5.30 |
| 22 | Ti | Titanium | 0.31 | 1.10 |

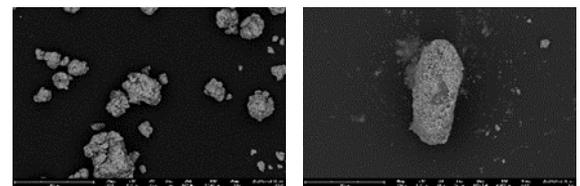


Gambar 3. SEM EDX TiO₂/SiO₂ Suhu 250°C

Tabel dan gambar SEM EDX untuk variasi suhu 250°C diatas dapat diamati

bahwa terjadi perbedaan yang cukup signifikan pada senyawa yang dihasilkan setelah diberikan treatment. Terlihat jelas bahwa senyawa Titanium (Ti) 1,1% dan Silikon (Si) 5,3% menurun drastis dan didominasi oleh struktur Karbon (C) 67,6% pada spot PEG6000-nya. Hal ini menunjukkan bahwa kualitas dari material fotokatalis TiO₂/SiO₂ mengalami penurunan kualitas apabila berikan perlakuan kalsinasi yang terlalu tinggi melebihi suhu 100°C dan merubah struktur penyusun awalnya.

b. Hasil Uji SEM Doping CuO₂

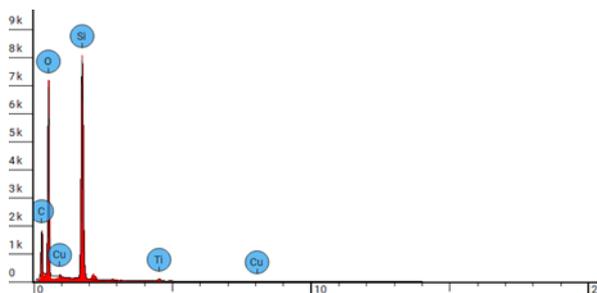


Gambar 4. Hasil Uji SEM dengan Perbesaran 1000x (a) TiO₂/SiO₂ suhu 100°C, (b)TiO₂/SiO₂ doping CuO₂

Dari foto SEM dengan perbesaran 1000x bisa dilihat perbandingan antara hasil sintesis variasi doping CuO₂ terhadap TiO₂/SiO₂. Serbuk dari sampel lebih banyak menempel pada permukaan PEG6000 pada saat ditambahkan dengan doping disbanding dengan tanpa doping sama sekali. Pada sampel dengan doping CuO₂ juga dapat dilihat lebih sedikit aglomerasi serbuk sampel.

Tabel 3. SEM EDX TiO₂/SiO₂ Doping CuO₂ (C)

| Element Number | Element Symbol | Element Name | Atomic Conc. | Weight Conc. |
|----------------|----------------|--------------|--------------|--------------|
| 6 | C | Carbon | 37.71 | 27.40 |
| 8 | O | Oxygen | 46.70 | 45.20 |
| 14 | Si | Silicon | 15.01 | 25.50 |
| 22 | Ti | Titanium | 0.35 | 1.00 |
| 29 | Cu | Copper | 0.23 | 0.90 |



Gambar 5. SEM EDX TiO₂/SiO₂ Doping CuO₂

Dari tabel dan foto SEM EDX diatas dapat diamati bahwa meskipun senyawa karbon (C) terlihat mendominasi setelah diberikan perlakuan kalsinasi tetapi senyawa Silikon (Si) juga masih terlihat dalam jumlah yang banyak yaitu 25,5 % dan yang mendominasi adalah senyawa Oksigen (O) 45,2%.

2. Hasil Uji XRD

Tabel 4. Perbandingan Variasi Suhu dan Doping

| Sampel | Suhu | Parameter Kisi a/b (Å) | Parameter Kisi c (Å) | Jarak Antar Atom (Å) |
|--------|------|------------------------|----------------------|----------------------|
| A | 100 | 3.77100 | 9.43000 | 3.5014 |
| B | 250 | 3.77243 | 9.43031 | 3.5035 |
| C | 100 | 3.78500 | 9.51400 | 3.8930 |

a. Hasil Uji XRD Variasi Suhu

Hasil pengujian XRD pada sampel dengan variasi suhu menunjukkan bahwa setelah disintesis dan diberikan perlakuan panas, struktur sistem kristalnya adalah tetragonal anatase dengan parameter kisi a = 3.77100 Å c= 9.43000 Å. Intensitas puncak tertinggi muncul pada sudut $2\theta = 25,5^\circ$ dengan indeks miller [1 0 1]. Jarak antar atomnya d = 3.5014 Å dengan kerapatan 3.95600 g/cm³. Hasil pengamatan hasil XRD pada suhu 250oC menunjukkan hasil yang hamper sama dengan suhu 100°C sesuai dengan table diatas.

b. Hasil Uji XRD Doping CuO₂

Hasil pengujian XRD pada sampel dengan doping CuO₂ menunjukkan bahwa setelah disintesis dan diberikan perlakuan panas pada suhu 100°C, struktur sistem kristalnya tidak mengalami perubahan yang besar yaitu tetap dengan struktur tetragonal

anatase. Hasil ini mengindikasikan bahwa doping CuO₂ tidak merubah struktur utama dari TiO₂/SiO₂ meskipun sebagian kecil dari puncaknya menunjukkan struktur yang berbeda. Intesitas puncak tertinggi terlihat pada sudut $2\theta = 25,37^\circ$ dengan indeks miller [0 1 1] dan jarak antar atomnya d = 3.5169 Å. Sedangkan parameter kisinya sebesar a= 3.78500 Å c= 9.51400 Å. Sampel TiO₂/SiO₂ dengan doping CuO₂ memiliki kerapatan 3.89300 g/cm³.

