

4-25-2010

## EFEK DOPING Ni (II) PADA AKTIFITAS FOTOKATALITIK DARI TiO<sub>2</sub> UNTUK INHIBISI BAKTERI PATOGENIK

Yetria Rilda

*Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Andalas, Padang 25163, Indonesia, yetriarilda@yahoo.com*

Abdi Dharma

*Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Andalas, Padang 25163, Indonesia*

Syukri Arief

*Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Andalas, Padang 25163, Indonesia*

Baharuddin Shaleh

*Pusat Pengkajian Sain Kaji Hayat, Universiti Sains Malaysia, Penang 11800, Malaysia*

Follow this and additional works at: <https://scholarhub.ui.ac.id/science>

---

### Recommended Citation

Rilda, Yetria; Dharma, Abdi; Arief, Syukri; and Shaleh, Baharuddin (2010) "EFEK DOPING Ni (II) PADA AKTIFITAS FOTOKATALITIK DARI TiO<sub>2</sub> UNTUK INHIBISI BAKTERI PATOGENIK," *Makara Journal of Science*: Vol. 14: Iss. 1, Article 32.

Available at: <https://scholarhub.ui.ac.id/science/vol14/iss1/32>

This Article is brought to you for free and open access by the Universitas Indonesia at UI Scholars Hub. It has been accepted for inclusion in Makara Journal of Science by an authorized editor of UI Scholars Hub.

## EFEK DOPING Ni (II) PADA AKTIFITAS FOTOKATALITIK DARI TiO<sub>2</sub> UNTUK INHIBISI BAKTERI PATOGENIK

Yetria Rilda<sup>1\*)</sup>, Abdi Dharma<sup>1</sup>, Syukri Arief<sup>1</sup>, Admin Alief<sup>1</sup>, dan Baharuddin Shaleh<sup>2</sup>

1. Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Andalas, Padang 25163, Indonesia  
2. Pusat Pengkajian Sain Kaji Hayat, Universiti Sains Malaysia, Penang 11800, Malaysia

\*)E-mail: yetriarilda@yahoo.com

---

### Abstrak

Nanopartikel titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) telah menjadi pusat perhatian dalam dekade ini dan telah diaplikasi sebagai material alternatif untuk proses fotokatalis sterilisasi. Penelitian ini difokuskan pada peningkatan performa titania seperti struktur, ukuran partikel dan luas permukaan melalui doping ion *dopant* Ni<sup>2+</sup> pada permukaan TiO<sub>2</sub> dengan teknik sol-gel. Produk TiO<sub>2</sub>-Ni digunakan untuk mendesain dari fotobioreaktor proses sterilisasi bakteri patogenik, seperti *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, dan *Bacillus subtilis*. Produk TiO<sub>2</sub>-Ni dikarakterisasi dengan menggunakan peralatan *Thermogravimetric-Differential Thermal Analysis* (TG-DTA), *X-ray Diffraction* (XRD), *Transmission Electron Microscopy* (TEM), *Scanning Electron Microscopes-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDX) dan *Brunauer-Emmet-Teller* (BET). Titanium dioksida dengan struktur anatase mempunyai ukuran partikel 12,1 nm dan luas permukaan 49,6 m<sup>2</sup>/g dapat memberikan laju sterilisasi lebih tinggi dalam menghambat sel bakteri. Reaksi fotokatalis dikondisikan dengan bervariasi konsentrasi TiO<sub>2</sub>-Ni dan lama penyinaran ultra violet (UV). Anti bakteri dari TiO<sub>2</sub>-Ni pada semua suspensi sel bakteri setelah disinari UV pada λ<sub>m</sub>: 365 nm menunjukkan efek sinergistik yang baik dengan laju sterilisasi lebih tinggi. Efek mekanis sonikator dapat menunjukkan peningkatan laju inhibisi ~4% pada penyinaran 120 menit. Optimasi laju inhibisi dari masing-masing spesies bakteri memberikan efisiensi inhibisi berbeda pada konsentrasi TiO<sub>2</sub>-Ni 1,5-2,0 g/L. *Powder* TiO<sub>2</sub>-Ni dapat menghambat pertumbuhan *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* ≥ 95% untuk waktu 120 menit penyinaran, sedangkan bakteri *Bacillus subtilis* lebih resisten dengan laju inhibisi 88,1%.

### Abstract

**Influence of Co-Doping of Ni (II) on Photocatalytic Activity of TiO<sub>2</sub> for Pathogenic Bacteria Inhibition.** Nanoparticle titanium dioxide (TiO<sub>2</sub>) has most attention in the past decade, since it can be applied as alternative material on sterilization photocatalyst process. This research focused on increasing performance of titania such as structure, particles size and surface area through Ni ion doped on TiO<sub>2</sub> surface by sol-gel technique. Product were used to design of a photobioreactor for sterilization process from pathogenic bacteria such as *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* and *Bacillus subtilis*. Product were characterized using *Thermogravimetric-Differential Thermal Analysis* (TG-DTA), *X-ray Diffraction* (XRD), *Transmission Electron Microscopy* (TEM), *Scanning Electron Microscopes-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDX) dan *Brunauer-Emmet-Teller* (BET). Titanium dioxide with anatase structure have 12.1 nm in particles size and surface area 49.6 m<sup>2</sup>/g that have higher inhibition rate to bacteria cell. Photobiocatalytic reaction was carried out in various TiO<sub>2</sub>-Ni concentration and UV irradiation times. The anti bacteria from TiO<sub>2</sub>-Ni to all bacteria cell suspension after UV irradiated at λ<sub>m</sub>: 365 nm has good synergistic effect. Effect of mechanical treatment by sonicator showed the increasing inhibition rate around 4% for 120 minute irradiation. Inhibition rate optimization for each bacteria gave different efficiency inhibition to TiO<sub>2</sub>-Ni concentration 1.5-2.0 g/L. TiO<sub>2</sub>-Ni powder inhibited growth of *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* around ≥ 95% for 120 minute irradiation, while *Bacillus subtilis* resistance with inhibition percentage rate only 88.1%.

