

# PENGARUH DOPING-N DAN SUHU KALSINASI PADA AKTIVITAS FOTOKATALIS $\text{TiO}_2$ UNTUK DEGRADASI FENOL

---

Endah Suci Amalina, Viki Andriyani dan Mega Kurnia putri

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang  
Email : esaba5@yahoo.co.id

**Abstrak.** Fenol merupakan salah satu senyawa organik yang berasal dari buangan industri dan cukup berbahaya bagi lingkungan. Senyawa fenol dalam konsentrasi tertentu dapat memberikan efek buruk terhadap manusia, antara lain berupa kerusakan hati dan ginjal, penurunan tekanan darah, pelemahan otot jantung hingga kematian. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh massa optimum, waktu penyinaran dan sumber sinar yang digunakan. Proses fotokatalis yang melibatkan partikel-partikel semikonduktor N- $\text{TiO}_2$  dibawah iluminasi sinar UV akan menghasilkan radikal hidroksil yang dapat mendegradasi fenol. Preparasi N- $\text{TiO}_2$  dilakukan dengan metode sonokimia dan dikalsinasi pada suhu  $550^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Karakterisasi XRD memperlihatkan adanya puncak-puncak karakteristik N- $\text{TiO}_2$  bentuk tetragonal. Hasil karakterisasi DR-UV menunjukkan nilai energi gap N- $\text{TiO}_2$  sebesar 3,09eV cenderung menyebabkan penurunan energi celah pita yang diperoleh dari rasio N- $\text{TiO}_2$  1% dengan suhu  $550^\circ\text{C}$ . Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa preparasi N- $\text{TiO}_2$  telah berhasil dilakukan dan dapat digunakan untuk mendegradasi fenol.

Kata Kunci : Suhu Kalsinasi, Aktivitas Fotokatalis  $\text{TiO}_2$ , Degradasi Fenol

## PENDAHULUAN

Titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) merupakan semikonduktor bersifat fotokatalis, dapat diaktifkan oleh cahaya pada tingkat energi yang sesuai. Fotokatalis  $\text{TiO}_2$  telah banyak diteliti dalam usaha pemanfaatannya untuk mendekomposisi polutan organik dengan bantuan cahaya matahari. Dilaporkan bahwa fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dengan iluminasi cahaya ultra ungu (UV) mampu mendegradasi senyawa organik seperti metilen biru (Fujisima, 2000). Energi celah pita (*band gap*)  $\text{TiO}_2$  relatif besar, berkisar 3,0 eV fasa kristal rutil dan 3,2 eV untuk anatase, menyebabkan keterbatasan dalam aplikasinya, karena hanya dapat aktif pada daerah cahaya ultra ungu ( $\lambda < 380 \text{ nm}$ ) yang merupakan fraksi relatif kecil (8%) dibandingkan cahaya tampak (45%) yang terkandung dalam spektrum sinar matahari (Burda, 2003). Berbagai upaya telah dilakukan untuk meningkatkan kemampuan  $\text{TiO}_2$  mengabsorpsi energi hingga di daerah cahaya tampak, sehingga meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya (Asahi, 2007).

Beberapa faktor dari doping-N yang mempengaruhi aktivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2$ , dalam

selisih energi celah untuk spesies selitan N pada TiO<sub>2</sub> mencapai 0,73 eV di atas puncak pita valensi. Sedangkan selisih energi celah pita untuk substitusi N pada TiO<sub>2</sub> mencapai 0,14 eV (Di Valentin, 2004).

Pengaruh kenaikan konsentrasi fraksi mol pada doping dari 1%, 3%, dan 5% itu dapat menurunkan mobilitas hole dan resistensinya. Tetapi akan menyebabkan meningkatnya bandgap. Jadi semakin bertambah konsentrasinya maka akan meningkat bandgapnya (Lestari, 2012).

Pada penelitian ini akan dilakukan fotodegradasi terhadap limbah fenol dengan fotokatalis antara TiO<sub>2</sub> dan TiO<sub>2</sub>-doping-N. Proses fotodegradasi dengan menggunakan TiO<sub>2</sub>-doping-N dipengaruhi oleh (i) waktu penyinaran, energi radiasi dari penyinaran dapat mempengaruhi reaksi kimia yang terjadi (ii) suhu kalsinasi antara 400 °C, 450 °C dan 500 °C, dari suhu kalsinasi dapat mempengaruhi doping-N terhadap karakterisasi TiO<sub>2</sub>.

