

**SINTESIS ZnO-BENTONIT MENGGUNAKAN
PREKURSOR KOMPLEKS $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ DAN APLIKASINYA
SEBAGAI FOTODEGRADASI RHODAMIN B**

SYARIF

0305030611



**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS INDONESIA
DEPOK
2009**

**SINTESIS ZnO-BENTONIT MENGGUNAKAN
PREKURSOR KOMPLEKS $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ DAN APLIKASINYA
SEBAGAI FOTODEGRADASI RHODAMIN B**

**Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains**

Oleh :

SYARIF

0305030611



DEPOK

2009

**SKRIPSI : SINTESIS ZnO-BENTONIT MELALUI PENAMBAHAN
KOMPLEKS $[Zn(NH_3)_4]^{2+}$ SERTA APLIKASINYA SEBAGAI
FOTODEGRADASI RHODAMIN B**

NAMA : SYARIF

NPM : 0305030611

SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI
DEPOK, DESEMBER 2009

Dr. Riwandi Sihombing

PEMBIMBING I

Dr. Yuni K. Krisnandi

PEMBIMBING II

Tanggal lulus Ujian Sidang Sarjana :	DESEMBER 2009
Penguji I : Drs. Ismunaryo. M. ,M.Phil
Penguji II : Dr. Agustino Zulys
Penguji III : Dr. Widajanti Wibowo

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji dan syukur penulis persembahkan kepada Allah SWT atas rahmat, kasih sayang dan petunjuk-Nya penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi ini sesuai waktu yang ditargetkan. Shalawat serta salam semoga senantiasa terlimpahkan kepada Rasulullah Muhammad SAW dan keluarganya yang benar-benar merupakan suri tauladan bagi semesta alam.

Tugas akhir ini disusun sebagai salah satu persyaratan untuk menyelesaikan program Sarjana (S1) di Departemen Kimia, Universitas Indonesia. Pada kesempatan ini penulis menghaturkan rasa hormat dan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada pihak-pihak yang telah membantu dan sangat berarti bagi penulis, antara lain :

1. Kepada Mamah (Faridah Saleh), yang telah berkorban begitu besar serta selalu memberikan semangat dan doa pada penulis, tanpa dia, tidak ada saya dan karya ini.
2. Kepada Abah (Helmy Ja'far Abdat), yang sederhana dalam memberikan nasihat hidup, dan membuat landasan hidup saya menjadi berarti.
3. Kepada Dr. Riwandi Sihombing, selaku pembimbing I penelitian, yang telah memberikan bimbingan dan dorongan semangat bagi penulis.
4. Kepada Dr. Yuni K. Krisnandi, selaku pembimbing II penelitian, yang telah memberikan perhatian yang sangat berarti bagi penulis.

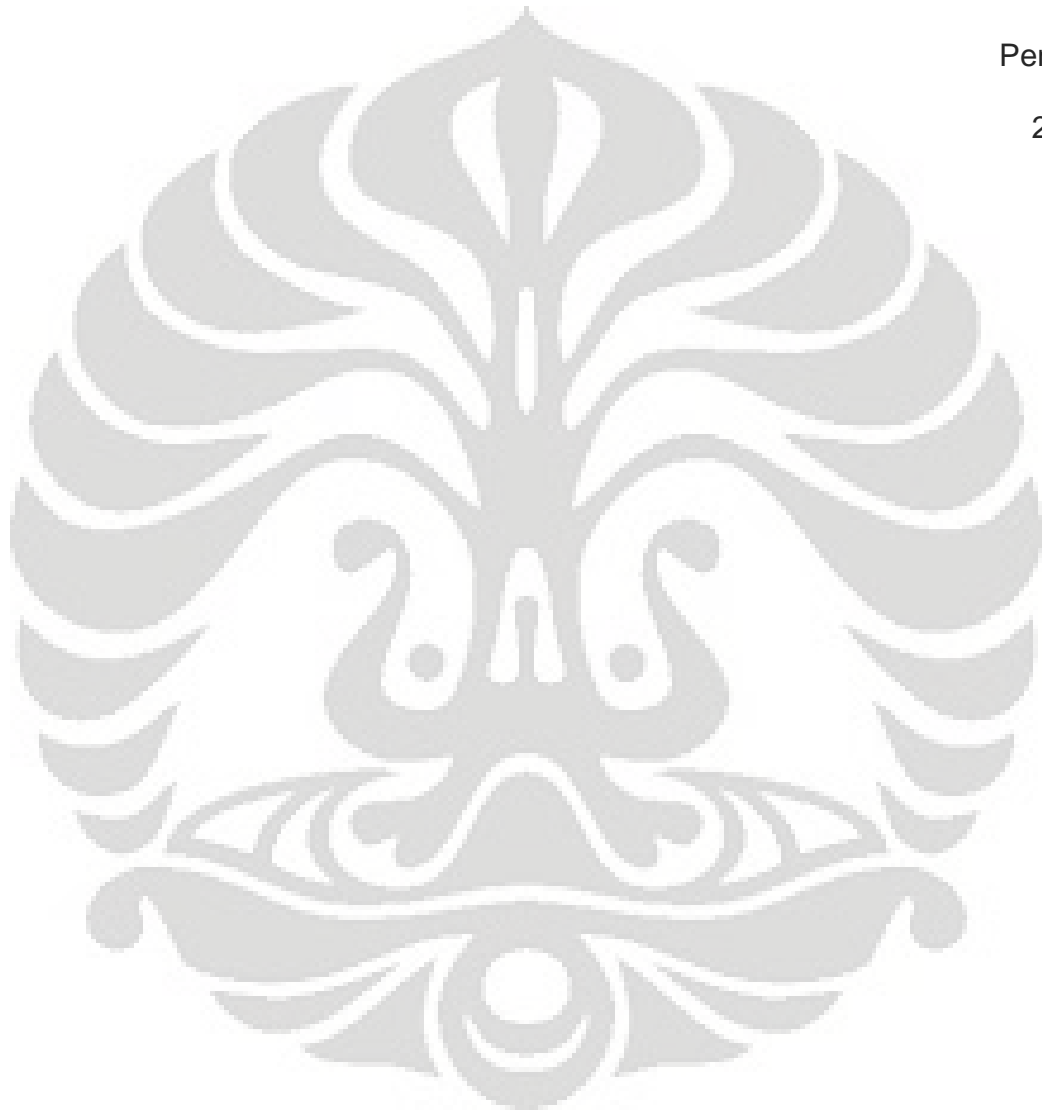
5. Kepada Dr. Ridla Bakri, selaku ketua Departemen Kimia FMIPA UI.
6. Kepada Dra. Tresye Utari, M.Si., selaku koordinator penelitian Departemen Kimia FMIPA UI.
7. Kepada Dr. Jamuzi Gunlazuardi, selaku penasehat akademis, yang telah mengarahkan penulis dalam kegiatan akademis kuliah.
8. Kepada seluruh dosen Departemen Kimia FMIPA UI yang telah memberikan begitu banyak ilmu bermanfaat bagi penulis.
9. Kepada pihak-pihak yang telah membantu proses analisa penelitian : Staff Laboratorium Afiliasi Departemen Kimia FMIPA UI, Operator XRD BATAN dan XRF Salemba UI, petugas lantai 4 pak Bunyamin, petugas lantai 1 pak Mulyadi, petugas perpustakaan pak Trisno, mbak Rohayati dan mba Indri, pak Hedi, pak Marji, pak Hadi.
10. Kepada Anis Nahdi, Ardie Septian dan 25 teman seperjuangan lainnya, teman yang selalu menemani dalam perjuangan antara siang dan malam hingga rasanya tak sempat terbatas oleh lelap tidur kita.
11. Kepada teman terhebat Agung Kurniawan, Yusni Nurdani dan Achmad Farouq Fazmar. Terima kasih atas semua rangkaian kebersamaan yang telah kita rasakan, semua tidak pernah terlupakan. Kalian tetap yang terhebat.
12. Kepada teman tak tergantikan Adithya Nugraha, Riko Hadiyanto, Sonny Alfa Yugara, Henda Moch. Hendarman dan Suherjiman. Kalian yang membangkitkan jiwaku dalam semangat, canda, dan tawa.

13. Kepada Budi C.W., Yohannes Souisa dan team Kabupaten Bogor, terima kasih atas materi spesial dalam kuliah malam yang selalu mendidik penulis menjadi pemain berkarakter.
14. Kepada saudaraku Shofia, Faris, Fahad dan Safira, yang telah memberi banyak inspirasi dan semangat bagi penulis.
15. Kepada keluarga besar bin Abdat. Terima kasih atas dukungan dan do'a yang telah diberikan kepada ananda yang lemah ini.
16. Kepada seluruh teman angkatan 2005 yang tidak bisa disebutkan satu persatu, terima kasih atas semua bantuan dan kerjasamanya dalam perjuangan pencarian gelar. Semoga kita dapat menjadi manusia sukses.
17. Kepada Tantry Kuswantiningsih, Zico Alaia Akbar dan seluruh angkatan 2006, terima kasih telah bersedia menjadi teman diskusi, memberikan dan mengajarkan banyak hal kepada penulis.
18. Kepada teman-teman angkatan 2007 dan 2008, terima kasih atas semua bantuan dan kerjasamanya dalam penyelesaian tugas akhir ini.
19. Kepada teman-teman angkatan 2009. Kalian yang mendatangkan semangat baru bagi penulis. Nikmatilah waktu bersama dalam pencarian ilmu yang tak terbatas.
20. Semua kerabat keluarga, sahabat, yang tidak bisa disebutkan satu persatu. Terima kasih dan semoga ini menjadi amal ibadah untuk kita semua.

Akhirnya, dengan segala keterbatasan dan kelemahan, penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak, Semoga Allah membalas kebaikan kita semua. Amin.

Penulis

2009



ABSTRAK

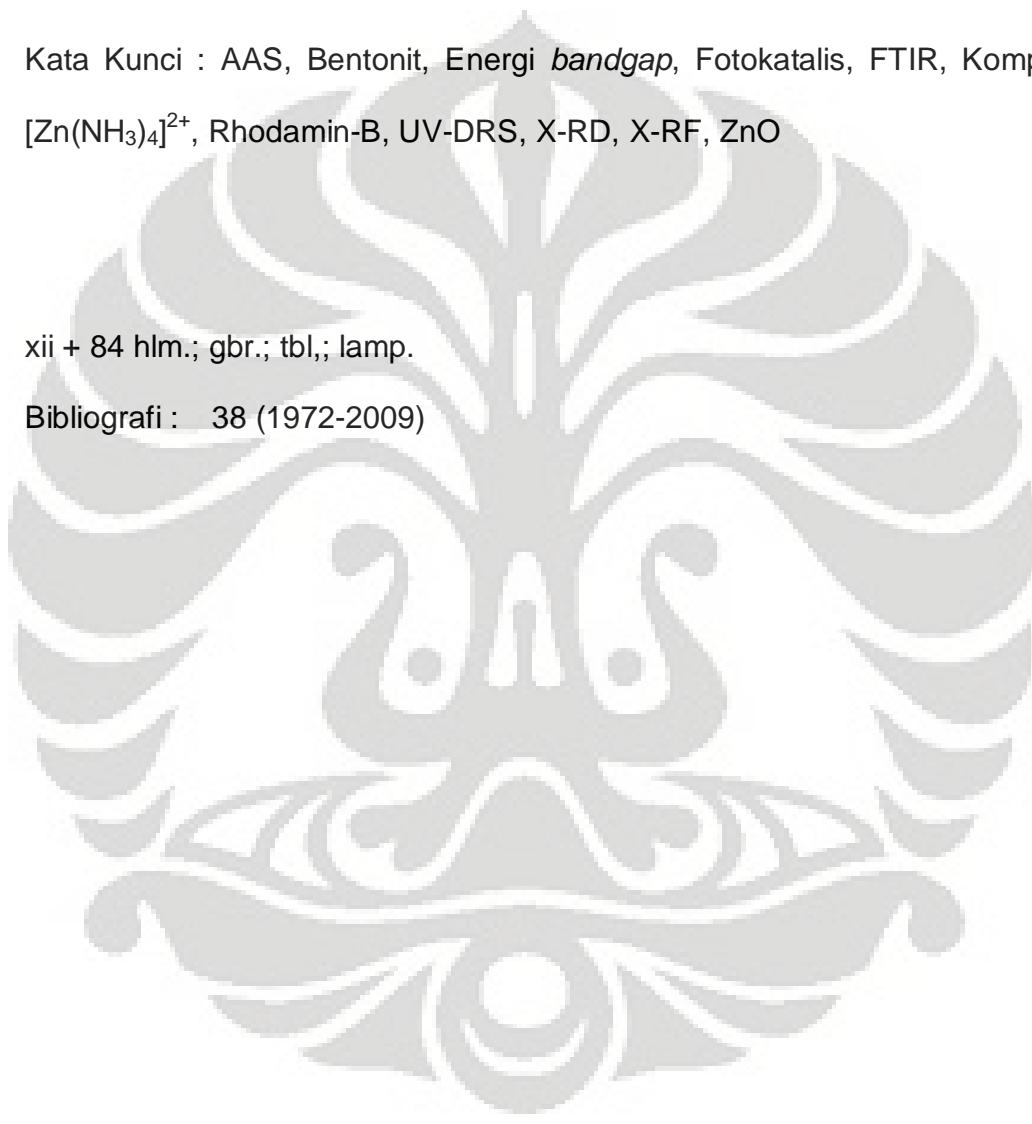
Telah dilakukan sintesis ZnO-Bentonit dengan menggunakan prekursor kompleks $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ dan aplikasinya sebagai fotodegradasi Rhodamin B. ZnO-Bentonit disintesis dengan mencampurkan agen pemilair kompleks $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ dan bentonit. Larutan kompleks $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ dibuat dengan menambahkan NH_4OH 1M ke dalam $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 1M. Selanjutnya melalui proses hidrotermal pada suhu 160°C selama 2 jam dan kalsinasi pada suhu 400°C selama 5 jam akan terbentuk ZnO-Bentonit. ZnO-Bentonit yang terbentuk kemudian dikarakterisasi dengan *X-ray Diffractometry* (X-RD), *Infrared Spectrophotometry* (FTIR), *X-ray Fluorescence* (X-RF), *UV/Vis Diffuse Reflectance Spectrophotometry* (UV-DRS) dan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS). ZnO-Bentonit yang terbentuk digunakan sebagai katalis dalam fotodegradasi Rhodamin B menggunakan sinar lampu-UV dengan menambahkan 50 mg ZnO-Bentonit ke dalam 100 mL larutan Rhodamin B $2 \times 10^{-5}\text{M}$ pada beberapa variasi waktu. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa material ZnO telah berhasil disisipkan pada lapisan interlayer bentonit. Analisis UV-DRS menunjukkan nilai energi *bandgap* sebesar 3,6 eV; 3,54 eV; dan 3,5 eV untuk masing-masing 5%, 10 %, dan 15% ZnO-Bentonit. Fotodegradasi Rhodamin B menggunakan ZnO-Bentonit memperlihatkan penurunan konsentrasi pada penyinaran lampu-UV selama 180 menit. Berdasarkan data uji aplikasi

material 5% ZnO-Bentonit memiliki kemampuan sorpsi dan fotokatalis yang paling baik terhadap degradasi zat warna Rhodamin B.

Kata Kunci : AAS, Bentonit, Energi *bandgap*, Fotokatalis, FTIR, Kompleks $[Zn(NH_3)_4]^{2+}$, Rhodamin-B, UV-DRS, X-RD, X-RF, ZnO

xii + 84 hlm.; gbr.; tbl.; lamp.

Bibliografi : 38 (1972-2009)



DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR	i
ABSTRAK	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB I. PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Tujuan Penelitian.....	4
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Mineral.....	5
2.1.1 Mineral 1 :1	8
2.1.2 Mineral 2 :1	8
2.2. Bentonit	10
2.2.1 Natrium Bentonit	10
2.2.2. Kalsium Bentonit	11
2.2.3. Montmorilonit.....	12
2.3. Seng Oksida (ZnO).....	13
2.4. Fotokatalis	14
2.5. Rhodamin B.....	17

2.6 Alat Uji.....	18
2.6.1. Difraksi Sinar-X (XRD)	18
2.6.2 Fluorosensi Sinar-X (XRF).....	19
2.6.3. Spektrofotometri Infra Merah (FTIR)	20
2.6.4. Spektrofotometer UV-Vis.....	22
2.6.5. Spektrofotometri Serapan Atom (AAS).....	23
BAB III. ALAT,BAHAN DAN CARA KERJA	
3.1. Lokasi dan waktu penelitian	25
3.2. Alat	25
3.2.1. Alat Laboratorium.....	25
3.1.2. Alat Uji Karakterisasi	25
3.3. Bahan.....	26
3.4. Cara Kerja	26
3.4.1. Preparasi Bentonit Alam.....	26
3.4.2 Purifikasi Karbonat dengan Larutan Buffer pH 4,8	27
3.4.3. Penjenuhan Bentonit dengan NaCl 1M.....	27
3.4.4. Preparasi Larutan Kompleks $[Zn(NH_3)_4]^{2+}$	28
3.4.5. Sintesis ZnO-Bentonit	28
3.4.6. Uji Aplikasi Fotokatalis	29
3.4.6.1. Pembuatan Larutan Stok Rhodamin B	29
3.4.6.2. Uji Variasi Waktu	30

BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Preparasi Bentonit	31
4.2. Sintesis Kompleks $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$	33
4.3. Sintesis ZnO-Bentonit.....	34
4.4. Karakterisasi.....	35
4.4.1. X-Ray Diffractometry (XRD)	36
4.4.2. Infrared Spectrophotometry (FTIR)	38
4.4.3. X-Ray Fluorescence (X-RF)	40
4.4.4. UV-Vis Diffuse Reflectance	42
4.4.5. Atomic Absorption Spectroscopy	43
4.5. Uji Fotokatalis Rhodamin B	45

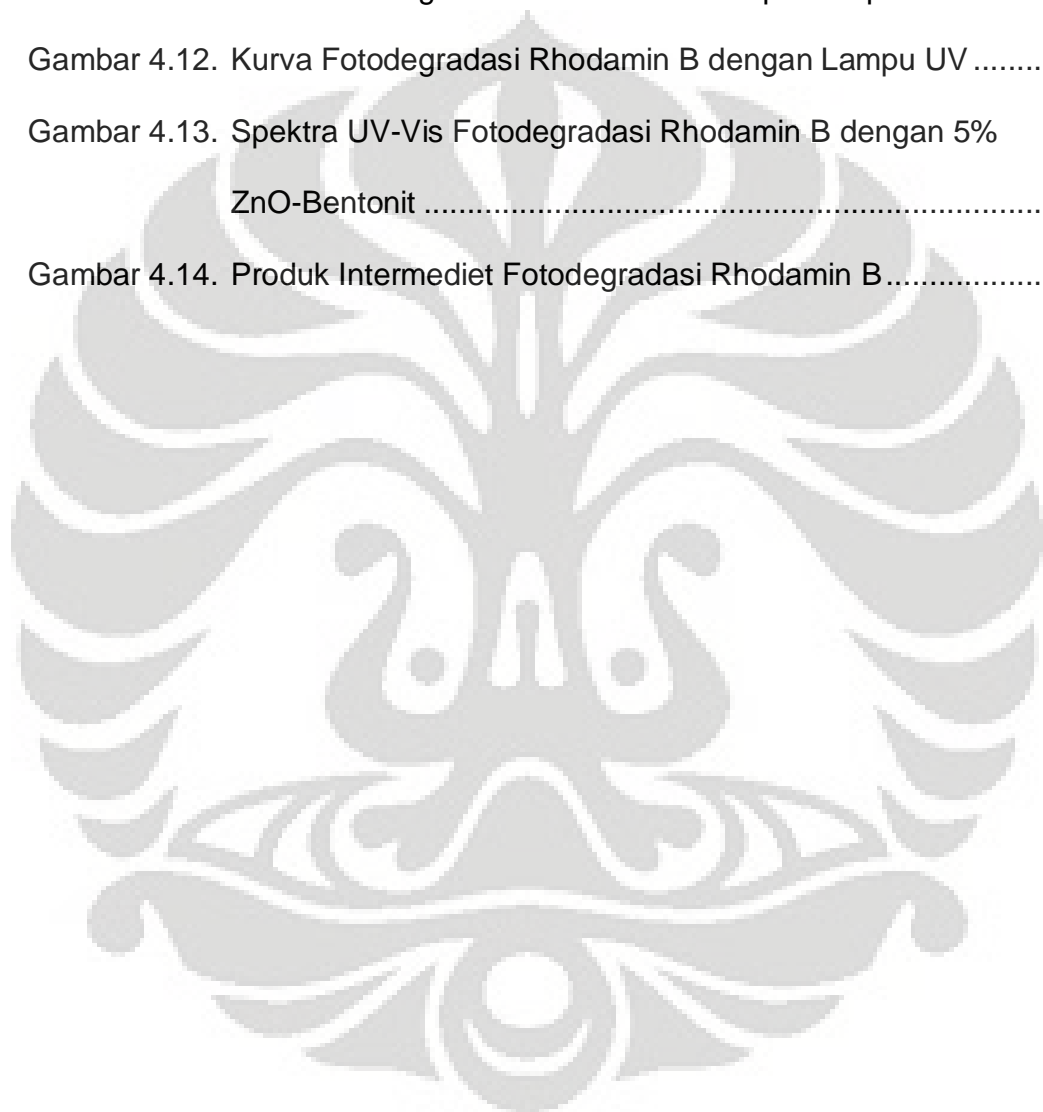
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan	57
5.2. Saran	57
DAFTAR REFERENSI	59
LAMPIRAN.....	65