*Keywords: activity, inhibition, pathogenic, photocatalytic, TiO<sub>2</sub>*

---

### 1. Pendahuluan

Titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) atau titania merupakan material nanopartikel yang sudah luas diaplikasi sebagai

material alternatif dalam berbagai aspek. Pada dekade terakhir ini, titania telah digunakan sebagai suatu material anti bakteri alternatif untuk tujuan proses sterilisasi. Lingkungan air dan udara yang tercemar dari berbagai

aspek kontaminan lainnya sering kali mengandung mikroorganisme virus dan berbagai jenis senyawa organik [1,2].

Karakter fisik dan kimia dari  $\text{TiO}_2$  dapat dikontrol dari ukuran partikel, morfologi dan fase kristal. Material ini diketahui terdiri dari tiga bentuk struktur kristal, yaitu anatase, rutil, dan brokrite.  $\text{TiO}_2$  anatase secara komersial telah digunakan untuk proses fotokatalis karena mempunyai aktifitas fotokatalis yang tinggi.  $\text{TiO}_2$  anatase menyerap UV-dekat (Eg : 3,2 eV) dimana energi tersebut sangat tepat digunakan untuk proses fotogenerasi [3].

Fotokatalis titania merupakan zat pengoksidasi yang sangat kuat bila disinari dengan cahaya UV dengan panjang gelombang  $\lambda$  (365-385) nm. Fotokatalis  $\text{TiO}_2$  yang disinari dengan UV akan mengalami generasi elektron pada pita konduksi dan membentuk hole ( $h^+$ ) pada pita valensi. Interaksi hole dengan molekul air akan menghasilkan radikal hidroksil ( $\text{OH}^*$ ). Radikal ( $\text{OH}^*$ ) merupakan zat pengoksidasi dari senyawa organik [4].

Aktifitas fotokatalis dapat ditingkatkan melalui proses doping ion *dopant*. Aktifitas fotokatalis dari titania berkaitan dengan struktur dan ukuran nanopartikel dari titania. Penambahan doping ion *dopant* akan mempengaruhi karakter dari  $\text{TiO}_2$ -Ni, dimana akan mempengaruhi efektifitas sistim fotokatalisnya. Modifikasi struktur dan ukuran dapat dilakukan dengan doping ion logam transisi, halida, dan lantanida. Doping dengan penambahan ion *dopant* transisi dapat merangsang dalam pembentukan radikal hidroksil ( $\text{OH}^*$ ) [5,6].

Penggunaan titania sebagai bahan desinfektan alternatif untuk mengatasi pencemaran lingkungan air dan udara akibat terkontaminasi oleh mikroorganisme, mulai dikembangkan oleh Matsunaga pada tahun 1985. Dari hasil penelitiannya dilaporkan bahwa sel mikroba *Lactobacillus acidophilus*, *Sacharomyces cerevisiae* dan *Escherichia coli* di dalam air dapat didesinfeksi jika berkontak dengan katalis  $\text{TiO}_2$ -Pt dengan adanya sinar UV dekat [7]. Setelah penemuan itu maka penggunaan material titania telah dapat mengurangi pemakaian bahan desinfektan konvensional kimia seperti, alkohol, detergen, klorin. Desinfektan ini tidak efektif untuk beberapa bakteri patogen endospora dan tidak bersahabat dengan lingkungan karena dapat memberikan efek karsinogenik [8-10]. Metoda sterilisasi lainnya adalah sterilisasi dengan penyinaran lampu UV  $\lambda$  : 254 nm, maka dapat memberikan laju sterilisasi cukup tinggi pada temperatur kamar. Perkembangan penelitian pada dekade terakhir ini ternyata ditemukan titania nanopartikel berstruktur anatase jika dikombinasi dengan sinar UV  $\lambda$  (365-385) nm dapat memberikan efek sterilisasi yang sangat sinergistik sehingga dapat digunakan sebagai metoda alternatif untuk proses sterilisasi [11,12]. Perkembangan senyawa baru dari sistim fotokatalis dapat memberikan solusi  $\pm$  99% untuk

membersihkan dari kontaminan mikrobial dan organik [13].

Sel mikroba mempunyai struktur yang terdiri dari membran luar, dinding sel dan inti sel. Membran luar terdiri dari lipoprotein, lipid dan karbohidrat. Dinding sel tersusun dari senyawa organik kompleks yang disebut dengan peptidoglikan (murein). Sedangkan membran sel disusun oleh dominan senyawa fosfolipid dan lipoprotein. Spesies radikal reaktif (ROS) yang terdiri dari ( $\text{OH}^*$  dan  $\text{O}_2^*$ ) dihasilkan dari proses fotogenerasi pada permukaan titania merupakan zat oksidatif yang kuat untuk mendegradasi senyawa organik dari dinding dan membran sel bakteri [14].

Berdasarkan uraian di atas maka akan dilakukan penelitian untuk sintesis dan karakterisasi dari *powder* ( $\text{TiO}_2$ -Ni) dengan memodifikasi struktur, ukuran dan luas permukaan melalui doping ion *dopant*  $\text{Ni}^{+2}$ . Peranan doping ion *dopant*  $\text{Ni}^{+2}$  pada permukaan  $\text{TiO}_2$  sangat dipengaruhi oleh perbandingan konsentrasi ion *dopant* terhadap matrik titanium isopropoksida (TIP) dan pengaturan suhu kalsinasi. Penggunaan titania sebagai senyawa desinfektan alternatif atas pertimbangan, titania bersifat stabil, non toksik dan dapat meminimalkan efek karsinogenik. Pengujian fotokatalis dari titania dipilih sebagai model bakteri *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* dan *Bacillus subtilis*. Proses sterilisasi ditargetkan dapat menghambat pertumbuhan sel bakteri patogen dengan sasaran akhir dapat mensterilisasi dengan sempurna. Optimasi proses inhibisi dilakukan pengaturan waktu penyinaran UV, konsentrasi  $\text{TiO}_2$  dan intensitas cahaya [15,16].

