

**PEMBUATAN NANOPARTIKEL MAGNETIK $\text{TiO}_2\text{-(Mn/Ni)Fe}_2\text{O}_4$
DENGAN METODA SOL-GEL DAN UJI AKTIFITAS
FOTOKATALITIKNYA**

Skripsi Sarjana Kimia

Oleh

WIDYA ADHE WINITA

06 132 045



JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS ANDALAS

PADANG

2011

**PEMBUATAN NANOPARTIKEL MAGNETIK $\text{TiO}_2\text{-(Mn/Ni)Fe}_2\text{O}_4$
DENGAN METODA SOL-GEL DAN UJI AKTIFITAS
FOTOKATALITIKNYA**

WIDYA ADHE WINITA (06132045)

Dibimbing oleh: RAHMAYENI, M.S and Prof. ADMIN ALIF

Pembuatan nanopartikel magnetik $\text{TiO}_2\text{-(Mn/Ni)Fe}_2\text{O}_4$ telah dilakukan dengan menggunakan metoda sol-gel. Nanopartikel magnetik $\text{TiO}_2\text{-(Mn/Ni)Fe}_2\text{O}_4$ dibuat dengan menggunakan prekursor ($\text{Mn(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Ni(NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), $\text{Fe(NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dan Titanium (IV) isopopoksida. Hasil XRD menunjukkan adanya puncak ($\text{Mn}_3\text{O}_4\text{-Fe}_2\text{O}_3$), NiFe_2O_4 dan TiO_2 anatase pada pola difraksi nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-(Mn/Ni)Fe}_2\text{O}_4$. Analisis sifat magnet menunjukkan nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-(Mn/Ni)Fe}_2\text{O}_4$ memiliki sifat superparamagnetik dengan sifat magnet dari $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$ lebih baik daripada sifat magnet dari $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$. Hasil SEM menunjukkan morfologi permukaan nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-(Mn/Ni)Fe}_2\text{O}_4$ yang cukup homogen dan tidak ditemukannya oksida logam yang menumpuk. Analisa EDX menunjukkan bahwa nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-(Mn/Ni)Fe}_2\text{O}_4$ mengandung atom O, C, Ti, Fe, Mn, dan Ni. Hasil uji aktifitas fotokatalitik menunjukkan nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-(Mn/Ni)Fe}_2\text{O}_4$ cukup aktif di bawah sinar tampak.

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Polusi lingkungan dalam skala global sudah menjadi permasalahan besar di abad 21. Dengan semakin pesatnya perkembangan industri dan semakin ketatnya peraturan mengenai limbah industri serta tuntutan untuk mewujudkan pembangunan yang berwawasan lingkungan, maka teknologi pengolahan limbah yang efektif dan efisien menjadi sangat penting. Para ilmuwan kimia dan para ilmuwan lainnya mulai gencar mencari sistem fotokatalik yang dapat mengatasi permasalahan tersebut. Teknologi fotokatalisis merupakan kombinasi dari proses fotokimia dan katalis yang terintegrasi untuk dapat melangsungkan suatu reaksi transformasi kimia. Reaksi transformasi tersebut berlangsung pada permukaan bahan katalis semikonduktor yang terinduksi oleh sinar. Beberapa jenis semikonduktor yang dapat dipakai untuk proses fotokatalisis dari kelompok oksida misalnya: TiO_2 , Fe_2O_3 , ZnO , WO_3 , atau SnO_2 , sedangkan dari kelompok sulfida adalah CdS , ZnS , CuS , FeS , dan lain-lain. Diantara sekian banyak jenis semikonduktor, hingga saat ini serbuk TiO_2 (terutama dalam bentuk kristal anatase) memiliki aktivitas fotokatalitik yang tinggi, stabil dan tidak beracun. Secara komersial serbuk TiO_2 juga mudah didapat dan diproduksi dalam jumlah besar. Sistem fotokatalitiknya sangat dicari karena sifatnya seperti efek antimikroba, sifat antikotor, kemampuannya untuk membersihkan sendiri, dan lain-lain ⁽¹⁾. Sifat-sifat tersebut sangat efektif untuk mengatasi permasalahan lingkungan saat ini seperti limbah berbahaya, air yang terkontaminasi dan kontaminan dari udara yang beracun.

Fotokatalis TiO_2 merupakan fotokatalis yang aktif di bawah sinar UV. Hal ini disebabkan karena TiO_2 memiliki bandgap 3,2 eV untuk anatase dan 3,0 eV untuk rutil. Selain itu TiO_2 juga memiliki kelemahan yaitu efisiensi fotokatalitiknya yang rendah dan hanya memanfaatkan 3-5% dari sinar matahari. Padahal kedua kunci di atas merupakan hal-hal yang diperlukan fotokatalis yang aktif ⁽²⁾. Walaupun demikian ada juga hal yang menarik dari TiO_2 yaitu dapat diperluas penyerapan panjang gelombangnya pada daerah sinar tampak. Ini terjadi ketika TiO_2 didoping oleh oleh suatu material.