DAFTAR GAMBAR

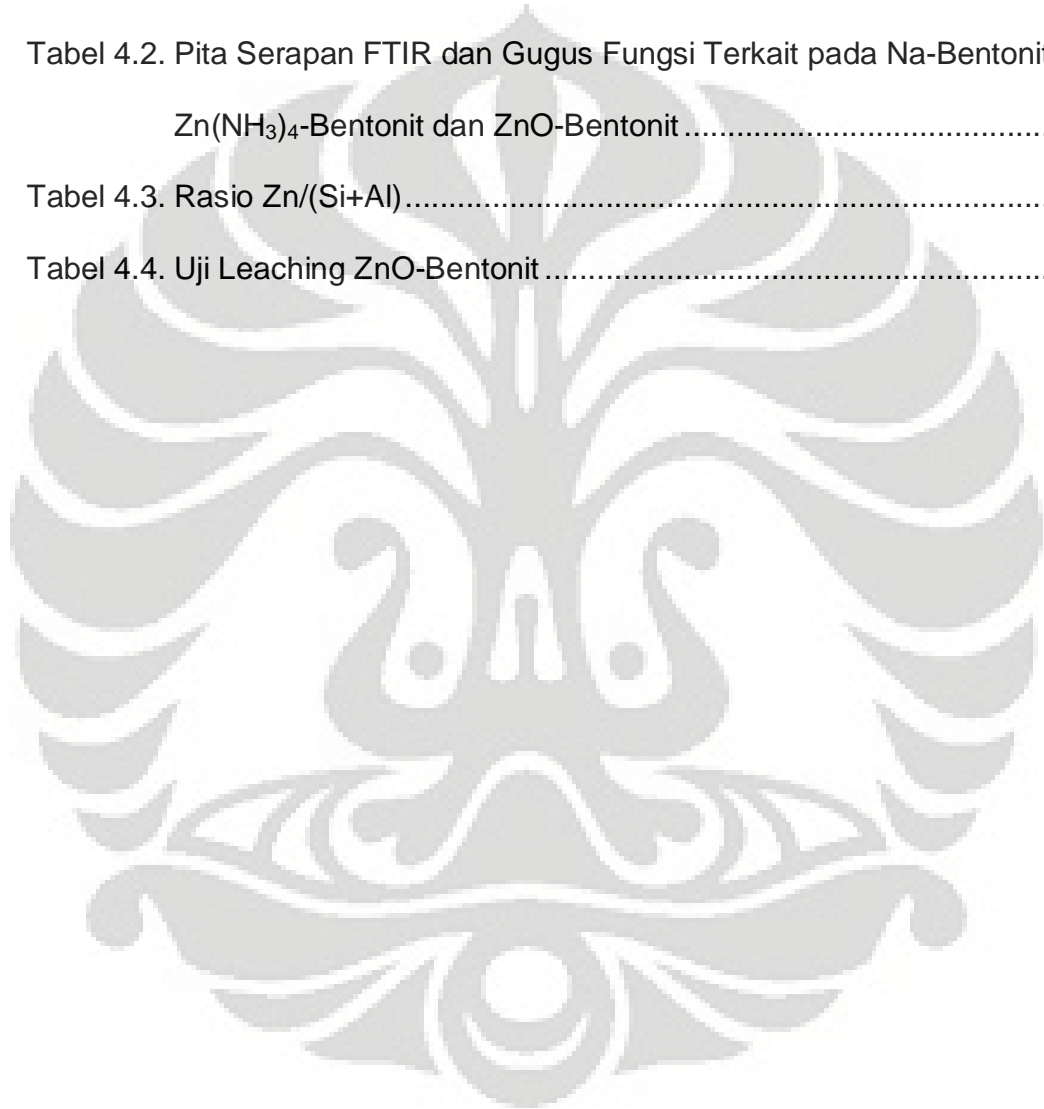
	Halaman
Gambar 2.1. Kerangka Dasar Pembangun Mineral.....	6
Gambar 2.2. Lapisan Tetrahedral dan Lapisan Oktahedral.....	7
Gambar 2.3. Mineral 1 : 1	8
Gambar 2.4. Mineral 2 : 1	9
Gambar 2.5. Kalsium Bentonit dan Natrium Bentonit	11
Gambar 2.6. Struktur Montmorillonite	13
Gambar 2.7. Struktur Kristal ZnO Hexagonal Wurtzite	14
Gambar 2.8. Proses Fotokatalis	16
Gambar 2.9. Struktur Rhodamin B	18
Gambar 2.10. Difraksi Sinar X.....	19
Gambar 2.11. Skema XRF	20
Gambar 2.12. Komponen FTIR	21
Gambar 2.13. UV-Vis Spektrofotometer	23
Gambar 4.1. Larutan Zn(OH) ₂ dan [Zn(NH ₃) ₄] ²⁺	34
Gambar 4.2. Mekanisme Hidrotermal.....	35
Gambar 4.3. XRD Bentonit.....	36
Gambar 4.4. XRD ZnO-Bentonit.....	38
Gambar 4.5. Zn dan Rasio Zn/(Si+Al) dari Hasil XRF	42
Gambar 4.6. UV-Vis Diffuse Reflectance.....	43
Gambar 4.7. Pita Serapan Maksimum Larutan Rhodamin B.....	45

Gambar 4.8. Fotodegradasi Rhodamin B dengan 5% ZnO-Bentonit.....	46
Gambar 4.9. Fotodegradasi Rhodamin B dengan 10% ZnO-Bentonit.....	47
Gambar 4.10. Fotodegradasi Rhodamin B dengan 15% ZnO-Bentonit.....	48
Gambar 4.11. Kurva Fotodegradasi Rhodamin B Tanpa Lampu UV.....	50
Gambar 4.12. Kurva Fotodegradasi Rhodamin B dengan Lampu UV.....	51
Gambar 4.13. Spektra UV-Vis Fotodegradasi Rhodamin B dengan 5% ZnO-Bentonit	54
Gambar 4.14. Produk Intermediet Fotodegradasi Rhodamin B.....	55



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1. Sudut 2 θ XRD Bentonit dan ZnO-Bentonit.....	37
Tabel 4.2. Pita Serapan FTIR dan Gugus Fungsi Terkait pada Na-Bentonit, Zn(NH ₃) ₄ -Bentonit dan ZnO-Bentonit	39
Tabel 4.3. Rasio Zn/(Si+Al).....	41
Tabel 4.4. Uji Leaching ZnO-Bentonit	44



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Data AAS Logam Zn dan Kurva Standar	65
Lampiran 2 XRD 2 θ Na-Bentonit	66
Lampiran 3 XRD 2 θ 5% ZnO-Bentonit.....	67
Lampiran 4 XRD 2 θ 10% ZnO-Bentonit.....	68
Lampiran 5 XRD 2 θ 15% ZnO-Bentonit.....	69
Lampiran 6 XRD 2 θ ZnO	70
Lampiran 7 FTIR Na-Bentonit.....	71
Lampiran 8 FTIR 5% ZnO-Bentonit	72
Lampiran 9 FTIR 10% ZnO-Bentonit	73
Lampiran 10 FTIR 15% ZnO-Bentonit	74
Lampiran 11 FTIR Zn(NH ₃) ₄ -Bentonit	75
Lampiran 12 FTIR ZnO.....	76
Lampiran 13 XRF Na-Bentonit.....	77
Lampiran 14 XRF 5% ZnO-Bentonit	78
Lampiran 15 XRF 10% ZnO-Bentonit	79
Lampiran 16 XRF 15% ZnO-Bentonit	80
Lampiran 17 UV-Vis Reflectance 5% ZnO-Bentonit	81
Lampiran 18 UV-Vis Reflectance 5% ZnO-Bentonit	82
Lampiran 19 UV-Vis Reflectance 5% ZnO-Bentonit	83

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Limbah cair yang dikeluarkan industri tekstil dan kertas, dapat menghasilkan limbah yang mengandung zat pewarna yang sulit terdegradasi dan berbahaya bagi lingkungan. Pengelolaan dan pengolahan limbah tersebut sangat diperlukan dan terutama adalah mencegah aspek kerusakan lingkungan karena pengaruh zat warna.

Perkembangan teknologi fotokatalis semakin luas digunakan dimana material fotokatalis memiliki kemampuan dalam mendegradasi senyawa polutan organik yang terdapat di dalam air limbah pabrik ataupun limbah rumah tangga.

Fotokatalis heterogen yang merupakan metode penanggulangan limbah terkini telah menjadi teknologi yang penting dan memimpin dalam mineralisasi limbah sebagian besar polutan zat pewarna. Fotokatalis yang mendapat perhatian utama dan banyak dikembangkan adalah bahan semikonduktor. Semikonduktor oksida logam seperti TiO_2 , ZnO , Fe_2O_3 sering digunakan sebagai katalis dalam penanganan berbagai polutan organik dan zat pewarna.

Bahan semikonduktor titanium oksida (TiO_2) dan zink oksida (ZnO) merupakan katalis yang sering digunakan baik dalam skala industri maupun dalam penelitian-penelitian yang sedang berkembang saat ini karena memiliki beberapa keunggulan, yaitu harganya ekonomis, non toksik dan yang paling penting adalah kestabilan dan keaktifannya ketika dikenai cahaya sehingga dikenal sebagai fotokatalis yang ramah lingkungan.^{1,2} Manfaatnya terutama dalam menguraikan senyawa-senyawa organik berbahaya, seperti zat warna hasil limbah industri tekstil.³

Metoda pengolahan limbah organik lain yang masih konvensional seperti metoda koagulasi, oksidasi dan elektrokimia masih belum memadai untuk mengatasi limbah organik terutama zat warna karena pada dasarnya metoda ini hanya berperan dalam menciptakan fase yang mengandung polutan yang lebih terkonsentrasi. Beberapa metoda modern seperti biodegradasi, klorinasi, dan ozonisasi telah dikembangkan dan memberikan hasil yang cukup memuaskan namun membutuhkan biaya operasional yang cukup mahal. Begitu juga dengan metoda pengendapan dan penyerapan dengan karbon aktif. Metoda ini juga masih kurang efektif karena karbon aktif hanya dapat menyerap polutan senyawa dengan berat molekul yang kecil dan bersifat non polar.

Dalam rangka mengatasi permasalahan tersebut, peneliti-peneliti dunia telah berhasil melakukan modifikasi terhadap katalis ZnO sehingga memiliki aktifitas fotokatalitik yang lebih tinggi. Modifikasi tersebut adalah dengan cara melakukan *doping* (penyisipan) dengan logam lain dan

menggunakan *material support* (bahan pendukung).⁴ Salah satu material support yang sering digunakan adalah bentonit. Kegunaan material support ini ialah sebagai tempat teristribusinya partikel-partikel ZnO atau tempat terikatnya Zn²⁺ pada lapisan bentonit melalui pergantian kation.

Bentonit ini merupakan salah satu sumber daya non hayati yang banyak tersebar di pulau-pulau besar Indonesia, seperti di Kalimantan, Sumatera, Sulawesi dan Jawa, dengan cadangan diperkirakan lebih dari 380 juta ton.⁵ Namun penggunaan bahan ini belum maksimal dan masih bernilai rendah sehingga harga jualnya sangat murah. Maka dalam rangka meningkatkan potensi sumber daya alam mineral Indonesia, bentonit ini perlu ditingkatkan pemanfaatan dan nilai jualnya, salah satunya dengan menjadikannya sebagai material pendukung untuk berbagai macam katalis, salah satunya adalah katalis zink oksida.

Bentonit memiliki sifat aktif sebagai penyerap yang selektif. Sifat selektif ini sangat dibutuhkan dalam industri kimia.⁶ Bahan ini dipadukan dengan ZnO akan menghasilkan komposit ZnO-Bentonit yang dapat menyerap senyawa organik secara selektif, kemudian menguraikannya ketika dikenai cahaya. Untuk mengetahui keaktifan katalis ini dalam reaksi penguraian zat warna, maka dilakukan uji aktifitas katalitik. Uji ini memerlukan sinar pada panjang gelombang ultraviolet (UV) untuk mengaktifkan katalis. Sumber sinar yang efektif dan banyak digunakan selama ini adalah lampu UV.

1.2. Tujuan Penelitian

1. Melakukan sintesis ZnO-Bentonit menggunakan kompleks $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ sebagai prekursor dari ZnO.
2. Mengetahui sifat material ZnO-Bentonit melalui karakterisasi dengan XRD, XRF, FTIR, UV-Vis Diffuse Reflectance, dan AAS.
3. Mendapatkan data hasil uji sifat aktifitas katalitik ZnO-Bentonit dalam penguraian zat warna Rhodamin B.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

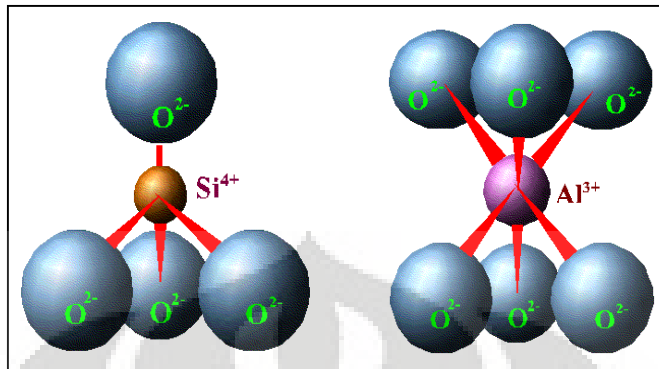
2.1 Mineral

Mineral terbentuk melalui proses pelapukan batuan yang terjadi secara alamiah. Mineral memiliki struktur kristal dengan komposisi tertentu yang tersusun secara teratur mulai dari atom-atom dan garam sederhana sampai material kompleks silikat dengan ribuan bentuk yang telah diketahui. Sebagian mineral dialam berbasis senyawa silikat yang merupakan kelompok terbesar dalam klasifikasi mineral. Beberapa ilmuwan memperkirakan bahwa hampir 90% lapisan kulit bumi tersusun oleh senyawa silikat dengan kelimpahan unsur oksigen dan silikon yang terbanyak ditambah beberapa unsur lainnya seperti aluminium, magnesium, besi dan kalsium.⁷

Sejauh ini mineral kelas aluminosilikat merupakan kelas yang paling menarik dan rumit. Mineral kelas aluminosilikat mempunyai struktur kristal tertentu yang tersusun dari dua kerangka dasar pembangun (Gambar 2.1), yaitu :

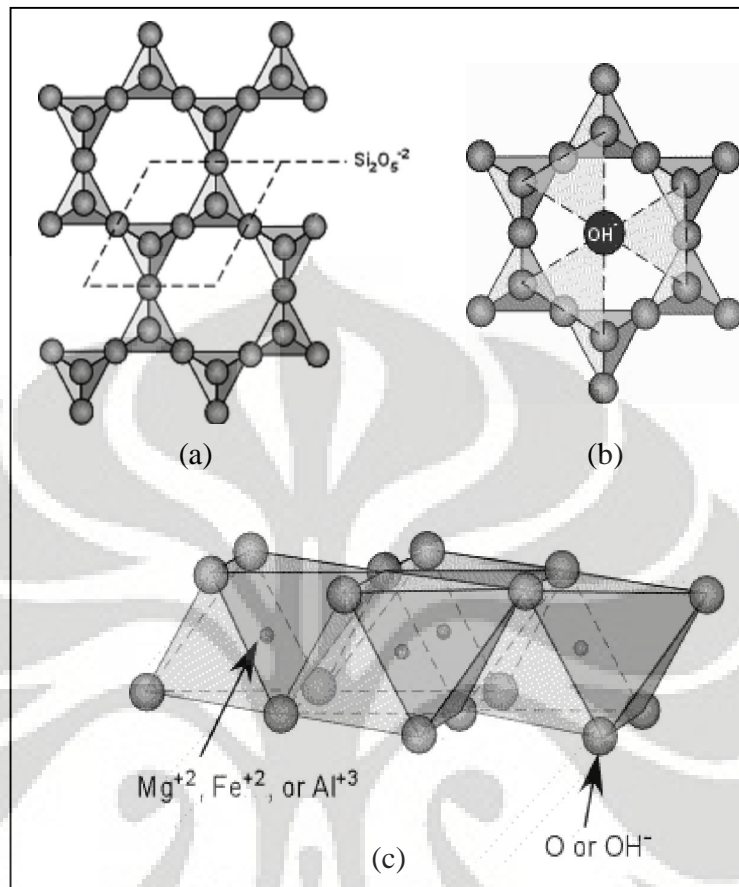
1. Tetrahedral Silikon-Oksigen (SiO_4^{4-})
2. Oktahedral Aluminium

Kedua kerangka ini tersusun sedemikian rupa sehingga membentuk suatu lapisan tetrahedral dan oktahedral.⁸



Gambar 2.1 Kerangka Dasar Pembangun Mineral.⁹

Lapisan tetrahedral disusun oleh tetrahedral yang bergabung melalui tiga dari empat atom oksigen yang dipakai bersama membentuk suatu jembatan, sehingga tersusun saling berhubungan seperti cincin heksagonal (Gambar 2.2a). Pinosilikat juga memuat ion hidroksil (OH^-) pada posisi pusat dari cincin heksagonal sehingga dapat memiliki struktur $\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})^{-3}$. Ketika kation terkoordinasi berikatan dengan lapisan SiO_4 maka akan berikatan dengan apikal oksigen yaitu atom oksigen yang mengarah ke atas atau ke bawah dan ion OH^- pada lapisan tetrahedral (Gambar 2.2b). Sedangkan pada lapisan oktahedral, tersusun oleh oktahedral yang membagi ujung-ujung oksigen dan hidroksil dengan Al^{3+} , Mg^{2+} , dan Fe^{2+} yang disebut sebagai kation terkoordinasi. Oktahedral ini juga tersusun heksagonal sehingga disebut lapisan Gipsite (Gambar 2.2c).¹⁰



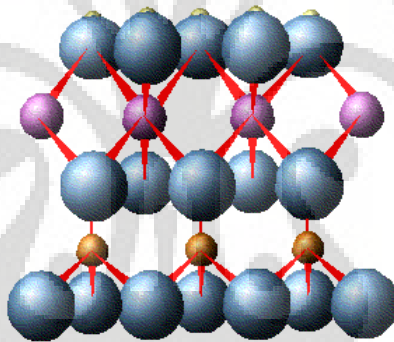
Gambar 2.2. Lapisan Tetrahedral dan Lapisan Oktahedral.¹⁰

Berdasarkan perbandingan lapisan tetrahedral dan lapisan oktahedral penyusunnya, mineral pilsilikat dikelompokkan sebagai :

1. Mineral 1:1
2. Mineral 2:1

2.1.1 Mineral 1:1

Mineral 1:1 disebut juga *kandite*. Tersusun dari satu lapisan tetrahedral dan satu lapisan oktahedral. Struktur *kandite* terjadi karena Si tetrahedral bergabung dengan lapisan gibsite melalui ion apikal oksigen yang juga bagian oktahedral. Akibatnya muatan pada ion oksigen ini diseimbangkan melalui ikatan dengan satu ion Si dan dua ion Al (Gambar 2.3). Karena *layer* tidak bermuatan (netral) maka ikatan antar *layer* merupakan gaya Van der Waals. *Kaolinite* merupakan contoh umum kelompok *kandite* dengan formula $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$. Anggota *kandite* yang lain adalah Anauxite, Dickite, dan Nacrite.^{8,9}

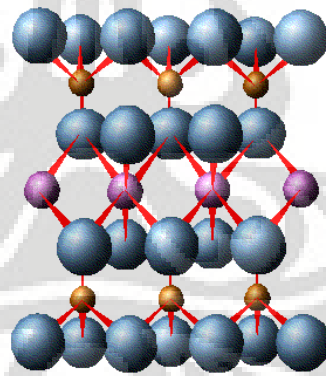


Gambar 2.3 Mineral 1:1⁹

2.1.2 Mineral 2:1

Mineral 2:1 disebut juga *smectite*. Tersusun oleh dua lapisan tetrahedral yang mengapit satu lapisan oktahedral (T-O-T), sehingga terlihat seperti “sandwich”. Istilah “smectite” digunakan untuk menjelaskan kelompok pilosilikat 2:1 yang mampu mengembang dan mempunyai muatan *layer*

permanen akibat adanya substitusi isomorfis pada lapisan oktahedral Al (terutama oleh spesi bermuatan rendah seperti Mg^{2+} , Fe^{2+} , atau Mn^{2+}) maupun pada lapisan tetrahedral Si (terutama oleh spesi Al^{3+} atau Fe^{3+}). Substitusi ini mengakibatkan total muatan negatif pada struktur mineral, sehingga membutuhkan kation penyeimbang. Lapisan *interlayer* mineral terhidrasi, akibatnya kation dapat bergerak bebas masuk atau keluar layer. Karena *interlayer* terbuka dan terhidrasi, kation bertindak sebagai penyeimbang di *interlayer* tersebut. Adanya kation pada daerah *interlayer* merupakan bagian dari kapasitas tukar kation. Termasuk kedalam kelompok ini adalah Smectite, Vermiculite dan Bentonit. Pada Vermiculite, muatan negatif umumnya berasal akibat substitusi Si oleh Al^{3+} .^{8,9}



Gambar 2.4 Mineral 2:1⁹

2.2 Bentonit

Bentonit adalah istilah pada lempung yang mengandung montmorilonite sebagai kandungan utama dan termasuk kelompok dioktahedral. Nama bentonit pertama kali digunakan tahun 1896 oleh knight untuk menamai suatu jenis lempung yang sangat plastis yang terdapat pada formasi benton, Rock, Creek, di negara bagian Wyoming, Amerika Serikat.

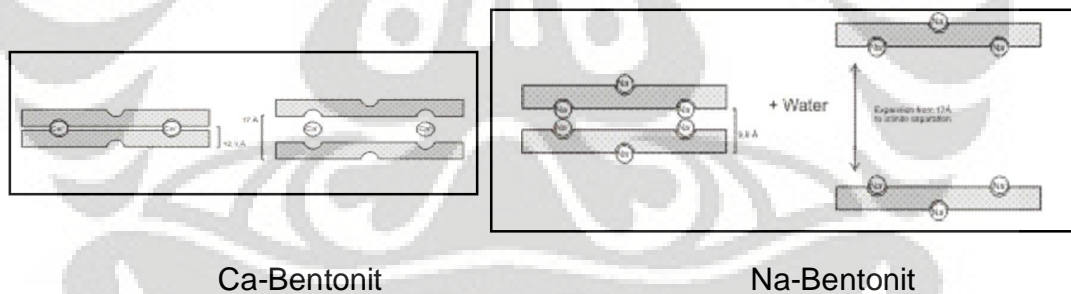
Bentonit terbentuk dari hasil pelapukan dan reaksi hidrotermal batuan vulkanik. Mineral pengotor utama yang sering terdapat dalam bentonit adalah kwarsa, illite, kristobalit, feldspar, kalsit, gypsum, kaolinite, dan plagioclas. Berdasarkan penyusunnya bentonit dibagi menjadi Na-Bentonit (natrium bentonit) dan Ca-Bentonit (kalsium bentonit).^{10,11,12}

2.2.1 Natrium Bentonit (Na-Bentonit)

Bentonit ini mempunyai kemampuan mengembang hingga delapan kali apabila didispersikan dalam air dan tetap terdispersi beberapa waktu di dalam air. Posisi pertukaran diduduki oleh ion natrium (Na^+). Dalam keadaan kering berwarna putih atau cream, pada keadaan basah dan terkena sinar matahari akan berwarna mengkilap, mempunyai pH 8,5 – 9,8. Kegunaan dari bentonit tipe ini adalah sebagai lumpur pembilas pada pengeboran, pembuatan pellet bijih besi, penyumbat kebocoran bendungan dan kolam, bahan perekat, pengisi (filler).

