



SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TiO_2 -Cu AKTIF SINAR TAMPAK

Kapti Riyani, Tien Setyaningtyas dan Dian Windy Dwiasi
Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknik, Universitas Jenderal Soedirman

kapti.riyani@gmail.com

ABSTRAK

Penelitian ini diawali dengan pembuatan fotokatalis TiO_2 -Cu dengan cara impregnasi basah dan fotodeposisi, dengan perbandingan mol $\text{TiO}_2 : \text{Cu}^{2+}$ adalah 100:0 ; 99:1 ; 98:2 ; 97:3 dan 96:4. Karakterisasi TiO_2 -Cu menggunakan SEM untuk mengetahui morfologi partikel fotokatalis, UV-Vis DRS untuk mengetahui energi celah pita, FTIR untuk mengetahui gugus fungsi pada fotokatalis yang telah dibuat serta kristalinitas fotokatalis dianalisis menggunakan XRD. Hasil penelitian menunjukkan bahwa telah berhasil dilakukan sintesis TiO_2 -Cu, dilihat dari analisis morfologi menggunakan SEM. Dari analisis SEM terlihat bahwa penambahan logam Cu akan merubah morfologi dari fotokatalis TiO_2 . Perhitungan energi celah pita berdasarkan hasil UV-Vis DRS didapatkan energi celah pita TiO_2 sebesar 3,43 eV. Penambahan dopan logam Cu menurunkan energi celah pita dari TiO_2 . Karakterisasi XRD muncul nilai 2θ pada 29,607 dan 48,401 yang menunjukkan terbentuknya kristal monoclinic $\text{H}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$. Karakterisasi FTIR menunjukkan terjadi perubahan serapan spesifik dari TiO_2 yang menandakan terjadi perubahan struktur dari TiO_2 . Serapan TiO_2 -Cu secara keseluruhan mengalami peningkatan yang menunjukkan semakin banyak air yang terserap pada permukaan fotokatalis.

Kata Kunci : Sintesis, Karakterisasi, Sinar tampak, TiO_2 -Cu

ABSTRACT

This study begins with the manufacture of TiO_2 -Cu photocatalyst by wet impregnation and fotodeposisi, with a mole ratio of $\text{TiO}_2 : \text{Cu}^{2+}$ is 100:0; 99:1; 98:2; 97:3 and 96:4. Characterization of TiO_2 -Cu using SEM to determine the particle morphology of photocatalysts, UV-Vis DRS to determine the energy band gap, FTIR to determine the functional groups on the photocatalyst was created and analyzed using XRD crystallinity of the photocatalyst. The results showed that it has successfully carried out the synthesis of TiO_2 -Cu, judging from morphological analysis using SEM. From the SEM analysis shows that the addition of Cu changes the morphology of TiO_2 photocatalyst. Bandgap energy calculations based on the results of UV-Vis DRS obtained TiO_2 band gap energy of 3.43 eV. The addition of Cu metal dopants lower the bandgap energy of TiO_2 . Characterization XRD 2θ values appear at 29.607 and 48.401 which indicates the formation of crystalline monoclinic $\text{H}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$. FTIR characterization showed changes in specific uptake of TiO_2 indicating a change of the structure of TiO_2 . TiO_2 -Cu uptake as a whole has increased showing more and more water is absorbed on the surface of the photocatalyst.

Keyword: Synthesis, Characterization, Visible Light, TiO_2 -Cu

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara dengan ketersediaan sinar matahari yang sangat melimpah, sinar matahari sebagian besar adalah sinar tampak, sedangkan sinar UV hanya terdapat sekitar 3-4 % saja. Pemanfaatan fotokatalis saat ini dikembangkan untuk mendapatkan material fotokatalis yang aktif sinar tampak sehingga bisa menggunakan sinar matahari yang sudah



tersedia di alam sebagai sumber energinya, untuk itu penelitian mengenai sintesis fotokatalis TiO_2 -Logam yang aktif sinar tampak perlu segera dilakukan mengingat negara Indonesia merupakan negara dengan ketersediaan sinar matahari yang melimpah, dengan pemanfaatan sinar matahari sebagai sumber energi untuk proses aktivasi fotokatalis maka akan mengurangi keterbatasan penggunaan fotokatalis TiO_2 yang selama ini harus menggunakan lampu UV sebagai sumber energinya. Salah satu kegunaan fotokatalis TiO_2 adalah sebagai katalis untuk produksi methanol dari limbah organik dengan aktivasi sinar UV. Dengan adanya dopan logam maka proses produksi metanol menggunakan fotokatalis TiO_2 akan efisien karena tidak harus menggunakan lampu UV.

