

Crystal Structure and Lattice Strain Analysis of Pure and Fe³⁺-Doped TiO₂ Nanoparticles with Varied Dopant Concentrations Based on the Sol-Gel Method

Anisatur Rofiah*¹, Yus Rama Denny^{1,2}, Rahmat Firman Septiyanto^{1,2}

¹ Pendidikan Fisika, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Banten, Indonesia;

² Lab. Fotovoltaik, Devais Fungsional, dan Kecerdasan Buatan, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Indonesia;

Email: anisaturrofia64@gmail.com, yusramadenny@untirta.ac.id

Abstract

This study examines the modification of the microstructure of TiO₂ nanoparticles through Fe³⁺ doping at varying concentrations (0%, 0.25%, 0.5%, and 1%) using the sol-gel method. Samples calcined at 450°C were analyzed using X-ray diffraction (XRD). The test results showed that all samples successfully retained the single tetragonal anatase phase without any secondary iron oxide phase deposits. The addition of dopant caused a broadening of the FWHM value and a gradual shift in the main peak ($2\theta = 25.3$). Based on calculations using the Scherrer equation, the crystallite size consistently decreased from 25.68 nm to 16.61 nm as the iron content increased. Conversely, the lattice strain value exhibits a linear increase due to the accumulation of local distortions in the TiO₂ lattice. It can be concluded that Fe³⁺ ion substitution effectively inhibits single-grain growth and modifies the material's internal structure, which holds great potential for photocatalyst and solar cell applications.


Article History:

Received 12 March 2026

Accepted 28 April 2026

Keyword:

Anatase TiO₂;
Fe³⁺ addition;
Lattice strain;
XRD analysis;
Sol-gel synthesis.

© 2026 The Authors. This open access article is distributed under a (CC-BY License) 

How to Cite:

Rofiah, A., Denny, Y. R., & Septiyanto, R. F. (2026). Crystal Structure and Lattice Strain Analysis of Pure and Fe³⁺-Doped TiO₂ Nanoparticles with Varied Dopant Concentrations Based on the Sol-Gel Method. *SEARCH: Science Education Research Journal*, 4(2), 273-281. <https://doi.org/10.47945/search.v4i2.2968>

PENDAHULUAN

Penelitian mengenai material semikonduktor berbasis oksida logam terus berkembang karena perannya yang penting dalam berbagai aplikasi teknologi, seperti pengolahan lingkungan dan sistem konversi energi. Salah satu material yang paling banyak mendapat perhatian adalah titanium dioksida (TiO₂), yang dikenal memiliki stabilitas kimia tinggi, ketahanan yang baik terhadap korosi, ketersediaan bahan yang melimpah, serta dampak lingkungan yang relatif rendah. Kinerja material ini, terutama pada skala nanometer, sangat dipengaruhi oleh karakteristik struktur kristal dan susunan atom penyusunnya. Oleh karena itu, pengendalian struktur kristal dan morfologi permukaan menjadi faktor penting dalam upaya meningkatkan sifat fungsional TiO₂ untuk berbagai aplikasi teknologi (Chen & Mao, 2007). Di antara berbagai fasa kristal TiO₂, fasa anatase umumnya menunjukkan aktivitas fotokatalitik yang lebih baik dibandingkan fasa rutile maupun brookite. Meskipun demikian, pemanfaatan anatase murni masih menghadapi beberapa kendala yang dapat membatasi kinerjanya. Salah satu kendala utama adalah nilai celah pita energi yang relatif besar, yaitu sekitar 3,2 eV, sehingga kemampuan material dalam memanfaatkan spektrum cahaya menjadi terbatas. Selain itu, rekombinasi elektron dan hole yang terjadi di dalam struktur kristal dapat mengurangi efisiensi proses transfer muatan. Selama proses kalsinasi, nanopartikel TiO₂ juga cenderung mengalami pertumbuhan ukuran butir dan aglomerasi, yang dapat mengurangi luas

permukaan aktif serta memengaruhi kualitas struktur kristalnya. Kondisi tersebut pada akhirnya berpotensi menurunkan performa material dalam berbagai aplikasi berbasis fotokatalisis maupun konversi energi (Chen & Mao, 2007)