## 2. Metode Penelitian

**Sintesis dan Karakterisasi Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ -Ni).** Modifikasi struktur dan ukuran dari *powder* titania ( $\text{TiO}_2$ -Ni) dapat dilakukan melalui proses doping ion *dopant*  $\text{Ni}^{+2}$  pada permukaan  $\text{TiO}_2$  secara teknik sol-gel. Sebagai bahan dasar digunakan senyawa TIP yang dicampurkan kedalam pelarut isopropanol dengan adanya aliran gas nitrogen. Dietanol Amin (DEA) digunakan sebagai zat aditif dengan perbandingan DEA : TIP adalah 2 : 1. Setelah campuran sol dihomogenkan selama  $\pm$  15 menit, dilanjutkan dengan penambahan garam Ni-asetat dengan perbandingan (0, 2, 4, 6, 8, 10)% mol terhadap TIP. Kemudian sol di homogenkan sampai  $\pm$  2 jam pada suhu kamar. Sol homogen diovenkan pada suhu (100-110) °C selama  $\pm$  5 jam untuk pembentukan gel. Untuk memperoleh *powder*  $\text{TiO}_2$ -Ni, maka gel kering dikalsinasi pada variasi suhu (400, 500, 600) °C didalam tungku dengan aliran gas nitrogen bertekanan 100 psi selama  $\pm$  2 jam.

Karakterisasi  $\text{TiO}_2$ -Ni dilakukan dengan TGA (Thermogravimetric Analyzer, Shimadzu DTG-50), alat ini dapat digunakan untuk mengamati transisi fase

kristal dan laju dekomposisi berat sampel sebagai fungsi temperatur. XRD (X'Port PAN Analytical, Rigaku RINT-2400), monokromator Cu K $\alpha$  radiasi ( $\lambda$  : 1,54056 Å) dapat digunakan untuk mengamati struktur kristal dan ukuran partikel. SEM (Jeol JSM 6360 LA) digunakan untuk mempelajari morfologi permukaan dan analisis EDS (Jeol JSM 6360 LA) dapat digunakan untuk menentukan komposisi kimia dari hasil modifikasi Ni doped TiO<sub>2</sub>. Analisis TEM (Philips CM 12 Analysis Docuversion 3.2 image) untuk mengamati distribusi ukuran partikel dan bentuk partikel dalam 3 dimensi. Sedangkan luas permukaan dari TiO<sub>2</sub>-Ni dapat ditentukan dengan pengukuran BET (Quantachrome, Serial 1089111903; AS-68)

**Penyiapan Suspensi Sel Bakteri.** Kultur bakteri *E. coli*, *S. Aureus* dan *B. subtilis* berasal dari koleksi strain Laboratorium Mikrobiologi Pusat Pengajian Sain Kaji Hayat USM Penang Malaysia. Kulturisasi sel disiapkan secara aerobik dan aseptis didalam media cair Nutrien Broth (NB) selama  $\pm$  18 jam, 37 °C, 200 rpm. Sel dipanen dan disentrifus 8000 rpm, selama 15 menit. Endapan sel dicuci dengan akuades steril sebanyak dua kali pengulangan dan disentrifus kembali 8000 rpm, selama 15 menit. Kemudian, endapan sel disuspensikan kedalam buffer fosfat (pH 7,0) dengan perbandingan 1 : 10. Penyiapan suspensi sel bakteri dilakukan dengan pengenceran sampai konsentrasi sel bakteri 10<sup>3</sup>-10<sup>6</sup> sel/mL.

**Metoda Analisis TiO<sub>2</sub>-Ni Sebagai Antibakteri.** Pengujian daya inhibisi TiO<sub>2</sub>-Ni pada ketiga spesies bakteri yaitu, *E. coli*, *S. Aureus* dan *B. subtilis* dapat dilakukan dengan metoda difusi berdasarkan pengukuran zona inhibisi. Bakteri yang menghasilkan zona inhibisi lebar menunjukkan paling sensitif terhadap anti mikroba TiO<sub>2</sub>-Ni. Kemudian pengujian dilanjutkan untuk menentukan persentase inhibisi dari TiO<sub>2</sub>-Ni terhadap bakteri dengan metoda dilusi didalam media reaksi fotobiokatalis. Media reaksi fotokatalis disiapkan secara aseptis dan duplo. Kedalam beker gelas, ditransferkan 1 mL suspensi sel bakteri awal (10<sup>3</sup>-10<sup>6</sup> sel/mL), 9 mL media Nutrien Broth (NB) steril dan TiO<sub>2</sub>-Ni 1,0 g/L. Intensitas sinar UV ( $\lambda_m$  : 365 nm, 30 Watt) dimonitoring dengan detektor (*Blue Light Safety Detector UV*), intensitas sinar vertikal dengan jarak 30 cm adalah 3.25 mW/cm<sup>2</sup>. Sebagai kontrol dilakukan tanpa penambahan TiO<sub>2</sub>-Ni dan UV. Kemudian, diberikan sistem mekanis, yaitu pengocokkan dan sonikator. Kondisi yang divariasikan adalah variasi waktu inhibisi (30, 60, 90, 120, 150, 180, dan 210) menit dan penambahan konsentrasi dari TiO<sub>2</sub>-Ni (0-3,5) g/L. Kemudian digunakan sampel dari supernatan hasil sentrifus 5000 rpm, 45 menit ditransferkan kedalam media *Plate Count Agar* (PCA). Perhitungan persentase inhibisi secara kuantitatif berdasarkan perhitungan jumlah koloni sel bakteri.

