

## AKTIVITAS ANTIBAKTERI TiO<sub>2</sub>-ANATASE TERDADAH VANADIUM DAN TERDADAH KROMIUM

(THE ANTIBACTERIAL ACTIVITY OF VANADIUM- AND CHROMIUM DOPED TiO<sub>2</sub>-ANATASE)

Hari Sutrisno<sup>1\*</sup>, Ariswan<sup>2</sup>, dan Dyah Purwaningsih<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Jurusan Pendidikan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Yogyakarta (UNY), Jl. Colombo No. 1, Yogyakarta

<sup>2</sup> Jurusan Pendidikan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Yogyakarta (UNY), Jl. Colombo No. 1, Yogyakarta

\* e-mail: [sutrisnohari@uny.ac.id](mailto:sutrisnohari@uny.ac.id)

DOI : [10.20961/alchemy.v12i2.1744](https://doi.org/10.20961/alchemy.v12i2.1744)

Received 09 February 2016, Accepted 12 February 2016, Published 01 September 2016

### ABSTRAK

Sampel TiO<sub>2</sub>-anatase terdawah-vanadium dan -kromium diuji aktivitas antibakterinya terhadap bakteri *Eschericia Coli* (*E.coli*) pada kondisi tanpa sinar (gelap). Metode yang digunakan adalah dilusi cair untuk menentukan kadar bunuh minimum (KBM) terhadap bakteri *E. Coli*. Uji aktivitas antibakteri dari TiO<sub>2</sub>-anatase terdawah 0; 2,3; 3,3; 4,9 % berat-vanadium dan terdawah 0; 1,1; 3,9; 4,4 % berat-kromium terhadap bakteri *E. Coli* dilakukan dalam kondisi tanpa sinar (gelap). Hasil pengujian menunjukkan bahwa kehadiran TiO<sub>2</sub>-anatase terdawah 3,3 dan 4,9 % berat vanadium mampu menghambat pertumbuhan bakteri *E. Coli*, sebaliknya TiO<sub>2</sub>-anatase tanpa pendawah, TiO<sub>2</sub>-anatase terdawah 2,3% berat-vanadium dan semua TiO<sub>2</sub>-anatase terdawah-kromium tidak mampu menghambat pertumbuhan bakteri *E. Coli*. Aktivitas antibakteri di atas dikarenakan kehadiran V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dalam TiO<sub>2</sub>-anatase terdawah 3,3 dan 4,9% berat vanadium, sedangkan TiO<sub>2</sub>-anatase tanpa pendawah, TiO<sub>2</sub>-anatase terdawah-vanadium dan -kromium tidak aktif sebagai antibakteri dalam keadaan tanpa sinar (gelap).

**Kata Kunci :** aktivitas antibakteri, *Escherichia coli*, TiO<sub>2</sub>-anatase terdawah kromium, TiO<sub>2</sub>-anatase terdawah vanadium

### ABSTRACT

Samples of vanadium- and chromium- doped TiO<sub>2</sub>-anatase were tested their antibacterial activity against *Escherichia coli* (*E. Coli*) bacteria in the absence of light (dark). The minimum kill concentration (MBC) against *E. Coli* was determined by liquid dilution method. The antibacterial activity test of 0; 2.3; 3.3; 4.9 % wt. vanadium-doped-TiO<sub>2</sub>-anatase and 0; 1.1; 3.9; 4.4 % wt. chromium-doped-TiO<sub>2</sub>-anatase to *E. Coli* were conducted in the absence of light (dark). The test results indicate that the presence of 3.3 and 4.9 in %wt. of vanadium-TiO<sub>2</sub>-anatase able to inhibit the growth of *E. Coli*, meanwhile the undoped TiO<sub>2</sub>-anatase, 2.3 % wt. vanadium-doped TiO<sub>2</sub>-anatase and all chromium-doped-TiO<sub>2</sub>-anatase did not able to inhibit the growth of bacteria of *E. Coli*. The antibacterial activity due to the presence of V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> in the 3.3 and 4.9 in % wt. vanadium doped TiO<sub>2</sub>-anatase, whereas vanadium and chromium doped-TiO<sub>2</sub>-anatase not have antibacterial activity of *E. Coli* in the absence of light (dark).

**Keywords:** antibacterial activity, chromium-doped TiO<sub>2</sub>-anatase, *Escherichia Coli*, vanadium-doped TiO<sub>2</sub>-anatase

## PENDAHULUAN

Di alam, titania atau titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) terdapat dalam tiga fasa kristal: anatase, rutil dan brookit. Pengembangan titanium oksida (TiO<sub>2</sub>) untuk berbagai keperluan sangat pesat dikarenakan sifat kimia yang stabil dan tidak toksik. Beberapa aspek pengembangan TiO<sub>2</sub> yaitu : (a). Fotovoltaik berbasis zat pewarna (sel Grätzel) dan fotovoltaik berbasis *quantum dot*. Aspek ini memerlukan metode dan teknik rekayasa tertentu untuk mengontrol ukuran dan struktur TiO<sub>2</sub> (Grätzel, 2004; Grätzel, 2005; Tan and Wu, 2006); (b). Fotokatalis. Aspek ini berperan dalam rangka pemurnian lingkungan air dan udara. TiO<sub>2</sub> berperan sebagai pembersih organik otomatis permukaan padat, air dan udara (Dai *et al.*, 1999; Awati *et al.*, 2003; Sun *et al.*, 2008); (c). Fotohidrofil (*superhydrofility*) yaitu pengembangan hidrofil aktif permukaan oleh sinar matahari dan ultraviolet (UV) (Ashkarran and Mohammadizadeh, 2008; Masuda and Kato, 2008); dan (d). Anti bakteri (Maness *et al.*, 1999; Huang *et al.*, 2000).

Aktivitas kinerja TiO<sub>2</sub> tidak bekerja secara efektif pada sinar tampak, namun aktif dengan adanya radiasi ultraviolet (UV) dengan panjang gelombang dibawah  $\lambda=385$  nm. Hal tersebut merupakan salah satu faktor keterbatasan aplikasi TiO<sub>2</sub> sebagai fotokatalis, oleh karena itu, sangatlah penting untuk memperluas sifat-sifat optik TiO<sub>2</sub> yang memungkinkan penggunaannya dalam sinar tampak atau sinar ultraviolet dalam ruangan. Beberapa strategi yang telah dikembangkan untuk memperluas absorpsi sinar oleh TiO<sub>2</sub> yaitu mendadah TiO<sub>2</sub> dengan logam dan non-logam yang telah terbukti efektif terjadi peningkatan sifat-sifat fotokatalitik. Pendadah non-logam yang umum digunakan yaitu C, F, N, dan S (Zhao *et al.*, 2008; Dong *et al.*, 2008; Zhao *et al.*, 2013; Yang *et al.*, 2013). Strategi lain yang telah dikembangkan secara luas yaitu mendadah TiO<sub>2</sub> dengan logam. Penggunaan logam transisi sebagai pendadah terbukti dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik TiO<sub>2</sub>. Ion logam, seperti: V, Mn, Fe, Cu, Ce, W, Cr, Co, Ag, dll. secara luas digunakan sebagai pendadah (Liu *et al.*, 2009; Tian *et al.*, 2012; Thuy *et al.*, 2012; Chang and Liu, 2014; Zhang *et al.*, 2013; Yang *et al.*, 2014; Al-Hartomy, 2014). Pergeseran kinerja kearah sinar tampak dapat memfasilitasi dan mempercepat pengembangan material untuk dekontaminasi sumber air menggunakan sinar matahari karena biaya lebih ekonomis daripada menggunakan sinar ultraviolet.