Dalam beberapa tahun ini, titania yang dicoating oleh partikel magnetik sudah cukup banyak ditemukan. Yang paling populer adalah γ - Fe_2O_3 , MeFe_2O_4 (Me = Co, Mn, Ni, Zn dan lainnya) dan Fe_3O_4 ^(3,4,5). Zhang juga mengembangkan suatu fotokatalis magnetik TiO_2 - ZnFe_2O_4 dengan metoda sol-gel pada berbagai perbedaan ratio, dimana menghasilkan sifat magnetik dan aktifitas fotokatalitik yang bagus di bawah sinar tampak ⁽⁶⁾. Dengan adanya tambahan sifat magnetik dalam fotokatalis diharapkan material fotokatalis tersebut dapat dipisahkan dan didaur ulang untuk penggunaan selanjutnya. Ini bisa terjadi karena sifat magnetik fotokatalis akan membantu proses pemisahan dengan menggunakan magnet. Namun hal ini tergantung pada jenis material magnetik yang digunakan dan kestabilannya.

Banyak metode yang telah digunakan untuk mensintesis TiO_2 - MFe_2O_4 , di antaranya dari fasa gas, pengendapan, hidrotermal, mikroelusi, sol-gel, sonochemistry, hidrolisis dan high energy ball milling ⁽⁷⁾. Untuk memodifikasi TiO_2 menjadi fotokatalis sinar tampak dapat menggunakan metoda implantasi ion, beberapa teknik sintesis ⁽⁸⁾, dan doping substitusi nonlogam seperti N ($\text{TiO}_{2-x}\text{N}_x$). Seperti yang dilakukan Kometani, dkk, dengan mendoping N ke dalam TiO_2 dengan menggunakan metoda hidrotermal yang menghasilkan aktifitas fotokatalitik yang bagus di bawah penyinaran sinar tampak ⁽⁹⁾. Mendoping anion seperti C, N, S, F, dan lainnya atau kationnya seperti Cr, V, Mn, dan lainnya ke dalam fotokatalis TiO_2 dapat merubah tingkat energinya dan memperpendek celah pita yang mana nantinya akan meningkatkan penyerapan pada daerah sinar tampak atau merubah struktur kristalinnya ⁽¹⁾.

Pada penelitian kali ini nanopartikel TiO_2 - MFe_2O_4 disintesis dengan metoda sol-gel karena dari beberapa penelitian sebelumnya metoda sol-gel dikenal sebagai metoda yang sederhana dan hasilnya kebanyakan sukses dalam pembuatan fotokatalis TiO_2 ini. Logam yang digunakan dalam pendopongan TiO_2 - MFe_2O_4 adalah logam Mn dan Ni. Hal ini didasarkan pada sifat magnetik yang dimiliki oleh logam Mn dan Ni. Dengan adanya sifat magnetik yang terkandung pada fotokatalis TiO_2 -(Mn/Ni) Fe_2O_4 diharapkan fotokatalis ini dapat didaur ulang atau digunakan kembali, caranya dengan memisahkan fotokatalis

tersebut dari limbah yang telah dibersihkan dengan bantuan magnet. Dengan demikian fotokatalis tadi dapat digunakan kembali.

Nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-(Mn/Ni)Fe}_2\text{O}_4$ yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi dengan beberapa peralatan seperti foto optik, XRD, SEM-EDX, dan VSM yang tujuannya untuk mempelajari struktur dan sifat dari nanopartikel tersebut. Pada tahap kedua akan dilakukan uji aktivitas fotokatalitik nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-(Mn/Ni)Fe}_2\text{O}_4$ terhadap fotodegradasi senyawa rodhamin B pada daerah sinar tampak. Logam yang dipilih di sini adalah (Mn/Ni) karena memiliki sifat magnetik yang bagus sehingga diharapkan penggabungannya dengan TiO_2 dihasilkan suatu fotokatalis magnetik yang bagus.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah dikemukakan di atas, maka dapat dirumuskan suatu permasalahan yang akan diangkat dalam penelitian ini, yaitu:

1. Bagaimana cara membuat nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-(Mn/Ni)Fe}_2\text{O}_4$ dengan menggunakan metoda sol-gel dan membandingkan hasil yang diperoleh dari kedua metoda tersebut?
2. Bagaimana efek fotokatalitik dari nanopartikel TiO_2 setelah didoping dengan logam (Mn/Ni) dan Fe?
3. Bagaimana pengaruh sifat magnetik terhadap efek fotokatalitik dari nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-(Mn/Ni)Fe}_2\text{O}_4$?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan yang ingin dicapai dari penelitian ini adalah :

