

## Pembentukan Hidrogen dari Air Secara Fotokatalitik oleh Serbuk TiO<sub>2</sub> yang Didoping Nitrogen

Febrina Arfi<sup>1</sup>, Hermansyah Aziz<sup>2</sup>, Admin Alif<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Ar-Raniry, Banda Aceh

<sup>2</sup>Laboratorium Kimia Fisika, FMIPA, Universitas Andalas Padang

Email: [arfi2102@gmail.com](mailto:arfi2102@gmail.com)

Received: April 2016; Revised: June 2016; Accepted: June 2016; Available Online: December 2016

### Abstrak

Kesadaran terhadap ancaman krisis energi karena kebutuhan yang sangat besar dan pencemaran lingkungan yang terjadi, maka perlu dilakukan penelitian untuk menghasilkan sumber energi alternatif. Hidrogen merupakan energi alternatif yang dapat digunakan sebagai bahan bakar, ramah lingkungan, dan dihasilkan dari sumber yang melimpah di bumi yaitu air. Salah satu metode yang dipakai untuk memproduksi gas hidrogen adalah metode fotolisis. Katalis yang digunakan adalah TiO<sub>2</sub> yang didoping N, tujuannya mempelajari pengaruh variasi perbandingan TiO<sub>2</sub>/N terhadap aktifitas fotokatalitik pembentukan hidrogen. Hasil penelitian memperlihatkan produksi gas menggunakan TiO<sub>2</sub>/N pada kondisi optimum terjadi pada perbandingan 4:6 yang menghasilkan gas 2.2 mL. Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa TiO<sub>2</sub> doping N dapat membantu pembentukan gas secara fotokatalitik.

**Kata kunci :** Fotolisis, katalis, doping, fotokatalitik

### Abstract

The awareness about energy crisis is rising quickly. Consider to the very fast growing need of energy and the environmental impact caused by the conventional energy, so that the research about renewable energy as an alternative energy resource is very urgent. Therefore, the research to produce hydrogen as an alternative energy resource was conducted. Hydrogen can be used as a green fuel which can be extracted from water, a huge amount of resource on the earth. In this research, the photolysis method was used. Nitrogen-doped TiO<sub>2</sub> catalyst was used in order to analyse the influence of variational ratio of TiO<sub>2</sub>/N to the photocatalytic process of hydrogen production. The result shows that the optimum condition in producing gas using TiO<sub>2</sub>/N occurred at the ratio 4:3 which produced as much as 2.2 ml gas. From this result can be concluded that Nitrogen-doped TiO<sub>2</sub> supports the extraction of gas in photocatalytic process.

**Keywords:** Photolysis, catalys, doped, photocatalytic

**DOI:** <http://dx.doi.org/10.15408/jkv.v0i0.3077>

## 1. PENDAHULUAN

Dinamika perkembangan ilmu pengetahuan mendorong terciptanya teknologi baru dengan sangat cepat. Perkembangan yang semakin canggih dan meningkatnya teknologi membutuhkan sumber energi dalam skala besar. Secara sederhana dampak dari kemajuan teknologi adalah konsumsi energi berlebih. Kesadaran terhadap ancaman krisis energi dan pencemaran lingkungan telah mengintensifkan

berbagai riset yang bertujuan menghasilkan sumber energi alternatif.

Energi alternatif pengganti sumber energi yang telah menipis ketersediaannya di alam, contohnya minyak bumi. Energi alternatif yang diinginkan yaitu yang memenuhi kriteria seperti dapat digunakan berulang kali dan ketersediaannya melimpah di alam, serta proses pembuatannya tidak merusak lingkungan.

Bulan September 2007 kota Seoul di Korea Selatan berhasil mengoperasikan

SPBU Hidrogen. Produksi hidrogen dari  $H_2O$  merupakan cara utama untuk mendapatkan hidrogen dalam skala besar, tingkat kemurnian tinggi dan tidak melepaskan  $CO_2$  sebagai residu. Beberapa tahun terakhir ini fotokatalis banyak digunakan untuk menguraikan air menjadi hidrogen. Metode fotokatalis adalah fotoreaksi yang dipercepat oleh adanya katalis yang menurunkan energi aktivasi sehingga mempercepat proses reaksi. Fotokatalis merupakan suatu teknologi yang unggul dalam pemurnian lingkungan karena benar-benar menurunkan polutan organik dengan mengubahnya menjadi  $CO_2$  dan  $H_2O$ .