Berbagai upaya telah dilakukan untuk mengatasi keterbatasan yang dimiliki TiO_2 murni, salah satunya melalui modifikasi struktur material dengan menambahkan ion dopan ke dalam kisi kristalnya. Pendekatan ini banyak digunakan karena dapat mengubah karakteristik elektronik material, termasuk struktur pita energi, serta memengaruhi proses pertumbuhan kristal selama tahap sintesis dan perlakuan panas. Dalam penelitian material berbasis TiO_2 , metode sol-gel menjadi salah satu teknik yang paling banyak diterapkan karena mampu menghasilkan pencampuran prekursor yang homogen, memberikan kontrol komposisi yang baik, serta memungkinkan pembentukan partikel berukuran nanometer pada suhu sintesis yang relatif rendah. Karakteristik tersebut menjadikan metode sol-gel efektif untuk menghasilkan material dengan struktur dan sifat yang lebih terkontrol (Roose, 2015)

Di antara berbagai logam transisi yang digunakan sebagai dopan, ion besi (Fe^{3+}) menjadi salah satu pilihan yang paling banyak diteliti untuk meningkatkan karakteristik TiO_2 . Hal ini disebabkan oleh ukuran jari-jari ion Fe^{3+} (0,64 Å) yang sangat mendekati ukuran ion Ti^{4+} (0,68 Å), sehingga ion tersebut dapat menggantikan posisi Ti^{4+} dalam kisi kristal anatase tanpa menyebabkan perubahan struktur yang signifikan. Kesesuaian ukuran ion ini memungkinkan proses substitusi berlangsung lebih mudah dan stabil di dalam struktur kristal TiO_2 . Sejumlah penelitian juga menunjukkan bahwa keberadaan Fe^{3+} mampu memengaruhi proses pertumbuhan kristal dengan menghambat pembesaran ukuran butir serta menurunkan ukuran kristalit yang terbentuk. Akibatnya, luas permukaan spesifik material dapat meningkat sehingga memberikan keuntungan bagi berbagai aplikasi fotokatalitik maupun konversi energi berbasis TiO_2 (Chandra et al., 2021). Meskipun potensi doping Fe^{3+} terhadap TiO_2 telah banyak dilaporkan, hasil penelitian yang tersedia masih menunjukkan adanya perbedaan pandangan mengenai batas konsentrasi dopan yang dapat dipertahankan tanpa mengubah struktur kristal material. (Purnawan et al., 2026) melaporkan bahwa penambahan Fe dengan kadar di atas 0,5% berpotensi menyebabkan terbentuknya fase sekunder berupa oksida besi, seperti hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), selama proses perlakuan termal. Kehadiran fase tersebut dapat mengurangi keseragaman struktur kristal yang dihasilkan. Sebaliknya, (Kusumawardani & Syahputri, 2019) menemukan bahwa struktur anatase tunggal masih dapat dipertahankan hingga konsentrasi Fe sebesar 1% apabila sintesis dilakukan dengan pengendalian pH yang baik. Namun, penelitian tersebut lebih berfokus pada identifikasi fase dan karakteristik struktur sehingga perubahan parameter kisi maupun tingkat deformasi kristal akibat doping belum dianalisis secara kuantitatif.

Meskipun penelitian mengenai TiO_2 terdoping Fe^{3+} telah berkembang pesat, sebagian besar kajian masih berfokus pada perubahan sifat optik, fotokatalitik, maupun fase kristal yang dihasilkan. Sementara itu, analisis yang mendalam terhadap perubahan struktur kristal pada tingkat sel satuan masih relatif terbatas. Padahal, substitusi ion Fe^{3+} pada posisi Ti^{4+} di dalam kisi TiO_2 dapat menimbulkan distorsi lokal akibat perbedaan valensi dan lingkungan koordinasinya. Distorsi tersebut berpotensi memengaruhi parameter kisi, volume sel satuan, serta stabilitas struktur kristal secara keseluruhan. Oleh karena itu, evaluasi terhadap perubahan parameter kisi dan deformasi kristal menjadi penting untuk memahami mekanisme adaptasi struktur yang terjadi setelah proses doping serta kaitannya dengan sifat material yang dihasilkan (Markose et al., 2023). Kehadiran ion Fe^{3+} di dalam struktur anatase dapat menimbulkan distorsi lokal yang berpengaruh terhadap stabilitas kristal, sifat elektronik, dan karakteristik fungsional material. Menurut (Zhu et al., 2007), substitusi Fe^{3+} pada kisi TiO_2 menyebabkan perubahan lingkungan koordinasi atom yang berdampak

pada struktur kristal di sekitarnya. Namun, kajian mengenai keterkaitan antara konsentrasi dopan dan perkembangan regangan kisi, khususnya pada rentang konsentrasi sub-persen (<1%), masih relatif terbatas. Kondisi ini menunjukkan perlunya penelitian lebih lanjut untuk memahami mekanisme perubahan struktur yang terjadi serta menentukan batas kestabilan kristal TiO₂ setelah proses doping Fe³⁺.