2.2.2 Kalsium bentonit (Ca-Bentonit)

Bentonit ini kurang mengembang apabila didispersikan kedalam air, Posisi pertukaran kation lebih banyak ditempati Ca^{2+} . Ca-Bentonit kurang mengembang dibandingkan Na-bentonit karena ion Ca^{2+} akan menarik lebih kuat kedua lapisan TOT sementara pada Na-bentonit ion Na^+ kurang menarik kedua lapisan TOT akibat muatan yang rendah. Karena sifatnya yang kurang mengembang, kalsium bentonit disebut juga *non-swelling* bentonit. Dalam keadaan kering berwarna abu-abu, biru, kuning, merah dan coklat. Bentonit ini mempunyai pH 4 – 7. Kegunaan untuk proses pemurnian minyak goreng, pembersih minyak bakar, pelumnas, minyak goreng, farmasi, kertas, keramik, pembuatan Na-bentonit sintesis.



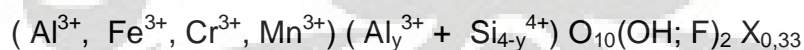
Gambar 2.5 Kalsium Bentonit dan Natrium bentonit¹¹

2.2.3 Montmorilonit

Montmorillonite merupakan anggota kelompok mineral *clay*. Umumnya *montmorillonite* membentuk kristal mikroskopik atau setidaknya kristal *micaceous* berlapis sangat kecil. Kandungan air sangat bervariasi dan apabila air diabsorpsi, *montmorillonite* cenderung mengembang sampai beberapa kali volume awal. Sifat ini membuat *montmorillonite* menjadi mineral yang bermanfaat untuk berbagai tujuan, seperti : pembersih dan penjernih larutan gula, sebagai bahan pemucat pada proses penjernihan minyak makan, penyerap ion-ion logam dan penjernih air minum.⁷

Montmorillonite juga merupakan konstituen utama abu vulkanik yang disebut bentonit. Sebagai spesi mineral, *montmorillonite* tidak mendapat banyak perhatian karena sampel *montmorillonite* murni bersifat massive, pucat dan sangat tidak menarik.

Menurut Rose dan Hendrick rumus kimia secara umum dari mineral *montmorillonit* dapat ditulis :

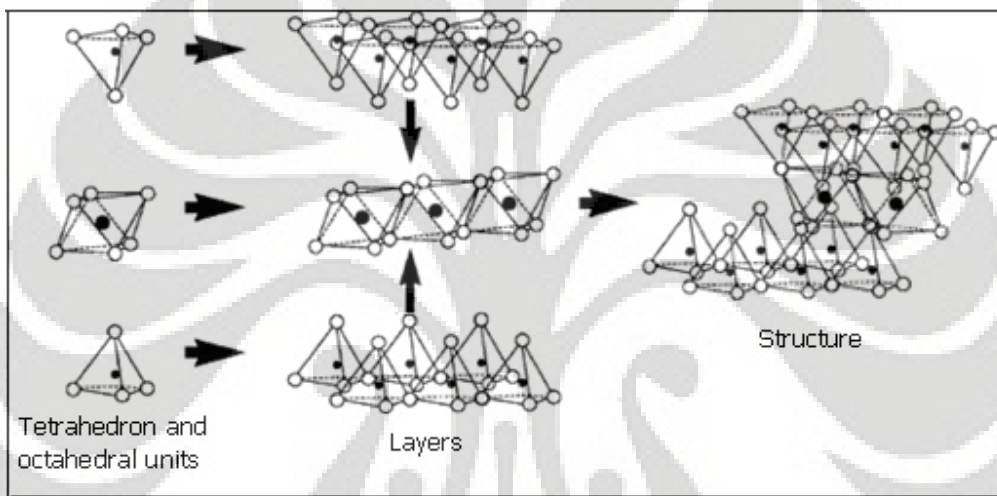


Kation-kation yang dipertukarkan dalam struktur kristal *montmorillonit* kebanyakan adalah Na^+ dan Ca^{2+} , namun terdapat kation lain sebagai pengotor yang dapat ditukar seperti K^+ , Mg^{2+} , Li^+ , Rb^+ dan Cs^+ .

Montmorillonit tergolong mineral tipe 2:1, karena pada struktur kristalnya tersusun atas dua lapisan tetrahedral yang merupakan silika yang mengapit satu lapisan oktahedral. (Gambar 2.6).

Struktur *montmorillonit* seperti halnya pilosilikat 2:1 yang lain tersusun dari lapisan tetrahedral yang mengapit lapisan oktahedral. Secara alami

struktur montmorillonit mengalami proses substitusi isomorfis, dimana posisi Al^{3+} digantikan oleh Mg^{2+} , Fe^{2+} dan Si^{4+} digantikan Al^{3+} , Fe^{3+} . Sebagai konsekuensinya terdapat netto muatan negatif pada permukaan dan harus dinetralkan oleh kation-kation seperti seperti Na^+ , K^+ , Ca^+ dan lain-lain yang terserap di permukaan lembaran montmorillonit, kation ini disebut kation *interlayer (exchangeable cations)*.⁸

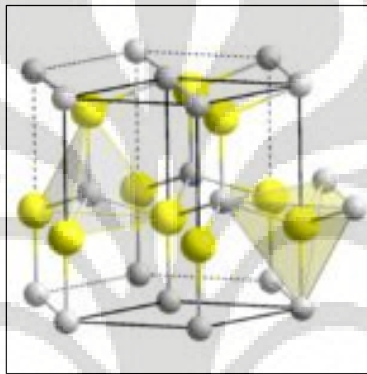


Gambar 2.6. Struktur *Montmorillonite*⁸

2.3 Seng oksida (ZnO)

Oksida seng / zink oksida merupakan senyawa anorganik dengan rumus ZnO . Bentuk fisik dari kristal ZnO ialah bubuk putih yang memiliki kelarutan kecil di dalam pelarut air. Bubuk ZnO banyak digunakan dalam industri plastik, semen, keramik, kaca, makanan dll. Di dalam ilmu material, ZnO disebut juga senyawa II-IV semikonduktor karena seng dan oksigen

berada pada periode ke dua dan ke empat di dalam susunan tabel periodik. Kristal ZnO terdapat dalam beberapa bentuk, bentuk yang paling umum dan stabil pada kondisi lingkungan adalah hexagonal (wurtzite). ZnO mempunyai nilai band gap yang relatif cukup besar yaitu 3,3 sampai 3,6eV oleh karena itu material ZnO sangat baik digunakan dalam aplikasi fotokatalis.^{13,14}



Gambar 2.7. Struktur Kristal ZnO Hexagonal Wurtzite.¹³

2.4 Fotokatalis

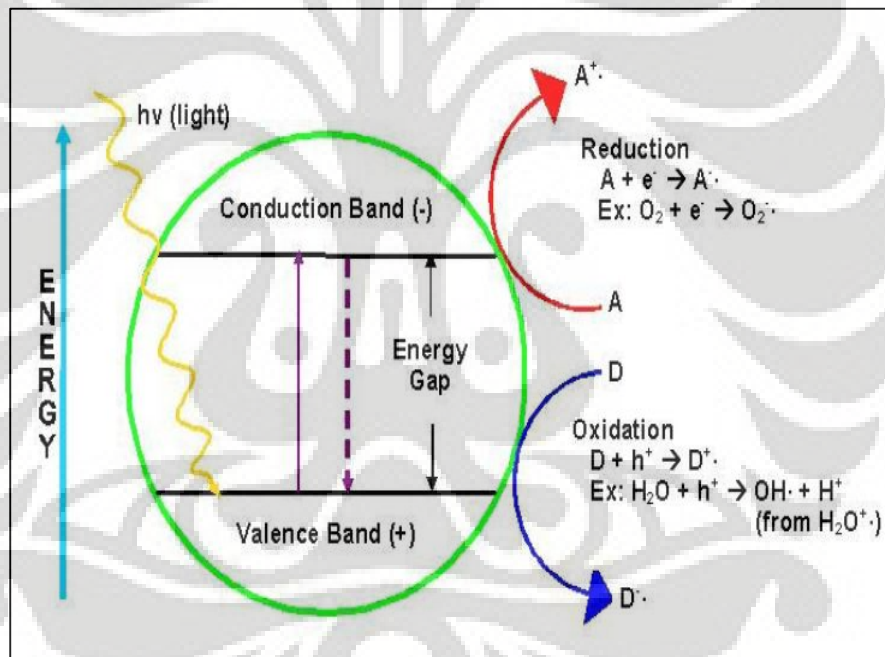
Material semikonduktor dapat dimanfaatkan dalam proses fotokatalis. Proses fotokatalis terjadi apabila energi dari sinar yang diberikan sesuai dengan energi celah pita (*bandgap*) dari material semikonduktor tersebut. Pada semikonduktor dikenal istilah pita konduksi dan pita valensi. Pita valensi merupakan pita yang terbentuk dari orbital molekul yang berikatan (*bonding*), sedangkan pita konduksi merupakan pita yang terbentuk dari molekul yang tidak berikatan (*nonbonding*). Pita konduksi dan pita valensi ini memegang peranan penting dalam semikonduktor. Jarak antara pita konduksi dan pita

valensi ini di namakan celah pita (*bandgap*). Energi *bandgap* merupakan besaran energi yang diperlukan suatu elektron untuk dapat tereksitasi dari pita valensi menuju ke pita konduksi. Semakin besar *bandgap* dari suatu senyawa atau unsur maka semakin sulit elektron untuk dapat tereksitasi dan semakin berkurang dampak efek fotokatalis yang akan diberikan.¹⁵

Oksidasi fotokatalitik heterogen merupakan suatu proses dimana polutan dioksidasi dengan menggunakan semikonduktor fotokatalis yang mempunyai sifat tidak beracun serta memiliki fasa tidak sama dengan substrat. Partikel semikonduktor akan menjadi oksidator yang mampu mendegradasi sejumlah polutan bila dikenai cahaya dengan panjang gelombang yang sesuai dengan *bandgap* semikonduktor tersebut. Degradasi total polutan organik (mineralisasi sempurna) ini akan menghasilkan CO₂, H₂O, dan asam mineral. Salah satu fotokatalis yang sudah dikenal adalah semikonduktor oksida logam

Suatu partikel fotokatalis oksida logam dapat disintesis di dalam suatu matriks, seperti lempung montmorillonit, sebagai *host material* yang berperan untuk membatasi pertumbuhan ukuran partikel oksida tersebut. Salah satu cara modifikasi terhadap montmorillonit untuk sintesis material nano semikonduktor fotokatalis adalah melalui pilarisasi, yaitu suatu proses penyisipan dari *guest material* ke dalam antarlapis *host material* dengan struktur berlapis tanpa merusak struktur lapisan tersebut dilanjutkan konversi termal untuk membentuk oksida logam. Pilarisasi montmorillonit didasarkan pada fenomena mengembang jari montmorillonit. Selama terhidrasi jarak

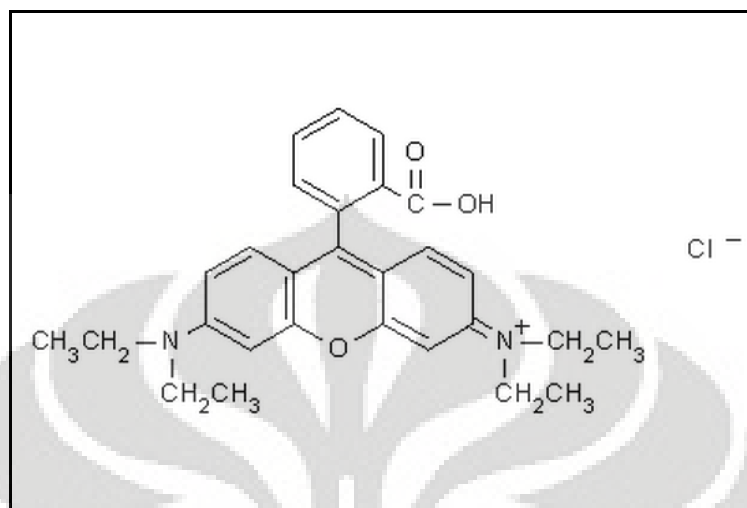
antarlapis montmorillonit meningkat, namun setelah dehidrasi lapisan montmorillonit rusak dan permukaan antarlapisnya tidak dapat diakses lagi untuk proses kimia. Spesies pemilar yang stabil mampu mempertahankan struktur lapisan montmorillonit dan menjaga porositas yang lebih tinggi selama hidrasi dan dehidrasi sehingga montmorillonit terpillar akan memiliki luas permukaan dan volume pori yang tinggi, distribusi ukuran serta pilar oksida logam yang bersifat katalitik aktif.



Gambar 2.8 Proses Fotokatalis¹⁵

2.5. Rhodamin B

Zat warna tekstil merupakan gabungan dari senyawa organik tidak jenuh, kromofor sebagai pembawa warna, dan ausokrom sebagai pengaktif kerja kromofor dan pengikat antara warna dengan serat. Rhodamin B adalah pewarna sintesis yang digunakan pada industri tekstil dan kertas. Rhodamin B termasuk golongan zat warna basa yang disebut juga zat warna kation, karena gugus pembawa warna terdapat pada kationnya. Zat warna ini larut dalam air, biasanya digunakan untuk mencelup serat-serat binatang, poliamida dan poliakrilat. Zat warna Rhodamin B berbentuk serbuk kristal merah keunguan dan dalam larutan akan berwarna merah terang berpendar, mempunyai rumus molekul $C_{28}H_{31}ClN_2O_3$ (Gambar 2.9), berat molekulnya 479,02 gram/mol, titik lelehnya $210^{\circ}C-211^{\circ}C$, densitasnya $0,79 \text{ gram/cm}^3$ dan mempunyai serapan maksimum pada panjang gelombang 558 nm. Senyawa Rhodamin B ini akan digunakan sebagai model zat warna yang digunakan untuk degradasi secara fotokatalisis.^{16,17}



Gambar 2.9 Struktur Rhodamin B¹⁶

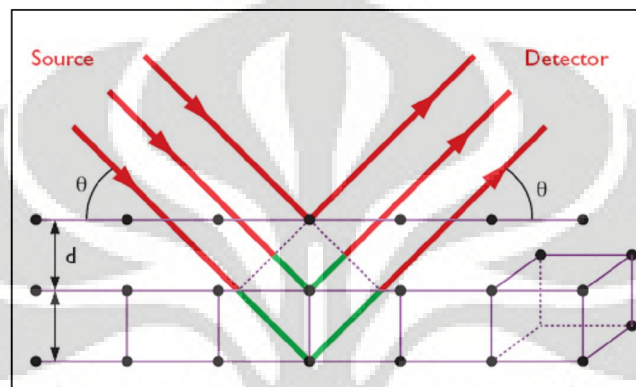
2.6. Alat Uji

2.6.1. Difraksi Sinar-X (XRD)

Max von Laude menyatakan bahwa kristal dapat digunakan sebagai kisi tiga dimensi untuk difraksi radiasi elektromagnetik. Ketika radiasi elektromagnetik melewati suatu materi, terjadi interaksi dengan elektron dalam atom dan sebagian dihamburkan ke segala arah. Dalam beberapa arah, gelombang berada dalam satu fasa dan saling memperkuat satu sama lain sehingga terjadi interferensi konstruktif sedangkan sebagian tidak satu fase dan saling meniadakan sehingga terjadi interferensi destruktif.^{18,19}

Interferensi konstruktif tergantung pada jarak antar bidang (d), besar sudut difraksi (θ) dan berlangsung hanya apabila memenuhi hukum Bragg :

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad n = 1, 2, 3, \dots$$



Gambar 2.10 Difraksi Sinar X¹⁸

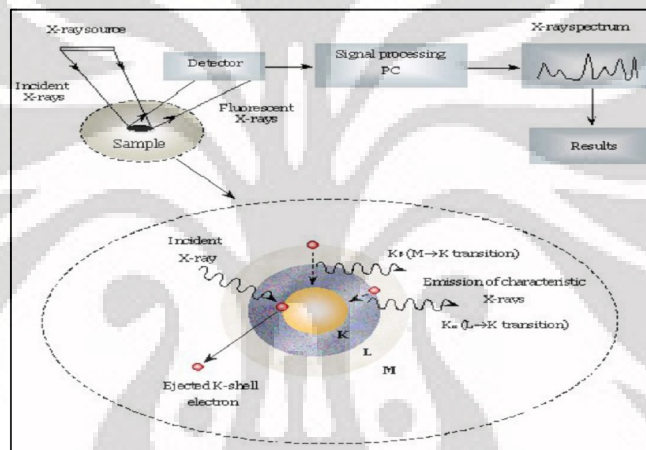
Penurunan konvensional Hukum Bragg dengan menganggap setiap bidang kisi memantulkan radiasi. Dalam difraktometer sampel disebarkan pada bidang datar, dan pola difraksinya dimonitor secara elektronik (Gambar 2.10). Pada umumnya digunakan untuk analisa kuantitatif dan kualitatif, karena pola difraksi itu merupakan sejenis sidik jari yang dapat dikenali.

2.6.2. Fluoresensi Sinar-X (XRF)

XRF merupakan instrumen yang dapat menganalisa unsur-unsur dalam suatu senyawa. Prinsip kerjanya berdasarkan radiasi sinar X yang akan mengeksitasi atom-atom ke tingkat energi yang lebih tinggi, pada saat

atom-atom tersebut kembali ke keadaan dasar akan memancarkan energi yang spesifik untuk setiap unsurnya (Gambar 2.11).

Sampel bisa berupa padatan maupun cairan yang tidak memerlukan perlakuan khusus. Instrumen XRF terdiri dari sumber sinar yang digunakan untuk mengeksitasi atom-atom, tempat untuk meletakkan sampel serta spektrofometer yang akan mengukur panjang gelombang atau energi dan intensitas radiasi fluoresensi yang dipancarkan.²⁰

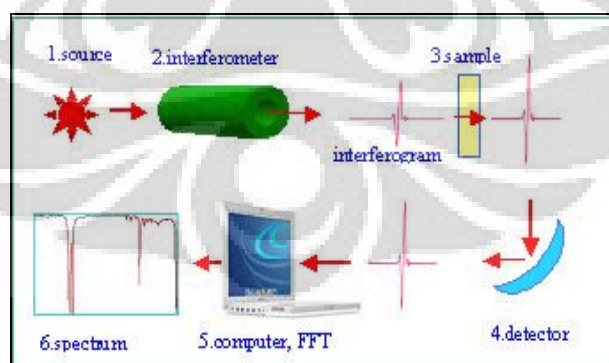


Gambar 2.11 Skema XRF²⁰

2.6.3. Spektrofotometri Infra Merah (FTIR)

Instrumen FTIR menggunakan sumber radiasi dalam kisaran inframerah (bilangan gelombang = $4000-400\text{ cm}^{-1}$). Radiasi dalam kisaran energi ini sesuai dengan kisaran frekuensi vibrasi rentangan (*stretching*) dan vibrasi bengkakan (*bending*) ikatan kovalen dalam kebanyakan molekul. Bila molekul menyerap radiasi inframerah, energi yang diserap menyebabkan

kenaikan amplitudo vibrasi atom-atom yang saling berikatan. Panjang gelombang absorpsi oleh suatu tipe tertentu ikatan, bergantung pada jenis vibrasi ikatan tersebut. Oleh karena itu tipe ikatan yang berbeda (C-H, C-C, C-O dll) menyerap radiasi inframerah pada panjang gelombang berbeda. Pada FTIR (Gambar 2.12) sampel diletakkan dalam instrumen dengan sumber radiasi inframerah. Spektrometer secara otomatis membaca sejumlah radiasi yang menembus sampel dengan kisaran frekuensi tertentu dan merekam pada kertas berapa persen radiasi yang ditransmisikan. Karena setiap tipe ikatan yang berbeda mempunyai sifat frekuensi vibrasi yang berbeda, maka tidak ada dua molekul yang berbeda strukturnya akan mempunyai bentuk serapan yang tepat sama. Instrumen FTIR terdiri sumber cahaya, monokromator, detektor, dan sistem pengolah data (komputer). Spektum yang dihasilkan merekam panjang gelombang atau frekuensi versus % T.^{21,22}



Gambar 2.12 Komponen FTIR²¹

2.6.4. Spektrofotometer UV-Vis

Molekul dapat menyerap radiasi dalam daerah UV-Vis karena mengandung elektron yang dapat dieksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi. Spektrofotometer UV-Vis dapat membaca transisi pada panjang gelombang antara 190-1000 nm. Berdasarkan hukum Lambert-Beer, absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi, sesuai persamaan :

$$A = \epsilon \cdot b \cdot C$$

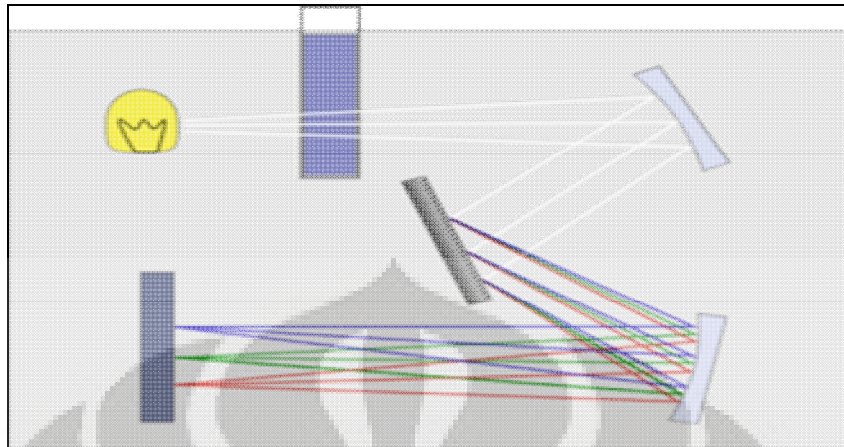
$$A = a \cdot b \cdot C$$

A = absorbansi ϵ = absorptivitas molar a = absorptivitas

C = konsentrasi b = tebal kuvet

Radiasi yang ditembakkan pada suatu sampel ada yang diserap dan ada yang diteruskan. Logaritma daya radiasi yang diserap per daya radiasi yang diteruskan merupakan nilai absorbansi (lihat Gambar 2.13).²³

Penggunaan utama spektrofotometer UV-Vis, yang bergantung pada transisi antara level energi elektronik, yaitu mengidentifikasi sistem elektron π terkonjugasi. Energi yang dibutuhkan untuk memindahkan elektron dari suatu keadaan standar ke keadaan lain berada pada spektrum elektromagnetik antara visible dan ultraviolet.