$TiO_2$  merupakan katalis yang sering dipakai untuk mendegradasi polutan, menyerap sinar pada daerah panjang gelombang 365–410 nm (Chen, 2009), untuk meningkatkan efisien dan efektifitas fotokatalitik  $TiO_2$  dilakukan pendopingan. Proses doping yaitu melalui pemuatan kation atau anion ke permukaan  $TiO_2$  tersebut. Hal ini dianggap bahwa kation anion tersebar di permukaan mempercepat pengangkutan elektron yang dihasilkan oleh fotoeksitasi ke sistem luar, yaitu reaksi fotokatalitik.

Meskipun katalis logam mulia terutama platina (Pt) menunjukkan kinerja luar biasa bagi fotokatalitik evolusi hidrogen, tetapi biaya yang diperlukan cukup mahal. Oleh karena itu, salah satu anion dasar yaitu nitrogen (N) diusulkan karena biaya yang relatif lebih murah dan efisien. Banyak para peneliti melaporkan substansial efisiensi penggunaan anion ini pada berbagai semikonduktor oksida sebagai sumber evolusi fotokatalitik hidrogen (Liu *et al.*, 2006).

Didasarkan oleh ketertarikan terhadap pengembangan teknologi untuk pembentukan hidrogeen maka dilakukan penelitian dalam skala laboratorium. Pembentukan hirogen dari air dengan serbuk  $TiO_2$  yang dimodifikasi melalui proses doping dengan ion nitrogen (N) yang berasal dari urea. Selanjutnya diinvestigasi parameter sintesis yang paling optimal dari variasi perbandingan  $TiO_2$  dengan urea.

### 3. METODE PENELITIAN

#### Bahan

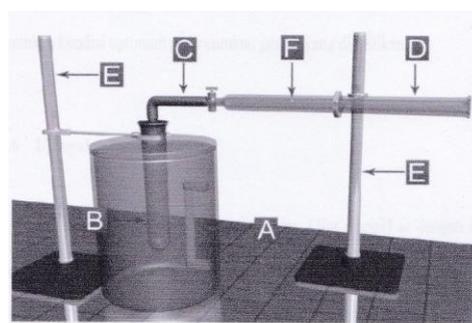
Bahan yang digunakan dalam penelitian ini  $TiO_2$  powder Degussa P-25, urea, sabun cair dan akuabides.

#### Pembuatan Gelembung Sabun

Gelembung sabun dibuat dengan melarutkan sabun cair dengan air dalam jumlah tertentu sampai larutan sabun sedikit encer. Buret dibilas dengan larutan sabun dan setelah sabun dibuang tiup bagian ujung buret secara perlahan hingga terbentuk gelembung sabun. Tiup buret sehingga gelembung sabun menunjukkan skala tertentu pada buret. Pasang buret secara horizontal seperti pada rangkaian alat untuk menentukan berapa jumlah volume gas hidrogen yang terbentuk.

#### Penentuan Volume Gas yang Dihasilkan

Penentuan volume gas yang dihasilkan dilakukan sesuai dengan skema alat berikut



Gambar 1. Model percobaan fotolisis air

Keterangan gambar :

- A : lampu UV
- B : tempat sampel
- C; Pipa selang tempat mengalirnya gas
- D : buret
- E : klem
- F : gelembung sabun

#### Pembuatan $TiO_2/N$

$TiO_2/N$  dibuat dengan perbandingan mol  $TiO_2$ :urea 10:0 dengan mencampurkan 2.4 g  $TiO_2$  dan 0.18 g urea dalam 5 ml aquabides lalu disonikasi selama 30 menit. Selanjutnya suspensi dikeringkan dengan oven dan dikalsinasi selama 2 jam pada temperatur 500 °C. Hal sama dilakukan untuk  $TiO_2/N$  8:2, 6:4, 4:6, 2:8, 0:10.