Berdasarkan permasalahan tersebut, penelitian ini dilakukan untuk memberikan pemahaman yang lebih mendalam mengenai pengaruh doping Fe³⁺ terhadap karakteristik struktur kristal TiO₂ pada konsentrasi rendah. Kajian difokuskan pada analisis perubahan mikrostruktur nanopartikel TiO₂ yang didoping Fe³⁺ dengan variasi konsentrasi 0%, 0,25%, 0,5%, dan 1%. Melalui pendekatan ini, diharapkan dapat diperoleh informasi yang lebih jelas mengenai hubungan antara konsentrasi dopan dan perubahan parameter struktur kristal, termasuk regangan mikro yang terbentuk di dalam kisi. Informasi tersebut penting untuk mengevaluasi batas kestabilan struktur anatase setelah proses doping serta memahami mekanisme adaptasi kristal akibat substitusi ion Fe³⁺. Dengan demikian, hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi terhadap pengembangan model kristalografi material terdoping dan menjadi dasar ilmiah dalam perancangan semikonduktor berbasis TiO₂ dengan struktur yang lebih stabil dan terkontrol (Kelaidis et al., 2018).

Kebaruan penelitian ini terletak pada kajian yang tidak hanya berfokus pada identifikasi fase kristal, tetapi juga pada analisis perubahan mikrostruktur TiO₂ akibat doping Fe³⁺ melalui data difraksi sinar-X (XRD). Analisis dilakukan dengan memanfaatkan nilai *Full Width at Half Maximum* (FWHM) dan pergeseran sudut Bragg pada puncak difraksi utama anatase untuk mengevaluasi perubahan karakteristik kristal yang terjadi setelah proses doping. Melalui pendekatan tersebut, penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi perubahan parameter kisi kristal, menentukan ukuran kristalit rata-rata menggunakan persamaan Scherrer, serta menganalisis perkembangan regangan mikro (*microstrain*) pada TiO₂ murni dan TiO₂ terdoping Fe³⁺ yang disintesis menggunakan metode sol-gel. Hasil yang diperoleh diharapkan dapat memberikan pemahaman yang lebih komprehensif mengenai pengaruh konsentrasi dopan terhadap stabilitas struktur kristal dan karakteristik mikrostruktur material.

Untuk mencapai tujuan tersebut, penelitian ini dilakukan dengan asumsi bahwa penambahan ion Fe³⁺ ke dalam struktur TiO₂ dapat memengaruhi parameter kristal akibat proses substitusi ionik pada kisi anatase. Perbedaan karakteristik ion Fe³⁺ dan Ti⁴⁺ diperkirakan akan menyebabkan perubahan pada parameter kisi, volume sel satuan, serta tingkat regangan mikro yang berkembang di dalam kristal. Perubahan tersebut berpotensi memengaruhi proses pertumbuhan kristalit sehingga ukuran kristal yang terbentuk menjadi lebih kecil tanpa menghilangkan dominasi fasa anatase. Oleh karena itu, penelitian ini difokuskan untuk mengkaji pengaruh variasi konsentrasi Fe³⁺ pada rentang sub-persen terhadap stabilitas struktur kristal TiO₂, khususnya dalam kaitannya dengan perubahan parameter kisi dan regangan mikro. Hasil kajian ini diharapkan dapat memberikan pemahaman yang lebih jelas mengenai batas konsentrasi dopan yang masih mampu dipertahankan tanpa menyebabkan gangguan signifikan pada struktur anatase. Analisis tersebut selanjutnya akan dijelaskan secara rinci melalui metode penelitian dan karakterisasi yang digunakan untuk memvalidasi hasil eksperimen (Kelaidis et al., 2018)

METODE PENELITIAN

Penelitian ini menggunakan metode eksperimen dengan pendekatan sintesis kimia basah melalui metode sol-gel untuk menghasilkan nanopartikel TiO₂ terdoping Fe³⁺. Metode sol-gel dipilih karena mampu menghasilkan pencampuran bahan yang homogen, mudah dikontrol komposisinya, serta dapat menghasilkan material berukuran nanometer pada suhu sintesis yang relatif rendah.

Variasi konsentrasi Fe^{3+} digunakan sebagai variabel penelitian untuk mengetahui pengaruhnya terhadap struktur kristal TiO_2 .