Akhir-akhir ini, penggunaan bahan anorganik sebagai antimikroba, seperti titanium

dioksida, meningkat tajam, karena memiliki kestabilan dan keamanan tinggi. Berbagai literatur telah dipublikasikan tentang pengaruh fotokatalitik nanopartikel  $\text{TiO}_2$  dalam mikroorganisma (Haghi *et al.*, 2012; Verdier *et al.*, 2014). Hasil penelitian menunjukkan bahwa proses fotokatalitik dalam air efektif terhadap organisme, seperti: alga, virus, jamur dan bakteri. Aktivitas fotokatalitik  $\text{TiO}_2$  tidak hanya bergantung pada sifat-sifatnya, tetapi juga akibat modifikasi  $\text{TiO}_2$  dengan logam, non-logam atau logam. Modifikasi  $\text{TiO}_2$  dilakukan dengan substitusi dan penyisipan ke dalam struktur (*doped*) atau teremban (*supported*). Beberapa penelitian menunjukkan  $\text{TiO}_2$ -terdahad logam, seperti: Fe, Ce, Ag, dll. (Sikong *et al.*, 2010; Ashkarran, 2011; Stoyanova *et al.*, 2013; Dědková *et al.*, 2013; Gupta *et al.*, 2013; Harikishore *et al.*, 2014), meningkatkan aktivitas antibakteri.

Berdasarkan hal tersebut di atas, artikel ini bertujuan untuk melakukan uji aktivitas aktibakteri dari  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad berbagai variasi prosen berat ion logam V dan Cr terhadap bakteri *Eschericia coli* pada keadaan tanpa sinar (gelap). Penelitian dilakukan dalam keadaan tanpa sinar (gelap) dengan alasan bahwa apabila dilakukan pada sinar UV dikuatirkan bakteri mati dikarenakan efek dari sinar UV.  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad berbagai variasi prosen berat ion logam V dan Cr diharapkan aktif sebagai anti bakteri pada keadaan tanpa sinar selain dalam sinar UV dan sinar tampak. Studi eksplorasi  $\text{TiO}_2$  terdahad ion logam untuk material antibakteri ini merupakan suatu hal yang sangat menarik dan penting dalam usaha pengembangan dekontaminasi air atau penggunaan antibakteri dalam ruangan yang gelap.

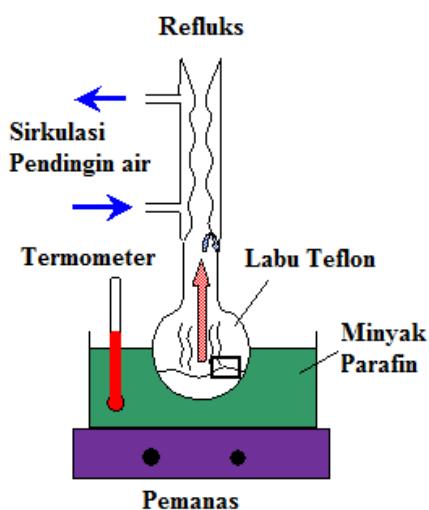
## METODE PENELITIAN

### Preparasi $\text{TiO}_2$ terdahad-vanadium dan -kromium

$\text{TiO}_2$  terdahad-vanadium dihasilkan dengan metode pengendapan basa dari prekursor  $\text{Ti}(\text{O}_2)\text{O} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NH}_4\text{VO}_3$  dan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dengan teknik refluks pada temperatur 150 °C selama 6 jam. Sebanyak 10 gram  $\text{Ti}(\text{O}_2)\text{O} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  didispersikan ke dalam 50 mL akuades dan diaduk dengan pengaduk magnet dalam gelas beker ukuran 100 mL. Dalam gelas beker ukuran 100 mL yang lain sebanyak 4 buah, masing-masing dibuat larutan  $\text{NH}_4\text{VO}_3$  pada berbagai variasi prosen berat vanadium berdasarkan rumus  $\text{Ti}_{(1-x)}\text{V}_x\text{O}_{2+\delta}$  yaitu 0, 3, 6 dan 9 % dalam akuades 50 mL. Larutan koloid  $\text{Ti}(\text{O}_2)\text{O} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dicampur dengan masing-masing larutan  $\text{NH}_4\text{VO}_3$  dalam labu didih (*boiling flask*) berukuran 250 mL dan diaduk dengan pengaduk magnet. Selanjutnya ditambahkan tetes demi tetes  $\text{NH}_4\text{OH}$  hingga pH larutan menjadi sekitar 8-12. Akhirnya larutan tersebut dipanaskan dengan cara dinaikkan

temperurnya secara perlahan dalam peralatan refluks hingga temperatur 150 °C selama 6 jam (Gambar 1). Endapan yang dihasilkan disaring, dicuci dengan akuades dan dikeringkan pada temperatur 70 °C selama 3 jam. Selanjutnya endapan tersebut dikalsinasi pada temperatur 600 °C selama 2 jam.

TiO<sub>2</sub> terdadah-kromium diperoleh dengan metode pengendapan basa dari prekursor Ti(O<sub>2</sub>)O·2H<sub>2</sub>O, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> dan NH<sub>4</sub>OH dengan teknik refluks injeksi panas pada temperatur 150 °C. Sebanyak 10 gram Ti(O<sub>2</sub>)O·2H<sub>2</sub>O didispersikan ke dalam 50 mL akuades dan diaduk dengan pengaduk magnet dalam gelas beker ukuran 100 mL. Dalam gelas beker ukuran 100 mL yang lain sebanyak 4 buah, masing-masing dibuat larutan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> pada berbagai variasi prosen berat kromium berdasarkan rumus Ti<sub>(1-x)</sub>Cr<sub>x</sub>O<sub>2+δ</sub> yaitu 0, 3, 6 dan 9 % dalam akuades 50 mL. Larutan koloid Ti(O<sub>2</sub>)O·2H<sub>2</sub>O dicampur dengan masing-masing larutan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> dalam labu godog berukuran 250 mL dan diaduk dengan pengaduk magnet. Campuran larutan tersebut dipanaskan secara perlahan dalam peralatan refluks (Gambar 1) dilengkapi pengaduk magnet hingga temperatur 150 °C dan ditambahkan tetes demi tetes NH<sub>4</sub>OH hingga pH larutan menjadi sekitar 8-12. Selanjutnya pemanasan dan pengadukan refluks diteruskan pada temperatur 150 °C selama 6 jam. Endapan yang disasilkan disaring, dicuci dengan akuades dan dikeringkan pada temperatur 70 °C selama 3 jam. Selanjutnya endapan tersebut dikalsinasi pada temperatur 600 °C selama 2 jam.