Gambar 2.13 UV-Vis Spektrofotometer²³

2.6.5. Spektrofotometri Serapan Atom (AAS)

Spektroskopi atom digunakan untuk mengidentifikasi dan menentukan secara kualitatif dan kuantitatif logam dalam larutan. Pengukuran dalam AAS berdasarkan radiasi yang diserap oleh atom yang tidak tereksitasi dalam bentuk uap. Dalam spektroskopi emisi, pengukuran didasarkan pada energi yang diemisikan ketika atom-atom dalam keadaan tereksitasi untuk kembali ke keadaan dasar. Atom-atom yang tidak tereksitasi dikenai energi berupa cahaya dari lampu yang sesuai dengan logam yang diukur, sehingga elektronnya akan mengalami transisi elektronik dan menghasilkan spektrum serapan. Rangkaian alat spektroskopi serapan atom terdiri dari sumber cahaya, pengatomisasi, dan sistem pendeteksi cahaya (monokromator, detektor dan pencatat). Sumber cahaya yang digunakan untuk spektroskopi serapan atom umumnya adalah lampu *hollow cathode* berisi unsur yang

sama dengan unsur yang akan digunakan untuk pembentukkan atom dalam wujud gas. Monokromator digunakan untuk memilih panjang gelombang emisi cahaya yang diinginkan. Detektor yang digunakan adalah suatu fotomultiplier karena sangat sensitif dan responnya terhadap cahaya seragam pada daerah panjang gelombang ultraviolet dan sinar tampak.²¹



BAB III

ALAT, BAHAN DAN CARA KERJA

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Penelitian Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia pada bulan Agustus sampai November 2009.

3.2 Alat

3.2.1 Alat Laboratorium

Peralatan laboratorium yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas seperti gelas piala 500 mL, gelas piala 250 mL dan gelas piala 100 mL, termometer, labu ukur 1000 mL, labu ukur 500 mL, labu ukur 250 mL dan labu ukur 100 mL, pipet ukur, mortar, magnetik stirer, neraca analitik, oven, autoclave, sentrifuge dan lampu UV-a.

3.2.2 Alat Uji Karakterisasi

Alat uji yang digunakan untuk analisa dan karakterisasi adalah XRD, XRF, FTIR, UV-DRS, UV-Visible, dan AAS.

3.3 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Bentonit Alam dan bahan-bahan kimia yang dibeli dari Merck, diantaranya Natrium Hidroksida (NaOH), Asam Asetat (CH₃COOH), Natrium Klorida (NaCl), Perak Nitrat (AgNO₃), Seng(II) asetat dihidrat (Zn(CH₃COOH)₂·2H₂O), Amonium Hidroksida (NH₄OH), Etanol 95% (CH₃CH₂OH), Zat Warna Rhodamin-B dan aquades.

3.4 Cara Kerja

Cara kerja pada penelitian ini dilakukan berdasarkan prosedur yang telah dilakukan peneliti-peneliti sebelumnya dengan beberapa modifikasi.^{24,25,26}

3.4.1 Preparasi Bentonit Alam

Seratus gram bentonit alam dipanaskan di dalam oven pada suhu 110-120^oC selama 2 jam. Bentonit kering yang diperoleh dari proses tersebut kemudian digerus dan diayak menggunakan ayakan berukuran 230 *mesh*.

3.4.2 Purifikasi karbonat dengan Larutan Buffer pH 4,8

Bentonit hasil preparasi didispersikan kedalam 250 mL larutan buffer Natrium Asetat (CH_3COONa) pH = 4,8. Dilakukan pengadukan selama 5 jam sampai gelembung gas CO_2 yang merupakan indikasi karbonat hilang. Campuran bentonit kemudian dipisahkan dari filtratnya dengan cara disentrifugasi dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110-120⁰ C.

3.4.3 Penjenuhan bentonit dengan NaCl 1 M

80 gram bentonit hasil purifikasi yang telah halus didispersikan kedalam 1250 mL larutan Natrium Klorida (NaCl) 1 M. Suspensi diaduk dengan pengaduk magnet selama 24 jam pada suhu 70⁰ C. Campuran dipisahkan dengan cara dekantasi dan endapan dicuci dengan aquades untuk menghilangkan sisa ion klorida. Filtrat diuji dengan menggunakan larutan Perak Nitrat (AgNO_3) 1M sampai tidak terbentuk endapan putih AgCl . Bentonit yang telah bebas ion Cl^- dikeringkan dalam oven pada suhu 110-120⁰ C kemudian digerus dan diayak menggunakan ayakan berukuran 230 *mesh*. Bentonit yang diperoleh dikarakterisasi dengan menggunakan alat uji XRD, XRF dan FTIR. Untuk selanjutnya bentonit ini dinamakan Na-Bentonit.

3.4.4 Preparasi Larutan Kompleks $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$

Sebanyak masing-masing 1,0914; 2,1827 dan 3,274 gram $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam aquades sampai diperoleh larutan Zn^{2+} 1M. Kedalam larutan tersebut dimasukkan NH_4OH 1M perlahan-lahan secara berurutan masing-masing 29,63; 59,26 dan 88,88 mL. Kedalam campuran tersebut ditambahkan larutan etanol : air dengan komposisi 1 : 4 kemudian larutan ini di stirer selama 1 jam pada temperatur kamar. Untuk selanjutnya secara berurutan larutan ini dinamakan larutan kompleks $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ A, B dan C.

3.4.5 Sintesis ZnO-Bentonit

Tahap ini dimulai dengan pembuatan suspensi Na-Bentonit, masing-masing dibuat dari 6,8 ; 7,2 dan 7,4 gram Na-bentonit yang didispersikan dalam aquades sebanyak 68, 72 dan 74 mL. Masing-masing suspensi Na-Bentonit dituangkan secara berurutan ke dalam larutan kompleks $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ A, B dan C (memberikan persen berat 5%, 10% dan 15%). Setelah semua suspensi ditambahkan, campuran distirer dan direfluks pada suhu 80°C selama 2 jam. Kemudian masing-masing campuran di masukkan ke dalam autoclave dan dipanaskan pada suhu 160°C selama 3 jam. Dilakukan penyaringan pada suspensi hasil autoclave dan endapan dikeringkan dalam oven pada suhu $110\text{-}120^\circ\text{C}$ untuk menghilangkan uap air. Kemudian dilakukan kalsinasi secara bertahap sampai suhu 400°C untuk mendapatkan material ZnO-Bentonit. Untuk selanjutnya hasil sintesis ini berturut-turut

dinamakan 5%, 10% dan 15% ZnO-Bentonit. Hasil sintesis ini dikarakterisasi dengan XRD, XRF, FTIR, UV Vis Diffuse Reflectance. Kemudian dilakukan uji leaching pada material hasil sintesis dimana 100 mg masing-masing ZnO-Bentonit hasil sintesis didispersikan dalam 100 mL aquades dan dilakukan pengadukan selama 3 jam. Endapan dipisahkan dari campuran dan filtratnya digunakan untuk uji kandungan Zn^{2+} menggunakan instrument AAS.

3.4.6 Uji Aplikasi Fotokatalis

3.4.6.1 Pembuatan Larutan stok Rhodamin-B

Larutan Rhodamin-B 10^{-3} M dibuat dengan menimbang sebanyak 0,0479 gram padatan Rhodamin-B dan dilarutkan dalam labu ukur 1 L dengan aquades. Rhodamin B yang digunakan untuk uji aplikasi selanjutnya dipersiapkan dengan pengenceran larutan stok menjadi 2×10^{-5} M.

3.4.6.2 Uji Variasi Waktu

Sebanyak 50 mg ZnO-Bentonit didispersikan ke dalam 100 mL larutan zat warna Rhodamin-B 2×10^{-5} M. Proses fotokatalis dilakukan dibawah

penyinaran lampu UV-a dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90, 120, 150, dan 180 menit. Reaktor batch yang digunakan memiliki 2 buah lampu UV-a dengan panjang gelombang 315-400 nm. Pada masing-masing interval waktu secara berurutan diambil aliquot sebanyak 7 mL kemudian disentrifugasi dan absorbansi filtratnya diukur dengan alat uji Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum Rhodamin-B.

Pada penelitian ini dilakukan perlakuan yang sama dengan menggunakan beberapa kontrol. Sebagai kontrol efek fotolisis (kontrol 1) dilakukan dengan penyinaran terhadap 100 mL larutan Rhodamin-B 2×10^{-5} M tanpa material ZnO-Bentonit. Sebagai kontrol efek sorpsi (kontrol 2) dilakukan dengan penyinaran lampu UV pada 50 mg material Na-Bentonit dalam 100 mL larutan Rhodamin-B 2×10^{-5} M. Sebagai kontrol efek fotokatalis (kontrol 3) dari lampu UV, dilakukan dengan mendispersikan 50 mg material ZnO-Bentonit dalam 100 mL larutan Rhodamin-B 2×10^{-5} M tanpa disinari lampu UV. Sebagai kontrol efek fotokatalis (kontrol 4) dari material semikonduktor, dilakukan dengan penyinaran lampu UV pada 50 mg material ZnO dalam 100 mL larutan Rhodamin-B 2×10^{-5} M.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

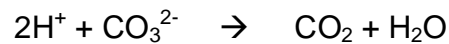
4.1 Preparasi Bentonit

Sebelum bentonit digunakan untuk tahap sintesis ZnO-bentonit maka dilakukan tahap preparasi bentonit terlebih dahulu. Preparasi bentonit dilakukan melalui tiga tahap yaitu preparasi bentonit alam, purifikasi karbonat dan penjenuhan bentonit dengan menggunakan larutan Natrium Klorida (NaCl).

Tahap awal preparasi bentonit dimulai dengan mengeringkan bentonit dalam oven pada suhu 110-120⁰C selama 2 jam. Proses pemanasan ini bertujuan untuk menghilangkan uap air dan pengotor yang mudah menguap. Bentonit yang sudah kering kemudian disaring dengan ayakan berukuran 230 mesh untuk mendapatkan ukuran partikel bentonit yang lebih seragam.

Bentonit hasil preparasi selanjutnya digunakan dalam tahap purifikasi. Proses purifikasi bertujuan untuk menghilangkan karbonat yang kemungkinan masih terdapat di dalam bentonit. Purifikasi karbonat dilakukan dengan mendispersikan 80 gram bentonit ke dalam 250 mL larutan buffer Natrium Asetat (CH₃COONa) pH 4,8 sambil dilakukan pengadukan.

Reaksi yang terjadi adalah :



Gas CO_2 yang dihasilkan akan teramati sebagai gelembung-gelembung yang muncul pada permukaan campuran. Proses pengadukan dihentikan pada saat gelembung gas tidak teramati lagi pada permukaan campuran tersebut. Kemudian campuran disentrifugasi untuk memisahkan padatan bentonit dari larutan buffer Natrium Asetat (CH_3COONa).

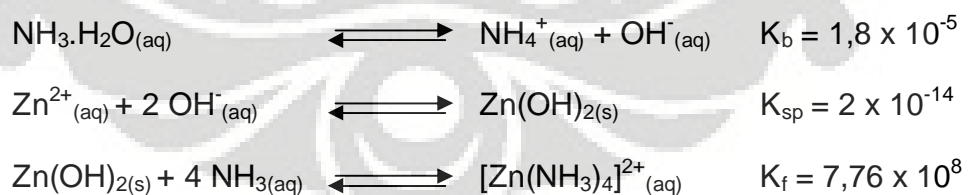
Tahap terakhir dari preparasi bentonit adalah penjenuhan dengan larutan Natrium Klorida (NaCl) 1M. Proses penjenuhan ini bertujuan untuk mensubstitusi ion Ca^{2+} yang terdapat dalam ruang interlayer bentonit alam dengan ion Na^+ sehingga terjadi pertukaran ion dari Ca-bentonit menjadi Na-bentonit. Substitusi ini diharapkan akan mengubah daya mengembang dari bentonit alam pada ruang interlayer yang awalnya kurang mengembang (*non-swelling*) menjadi lebih mengembang (*swelling*). Perubahan sifat dari *non-swelling* menjadi *swelling* diperlukan agar mempermudah proses penyisipan material ZnO pada ruang interlayer bentonit. Na-bentonit lebih bersifat mengembang daripada Ca-bentonit karena ketika berada dalam air permukaan interlayer bentonit akan memberikan gaya tarik terhadap absorpsi molekul air. Ion Na^+ yang berada pada permukaan lembaran bentonit akan berasosiasi dengan daerah yang mengalami defisiensi muatan positif pada salah satu lembaran saja, sehingga jarak antara lembaran akan terpisah cukup jauh dan memungkinkan interaksi dengan air lebih banyak serta meningkatkan kestabilan. Sementara ion Ca^{2+} tidak dapat berasosiasi secara

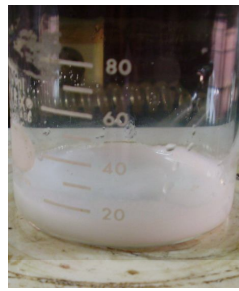
efektif dengan dua pusat negatif pada satu lembaran sehingga harus berasosiasi dengan dua lembaran sekaligus.²⁴

4.2 Preparasi Kompleks $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$

Sintesis kompleks $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ dilakukan dengan melarutkan seng(II)asetat dihidrat ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) sebagai sumber Zn^{2+} dalam aquades dengan komposisi tertentu hingga memiliki nilai molaritas sebesar 1M. Kemudian secara bertahap dituangkan larutan ammonia (NH_4OH) 1M secara perlahan dengan dilakukan pengadukan. Pada awalnya akan terbentuk larutan berwarna putih susu (Gambar 4.1.a) yang merupakan indikasi terbentuknya larutan seng dihidroksida ($\text{Zn}(\text{OH})_2$) dan penambahan NH_4OH berlebih akan merubah larutan ini kembali menjadi warna putih jernih (Gambar 4.2.b). Perubahan warna terakhir merupakan indikasi telah terbentuknya kompleks $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ dalam fasa larutan.

Reaksi yang terjadi :





(a)



(b)

Gambar 4.1. Larutan (a) $\text{Zn(OH)}_{2(s)}$ (b) $[\text{Zn(NH}_3)_4]^{2+}_{(aq)}$

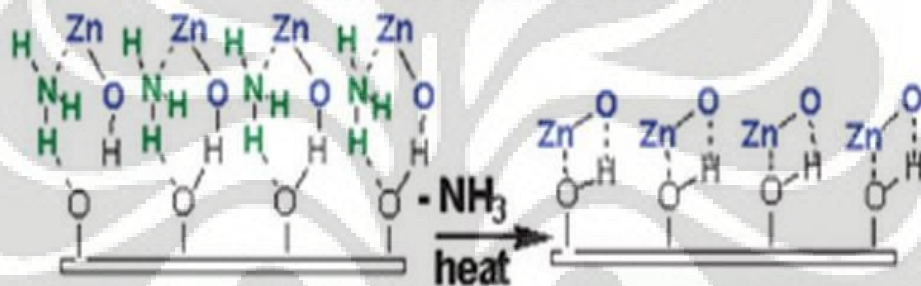
Kemudian ditambahkan larutan etanol 95% yang bertujuan untuk menarik kelebihan air dan menjaga kestabilan struktur kompleks $[\text{Zn(NH}_3)_4]^{2+}$ yang terbentuk.²⁵ Larutan ini merupakan spesi yang diharapkan bisa berperan dalam pertukaran ion dan sebagai agen pemilar pada lapisan bentonit

4.3 Sintesis ZnO-Bentonit

Pada penelitian ini sintesis ZnO-bentonit dilakukan dengan metode hidrotermal seperti yang telah dilaporkan oleh Seong-Ju Hwang, *et.al.*²⁶ ZnO-bentonit disintesis dengan mendispersikan bentonit dalam aquades terlebih dahulu yang selanjutnya dicampurkan pada larutan kompleks $[\text{Zn(NH}_3)_4]^{2+}$ dan direfluks pada suhu 80°C dengan proses pengadukan. Setelah dilakukan proses refluks selama 2 jam campuran dimasukkan dalam autoclave yang dilapisi teflon untuk menjalani proses reaksi hidrotermal pada suhu 160°C selama 3 jam. Setelah proses hidrotermal ini autoclave didinginkan di bawah

aliran air kran. Padatan yang dihasilkan kemudian dikalsinasi secara bertahap sampai suhu 400°C selama 5 jam dimana senyawa pengotor organik akan terurai seiring dengan kenaikan suhu dan pembentukan kristal ZnO berlangsung sempurna.²⁶

Reaksi yang terjadi adalah:

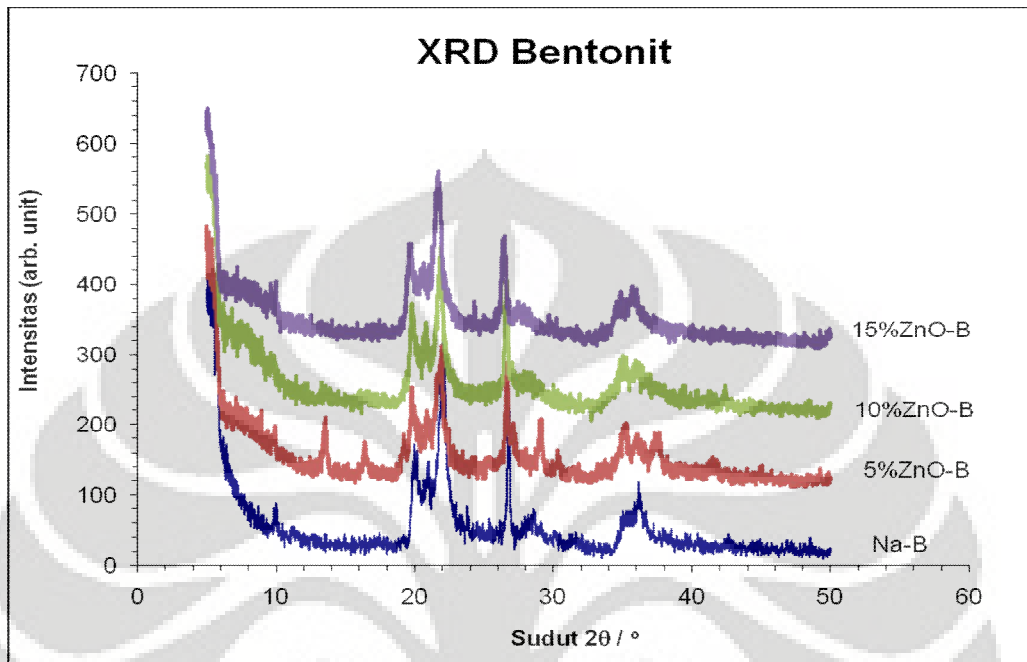


Gambar 4.2. Mekanisme Hidrotermal²⁷

4.4 Karakterisasi

ZnO-Bentonit yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi dengan alat uji XRD, FTIR, XRF, UV-Vis Diffuse Reflectance dan AAS.

4.4.1 X-ray Diffraction (X-RD)



Gambar4.3. XRD Bentonit

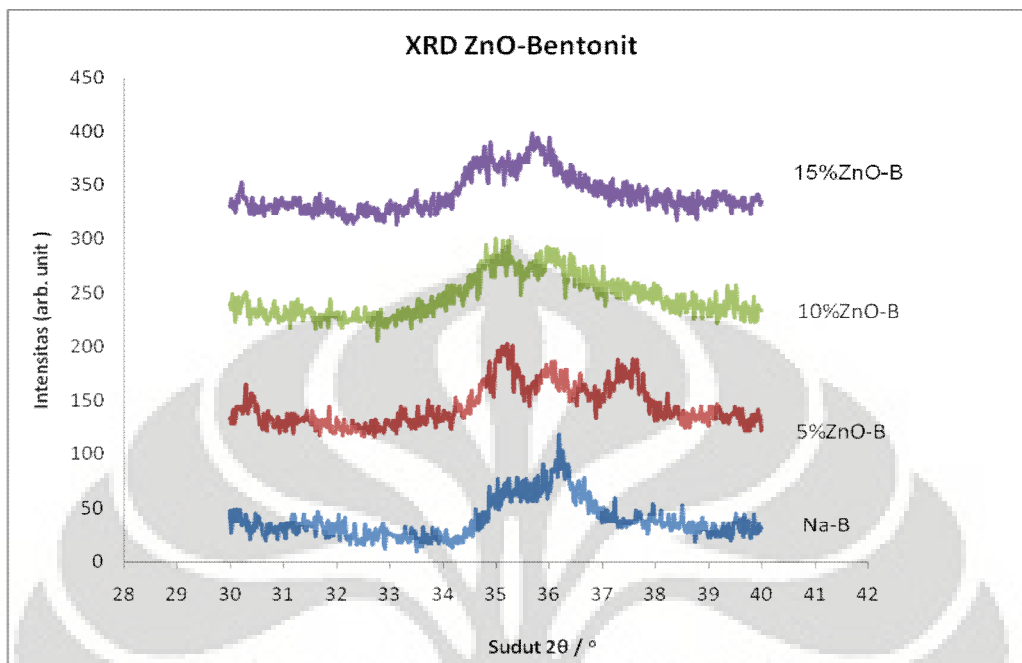
Gambar 4.3 menggambarkan pola difraksi bentonit. Pada difraktogram XRD Gambar 4.3 tampak puncak-puncak khas untuk bentonit dan dirangkum pada Tabel 4.1. Kemunculan puncak khas untuk Na-Bentonit diperlihatkan pada posisi sudut $2\theta = 5,72 ; 19,94 ; 26,79$ dan $35,09$. Dimana pada puncak difraktogram $2\theta = 5,72$ dan $19,94$ merupakan karakteristik untuk kerangka bentonit. Sedangkan pada puncak difraktogram $2\theta = 26,79$ dan $35,09$ merupakan puncak karakteristik untuk SiO_2 . Pada Gambar 4.3 terlihat bahwa ZnO-Bentonit memiliki pola difraksi yang hampir sama dengan Na-Bentonit dimana terdapat intensitas yang cukup tinggi pada posisi 2θ Na-Bentonit. Berdasarkan data tersebut dapat diindikasikan bahwa proses penyisipan

material ZnO pada lapisan interlayer bentonit tidak merubah struktur bentonit alam.