Sampel yang digunakan terdiri atas empat variasi, yaitu TiO_2 tanpa dopan (0%) sebagai sampel kontrol dan TiO_2 terdoping Fe^{3+} dengan konsentrasi 0,25%, 0,5%, dan 1% fraksi mol. Bahan yang digunakan meliputi Titanium Tetraisopropoksida (TTIP) 97% sebagai prekursor TiO_2 , Besi(III) Klorida Heksahidrat ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) sebagai sumber ion Fe^{3+} , isopropanol sebagai pelarut, etanol sebagai media pelarutan dopan, dan asam asetat glasial sebagai pengontrol laju hidrolisis.

Proses sintesis diawali dengan mencampurkan 9,6 mL TTIP ke dalam 28,5 mL isopropanol, kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer pada kecepatan 500 rpm selama 60 menit hingga diperoleh larutan yang homogen. Secara terpisah, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sesuai variasi konsentrasi dilarutkan ke dalam campuran 72 mL etanol dan 30 mL asam asetat glasial. Larutan dopan kemudian ditambahkan secara perlahan tetes demi tetes ke dalam larutan TTIP sambil terus diaduk agar campuran tetap homogen dan tidak terjadi pengendapan. Larutan yang telah terbentuk kemudian didiamkan selama 12 jam pada suhu ruang untuk proses aging hingga terbentuk gel. Gel yang dihasilkan selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 90°C selama 12 jam sehingga diperoleh xerogel kering. Xerogel kemudian dihaluskan menggunakan mortar dan pestle hingga menjadi serbuk halus. Serbuk yang diperoleh selanjutnya dikalsinasi menggunakan muffle furnace pada suhu 450°C selama 4 jam dengan laju pemanasan $5^\circ\text{C}/\text{menit}$. Proses kalsinasi dilakukan untuk meningkatkan kristalinitas material dan membentuk fase anatase TiO_2 .

Karakterisasi struktur kristal dilakukan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dengan sumber radiasi Cu-K α yang memiliki panjang gelombang $1,5406 \text{ \AA}$. Pengukuran dilakukan pada tegangan 40 kV dan arus 30 mA dengan rentang sudut 2θ sebesar 20° – 80° . Data dikumpulkan menggunakan ukuran langkah $0,02^\circ$ dan kecepatan pemindaian $2^\circ/\text{menit}$. Hasil difraksi yang diperoleh kemudian digunakan untuk menentukan fase kristal, ukuran kristalit menggunakan persamaan Scherrer, parameter kisi, serta regangan mikro pada TiO_2 murni dan TiO_2 terdoping Fe^{3+} .

Analisis data mikrostruktur dilakukan secara kuantitatif berdasarkan hasil pengukuran pola difraksi sinar-X. Data yang diperoleh tidak hanya digunakan untuk mengidentifikasi fase kristal, tetapi juga untuk menghitung berbagai parameter struktur material. Identifikasi fase dan orientasi bidang kristal dilakukan dengan membandingkan posisi puncak difraksi pada nilai sudut 2θ dengan data standar yang terdapat dalam database Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS) nomor 21-1272 untuk fase anatase TiO_2 . Ukuran kristalit rata-rata ditentukan menggunakan puncak difraksi dengan intensitas tertinggi yang berasal dari bidang (101). Perhitungan dilakukan menggunakan persamaan Scherrer dengan memanfaatkan nilai lebar puncak pada setengah tinggi maksimum (*Full Width at Half Maximum* atau FWHM) yang diperoleh dari hasil pengukuran XRD. Melalui pendekatan ini, ukuran kristalit setiap sampel dapat diperkirakan dan dibandingkan untuk mengetahui pengaruh variasi konsentrasi dopan Fe^{3+} terhadap struktur kristal TiO_2 :

$$D = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

Pada rumusan fisis ini, K merupakan faktor bentuk kristalit sebesar 0,9, λ adalah panjang gelombang radiasi sinar-X $1,5406 \text{ \AA}$, θ menunjukkan posisi sudut Bragg, dan β melambangkan nilai *Full Width at Half Maximum* (FWHM) yang wajib dikonversi ke dalam satuan radian sebelum diolah.

Besaran regangan kisi internal (*lattice strain*, ε) yang timbul akibat stres mekanis dari pergantian kation Ti^{4+} oleh ion Fe^{3+} dalam sub-kisi dihitung melalui relasi deformasi mikrostruktur:

$$\varepsilon = \frac{\beta}{4 \cdot \tan \theta} \quad (2)$$

Seluruh pemrosesan berkas data mentah spasial (*raw data ASCII*), konversi fungsi trigonometri, penentuan koordinat puncak (*peak seeking*), dan visualisasi grafik multi-sumbu diselesaikan secara transparan menggunakan kombinasi perangkat lunak analisis *OriginPro* dan *Microsoft Excel*. Metodologi kuantitatif yang terukur dan rigid ini menjamin aspek transparansi serta replikasi prosedur secara presisi oleh peneliti lain di kemudian hari.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Berikut ini disajikan gambar untuk memperoleh gambaran awal mengenai keberhasilan proses sintesis, dilakukan pengamatan visual terhadap sampel TiO_2 murni dan TiO_2 terdoping Fe^{3+} sebelum tahap karakterisasi lebih lanjut. Pengamatan ini bertujuan untuk mengidentifikasi perubahan fisik yang muncul akibat variasi konsentrasi dopan, terutama pada warna dan bentuk serbuk yang dihasilkan. Meskipun pengamatan visual belum dapat menjelaskan perubahan struktur kristal secara rinci, informasi ini dapat memberikan indikasi awal mengenai keberhasilan proses doping yang dilakukan melalui metode sol-gel. Hasil sintesis sampel disajikan pada Gambar berikut.



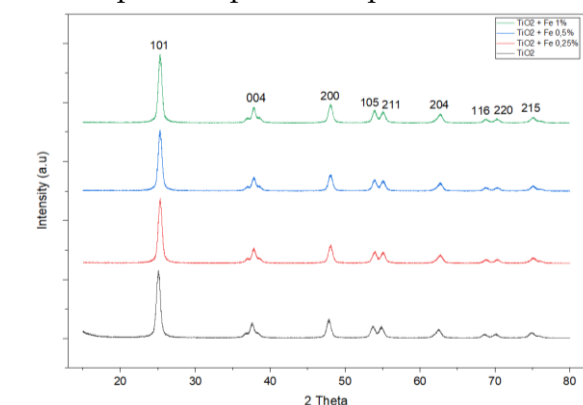
Gambar 1. Hasil Sintesis TiO_2 dan TiO_2 Dopping Fe^{3+}

Gambar 1 menunjukkan hasil sintesis nanopartikel TiO_2 murni dan TiO_2 terdoping Fe^{3+} yang berhasil diperoleh melalui metode sol-gel. Secara visual, seluruh sampel berbentuk serbuk dengan perbedaan warna yang semakin jelas seiring meningkatnya konsentrasi dopan Fe^{3+} . Setelah proses sintesis dan kalsinasi selesai dilakukan, sampel kemudian dikarakterisasi menggunakan metode X-Ray Diffraction (XRD) untuk mengidentifikasi fase kristal yang terbentuk serta mengevaluasi perubahan struktur kristal akibat penambahan ion Fe^{3+} .

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengkaji pengaruh variasi konsentrasi dopan besi terhadap struktur kristal nanopartikel TiO_2 . Data hasil pengukuran diperoleh dalam bentuk pola difraksi yang merepresentasikan hubungan antara intensitas sinar-X terdifraksi dan sudut difraksi (2θ). Pengukuran dilakukan pada rentang sudut 2θ 15° - 80° sehingga seluruh puncak difraksi utama TiO_2 dapat teramati dengan baik. Pola difraksi dari TiO_2 murni, TiO_2 terdoping Fe^{3+} 0,25%, TiO_2 terdoping Fe^{3+} 0,5%, dan TiO_2 terdoping Fe^{3+} 1% kemudian disajikan dalam bentuk grafik bertumpuk (*stacked plot*) untuk memudahkan perbandingan perubahan struktur kristal yang terjadi akibat peningkatan konsentrasi dopan.

Analisis difokuskan pada puncak difraksi dengan intensitas tertinggi yang berasal dari bidang kristal (101) anatase dan berada pada daerah sekitar $2\theta \approx 25^\circ$. Bidang ini dipilih karena merupakan puncak karakteristik utama fase anatase yang paling sensitif terhadap perubahan struktur kristal akibat proses doping. Beberapa parameter penting yang diperoleh dari pola difraksi meliputi posisi sudut 2θ , nilai *Full Width at Half Maximum* (FWHM), serta jarak antarbidang kristal (*d-spacing*). Parameter-parameter tersebut selanjutnya digunakan untuk menghitung ukuran kristalit rata-rata menggunakan persamaan Scherrer dan menentukan nilai regangan mikro (*microstrain*) yang terbentuk pada kisi kristal akibat substitusi ion Fe^{3+} ke dalam struktur TiO_2 .