Gambar 1. Skema peralatan refluks.

### Karakterisasi TiO<sub>2</sub> terdadah-vanadium dan -kromium

Semua TiO<sub>2</sub> terdadah-vanadium dan -kromium dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X (XRD, *X-ray Diffraction*) tipe Rigaku Multiflex 600-Benchtop dengan panjang

gelombang sinar-X dari atum Cu (Cu K $\alpha$  radiation,  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ) yang beroperasi pada arus 15 mA dan tegangan 40 kV. Data diperoleh dari pengukuran pada rentang  $2\theta = 2^\circ$  sampai  $90^\circ$  dan interval 0,02 pada temperatur kamar. Analisis kualitatif dilakukan dengan mengidentifikasi fasa melalui perbandingan sampel dengan standar yang ada dalam COD dan ICDD.

Morfologi dan komposisi kimia yang terkandung dalam sampel dilakukan dengan peralatan SEM (*scanning electron microscopy*) tipe Phenom ProX Desktop SEM yang ditandem dengan EDAX (*energy dispersion analysis for X-ray*).

Luas permukaan spesifik ( $S_{BET}$ ) ditentukan dengan peralatan porosimeter tipe Porosimeter ASAP 2020 yang diproduksi oleh Micromeritics. Dari luas permukaan tersebut dapat dihitung ukuran rata-rata partikel dengan persamaan (1) (Bowen, 2002):

$$D = 6000 / (S_{BET} \times \rho) \dots \dots \dots \quad (1)$$

$D$  adalah diameter sferik partikel atau ukuran rata-rata partikel (nm),  $\rho$  adalah berat jenis ( $\rho$  untuk  $TiO_2 = 4,162 \text{ g/cm}^3$ ), dan  $S_{BET}$  adalah luas permukaan spesifik yang diperoleh dari pengukuran dengan metode BET (Brunauer-Emmett-Teller) ( $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ ).

### **Uji aktivitas antibakteri $TiO_2$ terdahad-vanadium dan -kromium**

Pengujian aktivitas antibakteri dilakukan untuk mengetahui kemampuan  $TiO_2$ -anatase terhadap-vanadium atau kromium sebagai material antibakteri. Pengujian ini dilakukan di Laboratorium Mikrobiologi, Balai Laboratorium Kesehatan Yogyakarta. Metode yang digunakan adalah dilusi cair untuk menentukan kadar bunuh minimum (KBM) terhadap bakteri *Eschericia Coli*. Uji aktivitas antibakteri  $TiO_2$  terhadap-vanadium dan -kromium dilakukan terhadap bakteri *E. Coli* dalam kondisi tanpa sinar (gelap). Uji aktivitas antibakteri dilakukan dengan cara menimbang masing-masing 0,01 gram  $TiO_2$  terhadap-vanadium, dan -kromium pada berbagai prosen teoritis: 0, 3, 6 dan 9 %. Padatan dimasukkan dalam 50 mL akuades, selanjutnya diaduk dan disuspensi dengan menggunakan alat sonifikator. Disiapkan 6 tabung reaksi (2 tabung kontrol pertumbuhan  $K^+$ , kontrol media  $K^-$  dan empat tabung perlakuan untuk  $TiO_2$  terhadap variasi prosen teoritis vanadium atau kromium: 0, 3, 6 dan 9 % dengan konsentrasi 200 ppm). Suspensi bakteri *E. Coli* yang digunakan, tabung kontrol pertumbuhan  $K^+$  berisi 1 mL suspensi *E. Coli* plus 1 mL BHI (*Brain Heart Infusion*) dan tabung kontrol media berisi 1 mL BHI, sedangkan tabung perlakuan berisi 1 mL *E. Coli* plus 1 mL BHI dan variasi larutan sampel konsentrasi 200 ppm. Tabung yang telah terisi diinkubasi dalam lemari inkubator pada temperatur 37 °C selama 24 jam dan diamati perubahan warna yang terjadi.

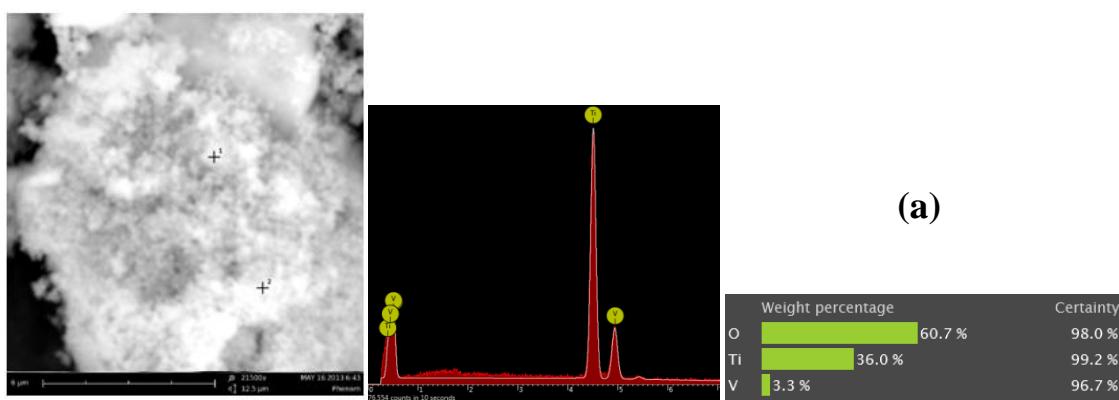
Disiapkan mikroplate steril sebagai media bakteri *E. Coli* sebagai media pertumbuhan. *Plate* pertama dibagi kedalam 4 zona sebagai masing masing diisi dengan larutan perlakuan yang berisi TiO<sub>2</sub> terdahad-V, dan -Cr berbagai prosen teoritis: 0, 3, 6 dan 9 %, sedangkan media *plate* kedua sebagai kontrol pertumbuhan K+ dan kontrol media K-. *Plate* perlakuan dan kontrol diinkubasi dalam alat inkubator. Perubahan *plate* yang terjadi diamati dan dibandingkan dengan *plate* kontrol.