1. Membuat nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-(Mn/Ni)Fe}_2\text{O}_4$ dengan menggunakan metoda sol-gel dan mengkarakterisasinya.
2. Mengamati pengaruh oksida logam terhadap aktifitas fotokatalitik TiO_2 di bawah sinar tampak.
3. Nanopartikel dapat didaur ulang kembali dengan memanfaatkan sifat magnetic yang dimilikinya

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diambil beberapa kesimpulan :

1. Nanopartikel magnetik $\text{TiO}_2\text{-(Mn/Ni)Fe}_2\text{O}_4$ telah berhasil dibuat dengan menggunakan metoda sol-gel.
2. Dari hasil XRD diperoleh informasi bahwa ukuran rata-rata kristal dari nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$ dan $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$ adalah 10,6 nm dan 8,45 nm.
3. Dari analisa foto optik dan SEM, didapatkan permukaan nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-(Mn/Ni)Fe}_2\text{O}_4$ cukup homogen dan halus. Kemudian pada analisa EDX didapatkan nanokomposit $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$ mengandung O, Ti, Mn, Fe, dan C dan nanokomposit $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$ mengandung O, Ti, Ni, Fe, dan C.
4. Nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$ dan $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$ memiliki sifat superparamagnetik dimana sifat magnet dari $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$ lebih baik, dilihat dari kejenuhan magnetnya yaitu 0,329 emu/g dibandingkan $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$ yang kejenuhan magnetnya yaitu 0,011 emu/g. Dengan adanya kandungan sifat magnet tersebut, nanopartikel dapat didaur ulang dalam pemakaiannya sebagai fotokatalis.
5. Nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-(Mn/Ni)Fe}_2\text{O}_4$ memiliki aktifitas fotokatalitik yang cukup baik di daerah sinar tampak (sinar matahari) dimana aktifitas fotokatalitik dari $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$ lebih baik dibandingkan aktifitas fotokatalitik dari $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$.
6. Sifat magnet berpengaruh pada aktifitas fotokatalitik nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-(Mn/Ni)Fe}_2\text{O}_4$ dimana semakin besar sifat magnet maka aktifitas fotokatalitik menjadi semakin kecil, begitu sebaliknya.

DAFTAR PUSTAKA

1. N. Hirotoka, K. Koichi and T. Masashi. 2009. "Preparation and Photocatalytic Property of Phosphorus doped TiO₂ Particle". *Journal of Oleo Science*, 58 (7), pp. 389-394.
2. M. Anpo. 2000. "Applications of Titanium Oxide Photocatalysts and Unique second-generation TiO₂ Photocatalysts Able to Operate Under Visible Light Irradiation for The Reduction of Environmental Toxins on a Global Scale". *Studies in Surface Science and Catalysis*, vol. 130 A, pp. 157-166.
3. W. Chengyu, S. Huamei, T. Ying, Y. Tongsuo, dan Z. Guowub. 2003. "Properties and morphology of CdS compounded TiO₂ visible-light photocatalytic nanofilms coated on glass surface". *Separation and Purification Technology*, vol. 32, no. 1-3, pp.357-362.
4. U. Schubert, N. Husing. 2000. "Synthesis of Inorganic Material". Wiley-VHC, Germany.
5. N. Kometani, A. Fujita, Y. Yonezawa. 2008. "Synthesis of N-Doped TiO₂ by Hydrothermal Treatment". *Mater. Scie.*, 43, 2492-2498.
6. S. Rana, R. S. Srivastava, M. M. Soresson, dan R. D. K. Misra. 2005. "Synthesis and Characterization of Nanoparticles with Magnetic Core and Photocatalytic Shell:anatase TiO₂-NiFe₂O₄ System". *Materials Science & Engineering*, 2005, B119, 144.
7. B. Zhang, J. Zhang, dan F. Chen. 2008. "Preparation and Characterization of Magnetic TiO₂/ZnFe₂O₄ Photocatalysts by sol-gel Method". *Res. Chem. Intermed*, 375-380.
8. Kelsall, R.W, I.W. Hamley, and M. Geoghegan. 2005. "Nanoscale science and Technology". John Wiley & Sons, Ltd : Germany.
9. M. Hernandez. H. A. Chavez. M. Z. Saiscedo. "Copper Oxide Composite Glasses Obtained By The Sol-Gel Technique". Depatemen de Investigacion en Fisica. Universidad de Sonora: Mexico.
10. O'shea, K.E., C.Cardona. "Titanum Dioxidecatalyzed Photoelectrochemistry Of Phenols In Aqueous Solution, Influence Of Substituent And Solution pH". Florida International University: Miami, FL 33199.
11. R. Balkis dan H. Setiawan. 2009. "Sintesa Partikel Silika Berpori Dengan Metode Dual Templating System Dan Water Glass". *J. Nanosains, Nanotek* ISSN 1979-0880.