

## Synthesis and Characterization Titanium Dioxide (TiO<sub>2</sub>) Doped Vanadium(V) Using Solid State Method

Khusnan Mustofa, Nur Aini, Rachmawati Ningsih

Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang

Email: nuraini.kkfa@gmail.com

### Abstract

TiO<sub>2</sub> Anatase activities should be increased from the UV to the visible light photocatalytic activity of TiO<sub>2</sub> to increase anatas. One efforts to optimize TiO<sub>2</sub> anatas activity is doping by using dopant vanadium(V). Synthesis method which is used in this research is a solid reaction method. The steps being taken in this methods include grinding and heating at high temperatures. Dopant concentrations of vanadium(V) which are used in the research was 0.3%, 0.5% and 0.7%. and the characterization used is X-ray diffraction and UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy. The result shows that there are a changing of particle size, band gap energy, and absorption of TiO<sub>2</sub> anatas wavelength because of dopan vanadium(V) addition. While TiO<sub>2</sub>'s structure does not change. The crystal sizes of each TiO<sub>2</sub> without doping, V-TiO<sub>2</sub> 0,3%, 0,5% and 0,7% are 53.21 nm, 47.67 nm, 79.65 nm dan 68.99 nm. Band gap energy of each TiO<sub>2</sub> without doping, V-TiO<sub>2</sub> 0,3%, 0,5% dan 0,7% are 3.309 eV, 3.279 eV, 3.270 eV and 3.259 eV. While wavelength absorption of each TiO<sub>2</sub> without doping, V-TiO<sub>2</sub> 0,3%, 0,5% and 0,7% are 374.9 nm, 378.4 nm, 379.5 nm and 380.8 nm.

**Keywords:** Synthesis, titanium dioxide, vanadium(V), solid state method

### Abstrak

Aktifitas TiO<sub>2</sub> anatas perlu ditingkatkan dari daerah sinar UV ke daerah sinar tampak untuk meningkatkan aktifitas fotokatalis TiO<sub>2</sub> anatas. Salah satu upaya untuk meningkatkan aktifitas fotokatalis TiO<sub>2</sub> anatas tersebut adalah dengan doping menggunakan dopan vanadium(V). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penambahan dopan vanadium(V) terhadap struktur, ukuran kristal, energi *band gap* dan serapan panjang gelombang TiO<sub>2</sub> Anatas. Metode sintesis yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode reaksi padatan. Tahapan yang dilakukan dalam metode meliputi penggerusan dan pemanasan pada suhu tinggi. Konsentrasi dopan vanadium(V) yang digunakan dalam penelitian adalah 0,3%, 0,5% dan 0,7% dan karakterisasi yang digunakan adalah difraksi sinar-X dan UV-Vis *diffuse reflectance spectroscopy*. Hasil dari penelitian ini menunjukkan bahwa terjadi perubahan terhadap ukuran kristal, energi *band gap* dan serapan panjang gelombang TiO<sub>2</sub> anatas akibat penambahan dopan vanadium(V). Sedangkan struktur TiO<sub>2</sub> anatas tidak mengalami perubahan. Ukuran kristal masing-masing TiO<sub>2</sub> tanpa doping, V-TiO<sub>2</sub> 0,3%, 0,5% dan 0,7% adalah sebesar 53.21 nm, 47.67 nm, 79,65 nm dan 68,99 nm. Energi *band gap* masing-masing TiO<sub>2</sub> tanpa doping, V-TiO<sub>2</sub> 0,3%, 0,5% dan 0,7% adalah 3,309 eV, 3,279 eV, 3,270 eV dan 3,259 eV. Sedangkan serapan panjang gelombang masing TiO<sub>2</sub> tanpa doping, V-TiO<sub>2</sub> 0,3%, 0,5% dan 0,7% adalah 374,9 nm, 378,4 nm, 379,5 nm dan 380,8 nm.