Beberapa sintesis TiO_2 dengan dopan logam dapat menggeser serapan fotokatalis ke arah sinar tampak telah dilakukan, diantaranya oleh Dholam. R et.al. (2009) TiO_2 -Cr menggunakan metode RF-magnetron sputtering dan teknik sol-gel, Shi. J.Y. (2006) TiO_2 -Cr menggunakan teknik sol-gel, Vu, A.T. (2010) TiO_2 dengan dopan Fe^{3+} , Cr^{3+} dan V^{5+} menggunakan teknik hidrotermal, Chen, R (2011) membuat $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ yang didopan Cr menggunakan teknik sol-gel. Song S. (2011) melakukan sintesis TiO_2 -Cu menggunakan teknik sol-gel, Popa M (2010) melakukan sintesis TiO_2 aerogels dengan dopan Fe, Cu dan Ce menggunakan teknik sol-gel, Segne T.A (2011) melakukan sintesis Cu- TiO_2 menggunakan teknik sol-gel. Yamashita (2001) melakukan sintesis TiO_2 dengan dopan V^+ , Cr^+ , Mn^+ , Fe^+ menggunakan metode *ionized cluster beam* (ICB). Selain dimodifikasi menggunakan dopan logam, morfologi TiO_2 perlu direformasi menjadi nanotube untuk meningkatkan luas permukaan spesifik, dengan meningkatnya luas permukaan spesifik dari fotokatalis maka aktifitas fotokatalis akan meningkat pula (Zhang, 2011).

Pada penelitian ini digunakan ion logam Cu^{2+} sebagai dopan pada fotokatalis TiO_2 menggunakan metode photodeposisi dan impregnasi dengan perbandingan rasio mol TiO_2 :logam 100:0, 99:1, 98:2, 97:3 dan 96:4, sehingga aktif terhadap sinar tampak. Hasil dari fotokatalis nanotube TiO_2 -Logam selanjutnya dikarakterisasi menggunakan SEM untuk melihat morfologi dari fotokatalis, UV-Vis DRS untuk mengetahui energi celah pita dari fotokatalis, XRD untuk analisis kristalinitas dan FTIR untuk melihat gugus fungsi pada permukaan fotokatalis yang sudah dibuat.

METODE ANALISIS

1. Alat dan Bahan

Alat yang diperlukan labu ukur, gelas ukur, pipet volume, beker gelas, erlenmeyer, mortar, magnetik stirer, XRD, SEM, spektrofotometer UV-Vis DRS, furnace, autoclave, FTIR. Bahan yang digunakan adalah TiO_2 , aquadest, CrCl_3 , MnSO_4 , ZnCl_2 , NiCl_2 , CoCl_2 , NaOH , .