Tabel 4.1 Sudut 2θ XRD Bentonit dan ZnO-Bentonit

Na-B [2 θ]	5% ZnO-B [2 θ]	10% ZnO-B [2 θ]	15% ZnO-B [2 θ]	Karakteristik
5,72	5,64	5,78	5,66	MMT
19,94	19,80	19,75	19,63	MMT
26,79	26,65	26,62	26,43	SiO ₂
35,09	35,16	35,77	35,80	SiO ₂
	37,46	34,96	34,64	ZnO

Pola difraksi ZnO-Bentonit juga menunjukkan puncak baru yang terekam pada sudut $2\theta = 37,46$; $34,96$ dan $34,64$ secara berturut-turut untuk ZnO-Bentonit 5%, 10% dan 15%. Pada karakterisasi yang sudah dilakukan untuk kristal ZnO murni menunjukkan bahwa terdapat puncak pada sudut $2\theta = 31,99$; $34,64$; dan $36,47$ (Lampiran 6). Sedangkan penelitian yang dilakukan oleh Seong-Ju Hwang, *et.al*/mengkonfirmasi bahwa puncak ZnO muncul pada $2\theta = 34,32$ dan $2\theta = 36,20$.²⁷ Bila dibandingkan dengan nilai 2θ untuk ZnO-Bentonit hasil sintesis (Gambar 4.4) tidak jauh berbeda secara signifikan dengan hasil yang diperoleh Seong-Ju Hwang, *et.al*.²⁶ Berdasarkan data tersebut dapat diasumsikan bahwa penyisipan material ZnO pada bentonit telah berhasil dilakukan.



Gambar 4.4. XRD ZnO-Bentonit

4.4.2 Infrared Spectrophotometry (FTIR)

Metode analisis menggunakan spektroskopi inframerah bermanfaat untuk melengkapi data karakteristik dari difraksi sinar-X. Data serapan untuk Na-Bentonit, $Zn(NH_3)_4$ -Bentonit dan ZnO-Bentonit yang tampak dari hasil spektroskopi FTIR berada pada daerah 400 cm^{-1} - 4000 cm^{-1} telah diringkas pada Tabel 4.2.

Pada spektra FTIR Na-Bentonit (Lampiran 7) tampak pita serapan pada bilangan gelombang $3622,32\text{ cm}^{-1}$ yang mengindikasikan adanya besi(II) akibat *stretching* OH pada trioktahedral $[Fe^{2+}]_3OH$.^{28,29} Pada

Tabel 4.2. Pita Serapan FTIR dan Gugus Fungsi Terkait pada

Na-Bentonit, Zn(NH₃)₄-Bentonit dan ZnO-Bentonit.

Bentonit	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)					
Na-Bentonit	3622,32 3423,65		2926,01 2854,65	1631,78 1454,33	1037,7 914,26 796,6	
[Zn(NH ₃) ₄]-B	3631,96	3340,71		1625,99 1402,25	1041,56 914,26 796,6	
5% ZnO-B	3641,6			1627,92 1429,25	1036,26 916,19 796,6	518,85 476,42
10% ZnO-B	3624,25			1631,78 1427,32	1045,42 929,69 796,6	528,5 470,63
15% ZnO-B	3624			1631,78 1423,47	1056,44 929,69 798,53	528,5 470,63

ZnO-Bentonit 5%, 10%, dan 15% (Lampiran 8-10) ditemukan vibrasi serupa pada kisaran bilangan gelombang 3624-3641 cm⁻¹. Sementara pita serapan pada bilangan gelombang kisaran 3400 cm⁻¹ mengindikasikan adanya ikatan hidrogen (*H-O-H* dalam air).^{30,31} Untuk pita serapan daerah 2854 cm⁻¹ dan 2929cm⁻¹ pada Na-Bentonit merupakan *stretching* H-C-H yang merupakan indikasi masih adanya pengotor organik.²⁵ Namun nilai pita serapan ini sudah tidak tampak pada ZnO-Bentonit, hal ini dimungkinkan pengaruh proses kalsinasi pada suhu tinggi yang sudah menguapkan pengotor organik tersebut. Pita serapan pada daerah 1630 cm⁻¹ merupakan pita deformasi H-O-H.³¹ Pada bilangan gelombang sekitar 1030-1040 cm⁻¹ muncul vibrasi Si-O-Si *stretching*. Pita serapan lemah pada 913 cm⁻¹ merupakan deformasi

Al_2OH .²⁸ Pita serapan sekitar 795 cm^{-1} adalah pita deformasi $\text{Fe}^{3+}\text{MgOH}$. Sedangkan pada $\text{Zn}(\text{NH}_3)_4$ -Bentonit (Lampiran 11) terdapat pita serapan lemah pada daerah $3340,71\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan indikasi N-H *stretching* dan pita serapan pada daerah $1402,25\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan indikasi N-H *bending*.³² Hal ini menunjukkan bahwa spesi intermediet $\text{Zn}(\text{NH}_3)_4$ -Bentonit telah terbentuk sebelum dilakukan proses hidrotermal.

Pita serapan zink oksida muncul pada bilangan gelombang 470 cm^{-1} . Penelitian yang dilakukan oleh Chien Ling-young, *et.al* menginformasikan bahwa pita serapan kristal ZnO akan terbentuk pada 470 cm^{-1} .²⁶ Sementara penelitian yang dilakukan oleh Kwang Bo Shim, *et.al* memperlihatkan pita serapan ZnO berkisar di antara 473 cm^{-1} dan 532 cm^{-1} .³³

4.4.3 X-ray Fluorescence (X-RF)

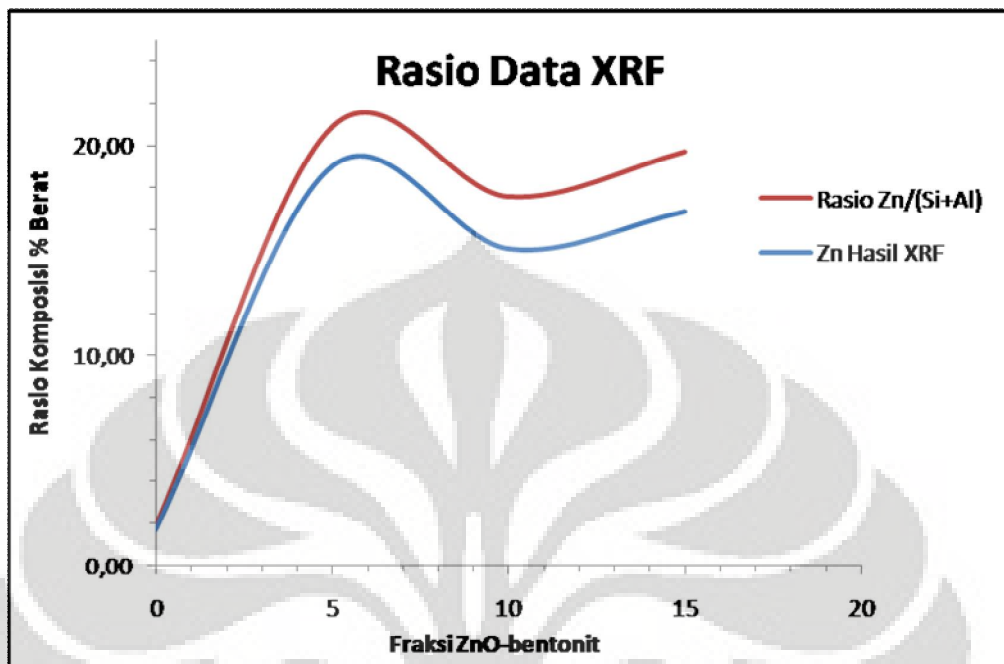
Tabel 4.3 memperlihatkan rasio Si/Al Na-Bentonit dan ZnO-Bentonit. Dari tabel tersebut terlihat bahwa pada Na-Bentonit dan ZnO-Bentonit hasil sintesis terjadi penurunan rasio Si/Al yaitu berada pada kisaran antara 6,5 – 5,0. Namun perubahan ini dinilai tidak signifikan karena nilai puncak XRF untuk Si dan Al sebagai penyusun utama bentonit tetap memperlihatkan puncak pada intensitas yang relatif tetap (Lampiran 13 – 16). Maka dari nilai

Tabel 4.3 Rasio Zn/(Si+Al)

Bentonit	Zn (% Berat)	Rasio Si/Al	Rasio Zn/(Si+Al)
Na-B	1,7	7,2	1,9
5% ZnO-B	19,0	6,5	20,8
10% ZnO-B	15,1	5,3	17,6
15% ZnO-B	16,9	5,0	19,7

rasio Si/Al pada semua fraksi ZnO-Bentonit hasil sintesis dapat diasumsikan tidak banyak terjadi pergantian Si dan Al pada struktur bentonit oleh Zn. Namun untuk spesi Zn pada pengukuran XRF memperlihatkan data persen berat yang kurang sesuai dengan teori perhitungan yang telah dilakukan. Hal ini disebabkan karena distribusi material ZnO yang kurang merata pada lapisan atau permukaan bentonit hasil sintesis. Dengan demikian, data XRF yang diperoleh belum dapat menjelaskan secara kuantitatif komposisi Zn yang telah membentuk ZnO pada bentonit.

Dari Gambar 4.5 terlihat bahwa pada fraksi 5% ZnO-Bentonit merupakan fraksi yang memiliki komposisi Zn terbanyak yang telah membentuk ZnO. Sementara pada fraksi 10% dan 15% ZnO-Bentonit mengalami penurunan hasil. Dari data tersebut diasumsikan bahwa semakin banyak jumlah Zn yang dimasukkan dalam sintesis kompleks $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ akan mempengaruhi mobilitas kompleks $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ untuk berdifusi ke dalam ruangan interlayer bentonit sehingga pada tahap selanjutnya kristal ZnO yang terbentuk tidak dapat sempurna berada pada lapisan interlayer bentonit. Hal ini dapat menerangkan bahwa ruangan interlayer dari bentonit



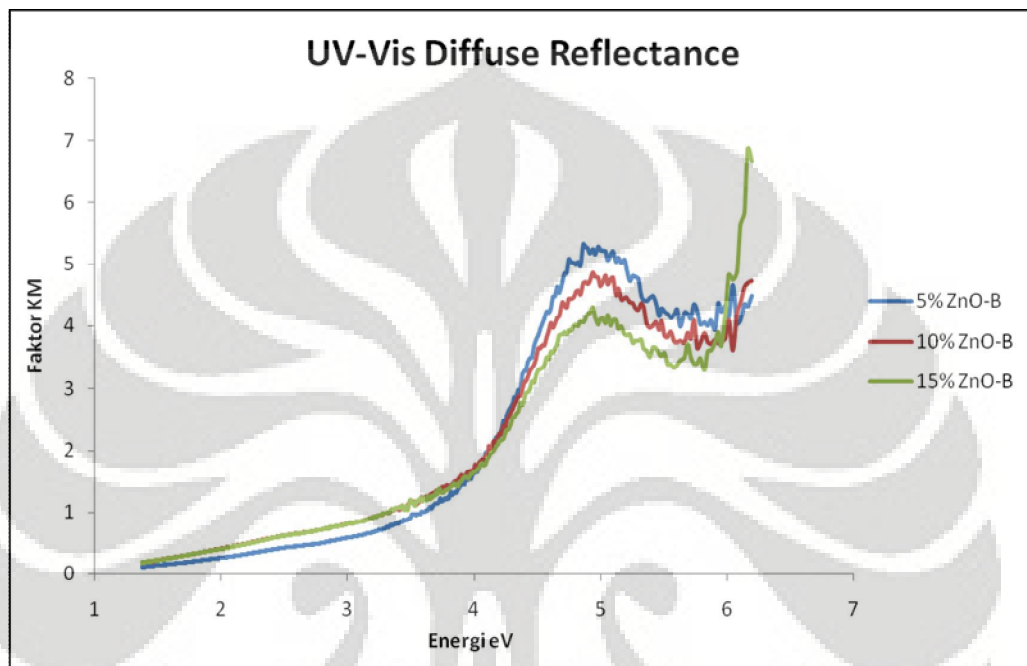
Gambar 4.5. Zn dan Rasio Zn/(Si+Al) dari Hasil XRF

mempunyai kapasitas tertentu untuk dapat menampung spesi kompleks $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$. Perhitungan rasio Zn terhadap jumlah total Si dan Al dilakukan untuk meyakinkan bahwa jumlah Zn mempunyai nilai maksimum terhadap pembentukan komponen dominan dalam ZnO-Bentonit.

4.4.4 UV-Diffuse Reflectance Spectrophotometry (UV-Vis DRS)

Gambar 4.6 memperlihatkan kurva UV-Vis Diffuse Reflectance ZnO-Bentonit 5%, 10% dan 15%. Dengan menggunakan perhitungan faktor Kubelka-Munk diperoleh nilai energy celah (*band gap*) untuk ZnO-Bentonit 5%, 10% dan 15% berturut-turut 3,6 eV; 3,54 eV ; 3,49 eV. Penelitian ini

dilakukan oleh X,W.Sun,*et.al*/ memperoleh nilai band gap yang bervariasi pada daerah 3,3 eV sampai 3,5 eV tergantung kepada suhu kalsinasi.³⁴



Gambar 4.6. UV-Vis Diffuse Reflectance

4.4.5 Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

Karakterisasi dengan alat uji *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) dimaksudkan untuk memperoleh nilai kadar Zn dari uji leaching pada ZnO-Bentonit. Tujuan dilakukannya uji leaching adalah untuk mengetahui kestabilan ikatan material ZnO pada bentonit sebelum dipakai pada aplikasi fotokatalis. Uji leaching dilakukan dengan mendispersikan 100 mg

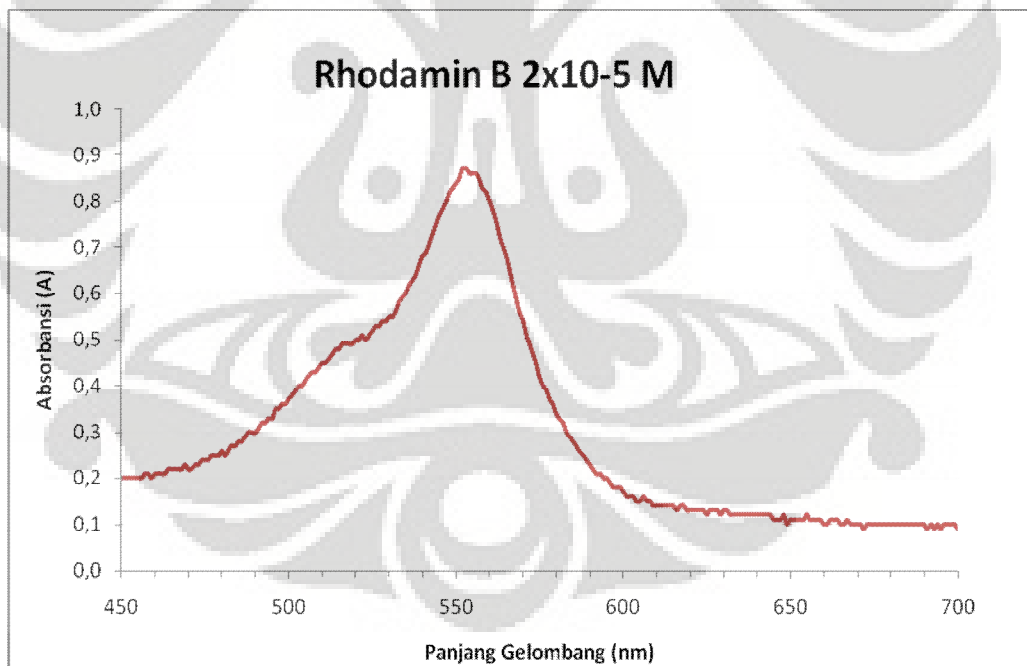
Tabel 4.4. Uji Leaching ZnO-Bentonit

Fraksi Bentonit	[Zn] awal (ppm)	Absorbansi (A)	[Zn] AAS (ppm)	Zn Leaching (%)
5% ZnO-B	4,01	0,0185	0,0141	0,3503
10% ZnO-B	8,02	0,0195	0,0181	0,2253
15% ZnO-B	12,04	0,0204	0,0217	0,1802

ZnO-Bentonit di dalam 100 mL akuades dengan pengadukan selama 180 menit. Kemudian filtrat diukur dengan menggunakan instrumen AAS. Tabel 4.4 memperlihatkan data AAS untuk uji leaching logam Zn pada ZnO-Bentonit 5%,10% dan 15% hasil sintesis. Dari tabel tersebut terlihat bahwa leaching logam Zn mempunyai nilai yang relatif kecil pada ZnO-Bentonit 5%,10% dan 15% hasil sintesis. Sehingga dapat diindikasikan bahwa leaching Zn yang relatif kecil tidak berpengaruh signifikan untuk uji fotokatalis ZnO-Bentonit terhadap degradasi zat warna Rhodamin B.

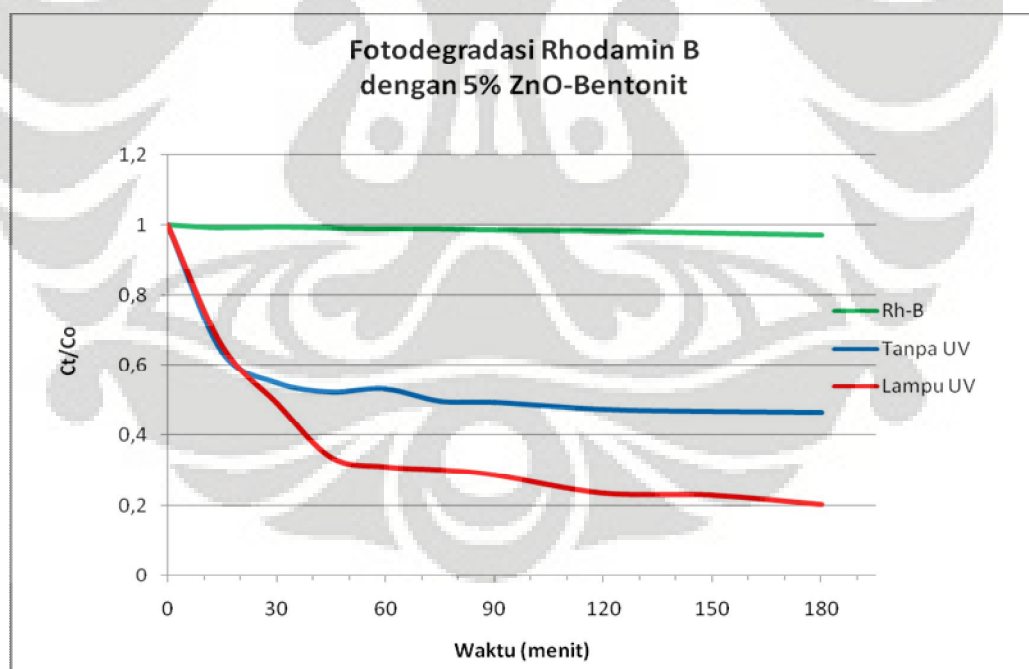
4.5 Uji Fotokatalis Rhodamin B

Uji aplikasi fotokatalis ini dilakukan dengan menggunakan larutan Rhodamin B 2×10^{-5} M dengan metoda batch. ZnO-Bentonit yang telah didispersikan ke dalam larutan Rhodamin B, disinari dengan menggunakan lampu UV dalam reaktor. Setelah waktu tertentu, sejumlah aliquot diambil untuk ditentukan nilai absorbansinya. Gambar 4.7 memperlihatkan kurva pita serapan larutan Rhodamin B 2×10^{-5} M. Dari gambar tersebut terlihat bahwa larutan Rhodamin B 2×10^{-5} M memiliki pita serapan maksimum pada daerah panjang gelombang 558 nm.