## METODE

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu TiO<sub>2</sub> Merck, Urea Merck, TiPP 98% (Merck), Etanol 96% [C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH] (Merck), CH<sub>3</sub>COOH 100% (Merck), aqua DM, larutan kalium ferisianida 8%, larutan 4-aminoantipirin 2% (Merck), NH<sub>4</sub>OH 0,5N(Merck), KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 0,2M (Merck), K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> 0,2M (Merck). Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu seperangkat alat gelas (Pyrex), Magnetic stirrer (IKAMAG), Oven (Memmert), pipet tetes, neraca analitik (Ohaus), *Cleaning bath ultrasonic* (BRANSON 1510, 45 kHz), Furnace (Barnstead Thermolyne 1400), X-Ray Diffraction (Siemens D-5000), Scanning Electron Microscope Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDX) (LEO 1530VP), Diffuse Reflectance Ultra Violet (DR-UV) (UV 1700 PHARMASPEC) dan lampu UV dengan panjang gelombang 365 nm.

Analisis Scanning Electron Microscope Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX) yang digunakan untuk mengetahui foto TiO<sub>2</sub> dengan kemampuan perbesaran yang tinggi. Selain itu juga dapat mengetahui % mol Urea yang terdopankan didalam katalis. Pada analisis menggunakan spektrofotometer Scanning Electron Microscope Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX) Perbesaran yang digunakan pada analisis SEM-EDX ini yaitu perbesaran awal 20.000 kali serta perbesaran akhir 60.000 kali. Analisis EDX didapatkan % massa masing-masing unsur yang terkandung didalam katalis.

Diffuse Reflectance-UV (DR-UV) untuk mengetahui nilai band gap dari masing masing katalis karena berpengaruh terhadap kinerja semikonduktor dalam mengalirkan elektron dan hole. Alat yang digunakan adalah spektrofotometer UV-Vis. Analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis dilakukan dengan rentang panjang gelombang dari 200 nm sampai 800 nm, hasil pembacaan dari analisis ini adalah absorbansi dan panjang gelombang.

Penentuan struktur kristal yang diperoleh dilakukan dengan metode difraksi Sinar X. Interpretasi dilakukan melalui perbandingan dengan data pustaka. Penentuan ukuran kristal N, TiO<sub>2</sub>, dan N-TiO<sub>2</sub> yang diperoleh ditentukan dengan persamaan Scherrer.

$$t = \frac{0,9\lambda}{B \cos \theta_b} \quad (1)$$

Dengan t adalah ukuran,  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar X yang digunakan, B adalah lebar puncak pada setengah intensitas, sedangkan  $\theta_b$  adalah sudut puncak.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi gugus-gugus fungsional dipelajari dengan spektrofotometer FTIR pada panjang gelombang 4000 - 400 cm<sup>-1</sup> dan hasilnya disajikan pada Tabel 4.1

**Tabel 4.1 Gugus Fungsional**

No.	Gugus Fungsional	Bilangan Gelombang		
		TSP 1%	TSP 3%	TSP 5%
1.	Vibrasi ulur -OH dari TiOH	2412,74	2376,32	3620,3
2.	Vibrasi tekuk -OH dari TiOH atau N-H	1700,47	1700,39	1700,7
3.	Vibrasi asimetris N/Ti	1244,38	1212,15	1542,7
4.	Vibrasi Ti-O-Ti dari TiO <sub>2</sub>	749,78	680,35	683,33

Tabel 4.1 menunjukkan bahwa terdapat serapan pada frekuensi 3800-3400 cm<sup>-1</sup> yang merupakan vibrasi ulur -OH dari gugus NH dan TiOH. Bilangan gelombang yang dihasilkan pada daerah serapan ini masing-masing komposit TSP 1%, TSP 3% dan TSP 5% yaitu 2412,74 ; 2376,32 dan 3620,3.

Frekuensi 1700-1630 menunjukkan bahwa terdapat pita serapan pada komposit TSP 1%, TSP 3% dan TSP 5% masing-masing sebesar 1700,47 ; 1700,39 ; 1700,7. Serapan tersebut merupakan vibrasi tekuk -OH yang berasal dari TiOH. Vibrasi asimetris N-H dari Ti-O-Ti muncul pada frekuensi 1000-600 cm<sup>-1</sup>, hal ini diperlihatkan oleh TSP 1%, TSP 3% dan TSP 5% pada panjang gelombang 749,78; 680,35 dan 683,33. Pada bilangan gelombang 1550-1000 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi Ti-N yang menunjukkan telah terbentuk komposit TiO<sub>2</sub>/N. Hasil ini mengindikasikan bahwa TSP dipreparasi dengan mengkombinasikan nanopartikel TiO<sub>2</sub> dan doping N.