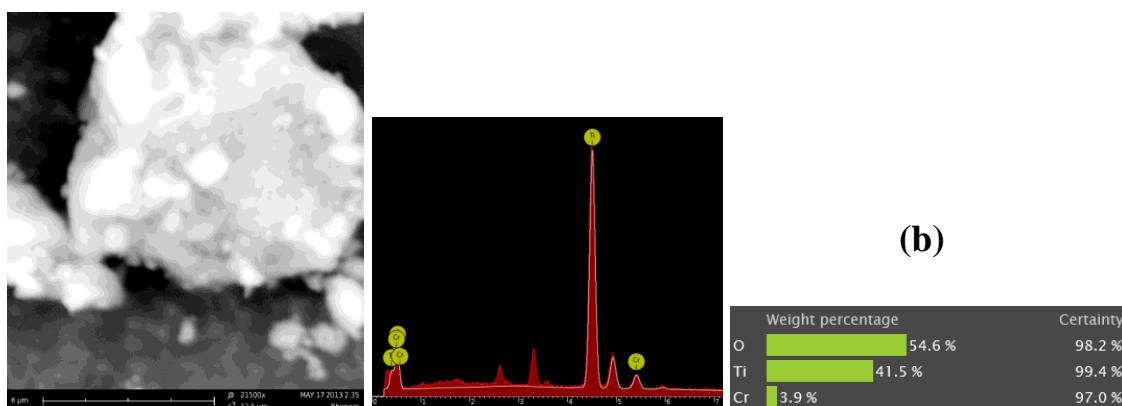
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### SEM dan EDAX TiO<sub>2</sub> terdahad-vanadium dan -kromium

Nanopartikel TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad pada berbagai prosen berat vanadium telah dapat dihasilkan dari bahan Ti(O<sub>2</sub>)O.2H<sub>2</sub>O, NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub> dan NH<sub>4</sub>OH dengan metode pengendapan basa melalui teknik refluks. TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad pada berbagai prosen berat kromium juga berhasil diperoleh dari Ti(O<sub>2</sub>)O.2H<sub>2</sub>O sebagai sumber titanium dan amonium kromat sebagai sumber kromium berbagai variasi prosentase logam dalam kondisi basa NH<sub>4</sub>OH dengan metode pengendapan basa melalui teknik injeksi panas.

Gambar 2 menunjukkan foto SEM dan EDAX dari TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad 3,3 % vanadium dan TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad 3,9 % kromium yang menunjukkan nanopartikel. Keberadaan nanopartikel pada semua sampel diperjelas berdasarkan hasil perhitungan ukuran rata-rata partikel (D) berdasarkan data luas permukaannya (S<sub>BET</sub>) seperti pada Tabel 1 dan 2. Berdasarkan table tersebut, TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad 3,3 % vanadium memiliki ukuran rata-rata partikel sebesar 62,68 nm, sedangkan TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad 3,9 % kromium sebesar 48,05 nm.





**Gambar 2.** Foto SEM dan EDAX: (a)  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad 3,3 % vanadium dan (b).  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad 3,9 % kromium.

Berdasarkan Tabel 1 dan 2, terdapat perbedaan komposisi teoritis dengan eksperimen. Pada penambahan teoritis masing-masing persentase berat vanadium dalam padatan sebesar 3; 6 dan 9 %, hanya menghasilkan masing-masing persentase berat vanadium dalam padatan sebesar 2,3; 3,3 dan 4,9 % secara eksperimen, sedangkan penambahan persentase berat kromium menghasilkan 1,1; 3,9 dan 4,4 %.

**Tabel 1.** Komposisi atom, luas permukaan ( $S_{\text{BET}}$ ), dan ukuran rata-rata partikel  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad variasi prosen berat vanadium yang dihasilkan dengan metode pengendapan basa melalui teknik refluks.

V teoritis (%)	Komposisi kimia (EDAX) (%)			Perbandingan mol = Ti : V	V eksperimen (%)	$S_{\text{BET}}$ ( $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ )	*D (nm)
	Ti	V	O				
0	51,7	0	48,3	-	0	46	31,34
3	44,5	2,3	53,2	0,958 : 0,040	2,3	40	36,04
6	36,0	3,3	60,7	0,922 : 0,074	3,3	23	62,68
9	29,9	4,9	65,3	0,868 : 0,126	4,9	17	84,80

$$*D = 6000 / (S_{\text{BET}} \times \rho) \text{ dengan } \rho \text{ untuk } \text{TiO}_2 = 4,162 \text{ g/cm}^3$$

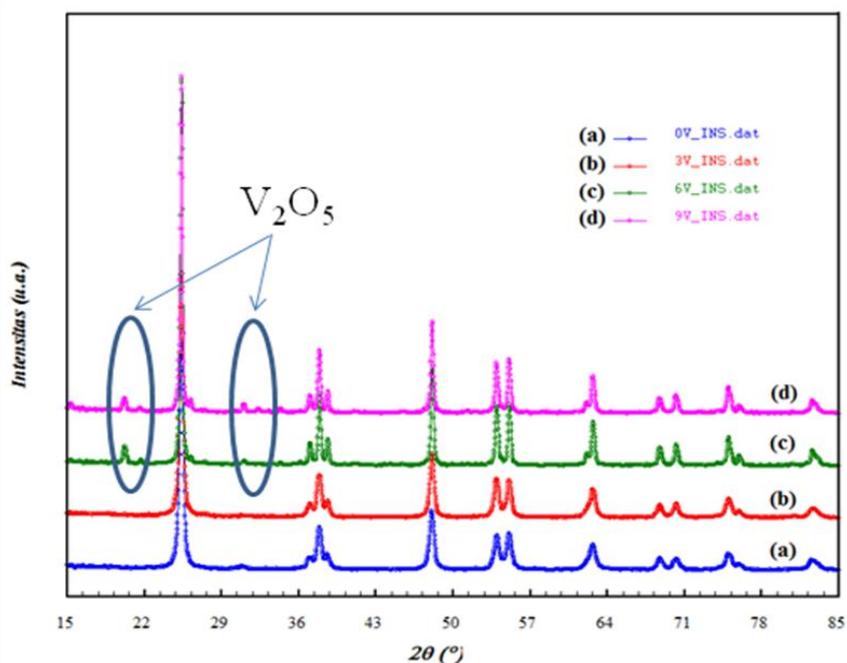
**Tabel 2.** Komposisi atom, luas permukaan ( $S_{\text{BET}}$ ), dan ukuran rata-rata partikel  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad variasi prosen berat kromium yang dihasilkan dengan metode pengendapan basa melalui teknik refluks injeksi panas.