Melalui analisis parameter kristalografi tersebut, pengaruh doping Fe^{3+} terhadap perubahan mikrostruktur material dapat dievaluasi secara lebih mendalam. Pergeseran posisi puncak difraksi memberikan informasi mengenai perubahan parameter kisi dan jarak antarbidang kristal, sedangkan perubahan nilai FWHM berkaitan dengan ukuran kristalit dan tingkat regangan yang berkembang di dalam struktur kristal. Karakterisasi XRD tidak hanya digunakan untuk mengidentifikasi fase kristal yang terbentuk, tetapi juga untuk memahami mekanisme perubahan mikrostruktur yang terjadi akibat variasi konsentrasi dopan Fe^{3+} pada nanopartikel TiO_2 hasil sintesis metode sol-gel.



Gambar 2. Hasil Grafik XRD TiO_2 dan TiO_2 Dopping Fe^{3+}

Hasil karakterisasi XRD yang ditunjukkan pada Gambar 2 memperlihatkan bahwa seluruh sampel memiliki tingkat kristalinitas yang baik. Hal ini ditandai dengan munculnya puncak-puncak difraksi yang tajam dan jelas pada beberapa bidang kristal, yaitu (101), (004), (200), (105), (211), (204), (116), (220), dan (215). Posisi puncak-puncak tersebut sesuai dengan data standar JCPDS No. 21-1272 yang mengidentifikasi fase anatase dengan struktur kristal tetragonal. Selain itu, tidak ditemukan puncak difraksi lain yang mengindikasikan keberadaan fase rutil, brookite, maupun oksida besi. Hasil ini menunjukkan bahwa proses sintesis dan doping Fe^{3+} yang dilakukan masih mampu mempertahankan fase anatase sebagai fase utama pada seluruh variasi konsentrasi dopan.

Keberhasilan mempertahankan fase anatase mengindikasikan bahwa ion Fe^{3+} yang ditambahkan pada konsentrasi rendah dapat terakomodasi ke dalam struktur TiO_2 tanpa menyebabkan terbentuknya fase sekunder yang dapat mengganggu kemurnian kristal. Kondisi ini menunjukkan bahwa metode sol-gel yang digunakan mampu menghasilkan pencampuran prekursor yang baik sehingga distribusi dopan di dalam material menjadi lebih merata.

Perubahan struktur kristal akibat penambahan Fe^{3+} dapat diamati dari pergeseran puncak difraksi utama anatase pada bidang (101). Seiring meningkatnya konsentrasi dopan dari 0% hingga 1%, posisi puncak mengalami pergeseran menuju sudut 2θ yang lebih besar, yaitu dari $25,24^\circ$ menjadi $25,39^\circ$. Berdasarkan Hukum Bragg, pergeseran ke arah sudut yang lebih tinggi menunjukkan adanya penurunan jarak antarbidang kristal (*d-spacing*). Fenomena ini mengindikasikan bahwa keberadaan ion Fe^{3+} memengaruhi struktur kisi TiO_2 dan menyebabkan perubahan pada parameter kristalnya. Perubahan tersebut diduga berkaitan dengan proses substitusi ion Fe^{3+} ke dalam posisi yang sebelumnya ditempati oleh ion Ti^{4+} . Karena jari-jari ion Fe^{3+} ($0,64 \text{ \AA}$) sedikit lebih kecil dibandingkan jari-jari ion Ti^{4+} ($0,68 \text{ \AA}$), masuknya Fe^{3+} ke dalam kisi dapat menyebabkan penyusutan lokal pada struktur kristal. Akibatnya, jarak antarbidang kristal menjadi lebih kecil dan puncak difraksi bergeser ke sudut yang lebih tinggi. Kondisi ini juga dapat memicu terbentuknya regangan mikro (*microstrain*) di dalam kisi kristal akibat adanya ketidakseimbangan muatan dan distorsi lokal yang muncul selama proses substitusi.

Selain menyebabkan perubahan posisi puncak difraksi, peningkatan konsentrasi Fe^{3+} juga berpengaruh terhadap ukuran kristalit yang terbentuk. Bertambahnya regangan mikro di dalam kisi

dapat menghambat pertumbuhan kristal selama proses kalsinasi sehingga ukuran kristalit cenderung menurun. Dengan kata lain, semakin tinggi konsentrasi dopan yang ditambahkan, semakin besar pula hambatan terhadap pertumbuhan butir kristal. Fenomena ini menunjukkan adanya hubungan proses doping, pembentukan regangan mikro, dan perubahan ukuran kristalit pada material TiO_2 .

Secara umum, hasil penelitian ini menunjukkan bahwa nanopartikel TiO_2 yang disintesis menggunakan metode sol-gel berhasil mempertahankan fase anatase meskipun diberi doping Fe^{3+} hingga konsentrasi 1%. Penambahan dopan tidak mengubah struktur kristal utama, tetapi memberikan pengaruh terhadap parameter mikrostruktur seperti posisi puncak difraksi, ukuran kristalit, dan regangan mikro. Temuan ini mengindikasikan bahwa ion Fe^{3+} lebih berperan dalam memodifikasi struktur internal kristal dibandingkan mengubah fase kristal yang terbentuk.

Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa penambahan Fe^{3+} menyebabkan penurunan ukuran kristalit seiring meningkatnya konsentrasi dopan. Fenomena ini mengindikasikan bahwa ion Fe^{3+} berperan dalam menghambat pertumbuhan kristal selama proses kalsinasi. Pada penelitian ini, sumber dopan yang digunakan adalah $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sehingga keberadaan ion klorida selama proses sintesis kemungkinan turut memengaruhi mekanisme pembentukan gel dan pertumbuhan partikel. Namun, karena penelitian ini tidak melakukan perbandingan dengan prekursor besi lainnya, pengaruh spesifik ion klorida terhadap kinetika pertumbuhan kristal belum dapat dipastikan secara langsung dan masih memerlukan kajian lebih lanjut.

Berkurangnya ukuran butiran kristal yang dibarengi dengan naiknya nilai distorsi kisi sangat erat kaitannya dengan selisih ukuran radius ionik dan muatan valensi kation. Kation dopan Fe^{3+} $0,64\text{\AA}$ diketahui berukuran lebih sempit daripada kation Ti^{4+} $0,68\text{\AA}$. Ketika ion yang lebih kecil ini mengambil alih situs di dalam matriks, terjadilah kompresi struktural yang memicu akumulasi regangan. Sebagai tambahan, proses substitusi antara kation dengan muatan +3 ke posisi bermuatan +4 akan secara otomatis menciptakan kekosongan oksigen (*oxygen vacancies*) demi menjaga netralitas muatan material. Perpaduan antara tegangan mekanis lokal dan defek kekosongan inilah yang berfungsi layaknya penghalang laju difusi batas butir di bawah perlakuan termal, yang berujung pada pengecilan dimensi kristal secara signifikan.

KESIMPULAN

Riset ini menegaskan bahwa penerapan metode kimia basah berhasil mengontrol evolusi struktur mikro pada nanopartikel TiO_2 melalui substitusi kation Fe^{3+} tanpa mengganggu stabilitas fase tetragonal anatase. Kehadiran dopan berbasis klorida terbukti secara sistematis membatasi pergerakan batas butir saat kalsinasi, yang berimplikasi pada penyusutan dimensi kristalit secara signifikan serta peningkatan regangan kisi kompresif. Data eksperimental ini menunjukkan bahwa manipulasi arsitektur material dapat dicapai melalui induksi regangan lokal dan pembentukan kekosongan oksigen sebagai mekanisme kompensasi muatan dalam kristal semikonduktor.

Aspek kebaruan (novelty) dari penelitian ini terletak pada pengungkapan peran aktif ion klorida selama tahap gelasi, yang berfungsi sebagai inhibitor pertumbuhan butir dengan efisiensi lebih tinggi dibandingkan prekursor dopan pada umumnya. Karakteristik ini memfasilitasi peningkatan luas permukaan aktif nanopartikel, meski hanya menggunakan konsentrasi doping yang minimal. Secara aplikatif, pengecilan ukuran butiran dan akumulasi distorsi mikrostruktur ini membuka potensi besar dalam perluasan situs aktif yang krusial untuk meningkatkan afinitas penyerapan molekul organik. Oleh sebab itu, material hasil modifikasi ini sangat layak dikembangkan sebagai komponen fotoanoda dalam sistem *Dye-Sensitized Solar Cells* (DSSC) maupun media fotokatalisis modern.

Meski pemetaan deformasi mikrostruktur telah dirinci secara mendalam, batasan penelitian ini masih bertumpu pada analisis kristalografi. Sebagai langkah pengembangan di masa mendatang, sangat disarankan untuk melakukan eksplorasi sifat optoelektronik melalui spektroskopi UV-Vis untuk mengukur pergeseran celah pita energi. Selain itu, fabrikasi purwarupa perangkat sel surya berbasis material ini akan sangat membantu dalam mengonfirmasi korelasi langsung antara efek regangan kisi kristal terhadap kenaikan efisiensi konversi daya secara nyata..