2. Prosedur Penelitian

Pembuatan Fotokatalis TiO_2 - Logam

TiO_2 -Cu dibuat dengan perbandingan mol TiO_2 : Cu yaitu 99 : 1; 98 : 2, 97:3, dan 96:4 dengan kontrol TiO_2 tanpa logam, sebagai sumber logam adalah CuCl_2 . TiO_2 -Cu dibuat dengan metode impregnasi basah dan fotodeposisi. Untuk metode impregnasi basah, TiO_2 dan sumber logam disuspensikan dalam aquademin, selanjutnya suspensi diletakkan dalam sonikator selama 30 menit, kemudian suspensi dipanaskan sambil distirer sampai airnya menguap, selanjutnya katalis dikalsinasi pada suhu 500°C selama 2 jam kemudian dihaluskan sampai berbentuk serbuk. Untuk pembuatan fotokatalis TiO_2 -Cu dengan fotodeposisi yaitu dengan fotoreduksi ion logam menjadi logamnya yang akan berada pada permukaan TiO_2 mempunyai beberapa tahapan. Pertama, 3,0 gram TiO_2 ditambahkan pada 100 ml air bebas mineral, pH dari suspensi TiO_2 dibuat menjadi 3 dengan penambahan asam perklorat. Kemudian sejumlah sumber logam yaitu garam logam untuk dopan ditambahkan pada suspensi TiO_2 . Campuran selanjutnya disinari dengan lampu UV selama 3 jam, selanjutnya di keringkan menggunakan oven pada suhu 100°C selama 12 jam. Padatan kering selanjutnya di gerus dalam mortar dan dikalsinasi pada suhu 400°C selama 6 jam dalam furnace. Fotokatalis TiO_2 -Cu

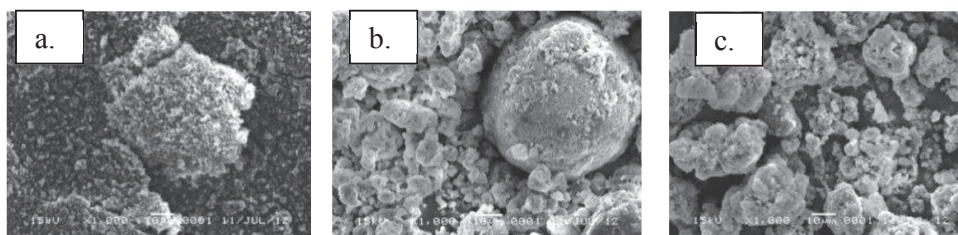


dikarakterisasi menggunakan SEM untuk melihat morfologi dari katalis, celah pita ditentukan menggunakan DRS (Diffuse Reflectance Spectroscopy), gugus fungsi pada fotokatalis ditentukan dengan FTIR, kristalinitas fotokatalis dianalisis menggunakan XRD.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-Cu}$ yang telah dibuat dikarakterisasi menggunakan SEM untuk mengetahui apakah terjadi perubahan morfologi dari fotokatalis, FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada permukaan fotokatalis, XRD untuk mengetahui kristalinitas dari fotokatalis dan Spektrofotometer UV-Vis DRS untuk mengetahui energi celah pita dari fotokatalis.

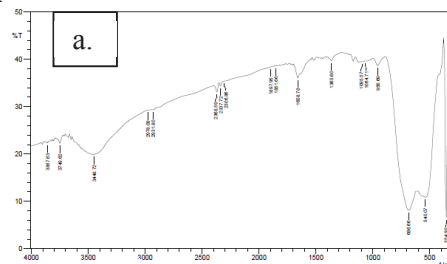
Karakterisasi SEM



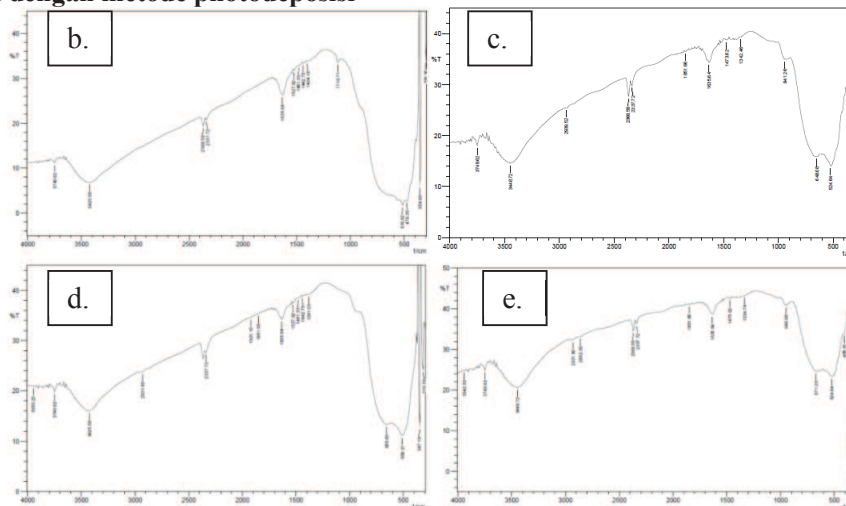
Gambar 1. Hasil SEM fotokatalis (a) TiO_2 Merch (b) $\text{TiO}_2\text{-Cu}$ photodeposisi (c) $\text{TiO}_2\text{-Cu}$ impregnasi

Morfologi dari fotokatalis TiO_2 setelah dilakukan penambahan logam akan mengalami perubahan. Metode photodeposisi dan impregnasi pada sintesis $\text{TiO}_2\text{-logam}$ tidak menghasilkan perbedaan morfologi.