Cr teoritis (%)	Komposisi kimia (EDAX) (%)			Perbandingan mol = Ti : Cr	Cr eksperimen (%)	$S_{\text{BET}}$ ( $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ )	*D (nm)
	Ti	Cr	O				
0	30,5	-	69,5	-	0	33	43,68
3	23,0	1,1	75,9	0,974 : 0,046	1,1	65	22,18
6	41,5	3,9	54,6	0,912 : 0,079	3,9	30	48,05
9	56,3	4,4	39,3	0,923 : 0,066	4,4	111	12,99

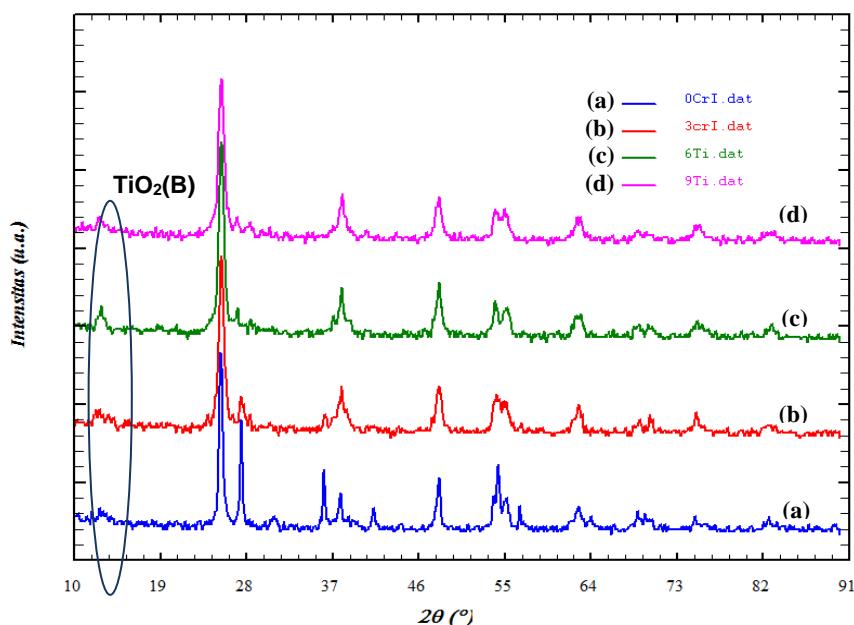
$$*D = 6000 / (S_{\text{BET}} \times \rho) \text{ dengan } \rho \text{ untuk } \text{TiO}_2 = 4,162 \text{ g/cm}^3$$

#### XRD $\text{TiO}_2$ terdahad-vanadium dan -kromium

Gambar 3 menunjukkan pola XRD dari TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad variasi prosen berat vanadium. Semua sampel memiliki pola XRD yang sama, kecuali pada TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad 3,3 % dan 4,9 % vanadium terdapat pola XRD yang menunjukkan kehadiran kristal V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Berdasarkan puncak difraksi yang kuat pada sudut sekitar (25,36; 37,84; 48,11; 54,38; 55,07 dan 62,88°) menunjukkan kehadiran fasa TiO<sub>2</sub>-anatase. Puncak-puncak utama tersebut terindeks sebagai bidang-bidang refleksi: (101), (103), (200), (105), (211), dan (213) dari fasa TiO<sub>2</sub>-anatase yang sesuai dengan kartu ICDD No. 01-075-2550.



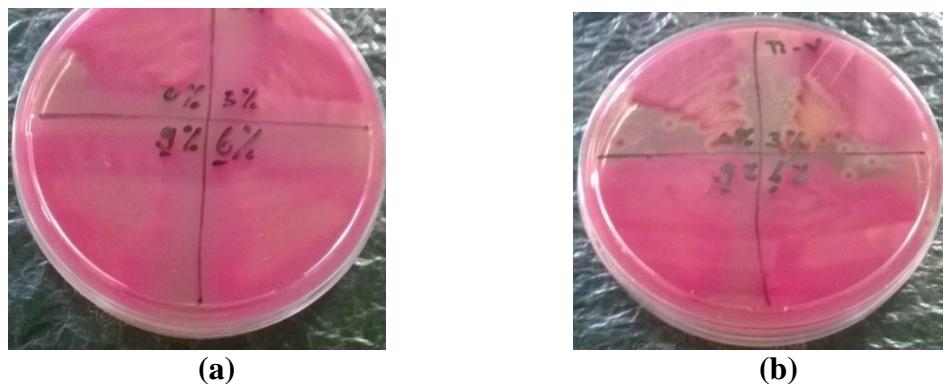
**Gambar 3.** Pola difraksi sinar-X TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad variasi prosen berat vanadium yang dihasilkan dengan metode pengendapan basa melalui teknik refluks : (a). 0 %, (b). 2,3 %, (c). 3,3 % dan (d). 4,9 %.



**Gambar 4.** Pola difraksi sinar-X TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad variasi prosen berat kromium yang dihasilkan dengan metode pengendapan basa melalui teknik injeksi panas: (a). 0 %, (b). 1,1 %, (c). 3,9 % dan (d). 4,4 %.

#### Aktivitas antibakteri TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad vanadium

Metode yang digunakan adalah dilusi cair untuk menentukan kadar bunuh minimum (KBM) terhadap bakteri *E. coli*. Media pertumbuhan yang digunakan adalah BHI. Pengujian ini diawali dengan pembuatan suspensi sampel TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad variasi persentase berat vanadium. Masing-masing sampel ditimbang sebanyak 0,01 gram dan dilarutkan dengan menambahkan akuades sampai volume 50 mL kemudian dihomogenkan hingga membentuk koloid menggunakan sonifikator. Konsentrasi larutan sampel yang didapatkan adalah 200 ppm. Selanjutnya disiapkan 6 tabung reaksi steril, tabung pertama diisi 1 mL larutan BHI sebagai kontrol negatif (K-), tabung kedua diisi 1mL larutan BHI dan 1 mL bakteri *E. coli* sebagai kontrol positif (K+), dan 4 tabung lainnya diisi 1 mL BHI, 1 mL bakteri *E. coli*, dan masing-masing satu sampel. Kemudian tabung di inkubasi dalam inkubator selama 24 jam pada temperature 37 °C. Temperatur yang digunakan adalah 37 °C karena merupakan temperatur optimum untuk pertumbuhan bakteri. Setelah diinkubasi selama 24 jam kemudian dilakukan pengamatan secara visual.



**Gambar 5.** Plate berisi Tabung berisi TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad variasi persentase berat vanadium: (a). sebelum diinkubasi dan (b). setelah diinkubasi.

Larutan berisi TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad variasi persentase berat vanadium yang belum diinkubasi berwarna kekuningan dan transparan, sedangkan setelah diinkubasi larutan dalam tabung berubah menjadi keruh kecuali tabung K-. Hal ini menunjukkan adanya aktivitas bakteri *E. coli* pada tabung selain tabung K-. Tahap selanjutnya adalah menggoreskan larutan yang telah diinkubasi pada *plate* yang berisi telah berisi media tumbuh bakteri. *Plate* pertama di bagi ke dalam dua zona sebagai K+ dan K-, *plate* kedua dibagi ke menjadi 4 zona untuk TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad variasi persentase vanadium. *Plate* yang telah digores selanjutnya di inkubasi selama 24 jam pada temperatur 37 °C.