**Penyediaan Media PCA.** Media PCA disediakan dengan cara memasukkan kedalam  $\pm$  15 mL media padat Nutrien Agar (NA) ditransferkan 0,1 mL sample, di dalam cawan petridish, kemudian, oleskan secara merata (*spread plate*) dan diinkubasikan pada suhu 37 °C selama  $\pm$  24 jam. Perhitungan jumlah koloni menggunakan alat *colony counter*. Kemudian dikalkulasikan menggunakan persamaan 1 untuk menghitung efisiensi inhibisi anti bakteri dari *powder* TiO<sub>2</sub>-Ni.

$$r = \frac{(N_o - N)}{N_o} \times 100\% \quad (1)$$

r : Efisiensi inhibisi antibakteri dari TiO<sub>2</sub>-Ni

N<sub>o</sub> : Jumlah koloni awal

N : Jumlah koloni setelah reaksi fotobiokatalisis

### 3. Hasil dan Pembahasan

**Karakterisasi dari Powder TiO<sub>2</sub>-Ni.** Sintesis *powder* Ni doped TiO<sub>2</sub> dengan teknik sol-gel digunakan prekursor Titanium Isopropoksida (TIP) sebagai media redistribusi ion *dopant*, zat aditif Dietanol Amin (DEA) berfungsi sebagai penghomogen dan menghambat terhidrolisisnya senyawa TIP. Perbandingan yang tepat antara senyawa DEA dan TIP untuk membentuk sol yang stabil dan homogen adalah 2 : 1. Kehomogenan dari larutan sol sangat mempengaruhi pembentukan terhadap fase kristal dan sifat fisikokimia dari material yang diinginkan [16-17]. Pembentukan sol menjadi gel kering dilakukan dengan pemanasan sol didalam oven pada suhu (100-110) °C. Gel yang terbentuk dari hasil penguapan air dan pelarut akan membentuk jaringan gel 3 dimensi.

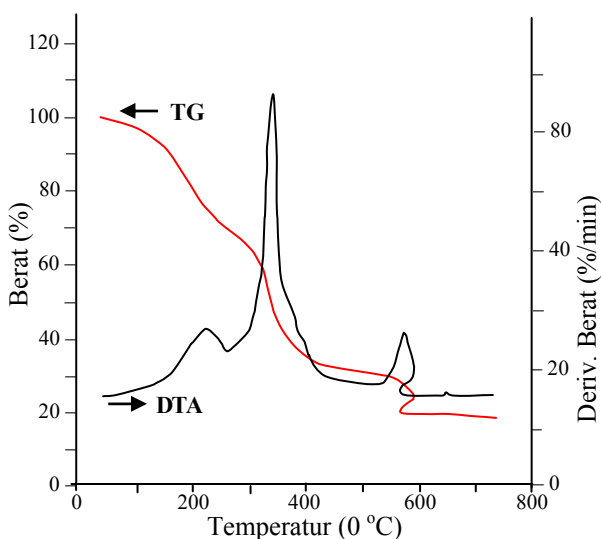
Pembentukan sol menjadi gel bertujuan untuk menyempurnakan pembentukan kisi-kisi kristal pada proses kalsinasi. Sol dan gel yang terbentuk dari komposisi ion *dopant* yang berbeda akan memberikan perbedaan warna dan masing-masingnya memperlihatkan sifat fisik bertekstur liat.

Dari hasil pengukuran TG-DTA menunjukkan perubahan transisi fase pada suhu-suhu tertentu disertai dengan perubahan berat sebagai fungsi dari temperatur. Pada Gambar 1 menunjukkan pola TG-DTA dari gel TiO<sub>2</sub>-Ni dengan doping 2% Ni<sup>+2</sup> pada matriks TiO<sub>2</sub>. Dari pola TG-DTA tersebut menunjukkan terjadi perubahan berat yang signifikan pada temperatur (400-600) °C. Berdasarkan hasil pengamatan pola TG-DTA dipilih suhu tersebut sebagai suhu untuk pembakaran gel menjadi *powder* TiO<sub>2</sub>-Ni. *Powder* TiO<sub>2</sub>-Ni yang dihasilkan dari ketiga suhu pembakaran dengan komposisi ion *dopant* yang berbeda secara visual menunjukkan warna dan tingkat kehalusan yang berbeda.

Warna serta bentuk kristal akan terlihat perbedaannya dengan jelas jika diamati dengan mikroskop foto optis pada pembesaran 100 kali. *Powder* hasil pembakaran suhu 400 °C menampilkan warna kristal kehitaman, menunjukkan bahwa masih ada sisa-sisa karbon karena belum sempurna proses pembakaran senyawa organik bahan dasar sol. Pada suhu 500 °C warna dan bentuk kristal sempurna, sedangkan pembakaran pada suhu 600 °C tampilan bentuk dan warna kristal lebih sempurna.

Berdasarkan pola TG-DTA pada siklus pemanasan suhu (25-800) °C dengan laju pemanasan 10 °/Min dapat disimpulkan bahwa produk akhir yang terbentuk pada suhu konstan dapat diidentifikasi berdasarkan perubahan komposisi berat sampel akhir dan awal sebagai fungsi dari temperatur, dimana produk tersebut telah melewati proses pengeluaran pelarut, air dan gas akibat pembakaran pada suhu tinggi [17,18].

Dari pola TG-DTA puncak eksotermik pada suhu 600 °C memperlihatkan terjadinya perubahan berat. Hal ini dapat disimpulkan bahwa terjadi proses transformasi (anatase-rutil) [18]. Pada suhu > 600 °C pola menunjukkan garis datar, memperlihatkan tidak terjadi perubahan produk akhir. Dari pola TG-DTA dapat disimpulkan bahwa pengurangan berat berada pada rentang (60 ± 2,5)% pada suhu 400 °C : (68 ± 2,0)% pada suhu 500 °C dan (72 ± 3,0)% pada suhu 600 °C. Pada kondisi ini, ion *dopant* Ni yang ditambahkan dengan komposisi yang berbeda mempunyai pola TG-DTA yang berbeda. Perbedaan disebabkan karena adanya perbedaan kekuatan ikatan antara kompleks khelat dengan matriks TIP. Pada suhu (200-400) °C muncul puncak eksotermik lebih tajam yang diidentifikasi dengan kehilangan berat yang lebih besar dan diindikasikan sebagai kehilangan air kristal, dekomposisi



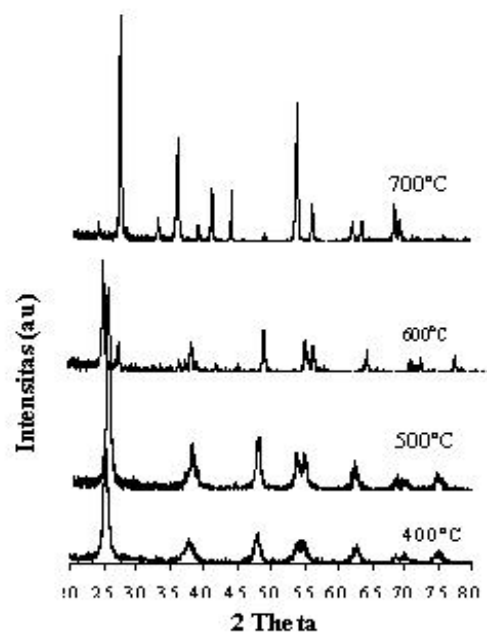
Gambar 1. Pola Kurva TG-DTA dari Gel 2% Ni *Doped* TiO<sub>2</sub> pada Suhu 110 °C

dari residu organik senyawa Dietanol Amin (DEA). Perubahan ini juga menunjukkan proses kristalisasi telah terjadi transformasi fase (amorf-anatase). Pada suhu 500 °C tidak terjadi perubahan berat dan dapat diidentifikasi bahwa tidak terjadi perubahan fase.