Hasil Karakterisasi FTIR



$\text{TiO}_2\text{-Cu}$ dengan metode photodeposisi

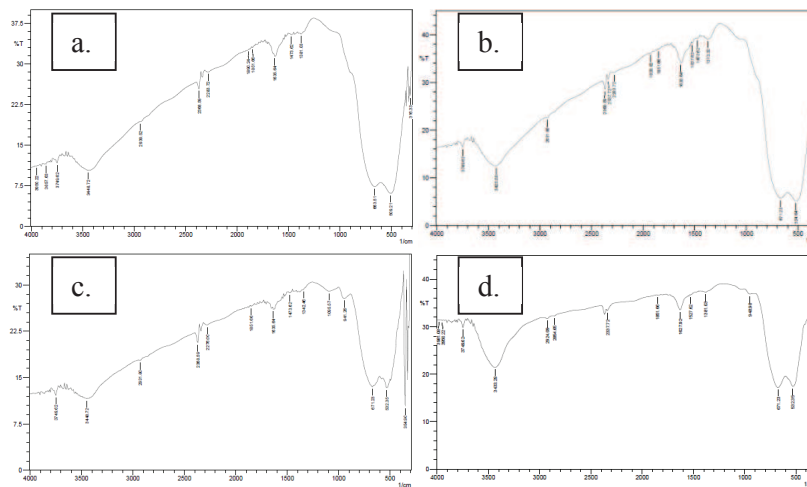


Gambar 2. Spektra FTIR (a) TiO_2 Merch $\text{TiO}_2\text{-Cu}$ dengan metode photodeposisi (b) 99:1 (c) 98:2 (d) 97:3 (e) 96:4

Dari gambar 2. terlihat bahwa pada TiO_2 Merch muncul serapan spesifik untuk anatase terlihat pada daerah 686 cm^{-1} dan 540 cm^{-1} dimana merupakan struktur Ti-O-Ti. Serapan pada $3448,72 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan stretching -OH dari Ti-OH pada permukaan TiO_2 dan molekul air, serapan pada $1658,78 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan -OH bending dari Ti-OH pada permukaan TiO_2 dan molekul air yang teradsorpsi katalis (Zhou, 2012).

Serapan spesifik TiO_2 pada daerah $600-700 \text{ cm}^{-1}$ (Songkhum, 2011) berubah dengan penambahan logam. Terdapat spesies oksigen aktif O_2^- pada pita 1118.71 cm^{-1} (Yi-De, 1999) pada perbandingan 99:1. Spesi Cu^{2+} mulai terlihat pada perbandingan 99:2 dengan pita serapan pada $940-953 \text{ cm}^{-1}$ (Silim, 2005). Serapan spesifik untuk TiO_2 terlihat akan berkurang dengan penambahan logam. Dengan penambahan logam, terjadi peningkatan serapan Ti-OH dan air teradsorpsi yang ditunjukkan oleh serapan pada 3448 cm^{-1} yang menunjukkan stretching -OH dari Ti-OH pada permukaan TiO_2 dan molekul air, serapan pada $1658,78 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan -OH bending dari Ti-OH pada permukaan TiO_2 dan molekul air yang teradsorpsi oleh katalis (Zhou, 2012). Adanya spesies oksigen aktif dan banyaknya molekul air yang teradsorpsi diharapkan aktifitas fotokatalis akan meningkat.