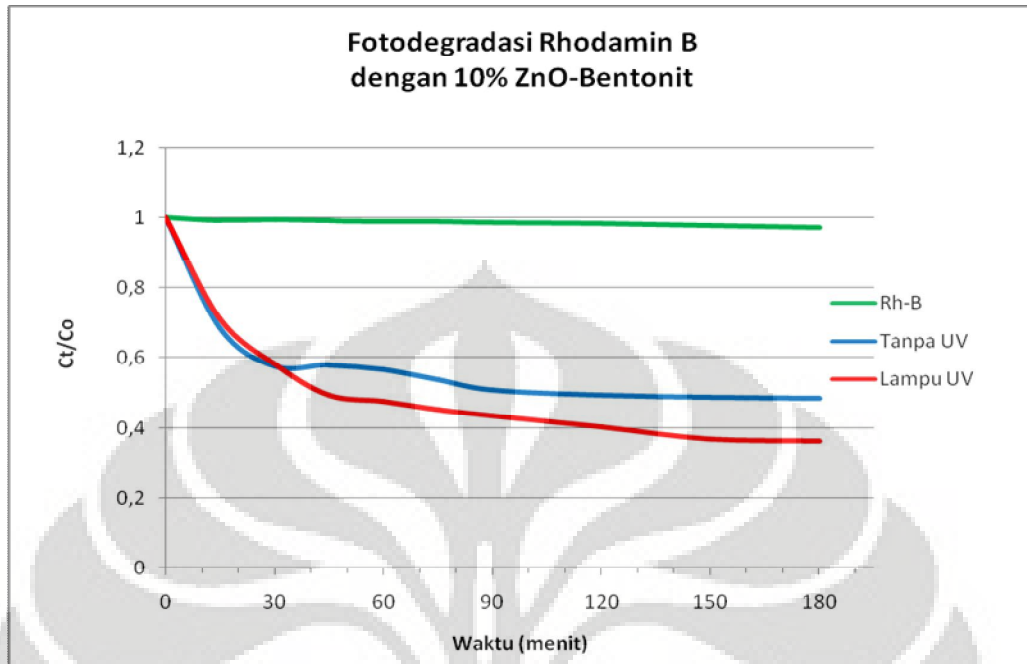


Gambar 4.7. Pita Serapan Maksimum Larutan Rhodamin B

Gambar 4.8 memperlihatkan kurva fotodegradasi dari larutan Rhodamin B yang menggunakan 5% ZnO-Bentonit. Dari kurva tersebut terlihat bahwa penurunan konsentrasi Rhodamin B dengan 5% ZnO-Bentonit pada penyinaran lampu UV lebih besar dibandingkan dengan 5% ZnO-Bentonit yang tidak disinari lampu UV. Hal ini mengindikasikan bahwa kemampuan ZnO-Bentonit yang dapat bertindak sebagai fotokatalis. Pada ZnO-Bentonit tanpa disinari UV, terjadi penurunan konsentrasi Rhodamin B. Hal ini diduga lebih disebabkan oleh adanya kemampuan sorpsi dari bentonit. Penelitian mengenai kemampuan sorpsi bentonit telah banyak dilaporkan. Salah satunya penelitian yang dilakukan oleh Capkova, *et.al* mengenai interaksi Rhodamin B terhadap bentonit aktif.³⁵

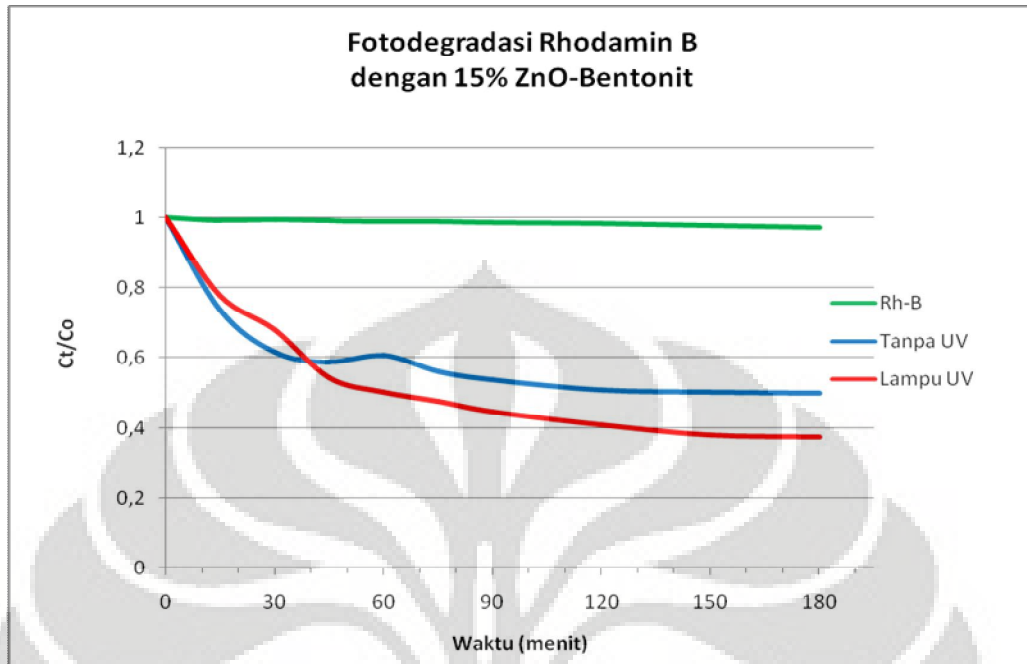


Gambar 4.8. Fotodegradasi Rhodamin B dengan 5% ZnO-Bentonit



Gambar 4.9. Fotodegradasi Rhodamin B dengan 10% ZnO-Bentonit

Gambar 4.9 memperlihatkan kurva fotodegradasi larutan Rhodamin B dengan 10% ZnO-Bentonit. Gambar ini memperlihatkan pola yang sama seperti pada Gambar 4.8. Hal ini memperlihatkan bahwa kemampuan fotokatalis dari ZnO-Bentonit juga terdapat pada fraksi 10% ZnO-Bentonit. Namun selisih antara pengurangan konsentrasi Rhodamin B yang disebabkan oleh 10% ZnO-Bentonit yang disinari lampu UV dengan yang tidak disinari lampu UV lebih kecil. Hal ini dimungkinkan karena sisi sorpsi bentonit ditempati oleh ZnO yang relatif kurang terdistribusi merata, sehingga penurunan konsentrasi Rhodamin B didominasi oleh proses sorpsi.



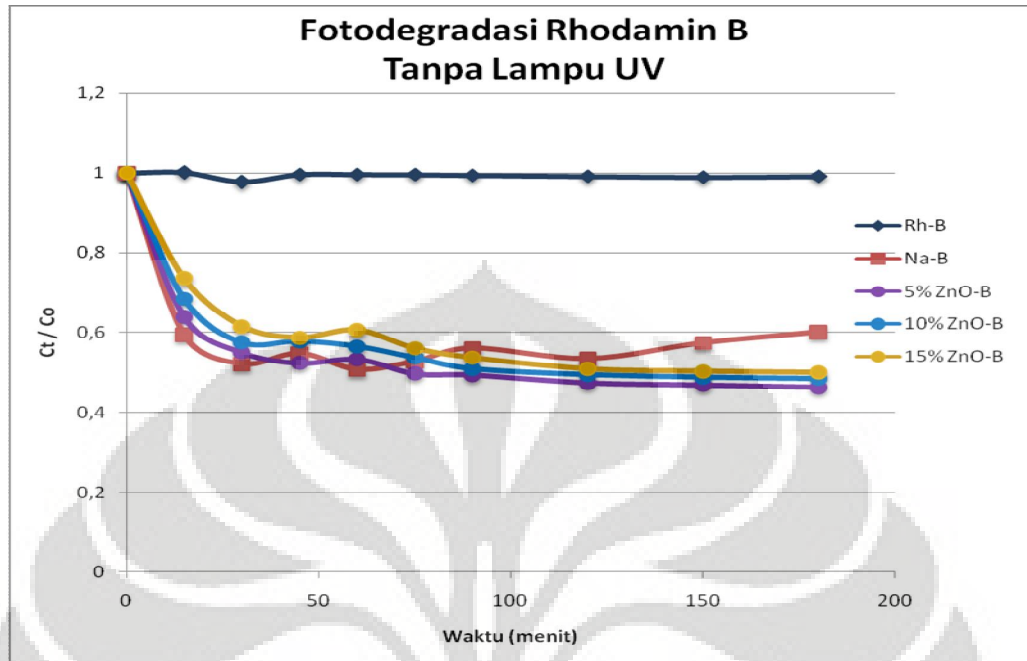
Gambar 4.10. Fotodegradasi Rhodamin B dengan 15% ZnO-Bentonit

Gambar 4.10 memperlihatkan kurva fotodegradasi Rhodamin B dengan 15% ZnO-Bentonit. Berdasarkan kurva tersebut dapat diamati bahwa perubahan yang terjadi mempunyai kemiripan pola dengan interaksi fotokatalis dengan 10% ZnO-Bentonit. Dari kemiripan pola tersebut dapat diasumsikan bahwa material 10% ZnO-Bentonit dan 15% ZnO-Bentonit memiliki kemampuan yang relatif sama terhadap degradasi zat warna Rhodamin B. Hal ini mungkin disebabkan oleh kapasitas ruang interlayer bentonit yang terbatas dan molekul Rhodamin B yang cukup besar. Pada saat proses fotodegradasi Rhodamin B diharapkan dapat masuk ke dalam ruang interlayer bentonit yang telah tersisipkan material ZnO. Sehingga material ZnO-Bentonit dapat berinteraksi langsung dengan Rhodamin B.

Semakin baik distribusi material fotokatalis ZnO dalam bentonit maka akan semakin besar degradasi Rhodamin B yang terjadi. Hal ini berkaitan dengan semakin bertambahnya jumlah sisi aktif dari ZnO yang ada. Penelitian mengenai pengaruh jumlah keberadaan katalis ZnO terhadap degradasi Rhodamin B dilakukan oleh BYRAPPA,K.³⁶

Kemampuan fotokatalis ZnO-Bentonit terhadap Rhodamin B juga diperkuat dengan dilakukannya kontrol terhadap larutan Rhodamin B yang disinari lampu UV tanpa menggunakan material fotokatalis. Pada masing-masing interval waktu tidak terjadi perubahan konsentrasi. Hal ini berarti bahwa penurunan konsentrasi Rhodamin B dalam larutan yang mengandung material fotokatalis murni disebabkan oleh sorpsi dan kemampuan fotokatalis dan bukan disebabkan oleh peristiwa penguapan larutan Rhodamin B selama proses reaksi dilakukan.

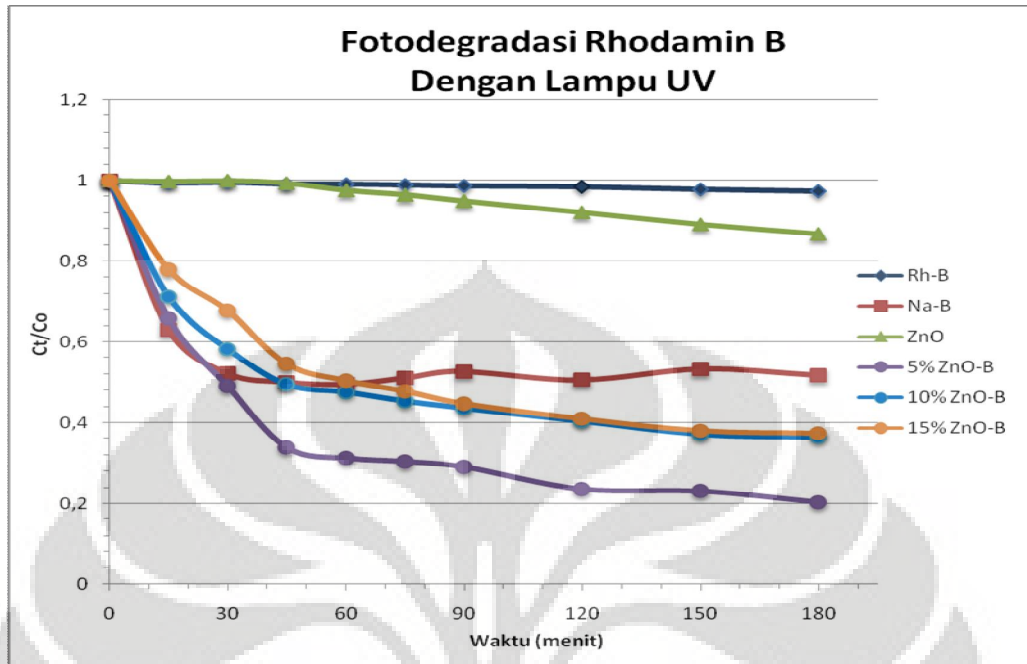
Gambar 4.11 memperlihatkan kurva gabungan aplikasi ZnO-Bentonit dengan variabel kontrol tanpa menggunakan sinar lampu UV terhadap aktifitas fotodegradasi Rhodamin B. Pola penurunan kurva tersebut mendeskripsikan kemampuan sorpsi dari material ZnO-Bentonit 5%, 10% dan 15% yang terjadi seiring dengan penurunan kurva kemampuan sorpsi dari Na-Bentonit. Dari Gambar 4.11 dapat dilihat bahwa fenomena sorpsi untuk Na-Bentonit terjadi pada 30 menit pertama setelah didispersikan dalam



Gambar 4.11. Kurva Fotodegradasi Rhodamin B Tanpa Lampu UV

Rhodamin B, selanjutnya proses sorpsi cenderung stabil. Sedangkan untuk ZnO-Bentonit proses sorpsi efektif terjadi dalam waktu 60 menit, selanjutnya material ZnO-Bentonit sudah tidak memperlihatkan kemampuan sorpsi. Hal ini mengindikasikan bahwa tanpa penyinaran lampu UV pada proses aplikasi maka kemampuan ZnO-Bentonit hanya terbatas pada efek sorpsi dan hampir tidak ada efek fotokatalis yang terjadi. Semakin banyak partikel ZnO yang diduga menempati ruang interlayer dari ZnO-Bentonit maka akan menghambat proses sorpsi dari ZnO-Bentonit terhadap partikel Rhodamin B.

Gambar 4.12 memperlihatkan kurva gabungan ZnO-Bentonit dan variabel kontrol terhadap fotodegradasi Rhodamin B. Pola penurunan



Gambar 4.12. Kurva Fotodegradasi Rhodamin B dengan Lampu UV

kemampuan fotokatalisis ZnO-Bentonit dari ZnO-Bentonit 5%, 10% dan 15% terjadi seiring dengan penurunan kemampuan sorpsi dari ZnO-Bentonit tersebut. Hal ini mengindikasikan bahwa semakin kecil nilai sorpsi dari ZnO-Bentonit maka kemampuan fotokatalisisnya pun akan semakin berkurang. Proses fotokatalisis kemungkinan terjadi setelah proses sorpsi dilakukan oleh ZnO-Bentonit. Semakin banyak partikel ZnO yang menempati ruang interlayer dari ZnO-Bentonit maka akan menghambat proses sorpsi dari ZnO-Bentonit terhadap partikel Rhodamin B. Analisis ini dapat diperkuat dengan dilakukannya variabel kontrol Rhodamin B yang didispersikan kedalam Na-Bentonit untuk melihat fenomena sorpsi dan ZnO untuk melihat fenomena fotokatalis. Dari Gambar 4.12 dapat dilihat bahwa kemampuan sorpsi dari Na-

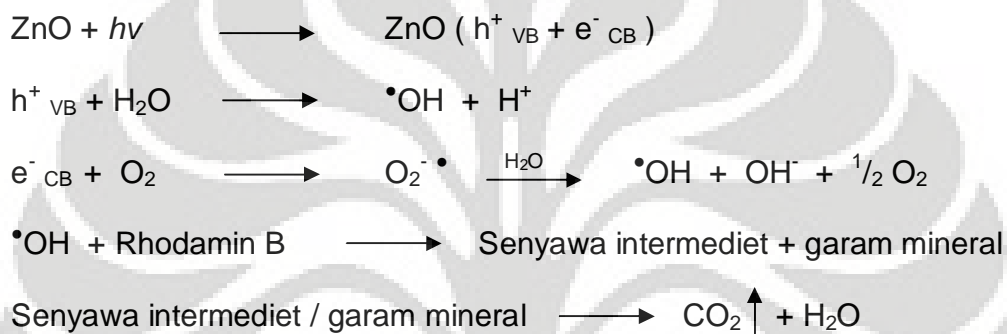
Bentonit berlangsung efektif pada 30 menit pertama selanjutnya proses sorpsi akan berlangsung relatif konstan dan sudah tidak memberikan pengaruh. Sementara proses fotokatalis oleh material ZnO baru memberikan reaksi dan pola penurunan setelah menit ke-45. Kedua fenomena penurunan grafik ini ternyata diikuti oleh ZnO-Bentonit dimana pada awal 45 menit pertama terjadi proses sorpsi yang mengikuti pola penurunan kurva Na-Bentonit. Sedangkan untuk menit selanjutnya penurunan kurva mempunyai kemiripan dengan kurva ZnO sehingga dari pola tersebut dapat diasumsikan terjadi proses fotokatalis.

Berdasarkan perbandingan kemampuan fotokatalisis pada Gambar 4.12, ZnO-Bentonit 5% memiliki kemampuan sorpsi dan fotokatalisis yang paling baik terhadap Rhodamin B. Hal ini mungkin disebabkan oleh distribusi partikel ZnO yang cukup baik sehingga dapat masuk dan menempati ruang interlayer dari bentonit. Distribusi dari partikel ZnO berkaitan dengan letak terjadinya proses fotokatalis. Material ZnO yang terbentuk diduga berada di permukaan dan di ruang interlayer dari bentonit. Dalam proses fotokatalis interaksi antara Rhodamin B dan ZnO-Bentonit terjadi pada sisi aktif dari material fotokatalis yaitu ZnO. Sehingga dengan bertambahnya jumlah sisi aktif dari ZnO-Bentonit maka akan meningkatkan kemampuan fotokatalisis dari ZnO-Bentonit tersebut.

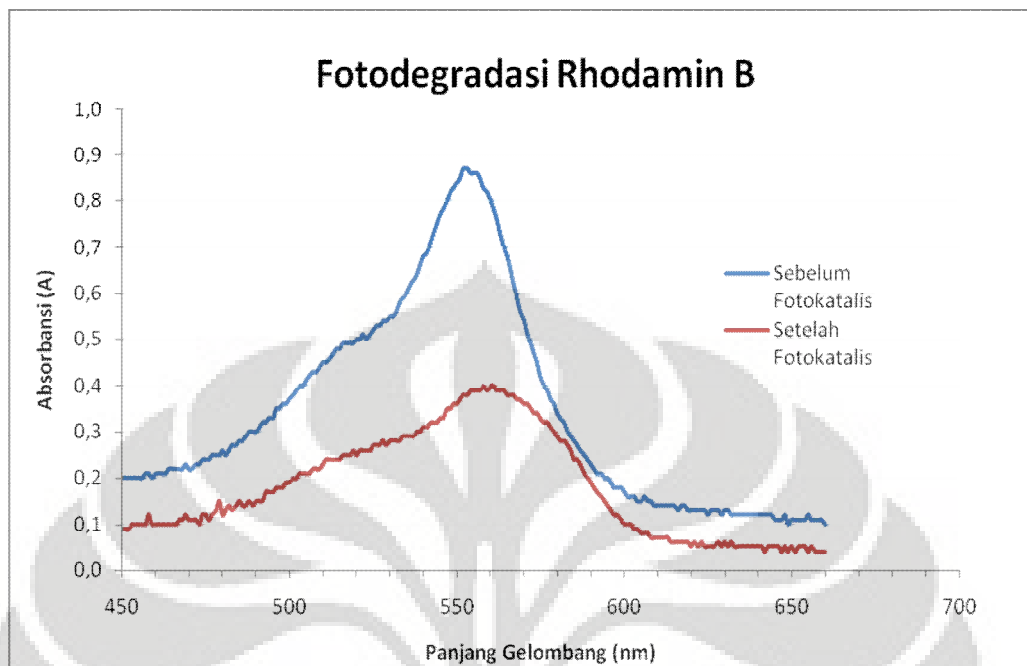
Pada penelitian sebelumnya ZnO-Bentonit yang disintesis dengan prekursor kompleks anion $[Zn(OH)_4]^{2-}$ menghasilkan kemampuan fotokatalis mencapai 50% untuk mendegradasi Rhodamin B.³⁷ Sementara pada

penelitian ini ZnO-Bentonit disintesis dengan prekursor kompleks kation $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ memberikan hasil kemampuan fotokatalis mencapai 80% untuk mendegradasi Rhodamin B. Hal ini dapat menerangkan bahwa kemampuan ZnO-Bentonit dalam aplikasinya sebagai fotokatalis dapat dipengaruhi oleh muatan kompleks sebagai prekursor dalam sintesis ZnO-Bentonit.

Reaksi yang mungkin terjadi pada proses fotokatalis :

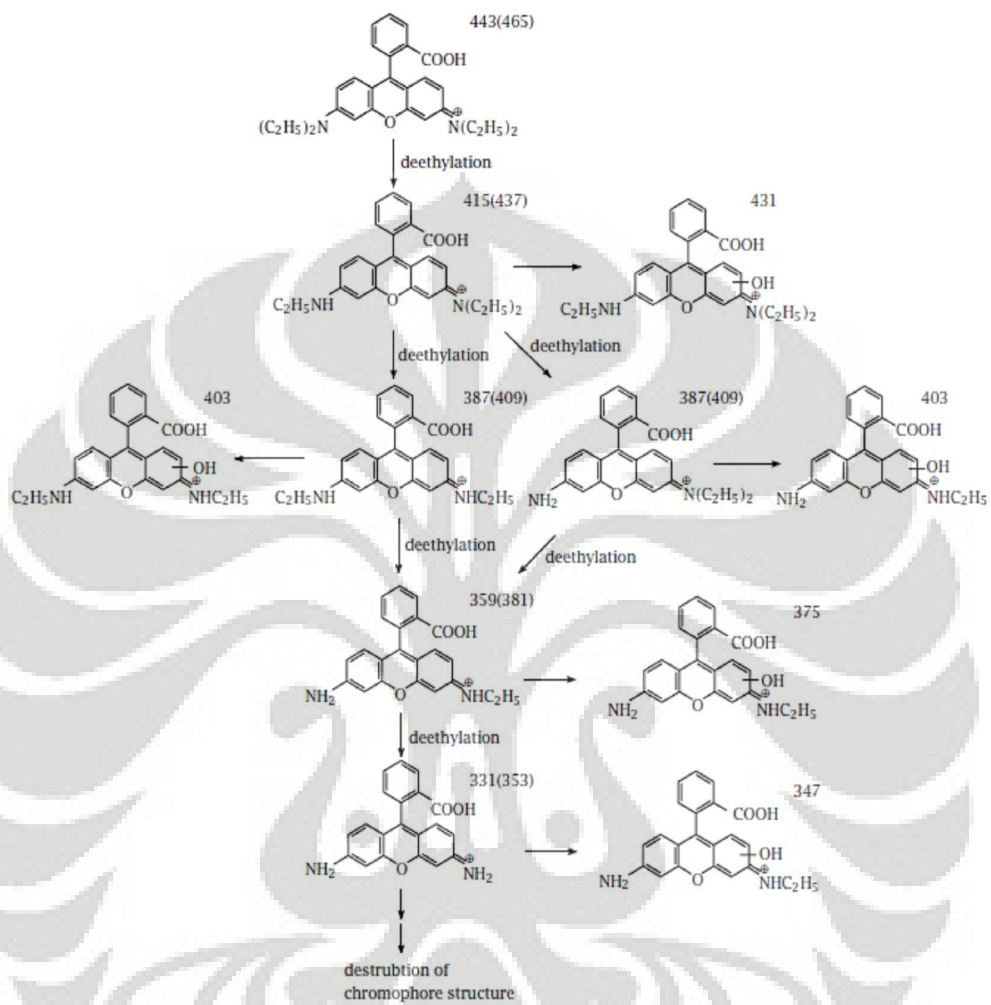


Reaksi di atas menggambarkan reaksi yang mungkin terjadi antara ZnO-Bentonit dengan Rhodamin B. Berdasarkan reaksi di atas dapat digambarkan kemungkinan interaksi yang terjadi antara partikel ZnO dengan Rhodamin B dalam proses fotokatalisis. Radikal yang dihasilkan diharapkan dapat berinteraksi dengan ion positif dari molekul Rhodamin B sehingga molekul Rhodamin B akan terdegradasi membentuk senyawa intermediet dan garam mineral yang kemudian akan terlepas ke udara menjadi gas CO_2 dan molekul air.³⁶



Gambar 4.13. Spektra UV-Vis Fotodegradasi Rhodamin B dengan 5% ZnO-Bentonit

Gambar 4.13 memperlihatkan spektra UV-Vis fotodegradasi Rhodamin B dengan 5% ZnO-Bentonit. Berdasarkan spektra di atas, dapat diamati bahwa penurunan absorbansi terjadi setelah dilakukan proses fotokatalis terhadap Rhodamin B. Berdasarkan pola spektra UV-Vis dari fotodegradasi Rhodamin B dapat diamati terjadinya pola yang sama antara spektra sebelum dan sesudah terjadinya proses fotokatalis. Penelitian yang dilakukan oleh Feng Chen, *et.al*/menginformasikan bahwa senyawa intermediet yang dihasilkan hanya mengalami proses pengurangan gugus alkil (Gambar 4.14) sehingga secara keseluruhan gugus kromofornya mirip dengan Rhodamin B awal.³⁸



Gambar. 4.14. Produk Intermediet Fotodegradasi Rhodamin B³⁷

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang diperoleh pada penelitian ini adalah :

1. Sintesis ZnO-Bentonit telah berhasil dilakukan dengan metode hidrotermal untuk persen berat sebesar 5%, 10% dan 15%.
2. Nilai energi celah pita ZnO-Bentonit untuk persen berat 5%, 10% dan 15% secara berurutan adalah 3,6 eV; 3,54 eV; dan 3,5 eV.
3. ZnO-Bentonit dapat bertindak sebagai fotokatalis aktif dalam mendegradasi zat warna Rhodamin B.
4. ZnO-Bentonit dengan persen berat 5% memiliki kemampuan sorpsi dan fotokatalisis optimum untuk mendegradasi zat warna Rhodamin B

5.2 Saran

Untuk penelitian selanjutnya disarankan :

1. Melakukan sintesis ZnO-Bentonit dengan penambahan surfaktan untuk menjaga bentuk dan ukuran kristal ZnO.

2. Melakukan karakterisasi BET untuk mengetahui perubahan luas permukaan yang terjadi pada bentonit hasil sintesis.
3. Melakukan uji kinetika terhadap fotodegradasi Rhodamin B.
4. Melakukan uji aplikasi dengan zat warna lain seperti Congo Red dan Metilen Biru.
5. Melakukan uji aplikasi dengan pemanfaatan sinar UV dari matahari secara langsung.