KESIMPULAN DAN SARAN

Berdasarkan hasil penelitian ini maka dapat disimpulkan bahwa sintesis TiO₂/SiO₂ sebagai material fotokatalis telah berhasil dilakukan dengan memvariasikan suhu dan penambahan doping CuO₂. Pemberian perlakuan panas hingga 250°C tidak merubah system struktur kristalnya yaitu tetragonal anatase begitu juga dengan penambahan doping CuO₂ sebanyak 1%. Suhu terbaik didapatkan pada 100°C tetapi dengan penambahan doping dapat meningkatkan densitas dan juga mengurangi terjadinya aglomerasi serbuk campuran. Saran untuk peneliti selanjutnya adalah dengan merubah doping dan menambah ragam variasinya dan menggunakan suhu pemanasan 100oC untuk memperoleh hasil yang lebih baik lagi.

DAFTAR PUSTAKA

- Akhmad Kurniawan dan Nugrahani Primary Putri, Sintesis Dan Karakterisasi Fotokatalis TiO₂/SiO₂/PVA, Jurnal Inovasi Fisika Indonesia (IFI) Volume 05 Nomor 01 Tahun 2016, hal 11 – 14
- Didin Sahidin Winatapura dan Saeful Yusuf, Sintesis Komposit Fe₃O₄ -SiO₂ -TiO₂ Dan Aplikasinya Untuk Mendegradasi Limbah Zat Warna Methylene Blue, Jurnal Sains Materi Indonesia, Tanggal 24 April 2012, ISSN: 1411-1098
- Direktorat Jenderal Cipta KaryaDepartemen Pekerjaan Umum, 1992 R. M. Mohamed and Mohamed Mokhtar, I. A. Mkhaliid, S. A. Al-Thabaiti, Nano

- Cu Metal Doped on TiO₂-SiO₂ Nanoparticle Catalysts in Photocatalytic Degradation of Direct Blue Dye, *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, Vol. 13, 4975-4980, 2013
- Mieke Wulandari*, Astuti, Muldarisnur, Sintesis Nanopartikel TiO₂-SiO₂ Berpori Sebagai Fotokatalis untuk Penjernihan Air Limbah Rumah Tangga, *Jurnal Fisika Unand* Vol. 7, No. 1, Januari 2018
- Nevi Dwi Andari dan Sri Wardhani, Fotokatalis TiO₂-Zeolit Untuk Degradasi Metilen Biru, *Chem. Prog.* Vol. 7, No.1. Mei 2014
- Rilda, Y., Alif, A., dan Kurniawan, S., "Synthesis Titania-Silicate Nanoporous Based Anatase with Variation Curing and Crystallization Time", *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Science*, 6, 1511-1518 (2014).
- Risda Tussa'adah, Astuti, Sintesis Material Fotokatalis Tio₂ Untuk Penjernihan Limbah Tekstil, *Jurnal Fisika Unand* Vol. 4, No. 1, Januari 2015
- Siregar, M.A., Mukti, H.H., Winsyahputra, R., (2011), Preparasi dan Karakteristik Lapisan Tipis TiO₂ pada Permukaan Logam dan Kaca Menggunakan Metode Sol-Gel, *Jurnal Penelitian Sainika*, 11(2):67-75
- T. Cizmar, U. Lavrenc, S. tangara, I. Arcona, Correlations between photocatalytic activity and chemical structure of Cu-modified TiO₂-SiO₂ nanoparticle composites, *Catalysis Today* xxx (2016) xxx-xxx
- Tesya Natalia Marpaung dan Karya Sinulingga, Pengaruh Variasi Suhu Terhadap Karakteristik Struktur Kristal Dan Morfologi Lapisan Nano TiO₂ Pada Pelapisan Logam Anti Korosi Dengan Metode Sol - Gel Spin Coating, *Jurnal Einstein* 8 (2) (2020): 42-47
- Wardiyari, S., Fisli, A., dan Yusuf, S., (2012), Sintesis Nanokatalis TiO₂ Anatase Dalam Larutan Elektrolit Dengan Metode Sol Gel, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 15(3):153-157
- Wening Dwi Prastiwi, Khoironni Devi Maulana, Navela Rahma Aji, Emas Agus Prastyo Wibowo, Atik Setyani, Sintesis Dan Karakteristik TiO₂ Dan SiO₂ Serta Aplikasinya Terhadap Kadar Fe Dalam Air Sumur, *Jurnal Ilmiah Sains* Vol. 17 No. 1, April 2017
- Yasin Khani, Pooya Tahay, Farzad Bahadoran, Nasser Safari, Saeed Soltanal, Ali Alavi, Synergic effect of heat and light on the catalytic reforming of methanol over Cu/x-TiO₂ (x=La, Zn, Sm, Ce) nanocatalysts, *Applied Catalysis A, General* 594 (2020) 117456