Dari Gambar 2 memperlihatkan pola XRD dari ion Ni *doped* TiO<sub>2</sub> pada temperatur kalsinasi (400-600) °C. Proses kalsinasi pada range suhu tersebut dapat memodifikasi struktur, ukuran dan luas permukaan dari TiO<sub>2</sub>-Ni. Proses kalsinasi pada suhu 400 °C memberikan intensitas tertinggi pada 2θ : 25,1 diidentifikasi sebagai struktur anatase dengan intensitas anatase 193,9 au.

Pada suhu 500 °C intensitas anatase pada 2θ : 25,1 lebih tinggi, yaitu 228,2 au, sedangkan jika suhu kalsinasi ditingkatkan menjadi 600 °C dihasilkan struktur campuran anatase-rutil, masing-masingnya memberikan intensitas tertinggi pada 2θ : 25,1 (anatase) adalah sebanyak 114,7 au dan 2θ : 27,3 (rutil) sebanyak 21,84 au (JCPDS Card No. 12-2172, 1988).

Efek penambahan ion *dopant* dan pengaturan suhu kalsinasi yang lebih tinggi dapat menyebabkan terjadi perubahan struktur anatase ke rutil. Hal ini disebabkan karena pada suhu kalsinasi tinggi dapat meningkatkan pendistribusian ion-ion *dopant*. Ion *dopant* akan bermigrasi ke kisi-kisi struktur kristal dan akan menyebabkan terjadi proses penataan ulang dari struktur titania yang akan mempengaruhi perubahan jarak dari Ti-O-Ti dan O-Ti-O ke ikatan dengan jarak yang lebih panjang. Dari perhitungan diperoleh informasi terjadi transisi fase dari anatase ke rutil. Efek suhu juga dapat

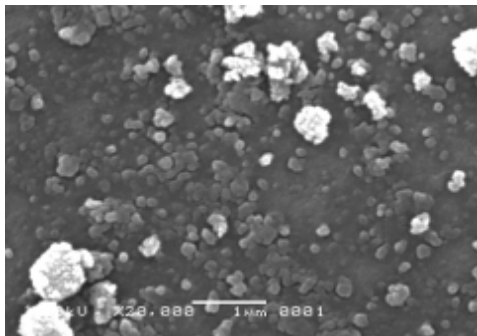


Gambar 2. Pola XRD dari TiO<sub>2</sub>-Ni pada Suhu Kalsinasi 400 °C, 500 °C, 600 °C, 700 °C

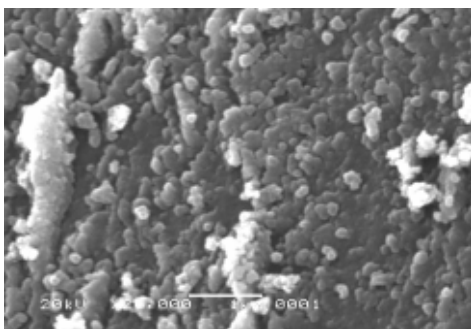
memodifikasi ukuran partikel. Dari perhitungan diperoleh informasi bahwa semakin besar suhu kalsinasi semakin besar ukuran partikel [18-19]. Dari perhitungan ukuran partikel dengan menggunakan formula Debye-Scherer menunjukkan bahwa ukuran partikel dari *powder* TiO<sub>2</sub>-Ni pada suhu 400 °C adalah 8,48 nm (anatase), suhu 500 °C adalah 12,1 nm (anatase) dan untuk suhu 600 °C adalah 14,12 nm (anatase) dan 14,18 nm (rutil). Perubahan-perubahan fase titania yang diamati dari pola XRD memperlihatkan adanya korelasi dengan pola yang ditampilkan oleh TG-DTA.

Pola SEM dari *powder* TiO<sub>2</sub> doped ion Ni pada Gambar 3 dan 4 memperlihatkan topografi permukaan berpori, morfologi permukaan kasar membentuk bongkahan batu karang. Proses pembakaran *powder* pada suhu (400-600) °C dapat menyebabkan terjadi proses dekomposisi senyawa organik, sehingga membentuk permukaan *powder* berongga dan berpori. Ion *dopant* terdistribusi di permukaan titania secara merata dan homogen dengan ukuran yang berbeda. Dari Gambar 3 dan 4 memperlihatkan perbedaan pola SEM dari *powder* yang dikalsinasi pada suhu kalsinasi 400 °C dan 500 °C. Efek suhu kalsinasi dapat mempengaruhi penyebaran ion *dopant* pada permukaan titania. Proses penyebaran ion *dopant* akan lebih sempurna pada suhu kalsinasi 500 °C.