**Kata kunci:** Sintesis, titanium dioksida, vanadium(V), metode reaksi padatan

## I. PENDAHULUAN

Kerusakan lingkungan dapat diakibatkan dari buangan limbah organik. Salah satu metode pengolahan limbah organik adalah dengan menggunakan metode fotokatalis TiO<sub>2</sub> anatas. Namun, penggunaan TiO<sub>2</sub> anatas sebagai fotokatalis kurang optimal, sebab TiO<sub>2</sub> anatas memiliki energi *band gap* sebesar 3,2 eV sehingga hanya aktif pada

daerah sinar UV (Wu dan Chen 2004). Oleh sebab itu, aktivitas fotokatalis TiO<sub>2</sub> anatas perlu ditingkatkan dari daerah sinar UV ke daerah sinar tampak.

Menurut Choi dkk (2009), cara terbaik untuk meningkatkan aktivitas fotokatalis TiO<sub>2</sub> anatas yaitu dengan doping menggunakan ion logam. Beberapa dopan (pengotor) ion logam yang berpotensi meningkatkan aktivitas

fotokatalis TiO<sub>2</sub> anatas antara lain vanadium, kromium, nikel dan platinum. Choi dkk (2009) melaporkan TiO<sub>2</sub> anatas menggunakan doping V<sup>3+</sup> sebesar 0,3% menunjukkan serapan yang paling tajam dibandingkan dengan Cr<sup>3+</sup>, Ni<sup>2+</sup> dan Pt<sup>2+</sup> yaitu pada daerah 700 nm.

Penelitian ini menggunakan ion dopan V<sup>5+</sup> dengan konsentrasi 0,3%, 0,5% dan 0,7%. Metode sintesis yang digunakan adalah metode reaksi padatan. Metode ini memiliki beberapa kelebihan diantaranya sederhana, *fleksible* (Dony dkk, 2013), tidak meninggalkan residu (Bulushev dkk, 2000), menghasilkan produk yang melimpah dan kristalinitas yang tinggi (Idayati dkk, 2008). Selain itu, metode ini memiliki kontrol kemurnian fasa yang baik.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penambahan dopan V<sup>5+</sup> terhadap perubahan struktur, ukuran kristal TiO<sub>2</sub> anatas energi *band gap* dan perubahan serapan panjang gelombang TiO<sub>2</sub> anatas.

TiO<sub>2</sub> anatas sebelum dan sesudah terdoping V<sup>5+</sup> dikarakterisasi dengan Difraksi Sinar-X (XRD) dan UV-Vis *diffuse reflectance spectroscopy* (DRS). XRD digunakan untuk mengetahui struktur kristal dan ukuran TiO<sub>2</sub> anatas sebelum dan sesudah terdoping V<sup>5+</sup>. Sedangkan UV-Vis DRS digunakan untuk mengetahui energi *band gap* dan serapan panjang gelombang TiO<sub>2</sub> anatas sebelum dan sesudah terdoping V<sup>5+</sup> terhadap cahaya.

## II. METODE PENELITIAN

### Pelaksanaan Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

### Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain seperangkat krus,

mortar agate, *furnace*, difraksi sinar x *powder* dan UV-Vis *diffuse reflectance spectroscopy*. Bahan-bahan yang digunakan adalah TiO<sub>2</sub> anatas, dan V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

## Prosedur Penelitian

### Preparasi Sampel

Disintesis TiO<sub>2</sub> terdoping vanadium(V) sebesar 0,3% sebanyak 2 gram. Dilakukan dengan cara ditimbang vanadium(V) sebanyak 0,0068 gram dan TiO<sub>2</sub> anatas (Sigma Aldrich 99% *anatase*) sebanyak 1,993 gram. Lalu dicampurkan pada mortar agate. Campuran kemudian digerus selama kurang lebih 5 jam untuk mendapatkan campuran yang homogen. Campuran homogen selanjutnya di press dalam bentuk pelet untuk meningkatkan kontak antar partikel yang lebih baik. Pelet disintering dalam *furnace* dengan suhu 500°C selama 5 jam. Kemudian, sampel digerus kembali selama 5 jam, dipelet dan dipanaskan kembali di dalam *furnace* pada suhu 500 °C selama 5 jam. Hal ini dilakukan untuk mengoptimalkan reaksi antar padatan. Langkah-langkah ini dilakukan kembali untuk sintesis TiO<sub>2</sub> anatas dengan dopan vanadium(V) sebesar 0,5% dan 0,7%.

