

# Pengembangan fotokatalis Ag/N ko-doped TiO<sub>2</sub> sebagai elektroda fotoelektrokatalitik untuk degradasi polutan organik metilen biru dengan bantuan sinar tampak = Development of photocatalysts Ag/N co-doped TiO<sub>2</sub> as photoelectrocatalysis electrode for degradation of organic pollutants methylene blue under visible light illumination

Aritonang, Anthoni Batahan, author

Deskripsi Lengkap: <https://lib.ui.ac.id/detail?id=20468085&lokasi=lokal>

---

## Abstrak

### <b>ABSTRAK</b><br>

Disertasi ini membahas tentang metode yang praktis dan biaya murah untuk membuat fotokatalis Ag/N ko-doped TiO<sub>2</sub> bersifat responsif terhadap cahaya sinar tampak dan diterapkan sebagai elektroda sistem fotoelektrokatalitik. Penelitian ini diawali sintesis film N-doped TiO<sub>2</sub> pada permukaan kaca konduktif SnO<sub>2</sub>F dengan metode sol-gel menggunakan titanium tetraisopropoksida Ti(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub> sebagai prekursor TiO<sub>2</sub>. Berdasarkan hasil karakterisasi diketahui doping N pada struktur kisi TiO<sub>2</sub> telah berhasil, namun demikian aktivitas fotokatalisisnya masih rendah. Tahapan penelitian berikutnya, film N-doped TiO<sub>2</sub> disintesis di atas permukaan logam Ti dengan metode anodisasi menggunakan foil Ti dalam elektrolit etilen glikol yang mengandung amonium florida NH<sub>4</sub>F; 0,3, air 0,3 dan trietilamina 0,02. Potensial diatur tetap 40 V selama 60 detik, hingga didapatkan amorfous Ti(OH)<sub>6</sub> dan trietilamina tersolvasi di permukaannya. Perlakuan kalsinasi terhadap amorfous Ti(OH)<sub>6</sub> pada suhu 450°C kondisi atmosferik N<sub>2</sub> selama 3 jam, menyebabkan beberapa atom O disubstitusi oleh atom N dalam struktur kisi TiO<sub>2</sub> membentuk kristal N-doped TiO<sub>2</sub> yang memiliki band gap 2,7 eV. Untuk meningkatkan aktivitas fotokatalisis di daerah sinar tampak, permukaan N-doped TiO<sub>2</sub> didekorasi dengan partikel Ag secara deposisi elektrokimia, menggunakan larutan AgNO<sub>3</sub>-EDTA dengan potensial deposisi 1V dan variasi waktu 5-25 detik, hingga didapatkan fotokatalis Ag/N ko-doped TiO<sub>2</sub>. Hasil pengukuran XRD memperlihatkan Ag/N ko-doped TiO<sub>2</sub> terdiri dari kristal anatase, dan diamati puncak difraksi pada daerah 2 Theta 44,8° yang merupakan karakteristik Ag 111, membuktikan bahwa partikel Ag telah terdeposisi pada matrik N-doped TiO<sub>2</sub>. Foto FESEM memperlihatkan morfologi permukaan N-doped TiO<sub>2</sub> berbentuk nanotube, yang memiliki tebal dinding tube rata-rata 15 nm, diameter mulut tube 70 nm dan tinggi 900 nm. Hasil pengukuran HRTEM memperlihatkan partikel Ag berukuran 15-40 nm dan mapping EDX membuktikan bahwa nanopartikel Ag terdistribusi merata di permukaan N-doped TiO<sub>2</sub> dengan rasio atom 0,61. Spektrum XPS N 1s pada daerah binding energi 400,6 eV membuktikan keberadaan atom N dalam matrik Ag/N ko-doped TiO<sub>2</sub> sebagai indikasi pembentukan ikatan N-Ti-O yang didukung hasil pengukuran FTIR. Spektrum XPS Ag 3d memperlihatkan puncak serapan ganda yang terpisah pada binding energi 368,6 eV dan 374,6 eV, dengan energi pemisahan 6,0 eV, memperkuat bukti bahwa Ag terdeposisi sebagai partikel Ag. Partikel Ag terdeposisi meningkatkan kemampuan N-doped TiO<sub>2</sub> menyerap sinar tampak λ=550 nm sebagai kontribusi serapan surface plasmon resonance SPR. Tahapan penelitian selanjutnya, Ag/N ko-doped TiO<sub>2</sub> digunakan sebagai elektroda kerja sistem fotoelektrokatalitik FEK dengan pemberian bias potensial. Berdasarkan uji kinerja elektroda pada degradasi larutan MB secara fotoelektrokatalisis FEK, terbukti bahwa elektroda Ag/N ko-doped TiO<sub>2</sub> memiliki aktivitas fotokatalisis yang tinggi, mampu mendegradasi larutan MB pada konsentrasi 10 ppm selama 4 jam, memberikan rasio MB terdegradasi 92, lebih tinggi dibandingkan dengan