#### Karakterisasi katalis $TiO_2/N$

Katalis  $TiO_2/N$  dianalisis dengan menggunakan XRD untuk mengetahui struktur kristal katalis dan menggunakan SEM-EDX untuk mengetahui morfologi permukaan katalis  $TiO_2/N$ .

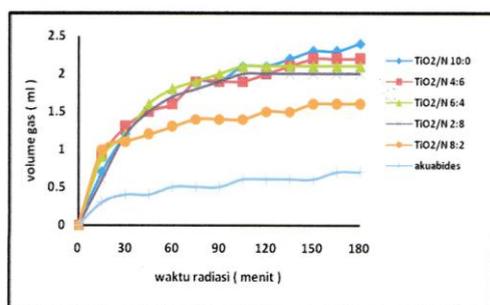
#### Pengukuran gas Hidrogen ( $H_2$ )

Sampel  $TiO_2/N$  0.1 g pada

perbandingan tertentu (10:0, 8:2, 6:4, 4:6, 2:8, 0:10) disuspensikan dalam labu 250 ml dilakukan pengenceran 5 kali, terhadap 25 ml sampel dilakukan penyinaran dengan UV pada panjang gelombang 254 nm selama 3 jam dan dihitung jumlah gelembung sabun setiap setengah jam.

### 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengukuran aktifitas fotokatalitik TiO<sub>2</sub> doping N dilakukan pada sinar UV dengan panjang gelombang 254 nm. Dari grafik terlihat evolusi produksi gas menggunakan TiO<sub>2</sub>/N dengan beberapa perbandingan relatif lebih rendah dari TiO<sub>2</sub> tanpa doping. Hal ini disebabkan terjadinya pergeseran serapan TiO<sub>2</sub> ke panjang gelombang yang relatif panjang sehingga proses aktivasi semikonduktor TiO<sub>2</sub> oleh sumber cahaya UV 254 nm kurang efektif.

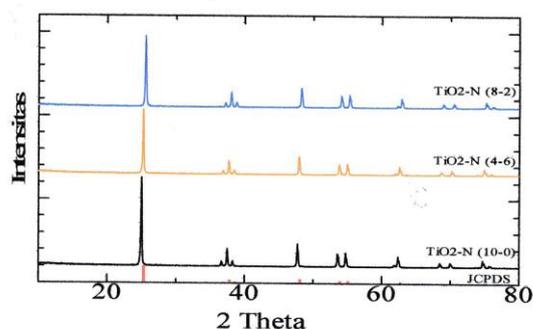


**Gambar 2.** Volume gas yang terbentuk selama penyinaran terhadap sampel akuabides dengan adanya TiO<sub>2</sub>/N

Mula-mula dengan adanya sedikit N maka terjadi penurunan pembentukan gas dan kemudian terjadi peningkatan kembali dan pada TiO<sub>2</sub>/N dengan rasio 4:6, TiO<sub>2</sub>/N mencapai kondisi optimum yaitu 2.2 mL kemudian menurun kembali dengan penambahan jumlah dopan N. Volume gas optimum ini dikarenakan adanya doping N tersebut dapat berfungsi sebagai donor elektron dari pita konduksinya ke pita valensi V, akibatnya dapat mengurangi laju rekombinasi pasangan  $e^- - h^+$  sehingga proses redoks semakin efektif, namun dengan tingginya jumlah N yang tidak lagi menyebabkan bertambahnya permukaan aktif TiO<sub>2</sub>, sehingga menurunkan aktifitas katalis. Dengan demikian penambahan dopan N yang semula dapat menjadi pendonor

elektron yang mencegah terjadinya rekombinasi  $e^- - h^+$  tidak berperan optimal. Kemungkinan N yang terlalu banyak juga dapat berfungsi sebagai penghalang terjadinya reaksi redoks.

Analisis XRD TiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>/N 4:6 dan 2:8 dapat dilihat pada Gambar 3, dimana powder yang dihasilkan adalah bentuk kristal. Dari pola XRD menampilkan intensitas difraksi tertinggi sebagai puncak utama pada 2 yaitu 24.99°. Berdasarkan acuan JCPDS (No 84-1285, 1997) ditunjukkan bahwa struktur anatase memberikan intensitas pada 2 yaitu 25.30° (101), 48.03° (200), 37.8° (004). Berdasarkan pengamatan intensitas yang tajam pada 2 yaitu 24.99° ditunjukkan bahwa pembentukan kristal yang terbentuk adalah anatase.