### Karakterisasi Struktur dan ukuran kristal TiO<sub>2</sub>

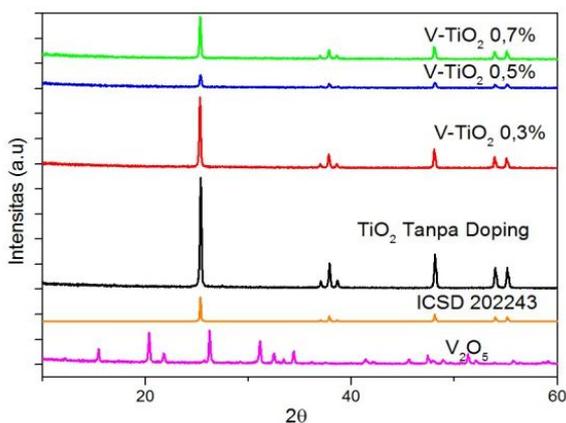
Karakterisasi struktur material TiO<sub>2</sub> anatas dan TiO<sub>2</sub> anatas yang telah didoping dengan logam vanadium(V) pada berbagai variasi konsentrasi di ukur dengan difraksi sinar-X bubuk. Analisis XRD menggunakan sumber sinar Cu-K $\alpha$  1,54 Å. Difraktogram yang diperoleh kemudian di bandingkan dengan standar ICSD 202243 menggunakan progam *winplotr*. Setelah itu, dilakukan proses *refinement* menggunakan progam *rietica* untuk mendapatkan data kristalografi dari material baru yang dihasilkan dan dari data XRD akan didapatkan ukuran partikel TiO<sub>2</sub>.

### Karakterisasi Energi Band Gap dan Absorpsi Cahaya TiO<sub>2</sub>

Penentuan energi *band gap* dan absorpsi cahaya digunakan untuk mengetahui serapan cahaya di daerah *visible* dan energi *band gap* TiO<sub>2</sub> anatas terdoping vanadium(V) pada berbagai variasi konsentrasi. Penentuan energi *band gap* dan absorpsi cahaya TiO<sub>2</sub> anatas terdoping vanadium(V) menggunakan UV-Vis *diffuse reflectance spectroscopy*.

### III. HASIL DAN PEMBAHASAN Karakterisasi dengan XRD

Karakterisasi struktur TiO<sub>2</sub> tanpa doping dilakukan dengan membandingkan difaktogram TiO<sub>2</sub> tanpa doping dengan ICSD (*Inorganics Crystal Structure Database*) 202243 TiO<sub>2</sub> anatas menggunakan bantuan program *Winplotr*. Gambar 3.1 menunjukkan Pola difraksi TiO<sub>2</sub> tanpa doping identik dengan pola difraksi ICSD 202243 dan tidak terdapat fasa rutil. Hal ini menunjukkan bahwa TiO<sub>2</sub> tanpa doping memiliki struktur yang sama dengan ICSD 202243, yaitu anatas.