TiO₂-Cu dengan metode impregnasi



Gambar 3. Spektra FTIR TiO_2 -Cu dengan metode impregnasi pada Perbandingan TiO_2 :logam (a) 99:1 (b) 98:2 (c) 97:3 (d) 96:4

Serapan spesifik TiO_2 pada daerah $600-700 \text{ cm}^{-1}$ (Songkhum, 2011) berubah dengan penambahan logam. Spesi Cu^{2+} mulai terlihat pada perbandingan 97:3 dengan pita serapan spesifik pada daerah $940-953 \text{ cm}^{-1}$. Mulai perbandingan 99 : 1 muncul serapan pada $147,62 \text{ cm}^{-1}$ dimana menunjukkan serapan spesifik untuk Cu_2O , akan tetapi pada perbandingan 96:4 tidak terlihat serapan untuk Cu_2O . Dengan penambahan logam, terjadi peningkatan serapan Ti-OH dan air teradsorpsi yang ditunjukkan oleh serapan pada 3448 cm^{-1} yang menunjukkan stretching -OH dari Ti-OH pada permukaan TiO_2 dan molekul air, serapan pada $1658,78 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan -OH bending dari Ti-OH pada permukaan TiO_2 dan molekul air yang teradsorpsi oleh katalis (Zhou, 2012). Banyaknya molekul air yang teradsorpsi diharapkan aktifitas fotokatalis akan meningkat.

Karakterisasi UV-Vis DRS

Karakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis DRS digunakan untuk mengetahui energi celah pita dari fotokatalis yang dihasilkan. Dari hasil perhitungan didapatkan energi celah pita untuk masing-masing fotokatalis seperti terlihat pada Tabel 1.



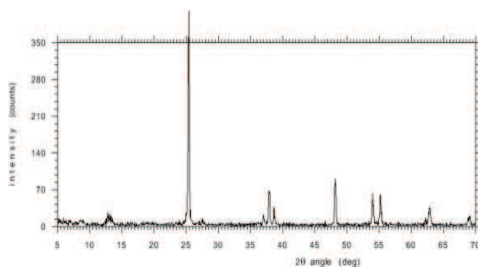
Tabel 1. Energi celah pita TiO₂ dan TiO₂-Cu

Katalis	Energi Celah Pita (eV)	
	Metode Photodeposisi	Metode Impregnasi
TiO ₂ Merch		3,43
TiO ₂ -Cu (99:1)	2,52	2,85
TiO ₂ -Cu (98:2)	2,25	2,79
TiO ₂ -Cu (97:3)	2,37	2,60
TiO ₂ -Cu (96:4)	2,35	2,49

Dari data pada tabel 1. terlihat bahwa penambahan dopan logam akan mempengaruhi energi celah pita dari fotokatalis. Secara umum penambahan dopan logam akan menurunkan energi celah pita dari fotokatalis, energi celah pita yang kecil maka dapat menggunakan sinar tampak yang banyak terdapat pada sinar matahari sebagai sumber energi untuk melakukan proses photkatalisis. Energi celah pita yang terkecil terjadi pada penambahan logam Mn.

Karakterisasi XRD

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui kristalinitas dari photokatalis yang dihasilkan.

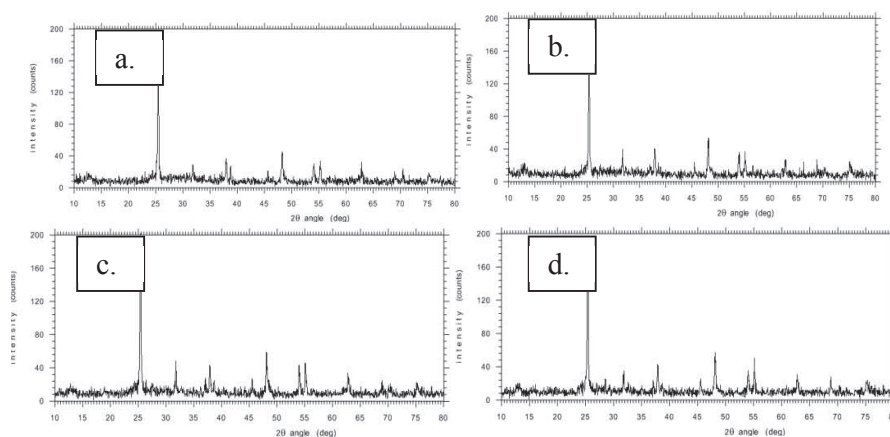


Gambar 4. Karakterisasi XRD (a). TiO₂ Merch

Dari hasil karakterisasi untuk TiO₂ Merch, nilai 2θ yang muncul pada 25,395; 48,162; 53,977; 55,182; 62,204; 62,816 dan 68,863 menunjukkan bahwa TiO₂ Merch merupakan kristal anatase.