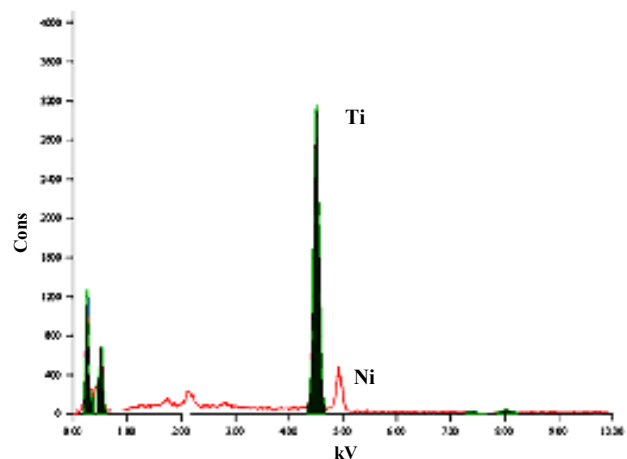
Pola SEM memperlihatkan ada korelasi dengan data-data BET dari pengukuran luas permukaan, sehingga dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi semakin besar luas permukaan. Luas permukaan pada



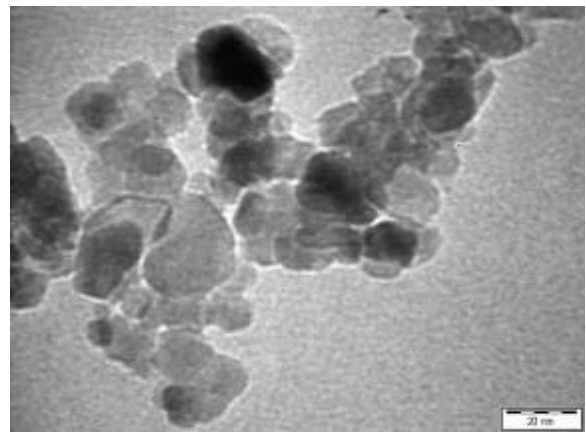
Gambar 3. Topografi SEM TiO<sub>2</sub>-Ni pada Suhu 400 °C



Gambar 4. Topografi SEM TiO<sub>2</sub>-Ni pada Suhu 500 °C



Gambar 5. Pola EDX dari TiO<sub>2</sub>-Ni pada Suhu 500 °C



Gambar 6. Micrografi TEM TiO<sub>2</sub>-Ni pada Suhu 500 °C

suhu 500 °C adalah 49,68 m<sup>2</sup>/g lebih besar jika dibandingkan dari pada *powder* yang dikalsinasi pada suhu 400 °C, yaitu 44,95 m<sup>2</sup>/g. Distribusi ukuran pori merata dengan ukuran pori pada suhu 500 °C adalah ukuran pori 124,4 Å dan pada suhu 400 °C adalah dengan ukuran pori 98,40 Å. Dari data ini menunjukkan adanya kaitan aktifitas fotokatalis dengan luas permukaan, dimana semakin besar luas permukaan TiO<sub>2</sub>-Ni semakin efektif proses adsorpsi dan desorpsi pada permukaan katalitis TiO<sub>2</sub>-Ni [20-21].

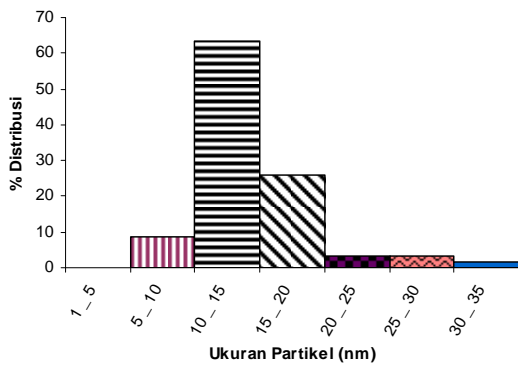
Dari hasil pengukuran EDX pada Gambar 5 menunjukkan pertambahan persentase titania terjadi dengan bertambah besarnya suhu kalsinasi. Pada suhu 500 °C memberikan komposisi 99,11% sedangkan pada suhu 400 °C adalah 99,06% dan dapat disimpulkan bahwa suhu berperan dalam mendistribusi ion *dopant* Ni pada kisi-kisi permukaan TiO<sub>2</sub>.

Dari hasil pengukuran TEM (Transmission Electron Microscopy) menunjukkan partikel berbentuk *spherical* dengan ukuran partikel terdistribusi secara merata dan dominan berukuran 10-15 nm sebanyak 63,45%

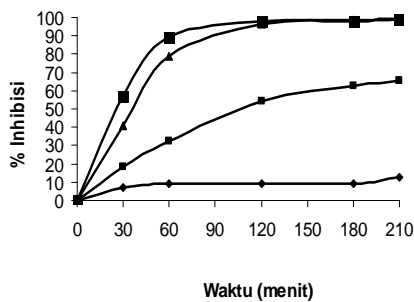
(Gambar 6-7). Jika dikorelasikan dengan ukuran partikel dari perhitungan dengan persamaan Debye-Scherrer's didapatkan adanya korelasi antara teoritis dan pengukuran langsung dari TEM.

**Efisiensi Inhibisi Antibakteri dari Ni Doped TiO<sub>2</sub>** Pada Gambar 8, 10, dan 12 memperlihatkan respon inhibisi antibakteri TiO<sub>2</sub>-Ni terhadap ketiga spesies bakteri sebagai fungsi dari waktu dengan penyinaran UV  $\lambda_m$  : 365 nm. Sebagai kontrol digunakan tanpa TiO<sub>2</sub>-Ni dan penyinaran UV. Kondisi reaksi tanpa penyinaran UV menunjukkan aktifitas anti bakteri  $\pm$  9,5%. Persentase inhibisi TiO<sub>2</sub>-Ni sangat rendah terhadap bakteri, hal ini menunjukkan bahwa ada ketergantungan dari TiO<sub>2</sub>-Ni terhadap sinar UV untuk dapat meningkatkan respon inhibisi. Dengan diberikan sinar UV, respon inhibisi dapat terjadi  $\pm$  55%. Jika antara powder TiO<sub>2</sub>-Ni dikombinasikan dengan sinar UV, terjadi peningkatan respon inhibisi yang sangat signifikan pada waktu 120 menit masing-masingnya *E. coli* sebanyak 96,3%, *S. aureus* 95,7% dan *B. subtilis* 88,1%. Bakteri *B. subtilis* memberikan respon inhibisi lebih rendah karena bakteri ini lebih resisten dan mempunyai endospora yang dapat menghalangi interaksi langsung dengan lingkungan luar [21].

Sinar UV merupakan energi yang sangat dibutuhkan oleh TiO<sub>2</sub> untuk dapat mengaktifkan fungsi fotobiokatalis.