Pengujian ini dilakukan untuk melihat pertumbuhan koloni bakteri. Hasil pengamatan pada *plate* yang terlihat pada Gambar 5 menunjukkan adanya koloni bakteri *E. coli* pada sampel berisi pendahad vanadium: 0 dan 2,3 % berupa bintik berwarna kekuningan yang merupakan koloni bakteri. Hasil pengujian itu didapatkan bahwa Kadar Bunuh Minimum TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad vanadium terjadi pada penambahan pendahad vanadium sebesar 3,3 % dengan konsentrasi sampel 400 ppm.

**Tabel 3.** Hasil Pengujian aktivitas TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad vanadium terhadap antibakteri *Escherichia Coli* dengan metode dilusi cair

Prosen berat V dalam Sampel	Hasil Pengujian	
	TiO <sub>2</sub> -anatase terdahad vanadium (Pengujian 1)	TiO <sub>2</sub> -anatase terdahad vanadium (Pengujian 2)
0 %	+	+
2,3 %	+	+
3,3 %	-	-
4,9 %	-	-
K +	+	+
K -	-	-

Catatan: (+) : Tumbuh *Escherichia Coli* (-) : Tidak Tumbuh *Escherichia Coli*  
K+ : Media BHI dan suspensi bakteri *Escherichia Coli*

K- : Media BHI

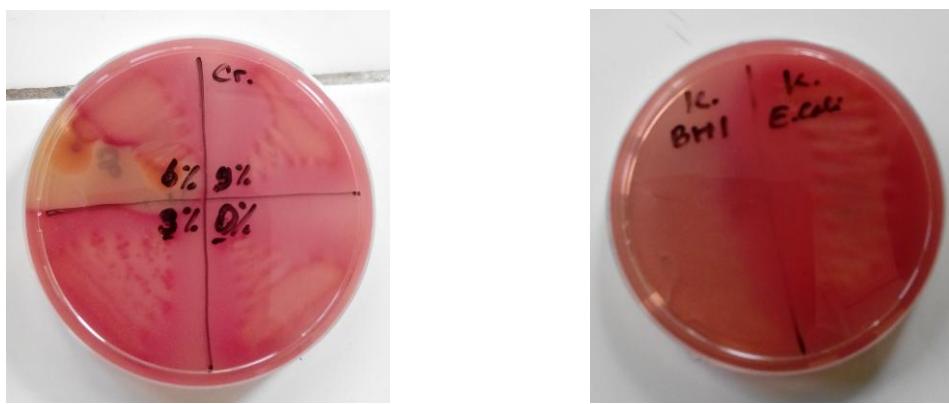
Pengujian dilakukan 2 kali perulangan dan hasil pengujian lebih rinci disajikan dalam Tabel 3. Berdasarkan Tabel 3, diperoleh hasil kadar minimum (KBM)  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad vanadium dari berbagai konsentrasi. Sampel  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad 0 % dan 1,1 % vanadium pada pengujian pertama dan pengujian kedua terjadi pertumbuhan koloni bakteri *E. Coli* yang diperoleh dengan cara membandingkan dengan media kontrol K+ dan K- pada masing-masing sampel. Hasil ini menunjukan bahwa  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad 0 % dan 1,1 % vanadium tidak memiliki sifat aktivitas antibakteri terhadap bakteri *E. Coli*. Sebaliknya, sampel  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad 3,3 % dan 4,9 % vanadium pada pengujian pertama dan pengujian kedua tidak terjadi pertumbuhan koloni bakteri *E. Coli*. Pada  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad vanadium 3,3 dan 4,9 % dimungkinkan adanya tekanan osmotik berkurang sehingga permeabilitas sel rusak, akibatnya terjadilah kerusakan dinding sel yang diikuti oleh kerusakan membran sitoplasma dan komponen intrasel, sehingga *E. Coli* tidak dapat berkembang biak. Hasil pengujian ini disimpulkan bahwa kehadiran  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad 3,3 dan 4,9 % vanadium mampu meningkatkan aktivitas antibakteri *E. coli*, sehingga  $\text{TiO}_2$  terdahad vanadium sangat potensional sebagai material antibakteri. Berdasarkan hal di atas, aktivitas antibakteri pada  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad 3,3 dan 4,9 % vanadium dikarenakan adanya kehadiran  $\text{V}_2\text{O}_5$  yang terdeteksi dengan XRD sebagaimana pada Gambar 3.

### Aktivitas antibakteri $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad kromium

Metode yang digunakan adalah dilusi cair untuk menentukan kadar bunuh minimum (KBM) terhadap bakteri *E. Coli* dengan media pertumbuhan BHI. Sebelum dilakukan pengujian aktivitas antibakteri, sampel  $\text{Ti}_{(1-x)}\text{Cr}_x\text{O}_2$  terdahad kromium yang bervariasi sebesar 0; 1,1; 3,9 dan 4,4 %. Masing-masing sampel padat ditimbang 0,01 gram, kemudian ditambahkan akuades 50 mL dan dilakukan pengadukan dan sonifikator hingga terbentuk suspensi. Kemudian menyediakan 6 tabung untuk masing-masing konsentrasi diatas dan media BHI. Tabung 1 diisi suspensi  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad 0 % kromium dalam media hambat cair ditambah 1 mL suspensi bakteri *E. coli* dan 1 mL larutan BHI. Tabung 2 diisi 1 mL suspensi  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad 1,1 % kromium dalam media hambat cair ditambah 1 mL suspensi bakteri *E. coli* dan 1 mL larutan BHI. Tabung 3 diisi 1 mL suspensi  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad 3,9 % kromium dalam media hambat cair ditambah 1 mL suspensi bakteri *E. coli* dan 1 mL larutan BHI. Selanjutnya tabung 4 diisi dengan 1 mL suspensi  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad 4,4 % kromium dalam media hambat cair ditambah 1 mL suspensi bakteri *E. coli* dan 1 mL larutan BHI. Tabung 5 diisi dengan 1 mL

suspensi bakteri *E. coli* dan 1 mL larutan BHI tanpa suspensi bakteri *E. coli* sebagai media kontrol pertumbuhan bakteri (K+). Sedangkan tabung 6 diisi dengan 1 mL larutan BHI sebagai media kontrol bakteri mati (K-). Kemudian keenam tabung tersebut diinkubasi dalam inkubator.