TiO₂-Cu dengan metode photodeposisi

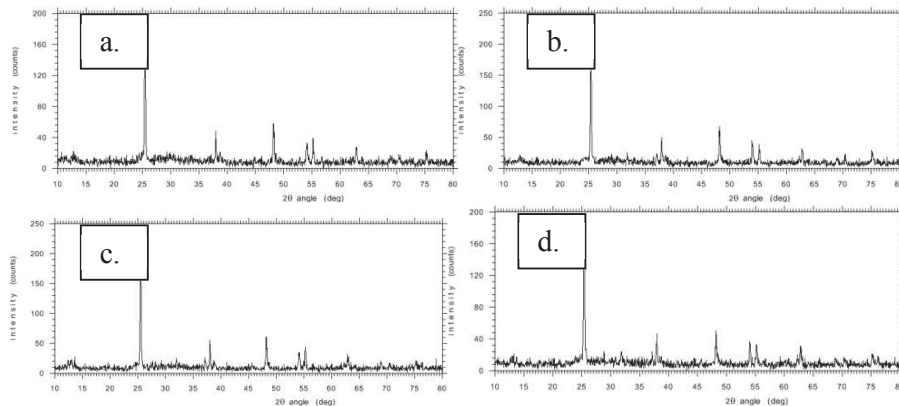
2θ pada 38,833 menunjukkan Cu sebagai CuO. 2θ pada 61,075 dan 42,920 spesifik untuk Cu₂O. Pada komposisi 98:2 mulai muncul peak spesifik untuk logam Cu yaitu pada 73,859.



Gambar 5. Karakterisasi XRD untuk TiO₂-Cu dengan metode photodeposisi dengan perbandingan TiO₂:Cu (a) 99:1 (b) 98:2 (c) 97:3 (d) 96:4



TiO₂-Cu dengan metode impregnasi



Gambar 6. Karakterisasi XRD untuk TiO₂-Cu dengan metode impregnasi dengan perbandingan TiO₂:Cu (a) 99:1 (b) 98:2 (c) 97:3 (d) 96:4

Pada TiO₂-Cu yang disintesis menggunakan metode impregnasi muncul TiO₂ anatase pada peak $2\theta = 25,432; 48,171; 55,187; 62,835$. TiO₂ brookite muncul pada $2\theta = 35,967$. TiO₂ rutile muncul pada $2\theta = 44,768; 52,815$. Logam Cu pada metode impregnasi terdeteksi sebagai CuO pada peak $2\theta 35,967$ dan $38,702$. Untuk spesi Cu₂O dan logam Cu tidak terdeteksi.

KESIMPULAN

Berdasarkan dari hasil penelitian maka dapat disimpulkan bahwa TiO₂-Cu dapat disintesis dengan metode impregnasi dan photodeposisi. Karakterisasi TiO₂-Cu menggunakan SEM terlihat adanya perubahan morfologi dari TiO₂. Karakterisasi XRD muncul nilai 2θ pada 29,607 dan 48,401 yang menunjukkan terbentuknya kristal monoclinic H₂Ti₃O₇. Penambahan logam Cu pada fotokatalis TiO₂ secara umum menurunkan energi celah pita TiO₂ dari 3,48 eV hingga paling kecil untuk TiO₂-Cu (98:2) dengan metode photodeposisi sebesar 2,25 eV sehingga dimungkinkan TiO₂-Cu dapat aktif pada sinar tampak. Dari data FTIR menunjukkan bahwa penambahan ion logam Cu menunjukkan peningkatan daya adsorpsi terhadap air sehingga dimungkinkan akan meningkatkan aktifitas fotokatalitik dari TiO₂.