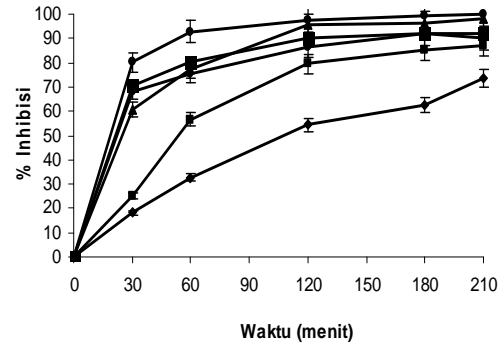
Gambar 7. Pola TEM Distribusi Ukuran Partikel dari Powder TiO<sub>2</sub>-Ni pada Suhu 500 °C



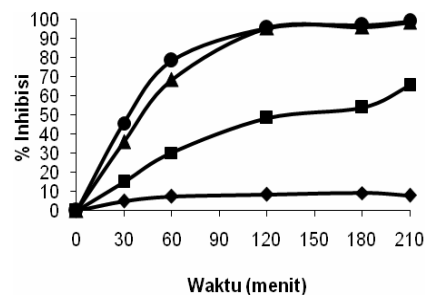
Gambar 8. Respon Inhibisi TiO<sub>2</sub>-Ni pada *E.coli* Vs Waktu dengan Variasi Sistem Reaksi Fotokatalis (-♦- TiO<sub>2</sub>, -■- UV, -▲- TiO<sub>2</sub> + UV, -■- TiO<sub>2</sub> + UV Sonikator)

Sinar UV dapat terlibat langsung pada kehancuran senyawa organik dari dinding sel bakteri [22,23]. Semakin lama waktu penyinaran UV dapat terjadi peningkatan respon inhibisi dari bakteri seperti ditampilkan pada Gambar 8-13.

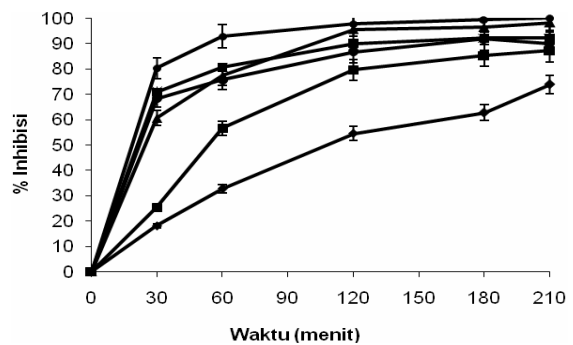
Interaksi langsung dari powder TiO<sub>2</sub>-Ni dengan bakteri terjadi peningkatan  $\sim$  4% jika diberi sonikator sebagai perlakuan mekanis. Sonikator dapat memberikan efek



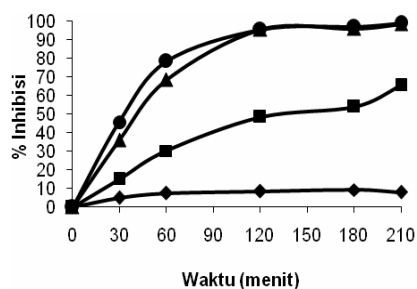
Gambar 9. Efisiensi Inhibisi TiO<sub>2</sub>-Ni pada *E. coli* pada Penyinaran UV  $\lambda_m$ : 365 nm, 120 Menit (-♦- 0 g/L, -■- 0.5 g/L, -▲- 1 g/L, -◆- 1.5g/L, -■- 2 g/L, -●-2.5 g/L )



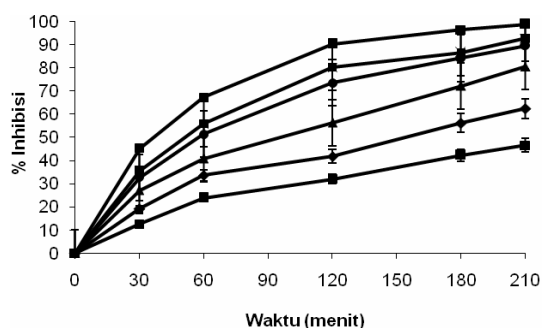
Gambar 10. Respon Inhibisi TiO<sub>2</sub>-Ni pada *S. aureus* Vs Waktu dengan Variasi Sistem Reaksi Fotokatalis (-♦- TiO<sub>2</sub>, -■- UV, -▲- TiO<sub>2</sub> + UV, -■- TiO<sub>2</sub> + UV Sonikator)



Gambar 11. Efisiensi inhibisi TiO<sub>2</sub>-Ni pada *S. aureus* pada Penyinaran UV  $\lambda_m$ : 365 nm, 120 Menit (-♦- 0 g/L, -■- 0.5 g/L, -▲- 1 g/L, -◆- 1.5g/L, -■- 2 g/L, -●-2.5 g/L)



**Gambar 12. Respon Inhibisi TiO<sub>2</sub>-Ni pada *B. subtilis* Vs Waktu dengan Variasi Sistem Reaksi Fotokatalis (-♦- TiO<sub>2</sub>, -■- UV, -▲- TiO<sub>2</sub> + UV, -●- TiO<sub>2</sub> + UV Sonikator)**



**Gambar 13. Efisiensi Inhibisi TiO<sub>2</sub>-Ni pada *B. subtilis* pada Penyinaran UV λ<sub>m</sub>: 365 nm, 120 Menit (-♦- 0 g/L, -■- 0.5 g/L, -▲- 1 g/L, -✱- 1.5g/L, -■- 2 g/L, -●- 2.5 g/L)**

getaran tinggi frekwensi 50 KHz sehingga dapat merangsang interaksi langsung TiO<sub>2</sub>-Ni dengan sel bakteri. Kesensitifan dari *powder* TiO<sub>2</sub>-Ni terhadap masing-masing bakteri seperti ditunjukkan pada Gambar 9, 11, 13 dapat memberikan efisiensi inhibisi optimum pada waktu inhibisi 120 menit dengan sistem pengadukkan, disinari dengan UV λ<sub>m</sub> : 365 nm masing-masingnya pada konsentrasi TiO<sub>2</sub>-Ni, 1.5 g/L *E.coli*, 1.5 g/L *S. aureus* dan 2,0 g/L *B. Subtilis*.