Pengujian tersebut dilakukan sebanyak dua kali percobaan. Tabung sebelum diikubasi terlihat bahwa semua larutan berwana bening kekuningan. Setelah dilakukan inkubasi pada temperatur 37 °C selama 24 jam dalam ruangan tertutup terlihat adanya perubahan warna pada semua tabung yang berubah menjadi keruh kecuali pada tabung 6 (tabung kontrol media K-) karena tidak adanya bakteri *E. coli*. Pada saat inkubasi pada alat inkubator dilakukan tanpa terkena cahaya pada temperatur 37 °C selama 24 jam. Temperatur 37 °C merupakan temperatur optimum pada bakteri *E. coli*. Setelah itu campuran suspensi dalam tabung tersebut diamati dengan cawan yang berisi bakteri *E. coli* yang dibandingkan dengan kontrol pertumbuhan (K+) dan kontrol mati (K-). Untuk mengetahui kadar bunuh minimum (KBM), sampel yang telah diinkubasi digoreskan pada media hambat padat yang kemudian diinkubasi pada temperatur 37 °C selama 24 jam. Selanjutnya sampel yang telah diinkubasi pada media hambat padat diamati dengan membandingkan kontrol pertumbuhan (K+) dan kontrol mati (K-) seperti Gambar 6.



**Gambar 6.** a). Plate berisi TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad variasi pesentase berat kromium setelah diinkubasi dan b). kontrol K+ dan K-

**Tabel 4.** Hasil Pengujian aktivitas TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad kromium terhadap antibakteri *Escherichia Coli* dengan metode dilusi cair

Prosen berat kromium dalam sampel (%)	Hasil Pertumbuhan	
	TiO <sub>2</sub> -anatase terdahad kromium (Pengujian 1)	TiO <sub>2</sub> -anatase terdahad kromium (Pengujian 2)
0%	+	+
1,1%	+	+

3,9%	+	+
4,4%	+	+
K+	+	+
K-	-	-

Catatan: (+) : Tumbuh *Escherichia Coli* (-) : Tidak Tumbuh *Escherichia Coli*

K+ : Media BHI dan suspensi bakteri *Escherichia Coli*

K- : Media BHI

Hasil pengamatan kadar bunuh minimum (KBM) ditampilkan pada Tabel 4. Berdasarkan Tabel 4, diperoleh hasil kadar minimum (KBM)  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad kromium dari berbagai konsentrasi. Semua sampel yaitu  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad 0; 1,1 ; 3,9 dan 4,4 % kromium pada pengujian pertama dan pengujian kedua terjadi pertumbuhan koloni bakteri *E. Coli* yang diperoleh dengan cara membandingkan dengan media kontrol K+ dan K- pada masing-masing sampel. Hasil ini menunjukan bahwa  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad kromium pada berbagai variasi kromium tidak memiliki sifat aktivitas antibakteri terhadap bakteri *E. Coli*. Kehadiran  $\text{TiO}_2$ -anatase terdahad kromium tidak mampu menghambat pertumbuhan *E. Coli*, karena kodisi percobaan dalam keadaan gelap sehingga tidak memungkinkan terbentuknya radikal bebas atau *reactive oxygen species* (ROS), seperti:  $\text{O}_2^\cdot$  and  $\text{HO}^\cdot$  yang mampu merusak membran sel bakteri. Berdasarkan peneltian yang telah dilakukan pada pengujian *E. Coli*, radikal bebas  $\text{HO}^\cdot$  diasumsikan memiliki peran besar dalam inhibisi pertumbuhannya (Sunada *et al.*, 2003).

## KESIMPULAN

TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad berbagai variasi pesentase berat -vanadium dan -kromium telah dilakukan uji aktivitas aktibakteri terhadap bakteri *Eschericia Coli*. Metode yang digunakan adalah dilusi cair untuk menentukan kadar bunuh minimum (KBM) terhadap bakteri *E. Coli*. Uji aktivitas antibakteri TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad-vanadium dan -kromium dilakukan terhadap bakteri *E. Coli* dalam kondisi tanpa sinar (gelap). Hasil pengujian menunjukkan bahwa kehadiran TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad 0 % dan 1,1 % vanadium tidak mampu menghambat petumbuhan *E. Coli*, sebaliknya TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad 3,3 % dan 4,9 % vanadium mampu menghambat pertumbuhan bakteri (aktivitas antibakteri) *E. Coli*. Semua TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad-kromium tidak mampu menghambat pertumbuhan bakteri (aktivitas antibakteri) *E. Coli*. Kemampuan TiO<sub>2</sub>-anatase terdahad 3,3 % dan 4,9 % vanadium sebagai antibakteri dikarenakan kehadiran kristal V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini dibiayai oleh Direktorat Umum Pendidikan Tinggi, Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan melalui Hibah Penelitian Unggulan Pendidikan Tinggi (PUPT) tahun 2014 dengan No. kontrak: 230/UPT-BOPTN/UN34.21/2014.

## DAFTAR PUSTAKA

- Al-Hartomy, O.A., 2014. Synthesis, Characterization, Photocatalytic and Photo-Voltaic Performance of Ag-Doped TiO<sub>2</sub> Load on the Pt-Carbon Spheres. *Materials Science in Semiconductor Processing* 27, 71-78.
- Ashkarran, A.A. and Mohammadizadeh, M.R., 2008. Superhydrophilicity of TiO<sub>2</sub> Thin Films Using TiCl<sub>4</sub> as a Precursor. *Materials Research Bulletin* 43, 522-530.
- Ashkarran, A.A., 2011. Antibacterial Properties of Silver-Doped TiO<sub>2</sub> Nanoparticles under Solar Simulated Light. *Journal of Theoretical and Applied Physics* 4-4, 1-8.
- Awati, P.S., Awate, S.V., Shah, P.P. and Ramaswamy, V., 2003. Photocatalytic Decomposition of Methylene Blue Using Nanocrystalline Anatase Titania Prepared by Ultrasonic Technique. *Catalysis Communications* 4, 393-400.
- Bowen P., 2002. Particle Size Distribution Measurement from Millimeters to Nanometers, and from Rods to Platelets. *Journal of Dispersion Science and Technology* 23 (5), 631- 662.
- Bowen, P., 2002, Particle Size Distribution Measurement from Millimeters to Nanometers and From Rods to Platelets. *Journal of Dispersion Science and Technology* 23 (5), 631-662.
- Chang, S.M., and Liu, W.S., 2014. The Roles of Surface-Doped Metal Ions (V, Mn, Fe, Cu, Ce, and W) in the Interfacial Behavior of TiO<sub>2</sub> Photocatalysts. *Applied Catalysis B: Environmental* 156-157, 466-475.
- Dai, Q., Zhang, Z., He, N., Li, P. and Yuan, C., 1999. Preparation and Characterization of Mesostructured Titanium Dioxide and Its Application as a Photocatalyst for the Wastewater Treatment. *Materials Science and Engineering* C8-9, 417-423.
- Dědková, K., Matějová, L., Matějová, K., Peikertová, P., Mamulová Kutláková, K., And Kukutschová, J., 2013. Study of the Antibacterial Activity of Cerium Doped TiO<sub>2</sub> Photocatalysts. *Nanocon2013: 5<sup>th</sup> International Conference October 16<sup>th</sup>-18<sup>th</sup> 2013.* Hotel Voronez I. Brno. Czech Republic, pp. 1-7.
- Dong, F., Zhao, W., and Wu, Z., 2008. Characterization and Photocatalytic Activities of C, N and S co-Doped TiO<sub>2</sub> with 1D Nano-Structure Prepared by the Nano-confinement Effect. *Nanotechnology* 19, 365607-365617.
- Grätzel, M., 2004. Conversion of Sunlight to Electric Power by Nanocrystalline Dye-sensitized Solar Cells. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*. 164, 3-14.
- Grätzel, M., 2005. Solar Energy Conversion by Dye-Sensitized Photovoltaic Cells. *Inorganic Chemistry* 44, 6841-6851.