Pada difraktogram TiO<sub>2</sub>/N metode A, B dan C terdapat refleksi dengan intensitas yang tajam pada daerah  $2\theta = 25,2831$  untuk metode A,  $2\theta = 25,2965^\circ$  untuk metode B dan  $2\theta = 25,2286$  untuk metode C yang merupakan puncak karakteristik TiO<sub>2</sub> dengan bentuk *anatase*. Dari difraktogram TiO<sub>2</sub>/N metode A, B dan C tidak terlihat refleksi TiO<sub>2</sub> secara jelas di daerah  $2\theta$  sebelum  $20^\circ$ . Hal ini dapat terjadi karena refleksi TiO<sub>2</sub> baik *anatase* maupun *rutile* tidak muncul pada  $2\theta$  kurang dari  $20^\circ$ . Refleksi TiO<sub>2</sub> mulai terlihat antara  $2\theta = 25^\circ$  hingga  $2\theta = 75^\circ$ . Refleksi ini terlihat jelas pada  $2\theta = 25^\circ, 38^\circ, 48^\circ, 55^\circ, 62^\circ$ . Pada TiO<sub>2</sub>/N metode A memiliki intensitas yang hampir sama pada TiO<sub>2</sub>/N metode B dan metode C. Hal ini terjadi karena tumpang tindih refleksi TiO<sub>2</sub> dan N. Sedangkan pada  $2\theta = 25^\circ$  terjadi *splitting* puncak menjadi dua yang disebabkan karena munculnya refleksi N. Puncak ini merupakan puncak TiO<sub>2</sub> dengan bentuk *anatase*. Daerah  $2\theta = 48^\circ$  juga menunjukkan refleksi dari TiO<sub>2</sub> dengan bentuk *anatase*. Menurut data *Powder Diffraction File* (PDF) kristal SiO<sub>2</sub> muncul pada daerah  $2\theta = 25^\circ, 38^\circ, 48^\circ, 54^\circ, 62^\circ$ . TiO<sub>2</sub>/N hasil sintesis telah memiliki kesesuaian dengan material TiO<sub>2</sub> dari data *Powder Diffraction File* (PDF) nomor 84- 1286 yaitu kristal fase *anatase*.

**Tabel 4.2 Hasil Perhitungan Ukuran Partikel TiO<sub>2</sub>**

No.	Sampel	Ukuran Partikel (nm)
1.	Metode TiO <sub>2</sub> /N A	31,222
2.	Metode TiO <sub>2</sub> /N B	25,703
3.	Metode TiO <sub>2</sub> /N C	36,848

Berdasarkan n data difraksi sinar X dapat diketahui bahwa ukuran kristal tunggal yang dihasilkan yaitu 31,222 nm untuk TiO<sub>2</sub>/N metode A, 25,7031 nm untuk TiO<sub>2</sub>/N metode B dan 36,8486 untuk TiO<sub>2</sub>/N untuk metode C.

## SIMPULAN DAN SARAN

### Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, Rasio mol TiO<sub>2</sub>/N mempengaruhi nilai *band gap* namun tidak terlalu signifikan. Metode pencampuran reaktan dalam sintesis TiO<sub>2</sub>/N mempengaruhi struktur dan ukuran partikel. Dari hasil penelitian ini, dapat dinyatakan bahwa proses fotokatalitik dapat diterapkan untuk mendegradasi fenol.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, Mikrajuddin. 2009. Penjernihan Air Dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalis pada Permukaan Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>). *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*. Berita Penelitian Institut Teknologi Bandung. ISSN 1979-0880, 53-55
- Anpo, M. 2000. Utilization of TiO<sub>2</sub> photocatalysts in green chemistry. *Pure Appl. Chem.* 72: 1265-1270.
- Anthoni B.Aritonang, Yuni K.Krisnandi dan Jarnuzi Gunlazuardi. 2009. Sintesis Fotokatalis N-dope TiO<sub>2</sub> dan Uji Aktivasi Katalitik Terhadap Degradasi Metilen Blue di Daerah Sinar Tampak. *Artikel Kimia. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI*
- Asahi R and Morikawa T. 2007. Nitrogen Complex Spesies and Its Chemical Nature in TiO<sub>2</sub> for Visible-Light Sensitized Photocatalysis. *Chemical Physics*, 339 : 57-63
- Astuti, Z.H. 2007. Kebergantungan Ukuran Nanopartikel Terhadap Warna yang Dipancarkan pada Proses Deeksitasi. *Tugas Divais Fotonim*. Bandung: Institut Teknologi Bandung