DAFTAR REFERENSI

1. Rong LI, Dao, Ling Na SUN, Chang Wen HU. 2006. *Simple Preparation of the Photocatalyst of Sr^{2+} -doped Titania*. Chinese Chemical Letters Vol. 17, No. 8, pp 1089.
2. Fatimah, Is dan Karna Wijaya. 2005. *Sintesis TiO_2 /Zeolit sebagai Fotokatalis pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka Secara Adsorpsi-Fotodegradasi*. TEKNOIN, Vol. 10, No. 4, hal. 257-267.
3. Arief, Syukri, Safni, dan Putri Perdana Roza. 2007. *Degradasi senyawa Rhodamin B secara Sonolisis dengan Penambahan TiO_2 Hasil Sintesa Melalui Proses Sol-Gel*. Jurnal Riset Kimia, Vol. 1, No. 1, hal. 64-69.
4. Arief, Syukri, Admind Alif dan Nancy Willian. 2007. *Pembuatan Lapisan Tipis TiO_2 -Doped Logam $M(M=\text{Ni}, \text{Cu}$ dan $\text{Zn})$ Dengan Metoda Dip-coating dan Aplikasi Sifat Katalitiknya Pada Penjernihan Air Rawa Gambut*. Jurnal Riset Kimia, Vol. 1, No. 1, hal. 69-73.
5. www.tekmira.esdm.go.id. *Data Statistik Komoditi Bentonit*. 20 Agustus 2009
6. Hagen, Jens. 2006. *Industrial Catalysis, a Practical Approach, 2nd Edition*. Weinheim, Germany.
7. www.galleries.com/minerals/silicate/phyllosi.htm. 20 Oktober 2009
8. <http://webmineral.com>. 20 Oktober 2009

9. Nelson, Prof. Stephen A. 2006. Phyllosilicates (Micas, Chlorite, Talc, & Serpentine). Tulane University.
10. www.pubpages.Unh.edu_hartercrystal.htm. 3 November 2009
11. www.ceg.fsv.cvut.cz/ENceg_uvod03_bentonit.htm. 3 November 2009
12. www.bentonit.ruenproductiondeposits.deposits. 3 November 2009
13. http://en.wikipedia.org/wiki/Zinc_oxide .12 November 2009.
14. http://www.materialstoday.com/pdfs_7_6/zhang.pdf. 12 November 2009
15. Oxtoby, David W dkk. *Principles of Modern Chemistry, Fifth Edition*. Brooks/Cole. New York.2002.
16. <http://omlc.ogi.edu/spectra/PhotochemCAD/html/rhodamineB.html>. 12 November 2009
17. Mahbub Junaedi, Atik Komariyah, Abdillah Rosyid. 2008. Pengolahan Limbah Cair Industri Tekstil Secara Elektrokolorasi. Universitas Negeri Semarang.
18. Sastrohamidjojo, Hardjono. 1992. *Spektroskopi Inframerah*. Liberty, Yogyakarta.
19. Gunlazuardi, Jarnuzi. 2005. *Diktat Kuliah Kimia Analisa Termal*. Departemen Kimia FMIPA UI.
20. www.geo.au.dk. *X-Ray Fluorescence Laboratory*. 20 Oktober 2009
21. Ewing, G.W. 1985. Instrumental methods of chemical analysis. 5th edition. McGraw-Hill book company, Singapore.
22. Oxtoby, David W dkk. 2002. *Principles of Modern Chemistry, Fifth Edition*. Brooks/Cole. New York.
23. <http://sentrabd.com/main/info/insight/spectrophotometer.htm>. 22 Agustus 2009.

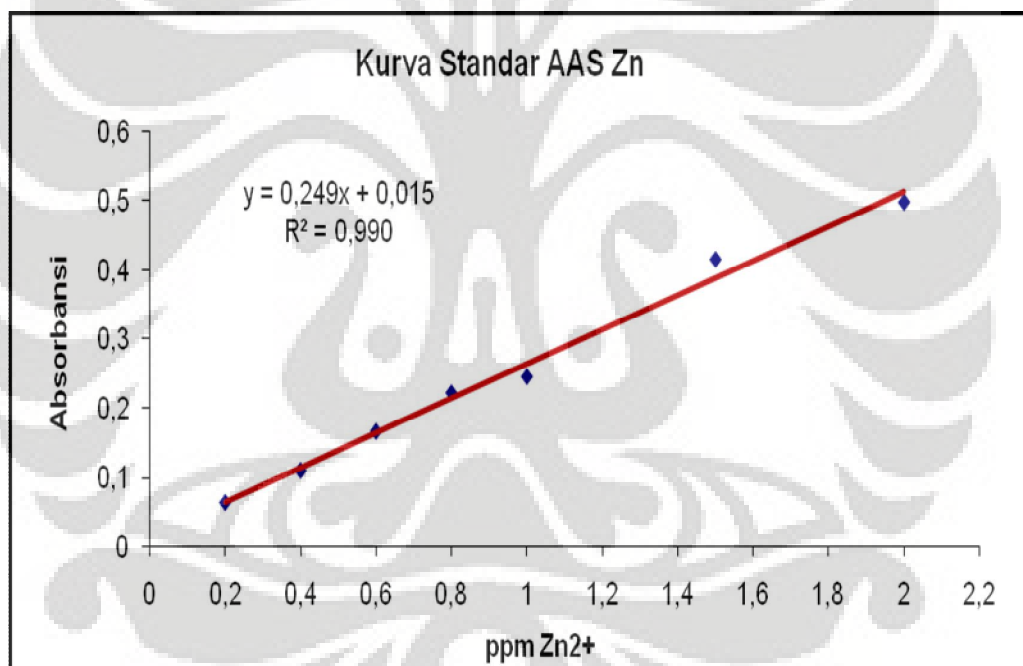
24. Irwansyah. 2007. Modifikasi Bentonit menjadi Organoclay Dengan Surfaktan Heksadesiltrimetilamonium Bromida melalui Interkalasi Metode Ultrasonik. Skripsi Sarjana Kimia. Universitas Indonesia.
25. Ke Xin Yao, Romilly Sinclair, and Hua Chun Zeng. 2007. *Symmetric Linear Assembly of Hourglass-like ZnO Nanostructures*. J. Phys. Chem. C, 111 (5), pp 2032-2039.
26. Hwang, Seong-Ju. *Heterostructured Nanohybrid of Zinc Oxide Montmorillonite*. J. Phys. Chem. 110 (4), pp 1599-1604.2006
27. Young-Chien Ling. 2006. *Preparation and characterization of ZnO particles coated paper and its anti bacterial activity study*. J. Green Chem. Vol.8, pp 1034-1041.
28. Fialips, Claire-Isabelle dkk. 2002. *Effect of Fe Oxidation State on The IR Spectra of Garfield Nontronite*. American Mineralogist, Vol. 87, pp 630-641.
29. Stucki, J.W. dkk. 2002. *Effect Of Iron Oxidation State On The Surface And Structural Properties Of Smectites*. Pure Appl. Chem, Vol. 74, No.11, pp.2145-2158.
30. Vlasova, M. dkk. 2003. *Structural-Phase Transformation in Bentonite After Acid Treatment*. Science of Sintering, Vol. 35, pp 155-166.
31. Katti, Kalpana dkk.2003. *Effect of Clay-Water Interaction On Swelling In Montmorillonite Clay*.

32. Do Jang, Sung and Robert A Condrate, Sr. 1972. *The I.R. Spectra of Lysine Adsorbed on Several Cation-Substituted Montmorillonites*. Clays and Clay Minerals, Vol.20, pp, 79-82.
33. Kwang Bo Shim, dkk. 2002. *Characterization of ZnO nanopowder synthesized by the polymerized complex method via an organochemical route*. J. Ceramic Processing Research. Vol 3. No.3, pp.146-149.
34. X.W.Sun. 2005. *Blue Shift of optical Band gap in ZnO thin films grown by metal-organic chemical-vapour deposition*. J. Applied Pphysics.
35. Capkova, Pavla. dkk. 2003. *Structure analysis of montmorillonite intercalated with rhodamine B: modeling and experiment*. Journal Mol Model, Vol 09, pp. 39-46.
36. BYRAPPA, K. 2006. *Photocatalytic degradation of Rhodamin B dye using hydrothermally synthesized ZnO*. Indian Academy of Science. Vol 29. No 5, pp 433-438.
37. Fazmar, Ahmad F. 2009. *Sintesis dan Karakterisasi ZnO-Bentonit serta Aplikasinya dalam Fotokatalis*. Skripsi Sarjana Kimia. Universitas Indonesia.
38. Feng Chen, Jincai Zhao, and Hisao Hidaka, 2003. *Highly selective deethylation of rhodamine B: Adsorption and photooxidation pathways of the dye on the TiO₂/SiO₂ composite photocatalyst*, J. Photoenergy, Vol.05, pp 209-217,

LAMPIRAN 1

Data AAS Logam Zn dan Kurva Standar

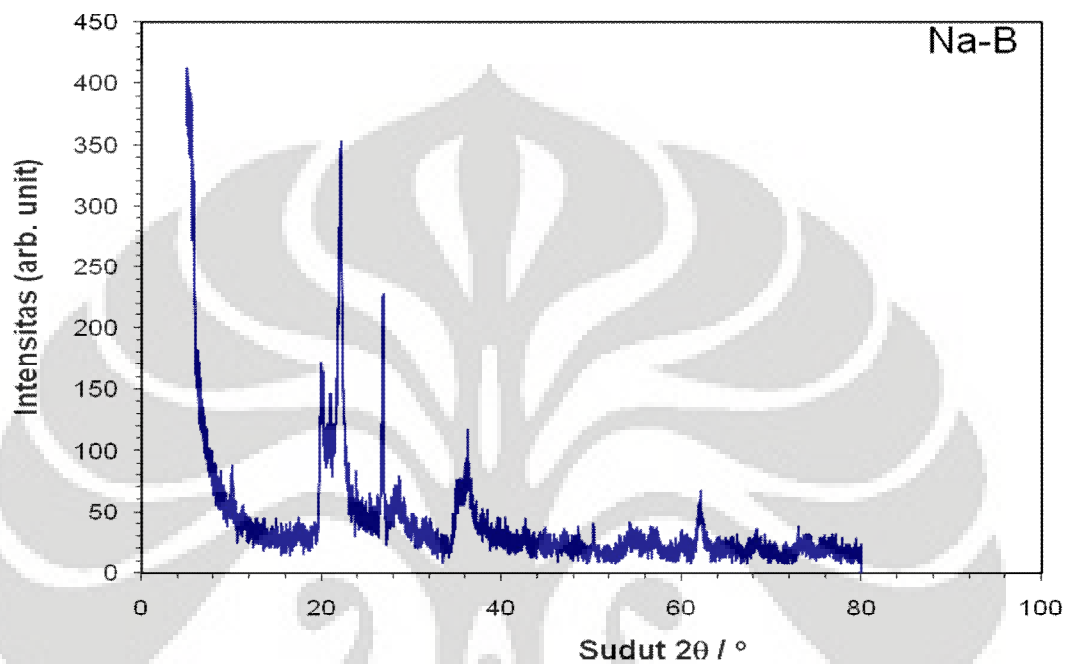
Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0,2	0,0644
0,4	0,111
0,6	0,1667
0,8	0,2225
1	0,246
1,5	0,4167
2	0,4996



Fraksi Bentonit	[Zn] awal (ppm)	Absorbansi (A)	[Zn] AAS (ppm)	Zn Leaching (%)
ZnO-Bentonit 5%	4,01	0,0185	0,0141	0,3503
ZnO-Bentonit 10%	8,02	0,0195	0,0181	0,2253
ZnO-Bentonit 15%	12,04	0,0204	0,0217	0,1802

LAMPIRAN 2

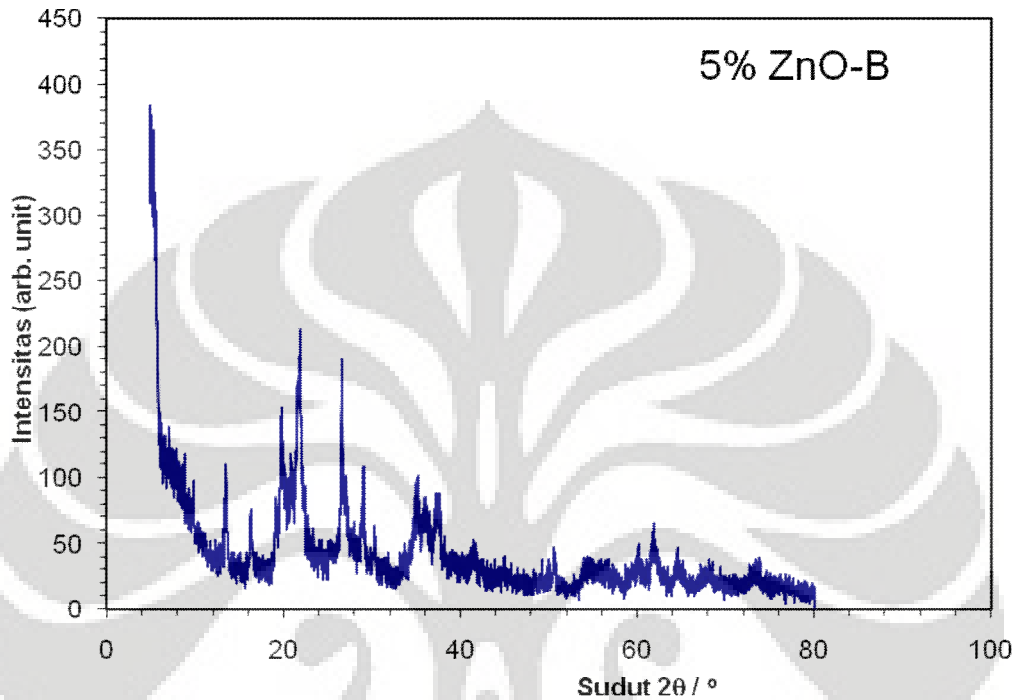
XRD 2 θ Na-Bentonit



No.	Pos. [°2 θ .]	d-spacing [Å]	Height [cts]	Rel. Int. [%]
1	5,7249	15,425	52,26	26,63
2	9,965	8,86919	15,83	8,06
3	19,9358	4,45011	85,43	43,53
4	22,0952	4,01983	196,28	100
5	26,7943	3,32456	138,19	70,4
6	35,0892	2,55533	29,97	15,27
7	36,2099	2,47877	51,02	25,99
8	50,1544	1,81743	10,7	5,45
9	61,9445	1,49682	28,04	14,29
10	68,1345	1,37513	7,66	3,9

LAMPIRAN 3

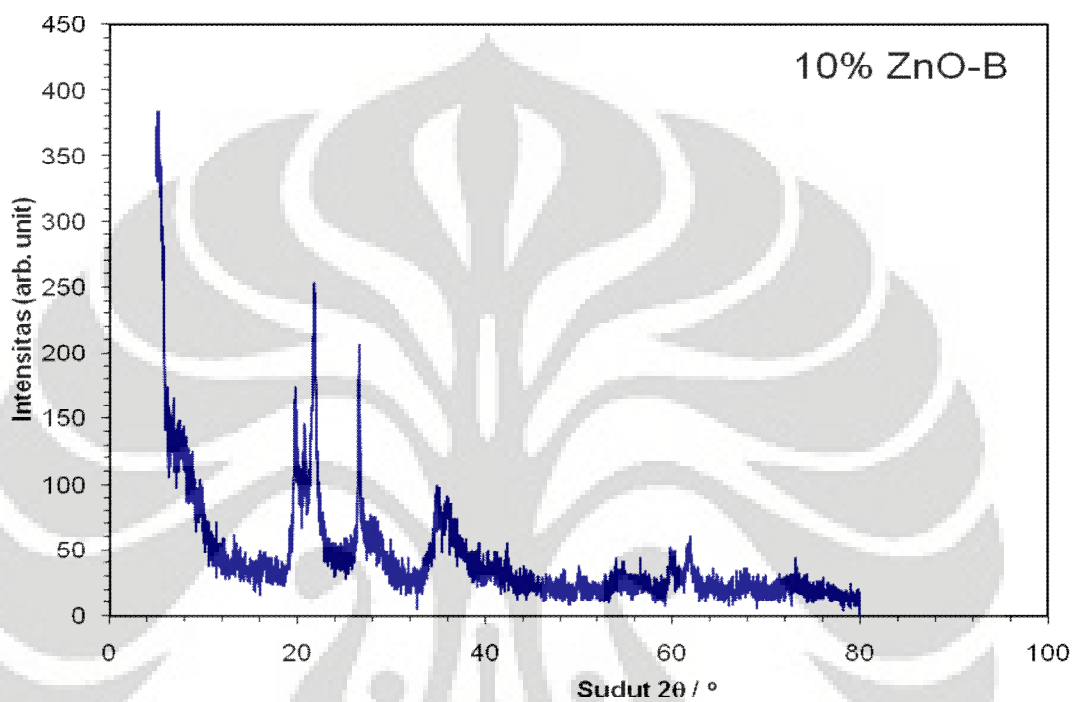
XRD 5% ZnO-Bentonit



No.	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Height [cts]	Rel. Int. [%]
1	5,6378	15,66319	52,35	41,3
2	13,6033	6,5041	38,69	30,52
3	16,403	5,39974	25,46	20,09
4	19,1983	4,61938	30,38	23,97
5	19,8032	4,47961	71,87	56,7
6	21,9768	4,04122	126,75	100
7	26,653	3,34187	103,42	81,59
8	29,0839	3,06784	46,33	36,55
9	30,3516	2,94252	16,82	13,27
10	35,1605	2,55031	46,81	36,93
11	37,4646	2,39859	34,9	27,53
12	50,6344	1,80132	14,45	11,4
13	59,8265	1,54465	9,66	7,62
14	61,7985	1,50001	20,2	15,94
15	64,4013	1,44552	10,5	8,28
16	67,7522	1,38195	6,2	4,89

LAMPIRAN 4

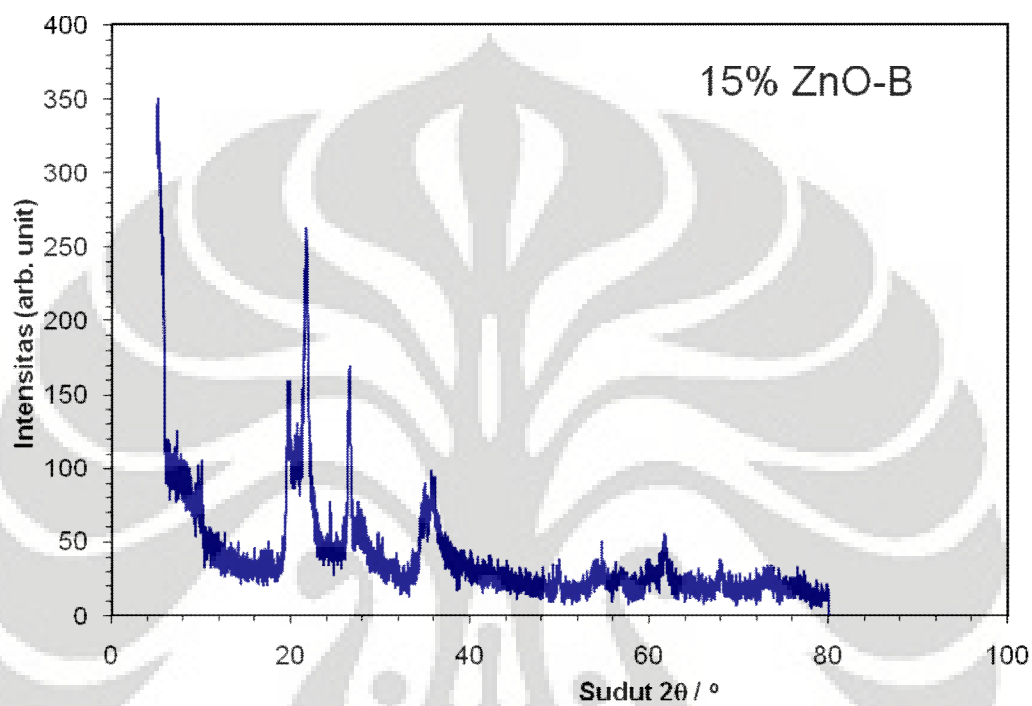
XRD 10% ZnO-Bentonit



No.	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Height [cts]	Rel. Int. [%]
1	5,7836	15,26854	33,47	24,22
2	19,7543	4,4906	89,26	64,57
3	20,8372	4,25961	70,88	51,28
4	21,932	4,04938	138,23	100
5	26,619	3,34605	109,12	78,94
6	34,9672	2,56397	37,67	27,25
7	59,8698	1,54364	28,07	20,3
8	61,8313	1,49929	22,01	15,93
9	66,3549	1,40762	8,55	6,18
10	67,81	1,38092	5,45	3,94