N-doped TiO<sub>2</sub> dan TiO<sub>2</sub> masing-masing mampu mendegradasi 56 dan 14 . Pemberian bias potensial 0,2 V pada permukaan elektroda Ag/N ko-doped TiO<sub>2</sub>, mampu meningkatkan aktivitas FEK degradasi MB, memberikan konstanta laju FEK  $k=9 \times 10^{-3}$ /menit , yang mana 4,5 kali lebih cepat dibandingkan dengan proses fotokatalisis FK tanpa pemberian bias potensial  $k=2 \times 10^{-3}$ /menit . Beberapa faktor yang mempengaruhi FEK degradasi MB telah dievaluasi, yakni pH optimum adalah 9,0 ; bias potensial optimum 0,2 V dan konsentrasi awal larutan MB optimum 10 ppm. Elektroda Ag/N ko-doped TiO<sub>2</sub> yang dikembangkan memiliki kestabilan yang tinggi, setidaknya 5 kali pemakaian masih memperlihatkan aktivitas fotokatalitik yang baik sehingga sangat ekonomis untuk diterapkan dalam mendegradasi polutan organik.

<hr />

<b>ABSTRACT</b><br>

The dissertation discusses practical and inexpensive methods for synthesis of Ag N co doped TiO<sub>2</sub> photocatalysts responsive to visible light and used as photoelectrocatalytic electrodes system. Initial phase of this study was synthesized N doped TiO<sub>2</sub> film on SnO<sub>2</sub> F conductive glass surface with sol gel method using titanium tetraisopropoksida Ti OC<sub>4</sub>H<sub>9</sub> 4 as TiO<sub>2</sub> precursor. Based on the characterization results known doping N on TiO<sub>2</sub> lattice structure has been successful, however photocatalysis activity is still low. The next stage of the study, the N doped TiO<sub>2</sub> film was synthesized on the surface of the Ti metal by anodizing method using a Ti foil in an ethylene glycol electrolyte containing ammonium fluoride NH<sub>4</sub>F 0.3 , water 0.3 and triethylamine 0.02 . The anodizing process is carried out at a potential of 40 V for 1 hour, forming an amorphous Ti OH 6 and triethylamine dissolved on its surface. Calcined treatment of amorphous Ti OH 6 at 450 C atmospheric conditions N<sub>2</sub> for 3 hours, causing some O atoms substituted by N atom in lattice structure of TiO<sub>2</sub> to form N doped TiO<sub>2</sub> crystals having band gap of 2.7 eV. This method is very effective and efficient, where the N doping process takes place optimally and simultaneously with the formation of TiO<sub>2</sub> crystal. To improve the photocatalysis activity in visible light region, the surface of N doped TiO<sub>2</sub> was decorated with Ag particles by electrochemical deposition method, using AgNO<sub>3</sub> EDTA solution with a potential deposition 1V and a time variation 5 25 second, to obtain Ag N co doped TiO<sub>2</sub> photocatalyst. The XRD measurements showed that Ag N co doped TiO<sub>2</sub> consisted of anatase crystals, and observed the diffraction peak at 2 Theta 44.80 region which is characteristic of Ag 111 , proving that the Ago particle has been deposited on an N doped TiO<sub>2</sub> matrix. FESEM images show the surface morphology of N doped TiO<sub>2</sub> in the form of nanotubes, which have an average thickness of 15 nm tube wall, 70 nm diameter mouth tube and 900 nm height. The HRTEM measurements show that Ago particles of 15 40 nm and EDX mapping demonstrate that Ago nanoparticles are evenly distributed on the surface of N doped TiO<sub>2</sub> with an atomic ratio of 0.61 . The XPS N 1s spectrum in the energy binding region of 400.6 eV proves the presence of N atoms in the Ag N co doped TiO<sub>2</sub> matrix as an indication of N Ti O bond formation supported by FTIR measurements. The XPS Ag 3d spectrum shows a separate double absorption peak on energy bindings of 368.6 eV and 374.6 eV, with a 6.0 eV separation energy, reinforcing evidence that Ag is deposited as an Ago particle. The Ago particle enhances the ability of N doped TiO<sub>2</sub> to absorb the visible light 1 550 nm as a contribution of surface plasmon resonance SPR absorption. The next step of this research, the Ag N co doped TiO<sub>2</sub> is used as the electrode of photoelectrocatalytic PEC system and potential bias was applied. Based on the electrode activity test on the degradation of MB solution by photoelectrocatalysis PEC , it is proved that the Ag N co doped TiO<sub>2</sub> electrode has high photocatalytic activity, capable of degrading the MB solution at 10 ppm concentration for 4 hours, giving a degradable MB

ratio of 92 higher compared with N doped TiO<sub>2</sub> and TiO<sub>2</sub> respectively were able to degrade 56 and 14 . The potential bias was applied 0.2 V on the surface of the Ag N co doped TiO<sub>2</sub> electrode, capable of increasing the PEC activity of MB degradation, gives PEC rate constants  $k = 9 \times 10^{-3} \text{ min}^{-1}$  , which is 4.5 times faster than by photocatalysis PK without potential bias  $k = 2 \times 10^{-3} \text{ min}^{-1}$  . Several factors affecting the PEC degradation of MB have been evaluated, ie optimum pH is 9.0 optimum potential bias of 0.2 V and initial concentration of optimum MB solution is 10 ppm. The Ag N co doped TiO<sub>2</sub> electrode developed has a high stability of photocatalytic activity, at least 5 times the use still showing good photocatalytic activity so it is very economical to apply in degrading organic pollutants.