- Gupta, K., Singh, R.P., Pandey, A. and Pandey, A., 2013. Photocatalytic Antibacterial Performance of TiO<sub>2</sub> and Ag-doped TiO<sub>2</sub> Against *S. aureus*, *P. aeruginosa* and *E. coli*. *Beilstein Journal of Nanotechnology* 4, 345–351.
- Haghi, M., Hekmatafshar, M., Janipour, M.B., Gholizadeh S.S., Faraz, M.K., Sayyadifar, F., and Ghaedi, M., 2012. Antibacterial Effect of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles on Pathogenic Strain of *E. coli*. *International Journal of Advanced Biotechnology and Research* 3 (3), 621-624.
- Harikishore, M., Sandhyarani, M., Venkateswarlu, K., Nellaippan, T.A., and Rameshbabu, N., 2014. Effect of Ag Doping on Antibacterial and Photocatalytic Activity of Nanocrystalline TiO<sub>2</sub>. *Procedia Materials Science* 6, 557-566.
- Huang, Z., Maness, P.C., Blake, D.M., Wolfrum, E.J., Smolinski, S. and Jacoby, W.A. 2000. Bactericidal Mode of Titanium Dioxide Photocatalysis. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 130, 163-170.
- Liu, B., Wang, X., Cai, G., Wen, L., Song, Y., and Zhao, X., 2009. Low Temperature Fabrication of V-Doped TiO<sub>2</sub> Nanoparticles, Structure and Photocatalytic Studies. *Journal of Hazardous Materials* 169, 1112-1118.
- Maness, P.C., Smolinski, S., Blake, D.M., Huang, Z., Wolfrum, E.J. and Jacoby, W.A., 1999. Bactericidal Activity of Photocatalytic TiO<sub>2</sub> Reaction: Toward and Undersding of Its Killing Mechanism, Applied and Environmental. *Microbiology* 65 (9), 4094-4098.
- Masuda, Y. and Kato, K., 2008. Liquid-Phase Patterning and Microstructure of Anatasee TiO<sub>2</sub> Films on SnO<sub>2</sub>:F Substrates Using Superhydrophilic Surface. *Chemistry of Material* 20, 1057-1063.
- Sikong, L., Kongreong, B., Kantachote, D., and Sutthisripak, W., 2010. Photocatalytic Activity and Antibacterial Behavior of Fe<sup>3+</sup>-Doped TiO<sub>2</sub>/SnO<sub>2</sub> Nanoparticles. *Energy Research Journal* 1 (2), 120-125.
- Stoyanova, A.M., Hitkova, H.Y., Ivanova, N.K., Bachvarova-Nedelcheva, A.D., Iordanova, R.S., and Sredkov, M.P., 2013. Photocatalytic and Antibacterial Activity of Fe-doped TiO<sub>2</sub> Nanoparticles Prepared by Nonhydrolytic Sol-Gel Method. *Bulgarian Chemical Communications* 45 (4), 497-504.
- Sun, J., Qiao, L., Sun, S., and Wang, G., 2008. Photocatalytic Degradation of Orange G on N-Doped TiO<sub>2</sub> Catalysts Under Visible Light and Sunlight Irradiation. *Journal of Hazardous Materials* 155, 312-319.
- Sunada, K.; Watanabe, and T.; Hashimoto, K., 2003. Studies on Photokilling of Bacteria on TiO<sub>2</sub> Thin Film. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 156, 227–233.
- Tan, B., and Wu, Y., 2006. Dye-Sensitized Solar Cells Based on Anatasee TiO<sub>2</sub> Nanoparticle/Nanowire Composites. *Journal of Physical Chemistry B* 110, 15932-15938.
- Thuy, N.M., Van, D.Q., and Hai, L.T.H., 2012. The Visible Light Activity of the TiO<sub>2</sub> and TiO<sub>2</sub>:V<sup>4+</sup> Photocatalyst. *Nanomaterials and Nanotechnology* 2, 1-8.

- Tian, B., Li, C., and Zhang, J., 2012. One Step Preparation, Characterization and Visible-Light Photo-Catalytic Activity of Cr-doped TiO<sub>2</sub> with Anatase and Rutile Bicrystalline Phases. *Chemical Engineering Journal* 191, 402-409.
- Verdier, T., Coutand, M., Bertron, A., and Roques, C., 2014. Antibacterial Activity of TiO<sub>2</sub> Photocatalyst Alone or in Coatings on *E. Coli*: the Influence of Methodological Aspects. *Coatings* 4, 670-686.
- Yang, J., Cui, S., Qiao, J. Q., and Lian, H. Z., 2014. The Photocatalytic Dehalogenation of Chlorophenols and Bromophenols by Cobalt Doped Nano TiO<sub>2</sub>. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* 395, 42-51.
- Yang, X., Cao, C., Hohn, K., Erickson, L., Maghirang, R., Hamal, D., and Klabunde, K., 2007. Highly Visible Light Active C- and V-Doped TiO<sub>2</sub> for Degradation of Acetaldehyde. *Journal of Catalysis* 252, 296-302.
- Zhang, D.R., Liu, H.N., Han, S.Y., and Piao, W.X., 2013. Synthesis of Sc- and V-Doped TiO<sub>2</sub> Nano-Particles and Photodegradation of Rhodamine-B. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 19, 1838-1844.
- Zhao, K., Wu, Z., Tang, R., and Jiang, Y., 2013. Preparation of Highly Visible-Light Photocatalytic Active N-Doped TiO<sub>2</sub> Microcuboids. *Journal of Korean Chemical Society* 57 (4), 489-492.
- Zhao, Y., Qiu, X., and Burda, C., 2008. The Effects of Sintering on the Photocatalytic Activity of N-doped TiO<sub>2</sub> Nanoparticles. *Chemistry of Materials* 20, 2629-2636.