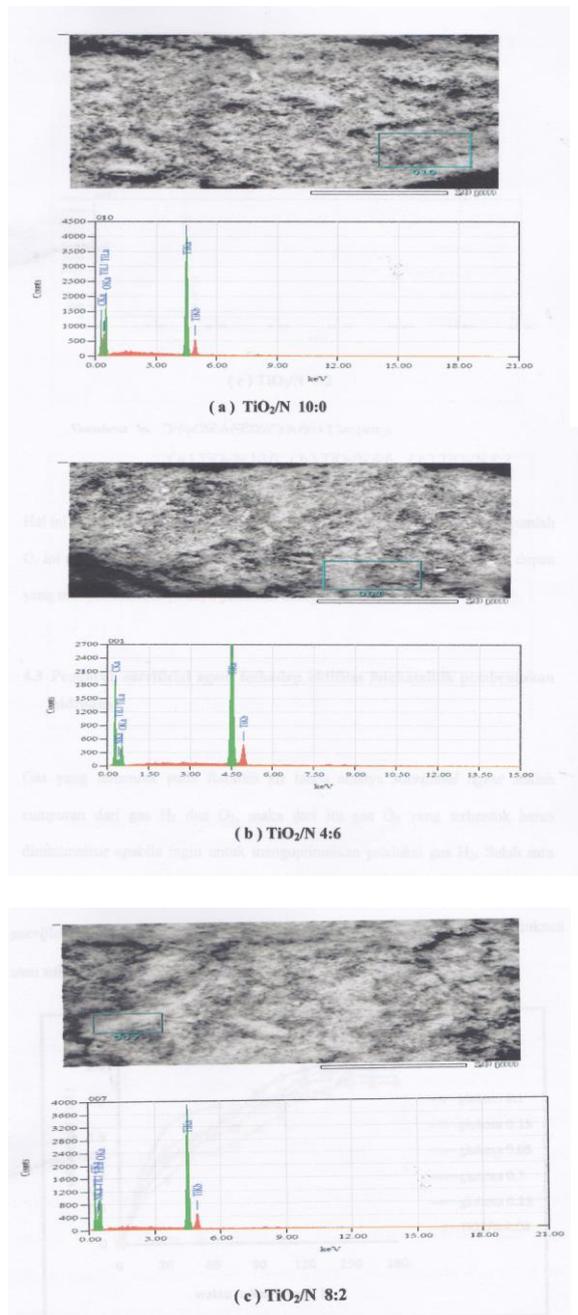
**Gambar 3.** Pola XRD dari powder TiO<sub>2</sub> Degussa P-25 dan TiO<sub>2</sub>/N 4:6 dan 8:2 yang dikalsinasi pada temperatur 400 °C

Ukuran kristal untuk masing-masing komposisi dapat dihitung dengan menggunakan rumus *debye-scherrer*. Dari hasil perhitungan diperoleh ukuran kristal yaitu ukuran kristal dengan doping lebih kecil dari pada tanpa doping. Kristalinitas merupakan faktor yang juga penting untuk diperhatikan. Kristalinitas dapat dibuktikan oleh penyempitan setengah lebar puncak difraksi dan peningkatan intensitas difraksi.

Kristalinitas yang lebih tinggi adalah faktor positif untuk meningkatkan kegiatan fotokatalitik karena kualitas kristal yang lebih tinggi adalah menandakan semakin kecil jumlah cacat kristal. Cacat bertindak sebagai perangkap dan pusat rekombinasi elektron dan fotogenerasi lubang (*hole*), mengakibatkan penurunan aktifitas fotokatalitik.

Analisis SEM-EDX dari TiO<sub>2</sub>/N 10:0 pada Gambar 4a memperlihatkan morfologi permukaan seperti bongkahan dan

tidak merata, pada perbandingan TiO<sub>2</sub>/N 4:6 pada Gambar 4b dan 4c memperlihatkan permukaan yang lebih merata, dan terlihat adanya doping N pada TiO<sub>2</sub>.