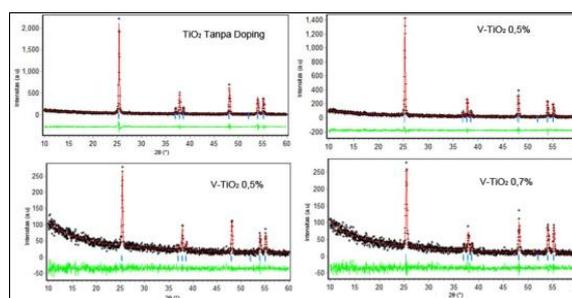


Gambar 1. Perbandingan difaktogram V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, TiO<sub>2</sub> tanpa doping dan V-TiO<sub>2</sub> (0,3%, 0,5% dan 0,7%)

Pada Gambar 1. menunjukkan penambahan vanadium(V) tidak mengakibatkan perubahan pola difraksi TiO<sub>2</sub> dan tidak ditemukan *peak* V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> serta

fasa rutil. Penambahan dopan vanadium(V) mengakibatkan intensitas difaktogram TiO<sub>2</sub> menurun dan posisi 2θ *peak* TiO<sub>2</sub> berubah. Secara umum, pergeseran posisi *peak* TiO<sub>2</sub> memiliki pola yang sama, yaitu bergeser kearah kiri. Pergeseran panjang gelombang dan kesamaan pola difraksi dengan TiO<sub>2</sub> tanpa doping serta tidak terdapatnya fasa lain mengindikasikan bahwa vanadium(V) masuk kedalam kisi kristal TiO<sub>2</sub> (Choi dkk, 2009).

Menurut Choi dkk (2010), penurunan intensitas difaktogram menunjukkan derajat kristalinitas yang lebih rendah dengan lebih banyak cacat. Kenaikan konsentrasi dopan akan membuat intensitas difraksi semakin menurun (Lestari, 2012).



Gambar 2. Difaktogram hasil *refinement* dengan program *rietica*

Pada Gambar 2. menunjukkan difaktogram hasil *refinement* dengan *rietica*. Hasil *refinement* TiO<sub>2</sub> tanpa doping, V-TiO<sub>2</sub> 0,3%, 0,5% dan 0,7% berturut-turut memiliki nilai *rp* sebesar 12,40 %, 12,27 %, 12,94 % dan 14,42% serta nilai *rw* sebesar 8,51 %, 9,12 %, 11,97 % dan 12,43%. Menurut Timuda (2010) hasil ini dapat diterima karena memiliki *Rp* dan *RWP* dibawah 20%. TiO<sub>2</sub> tanpa doping V-TiO<sub>2</sub> 0,3%, 0,5% dan 0,7% memiliki struktur tetragonal dengan *space group*: I4<sub>1</sub>/a m d z.

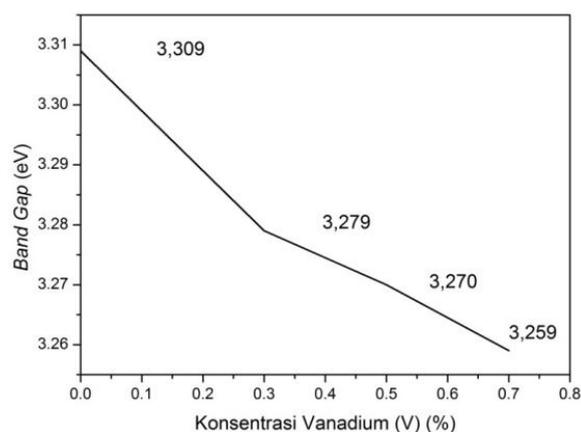
Tabel 1. Ukuran kristal TiO<sub>2</sub> dan V-TiO<sub>2</sub>

Nama	Ukuran Kristal
TiO <sub>2</sub>	53.21
V-TiO <sub>2</sub> (0,3%)	47.67
V-TiO <sub>2</sub> (0,5%)	79.65
V-TiO <sub>2</sub> (0,7%)	68.99

Tabel 1. menunjukkan ukuran kristal masing-masing sampel hasil perhitungan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer*. Penambahan dopan vanadium(V) sebesar 0,3% menjadikan ukuran TiO<sub>2</sub> lebih kecil, yaitu dari 53,21 nm menjadi 47,67. Namun, penambahan dopan vanadium sebesar 0,5% dan 0,7% membuat ukuran kristal TiO<sub>2</sub> menjadi semakin besar. Ukuran kristal dengan dopan vanadium(V) 0,5% lebih besar dibandingkan dengan dopan vanadium(V) 0,7% yaitu sebesar 79,65 nm berbanding 68,99 nm. Hal ini bersesuaian dengan data XRD dimana pada konsentrasi 0,5% dan 0,7% terjadi pelebaran pita atau *broadening peak*. Hal ini disebabkan oleh ketidakteraturan susunan atom (Sugondo dan Futchah, 2005) akibat banyaknya cacat.