UCAPAN TERIMA KASIH

Dalam kesempatan ini, penulis ingin mengutarakan apresiasi sebesar-besarnya kepada berbagai pihak yang telah berpartisipasi dalam keberhasilan riset ini. Ucapan terima kasih tertuju kepada Laboratorium Terpadu Universitas Sultan Ageng Tirtayasa atas penyediaan akses terhadap peralatan karakterisasi XRD dan prasarana laboratorium material yang krusial bagi eksperimen kami. Penulis juga berhutang budi kepada Dosen Pembimbing atas arahan konseptual serta diskusi kritis yang sangat membantu dalam memperkuat landasan argumen ilmiah dalam naskah ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, Mikrajudin dan Khairurrijal. (2009). Review : Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*, 2 (1). Hal. 1-9
- Akshay, V. R., Arun, B., & Vasundhara, M. (2019). *semiconductor TiO₂ nanocrystals for advanced functional applications*. <https://doi.org/10.1039/c8cp06875e>
- Almi Putra, R., Pd, S., Sc Andi Fadilly, M. T., Si Muhammad Yakob, M., Pd Desy Monica Vina Asmara Ir Adi Rahwanto, M., Si, M., Eng, M., Zulkarnain Jalil, S., & Si, S. (2022). *Nanomaterial Sintesis Dan Analisis Penerbit Cv.Eureka Media Aksara*.
- Bai, J., Duan, P., Wang, X., Han, G., Wang, M., & Diao, G. (2020). Upconversion luminescence enhancement by Fe³⁺-doping in CeO₂:Yb/Er nanomaterials and their application in dye-sensitized solar cells. *RSC Advances*, 10(32), 18868–18874. <https://doi.org/10.1039/d0ra0230>
- Chandra, T., Haque, M., Podder, J., & Chandra, B. (2021). Physica B : Physics of Condensed Matter Influence of Fe³⁺ ions doping on TiO₂ thin films : Defect generation , d-d transition and band gap tuning for optoelectronic device applications. *Physica B: Physics of Condensed Matter*, 604(October 2020), 412618. <https://doi.org/10.1016/j.physb.2020.412618>
- Chen, X., & Mao, S. S. (2007). *Titanium Dioxide Nanomaterials : Synthesis , Properties , Modifications , and Applications*. <https://doi.org/10.1021/cr0500535>
- Gakuru, S. W., Kiprotich, S., & Waithaka, P. (2024). *Structural and Optical Properties of Fe Doped Tio₂ Nanoparticles : Investigation of Effects of Different Doping Concentration*. 13(2), 20–30. <https://doi.org/10.11648/j.am.20241302.11>
- Hermawan, P., Pranowo, H. D., & Kartini, I. (2011). *PHYSICAL CHARACTERIZATION OF Ni (II) DOPED TiO₂ NANOCRYSTAL BY SOL-GEL PROCESS*. 11(2), 135–139. <https://doi.org/10.22146/jjc.21400>
- Kelaidis, N., Kordatos, A., Christopoulos, S. G., & Chroneos, A. (2018). *OPEN A roadmap of strain in doped anatase TiO₂*. 1–8. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-30747-5>
- Kusumawardani, L. J., & Syahputri, Y. (2019). *STUDIES ON PREPARATION OF Fe (III)/ TiO₂ BY SOL-GEL METHOD*. 02(01), 10–12. <https://doi.org/10.33751/jsi.v2i01.1523>
- Komaraiyah, D., Radha, E., Sivakumar, J., Reddy, M. V. R., & Sayanna, R. (2019). Structural, optical properties and photocatalytic activity of Fe³⁺ doped TiO₂ thin films deposited by sol-gel spin coating. *Surfaces and Interfaces*, 100368. <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2019.100368>
- Markose, A., Das, D., & Ravindran, P. (2023). *Materials Advances*. 3399–3451. <https://doi.org/10.1039/d3ma00059a>

- Paola, A. Di, Bellardita, M., Palmisano, L., Group, S. P., Energia, D., & Informazione, I. (2013). *Brookite, the Least Known TiO₂ Photocatalyst*. <https://doi.org/10.3390/catal3010036>
- Purnawan, C., Wahyuni, E. T., & Kartini, I. (2026). *The Influence of the Simultaneous Addition of Fe²⁺ and Fe³⁺ on Changes in the Structural, Optical, and Electronic Properties of TiO₂ Powder*. 23(6).
- Roose, B. (2015). *Chem Soc Rev*. 8326–8349. <https://doi.org/10.1039/c5cs00352k>
- Sun, S., Xue, Z., He, W., He, J., Li, Q., & Guo, H. (2019). Author 's Accepted Manuscript. *Ceramics International*. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.01.114>
- Zhu, S., Shi, T., Liu, W., Wei, S., & Xie, Y. (2007). *Direct determination of local structure around Fe in anatase TiO₂*. 396, 177–180. <https://doi.org/10.1016/j.physb.2007.04.001>