Gambar 4. Pola SEM – EDX TiO<sub>2</sub>/N

Dapat dilihat dari Tabel 1 di bawah ini, terlihat bahwa N mengurangi jumlah O, ini mengindikasikan terjadinya modifikasi struktur TiO<sub>2</sub> dengan doping ion dopan yang menyebabkan terjadinya penataan ulang struktur dari TiO<sub>2</sub>.

Tabel 1. Perbandingan persen massa unsur pada variasi TiO<sub>2</sub> doping Nitrogen

Perbandingan doping Unsur	TiO <sub>2</sub> /N 10:0	TiO <sub>2</sub> /N 4:6	TiO <sub>2</sub> /N 10:0
C	13.24	25.82	17.51
N	-	14.19	9.21
O	52.42	24.52	40.12
Ti	34.34	35.47	33.17

4. SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa TiO<sub>2</sub>/N memiliki aktifitas fotokatalitik lebih rendah dalam fotolisis air daripada TiO<sub>2</sub> tanpa doping pada iradiasi Uv 254 nm, TiO<sub>2</sub> tanpa doping sebanyak 2,4 ml gas dan untuk TiO<sub>2</sub>/N yang paling tinggi pada perbandingan 4:6 sebanyak 2.2 mL. Hal ini karena TiO<sub>2</sub>/N mengalami pergeseran serapan ke panjang gelombang yang relatif lebih lebar dan aktifitas fotokatalitiknya berkurang di daerah sinar UV.

Pada TiO<sub>2</sub>/N dengan rasio 4:6 mencapai volume optimum 2.2 mL kemudian menurun dengan penambahan jumlah dopan N, hal ini disebabkan karena menurunnya aktivitas katalis karena permukaan TiO<sub>2</sub> tertutup oleh unsur N.

Karakteristik semikonduktor menggunakan XRD, SEM-EXD membuktikan bahwa morfologi merata, struktur kristal anatase dan permukaan dilapisi anion N.

DAFTAR PUSTAKA

Asahi R, Morikawa T, Ohwaki. 2001. Photocatalysis in nitrogen doped titanium oxides. *Science*. 293.

Aziz H, Alif, Safni. 1991. Proses primer dalam fotokimia. FMIPA. Unand.

Cheng H, Lee M. 2009. Atomic layer deposition of nitrogen doped titanium dioxide film using titanium chloride and ammonia water as the precursors. *Journal of The Australian Ceramic Society*. 45(2): 64-68.

Cuchillo OV, Lopez AC. 2010. Synthesis of TiO<sub>2</sub> using different hydrolysis catalysts and doped with Zn for efficient degradation

- of aqueous phase pollutants under UV light. Springer Sciences
- H Kazuhito, Hiroshi I, Akira F. 2007. TiO<sub>2</sub> photocatalysis: A historical overview and future prospects. *AAPPS Bulletin*. 17(6).
- He C, Tian B, Zhang J. 2010. N,B, Si-tridoped mesoporous TiO<sub>2</sub> with high surface area and excellent visible light photocatalytic activity. *Springer Science*. 36:349-359.
- Kazumoto N, Taakaki K. 2007. Photocatalytic hydrogen or oxygen evolution from water over S-or N- Doped TiO<sub>2</sub> under visible light. *International Journal of Photoenergy*: 7.
- I Kazuyoshi, Y Takayoshi U. 2006. Photoelectrochemical oxidation of methanol on oxide nanosheets. *J.Physc, Chem B*. 110 :4645-4650.
- Lehn J, Ziessel R. 2006. Photochemical generation of carbon monoxide and hydrogen by reduction of carbon dioxide and water under visible light irradiation. *Proc natcl acad sci. USA* 79:701-704.
- Liu Y, J Li. 2006. Novel TiO<sub>2</sub> nanocatalysts for wastewater purification tapping energy from the sun, water. *Practice & tecnology*. 1(4).
- Livragi S, Paganini MC. 2007. Trapped molecular species in N-doped Tio<sub>2</sub>. *Res Chem intermed*. 33(8-9): 739-747.