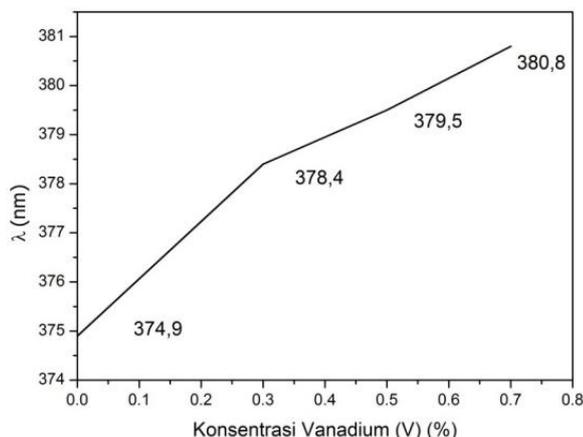
### Hasil Karakterisasi dengan UV-Vis DRS

Karakterisasi dengan UV-Vis DRS digunakan untuk mengukur besarnya energi *band gap* TiO<sub>2</sub> yang telah didoping. Energi *band gap* merupakan energi celah pita antara pita valensi dengan pita konduksi. Harga *band gap* sangat penting karena berpengaruh terhadap kinerja semikonduktor dalam mengalirkan elektron dan *hole* (Lestari dkk, 2012). Selain itu, perbedaan energi *band gap* juga akan berpengaruh terhadap energi foton atau cahaya yang dibutuhkan (Gunlazuardi 2001 dalam Marlupi 2001). Energi *band gap* kecil akan membutuhkan energi cahaya yang kecil.



Gambar 3. Hubungan konsentrasi vanadium(V) dengan energi *band gap*

Gambar 3. menunjukkan hubungan konsentrasi vanadium(V) dengan energi *Band Gap*. Penambahan dopan vanadium(V) sebesar 0,3% mengakibatkan penurunan energi *band gap* TiO<sub>2</sub> dari 3,309 eV menjadi 3,29 eV. Kemudian penambahan vanadium(V) sebesar 0,5% dan 0,7% mengakibatkan penurunan energi *band gap* menjadi 3,270 eV dan 3,259 eV. Dari hasil ini dapat disimpulkan bahwa penambahan dopan vanadium(V) sebesar 0,3%, 0,5% dan 0,7% dapat menurunkan energi *band gap* TiO<sub>2</sub>, sehingga energi *band gap* semakin kecil. Gambar 4. menunjukkan pergeseran serapan TiO<sub>2</sub> seiring dengan penambahan dopan vanadium(V). Penambahan vanadium(V) sebesar 0,3% meningkatkan serapan TiO<sub>2</sub> dari 374,9 nm menjadi 378,4 nm. Sedangkan penambahan dopan vanadium(V) sebesar 0,5% dan 0,7% mampu meningkatkan serapan TiO<sub>2</sub> menjadi 379,5 nm dan 380,8 nm. Dari hasil ini dapat disimpulkan bahwa penambahan dopan vanadium(V) sebesar 0,3%, 0,5% dan 0,7% dapat meningkatkan serapan panjang gelombang TiO<sub>2</sub>.



Gambar 4. Hubungan konsentrasi vanadium(V) dengan energi serapan panjang gelombang TiO<sub>2</sub>.