DAFTAR PUSTAKA

- Chen, R, and Huating Liu, 2011, Preparation of Cr-doped TiO₂/SiO₂ Photocatalysts and their Photocatalytic Properties, *J. Chin. Chem. Soc.*, 58(6), 1-8
- Dholam, R, N. Patel, M. Adami, A. Miotello, 2009, Hydrogen Production by Photocatalytic Water-Splitting Using Cr- or Fe-doped TiO₂ Composite Thin Films Photocatalyst, *International Journal of Hydrogen Energy*, 34, 5337 – 5346
- Popa M, Emil Indrea, Petru Pascuta, Veronica Cosoveanu, Ionel Catalin Popescu and Virginia Danciu, 2010, Fe, Ce and Cu Influence on Morpho-Structural and Photocatalytic Properties of TiO₂ Aerogels, *Rev. Roum. Chim*, 55 (7), 369-375
- Shongkum, P dan J. Tantirungrotechai, 2011, *Synthesis of Nitrogen and Iron (III) Co-Doped TiO₂ for Photodegradation of Methyl Orange Dyes*, Pure and Applied Chemistry International Conference, 437-439
- Shi, J.Y, W. H. Leng*, W. C. Zhu, J. Q. Zhang, and C. N. Cao, 2006, Electrochemically Assisted Photocatalytic Oxidation of Nitrite over Cr-Doped TiO₂ under Visible Light, *Chem. Eng. Technol.*, 29, No. 1, 146-154



- Segne T.A, Siva Rao Tirukkavalluri and Subrahmanyam Challapalli, 2011, Studies on Characterization and Photocatalytic Activities of Visible Light Sensitive TiO₂ Nano Catalysts Co-doped with Magnesium and Copper, *International Research Journal of Pure & Applied Chemistry*, 1(3): 84-103
- Silim, H.A., (2005) FTIR Spectroscopy and Structure oh the Binary Glass Cu₂O-MoO₃ System, *Egypt. J. Solids*, 28, 1, 15-23
- Song S, Bao Jun, Gao Chen, and Ding Jianjun, 2011, Photocatalytic degradation of gaseous o-xylene over M-TiO₂ (M=Ag, Fe, Cu, Co) in different humidity levels under visible-light irradiation: Activity and kinetic study, *Rare Metals*, Vol. 30, 147-152
- Vu, A.T, Quoc Tuan Nguyen, Thi Hai Linh Bui, Manh Cuong Tran, Tuyet Phuong Dang, Thi Kim Hoa Tran, 2010, Synthesis and Characterization of TiO₂ Photocatalyst Doped by Transition Metal Ion (Fe³⁺, Cr³⁺ and V⁵⁺), *Adv. Nat. Sci.: Nanosci, Nanotechnol*, 1, 015009, 1-4
- Yamashita, H, M. Harada, J. Misaka, M. Takeuchi, Y. Ichihashi, F. Goto, M. Ishida, T. Sasaki and M. Anpo, 2001, Application of ion beam techniques for preparation of metal ion-implanted TiO₂ thin film photocatalyst available under visible light irradiation: metal ion-implantation and ionized cluster beam method, *J. Synchrotron Rad.* 8, 569-571
- Yi-De, Xu; Yu Lin, Guo Xie-Xian, 1999, An In Situ FTIR Study on the Interaction And Reaction of CH₄ and O₂ With The Surface of SrO-La₂O₃/CaO Catalysts, *Journal of Natural Gas Chemistry*, 8, 1, 18-34
- Zhou, Xian-Tai, Hong-Bing Ji dan Xing-Jiao Huang, 2012, Photocatalytic Degradation of Methyl Orange over Metalloporphyrins Supported on TiO₂ Degussa P25, *Molecules*, 17, 1149-1158
- Zhang, S. Feng Peng, Hongjuan Wang, Hao Yu, Shanqing Zhang, Jian Yang, Huijun Zhao, 2011, Electrodeposition preparation of Ag loaded N-doped TiO₂ nanotube arrays with enhanced visible light photocatalytic performance, *Catalysis Communications*, 12(8), 689-693