#### 4. Simpulan

*Powder* TiO<sub>2</sub>-Ni dapat bersifat sebagai antibakteri dengan aktifitas fotokatalis paling efektif, hal ini ditunjukkan oleh TiO<sub>2</sub>-Ni dengan performan, struktur anatase dengan ukuran partikel 12,1 nm dan luas permukaan 49,68 m<sup>2</sup>/g. Perhitungan ukuran partikel secara teoritis dengan persamaan Debye-Scherer's menunjukkan korelasi dengan analisis TEM, dimana partikel TiO<sub>2</sub>-Ni dominan berukuran 10-15 nm terdistribusi sebanyak 63,45%. Suhu kalsinasi sangat mempengaruhi pendistribusian ion *dopant* Ni pada permukaan TiO<sub>2</sub>. Jika suhu diperbesar dari 400 °C menjadi 500 °C, maka semakin sempurna proses distribusi ion *dopant*. Dari pengukuran SEM-EDX

memperlihatkan topografi permukaan yang berbeda pada suhu tersebut dengan komposisi dari TiO<sub>2</sub>-Ni 99,06% dan 99,11% dengan luas permukaan masing-masingnya adalah 44,95 m<sup>2</sup>/g dan 49,68 m<sup>2</sup>/g. Efisiensi inhibisi dari *powder* TiO<sub>2</sub>-Ni memberikan efek sinergistik yang baik jika dikombinasikan antara TiO<sub>2</sub>-Ni dengan sinar UV pada λ: 365 nm, dimana terjadi peningkatan respon inhibisi sebagai fungsi dari waktu. Efisiensi inhibisi optimum dari sel bakteri berada dalam rentang konsentrasi TiO<sub>2</sub>-Ni 1,5–2,0 g/L. *Escherichia coli* 96,3%, 1,5 g/L, *Staphylococcus aureus* 95,7%, 1,5 g/L dan *Bacillus subtilis* 88,1%, 2,0 g/L pada waktu inhibisi 120 menit. Efek mekanis sonikator dapat meningkat efisiensi inhibisi sebanyak ~4%.

#### Ucapan Terima Kasih

Penelitian ini di sponsori oleh Program Hibah Bersaing DIKTI 2007-2009, Program Sandwich DIKTI 2008-2009 di Laboratorium Mikrobiologi Pusat Pengajian Sain Kaji Hayat USM Penang Malaysia.

#### Daftar Acuan

- [1] D.M. Blake, P.C. Maness, Z. Huang, E.J. Wolfrum and J. Huang, Separation and Purification Method 28/1 (1999) 1.
- [2] L. Znaidi, R. Seraphimova, J.F. Bocquet, C. Colbeau-Justin, C. Pommier, Materials Letters 45 (2001) 2978.
- [3] D.H. Kim, D.K. Chui, S.J. Kim, K.S. Lee, Catal. Commun. 9 (2008) 654.
- [4] A.L. Linsebigler, G. Lu and J.T. Yates, Jr, Chem. Rev 95 (1995) 735.
- [5] J.S. Kim, E. Kuk, K.N. Yu, J. Kim, S.J. Park, H.J. Lee, S.H. Kim, Y.K. Park, Y.H. Park, C. Hwang, Y. Kim, Y. Lee, D.H. Jeong, M. Cho, Nanomedicine: Nanobiotechnology, Biology and Medicine 3 (2007) 95.
- [6] A. Burns, G. Hayes, W. Li, J. Hirvonen, J.D. Demaree, S.I. Shah, Materials Science and Engineering B 111 (2004) 150.
- [7] A. Burns, W. Li, C. Baker, S.I. Shah, Mat. Res. Soc. Symp. Proc 703 (2002) 521.
- [8] L.A. Brook, P. Evans, H.A. Foster, M.E. Pemble, A. Steele, D.W. Sheel, H.M. Yates, L.A, Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry 187 (2007) 53.
- [9] K.P. Kuhn, I.F. Chaberny, K. Massholder, M. Stickler, V.W. Benz, H. Sonntag, L. Erdinger, Chemosphere 53 (2003) 71.
- [10] M. Wong, W. Chu, D. Sun, H. Huang, J. Chen, P. Tsai, N. Lin, M. Yu, S. Hsu, Appl. Environ. Microbiol. 72 (2006) 6111.
- [11] A. Fujishima, T.N. Rao, D.A. Tryk, Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews 1 (2000) 1.



- [12] K.j. Shiehy, M. Li, Y. Lee, S. Sheu, Y. Liu, Y. Wang, *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine* 2 (2006) 121.
- [13] M. Cho, H. Chung, W. Choi, J. Yoon, *Appl. Environ. Microbiol.* 71 (2005) 270.
- [14] S. Hogg, *Essential Microbiology*, The University of Glamorgan, Jhon Wiley & Sons, Ltd, UK, 2005, p.51, p.169, p.353.
- [15] R. Yetria, *Laporan Penelitian Research Grant TPSDP ADB Loan No: 1792-INO, National Seminar on Research and Studies X, Batam* (2007).
- [16] W. Zhang, Y. Chen, S. Yu, S. Chen, Y. Yin, *Thin Solid Film* 516 (2008) 4690.
- [17] C. Wang, J.Y. Ying, *Chem. Mater* 11 (1999) 3113.
- [18] U. Schubert, N. Husing, *Synthesis of Inorganic Material*, Wiley-VCH, Weinheim, Germany, 2000, p.413.
- [19] V. Samuel, P. Muthukumar, S.P. Gaikwad, S.R. Dhage, V. Ravi, *Materials Letters* 58 (2004) 2514.
- [20] S.Bu, Z. Jin, X. Liu, T. Yin, Z. Cheng, *Journal Mater Science* 41 (2006) 2067.
- [21] P. Maness, S. Smolinski, D.M. Blake, Z. Huang, *Appl. Environ. Microbiol.* 65 (1999) 4094.
- [22] Y. Miyake, H. Tada, *J. Chem. Engineering of Japan* 37/5 (2004) 630.
- [23] Y. Lan, C. Hu, X. Hu, J. Qu, *Appl. Catalyst B: Environ.* 73 (2007) 354.