#### IV. KESIMPULAN

Penambahan dopan vanadium(V) terhadap TiO<sub>2</sub> anatas sebesar 0,3%, 0,5% dan 0,7% tidak merubah struktur TiO<sub>2</sub> anatas. Sedangkan penambahan dopan vanadium(V) mengakibatkan perubahan ukuran partikel TiO<sub>2</sub>. Secara berturut-turut besar ukuran TiO<sub>2</sub> adalah V-TiO<sub>2</sub> 0,5% > V-TiO<sub>2</sub> 0,7% > TiO<sub>2</sub> tanpa doping > V-TiO<sub>2</sub>. Penambahan dopan vanadium mengakibatkan perubahan energi *band gap* TiO<sub>2</sub> anatas dan serapan panjang gelombang TiO<sub>2</sub> anatas. Semakin besar penambahan dopan vanadium(V) mengakibatkan energi *band gap* semakin kecil, sedangkan serapan panjang gelombang TiO<sub>2</sub> anatas semakin besar.

#### V. DAFTAR PUSTAKA

Bulushev, D. A., Liubov, K.M., Vladimir I.Z., dan Albert, R. 2000. Formation of Sugondo dan Futichah. 2005. Karakterisasi Ukuran Kristalit, Regangan Mikro dan Kekuatan Luluh Zr1%Sn1%Nb1%Fe dengan Difraksi Sinar-X. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. Vol. 6. No. 2. Hal. 18-23.

Timuda, G.E. 2010. Pengaruh Ketebalan terhadap Sifat Optik Lapisan

Active Sites for Selective Toluene Oxidation during catalyst Synthesis via Solid-State Reaction of V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> with TiO<sub>2</sub>. *Journal of Catalysis* 193, 145–153 (2000).

Choi, J., Hyunwoong, P., dan Michael, R.H. 2009. Combinatorial Doping of TiO<sub>2</sub> with Platinum (Pt), Chromium (Cr), Vanadium(V) and Nickel (Ni) to Achieve Enhanced Photocatalytic Activity with Visible Light Irradiation. *J. Mater.* Vol. 25., No. 1.

Choi, J., Hyunwoong, P., dan Michael, R.H. 2010. Effects of Single Metal-Ion Doping on the Visible-Light Photoreactivity of TiO<sub>2</sub>. *J. Phys. Chem.* 114, 783–792.

Dony, N., Hermansyah, A., dan Syukri. 2013. Studi Fotodegradasi Biru Metilen Dibawah Sinar Matahari Oleh ZnO-SnO<sub>2</sub> yang Dibuat Dengan Metode Solid Reaction. *Media Sains*, Vol. 5, No. 1. ISSN 2085-3548.

Idayati, E. dan Hamzah. F 2008. *Perbandingan Hasil Sintesis Oksida Perovskit La<sub>1-x</sub>Sr<sub>x</sub>CoO<sub>3-δ</sub> Dari Tiga Variasi Metode (Sol-Gel, Solid-State, Kopresipitasi)*. Surabaya: Jurusan Kimia FMIPA ITS.

Lestari, D., Wisnu, S., Eko, B.S. 2012. Preparasi Nanokomposit ZnO/TiO<sub>2</sub> Dengan Sonokimia serta Uji Aktivitasnya untuk Fotodegradasi Fenol. *Indo. J. Chem. Sci.* 1 (1).

Marlupi, I. 2003. Desinfeksi Escherichia coli Melalui Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>) Bubuk Fase Rutil. *Skripsi*. Jurusan Fisika FMIPA ITB.

Semikonduktor CuO<sub>2</sub> yang Dideposisikan dengan Metode Chemical Bath Deposition (CBD). *Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi TELAAH*. Vol. 28. Hal. 1-5.

Wu. J.C.S dan Chih-Hsien, C. 2004. A Visible Light Response Vanadium-Doped Titania nanocatalyst by Sol-Gel

Method. *Journal of Photochemistry  
and Photobiology A: Chemistry* 163  
(509–515).