LAMPIRAN 5

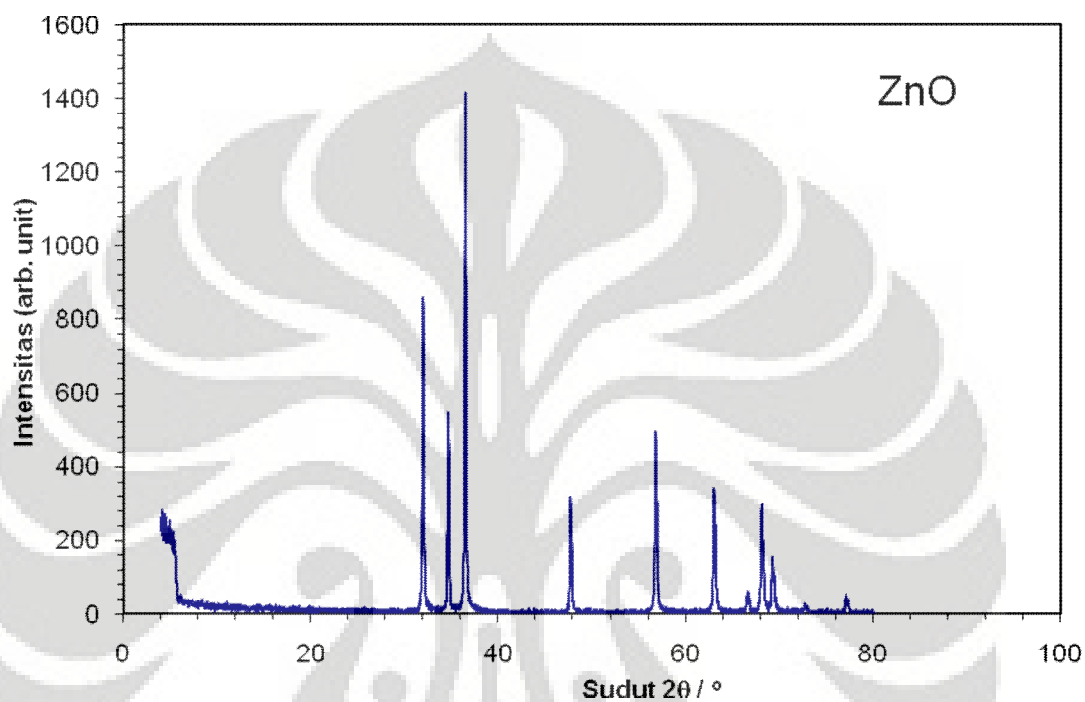
XRD 15% ZnO-Bentonit



No.	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Height [cts]	Rel. Int. [%]
1	5,6569	15,61034	41,9	28,72
2	19,6305	4,51863	78,16	53,58
3	21,7348	4,08566	145,89	100
4	26,4343	3,36901	84,92	58,21
5	34,6417	2,58731	29,72	20,37
6	35,7964	2,50645	40,69	27,89
7	49,8269	1,82861	10,39	7,12
8	59,852	1,54405	13,11	8,98
9	61,7928	1,50013	22,01	15,09
10	67,9601	1,37823	15,97	10,95

LAMPIRAN 6

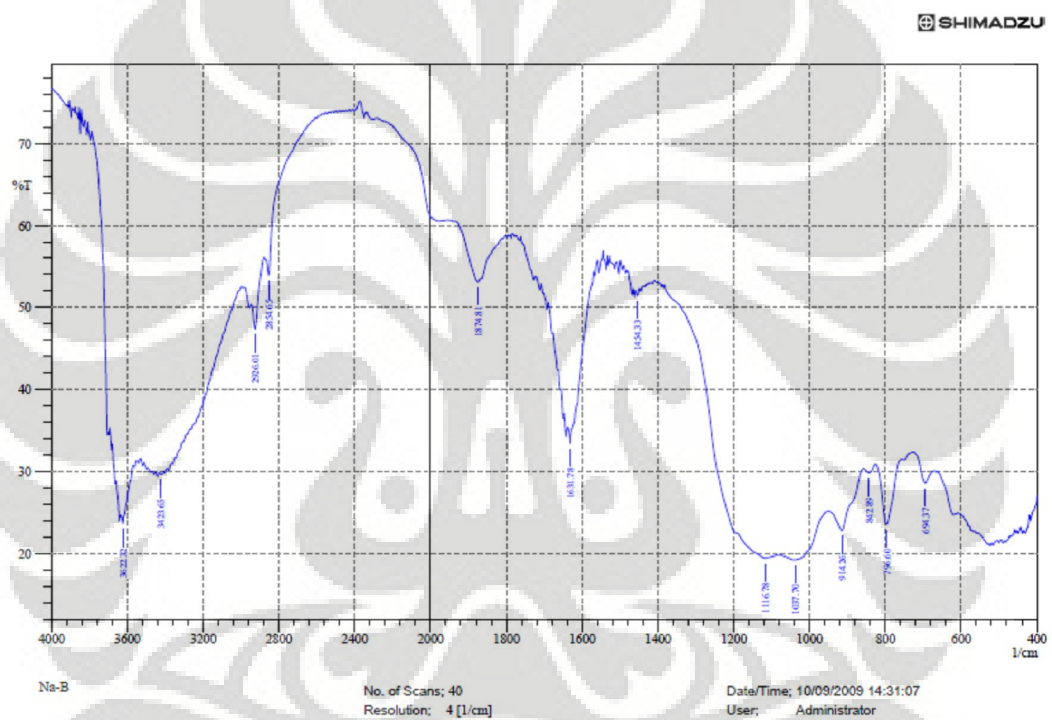
XRD ZnO



No.	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Height [cts]	Rel. Int. [%]
1	31,9919	2,79762	844,52	59,87
2	34,6387	2,58966	533,71	37,84
3	36,4709	2,46366	1410,53	100
4	47,7331	1,90539	288,72	20,47
5	56,7733	1,62159	490,73	34,79
6	63,0278	1,4749	339,77	24,09
7	66,4989	1,40609	43,85	3,11
8	68,095	1,37697	281,77	19,98
9	69,2122	1,35632	139,4	9,88
10	69,4334	1,3559	96,93	6,87
11	72,7275	1,29918	17,75	1,26
12	75,0414	1,26476	5,61	0,4
13	77,0522	1,23669	38,84	2,75
14	77,3355	1,23287	23,16	1,64

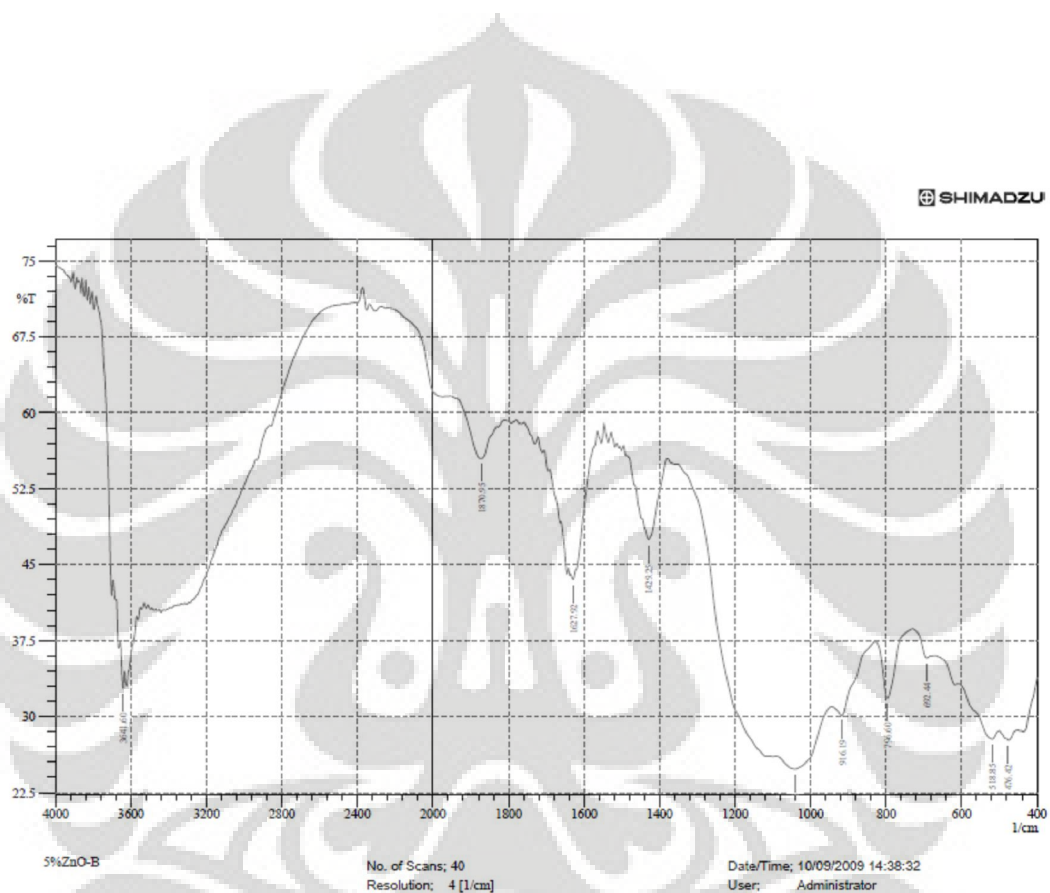
LAMPIRAN 7

FTIR Na-Bentonit



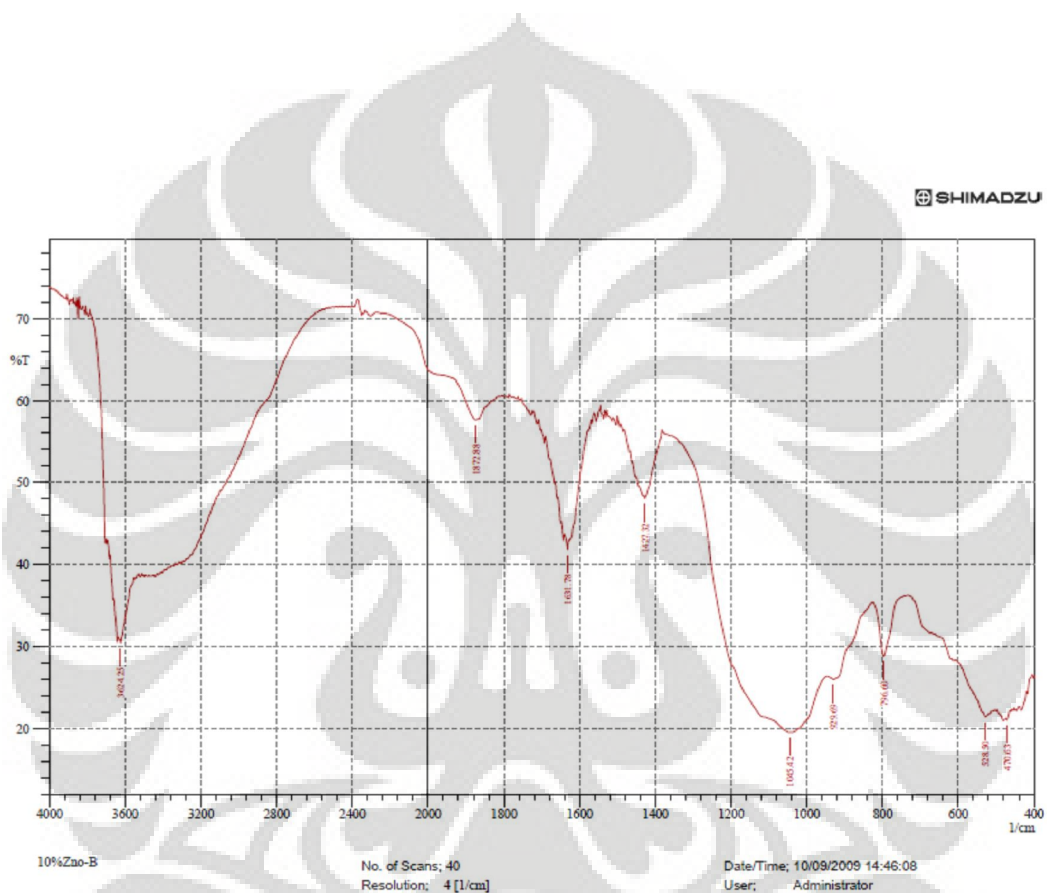
LAMPIRAN 8

FTIR 5% ZnO-Bentonit



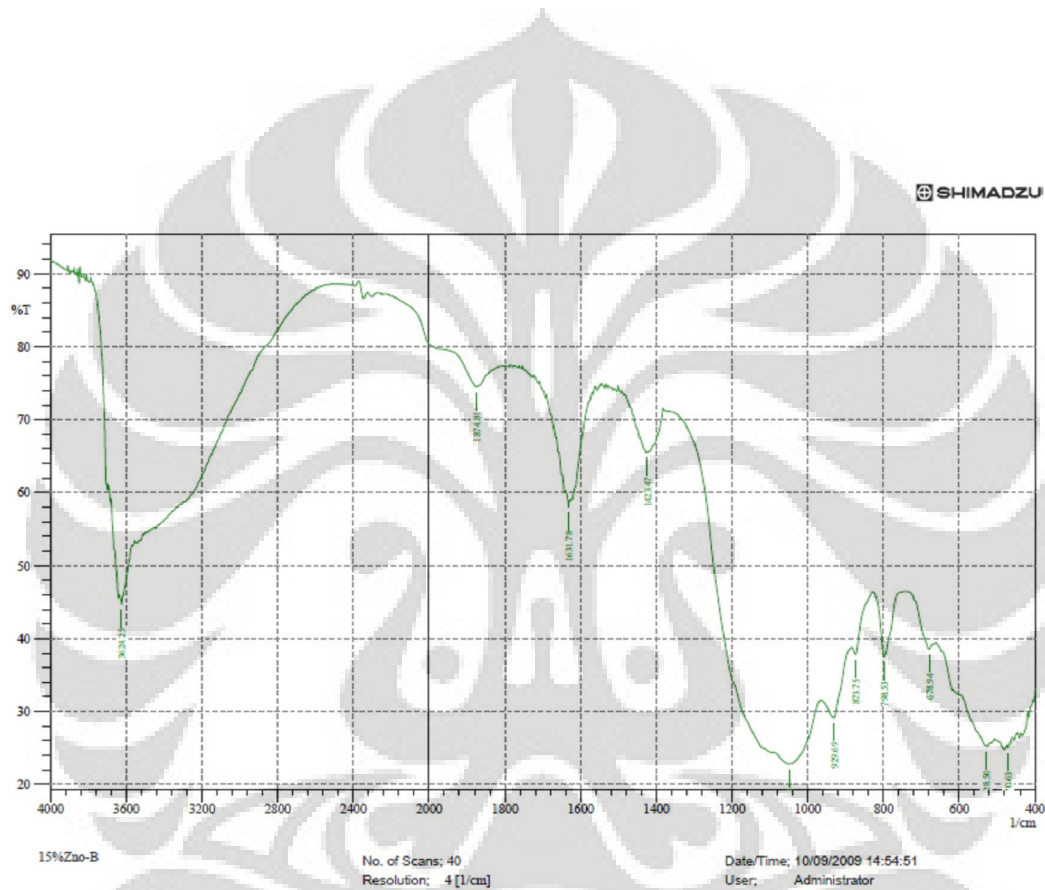
LAMPIRAN 9

FTIR 10% ZnO-Bentonit



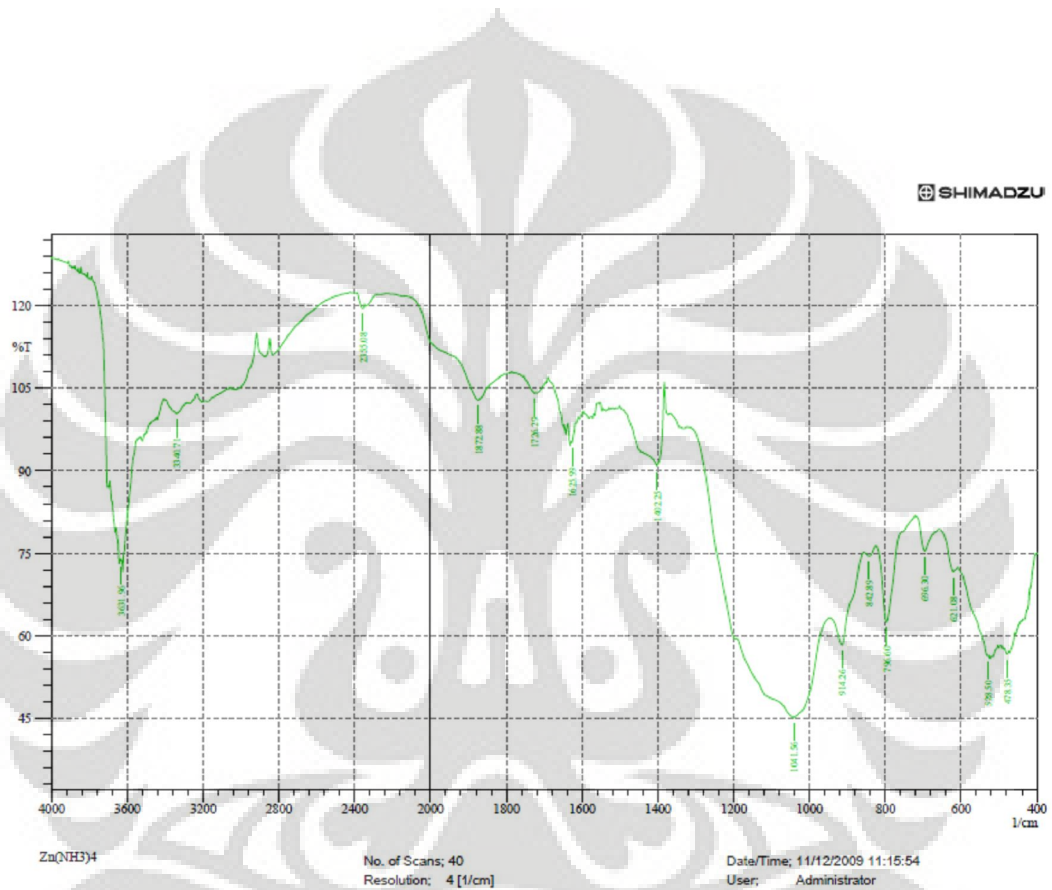
LAMPIRAN 10

FTIR 15% ZnO-Bentonit



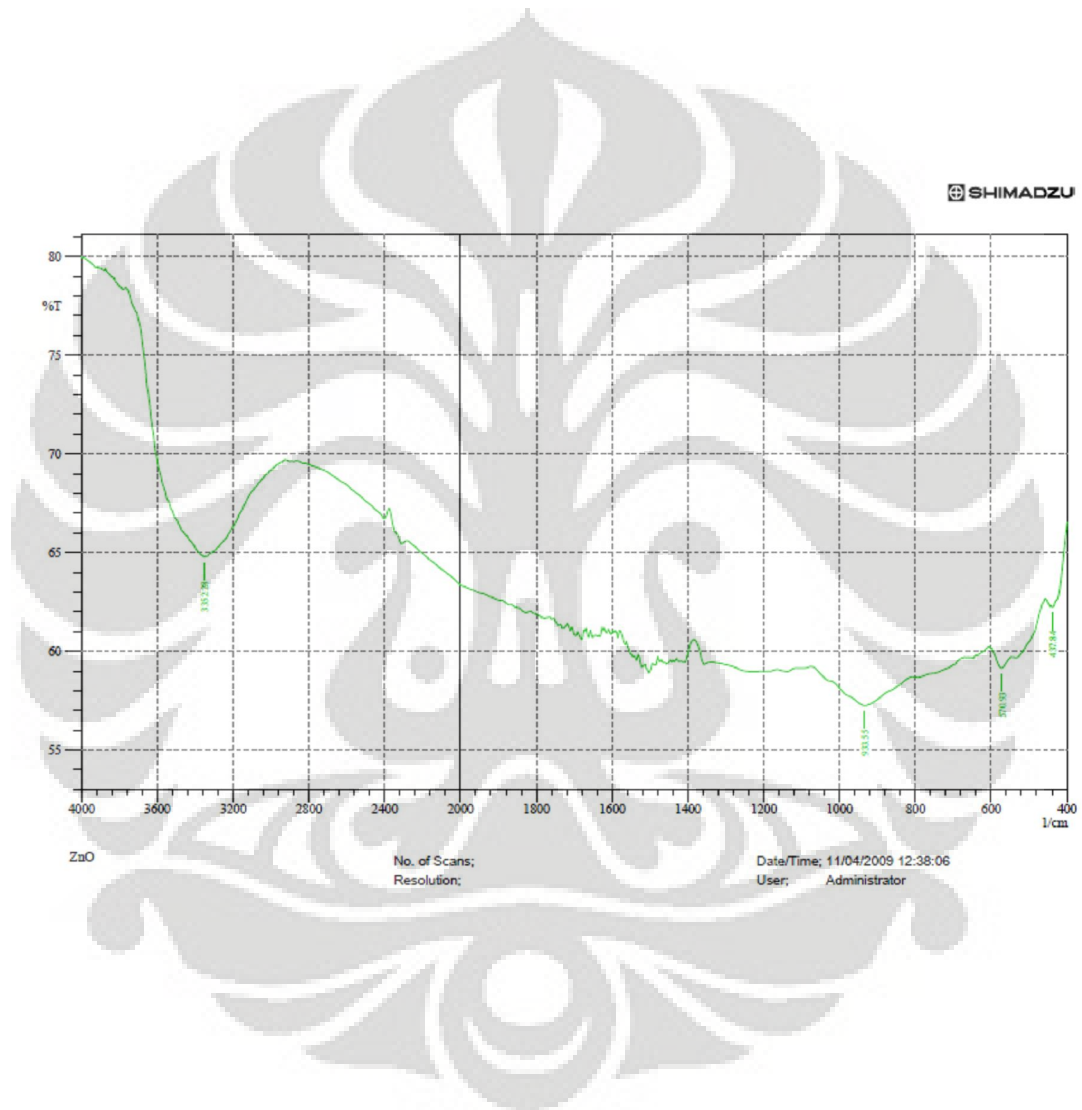
LAMPIRAN 11

FTIR Zn(NH₃)₄-Bentonit



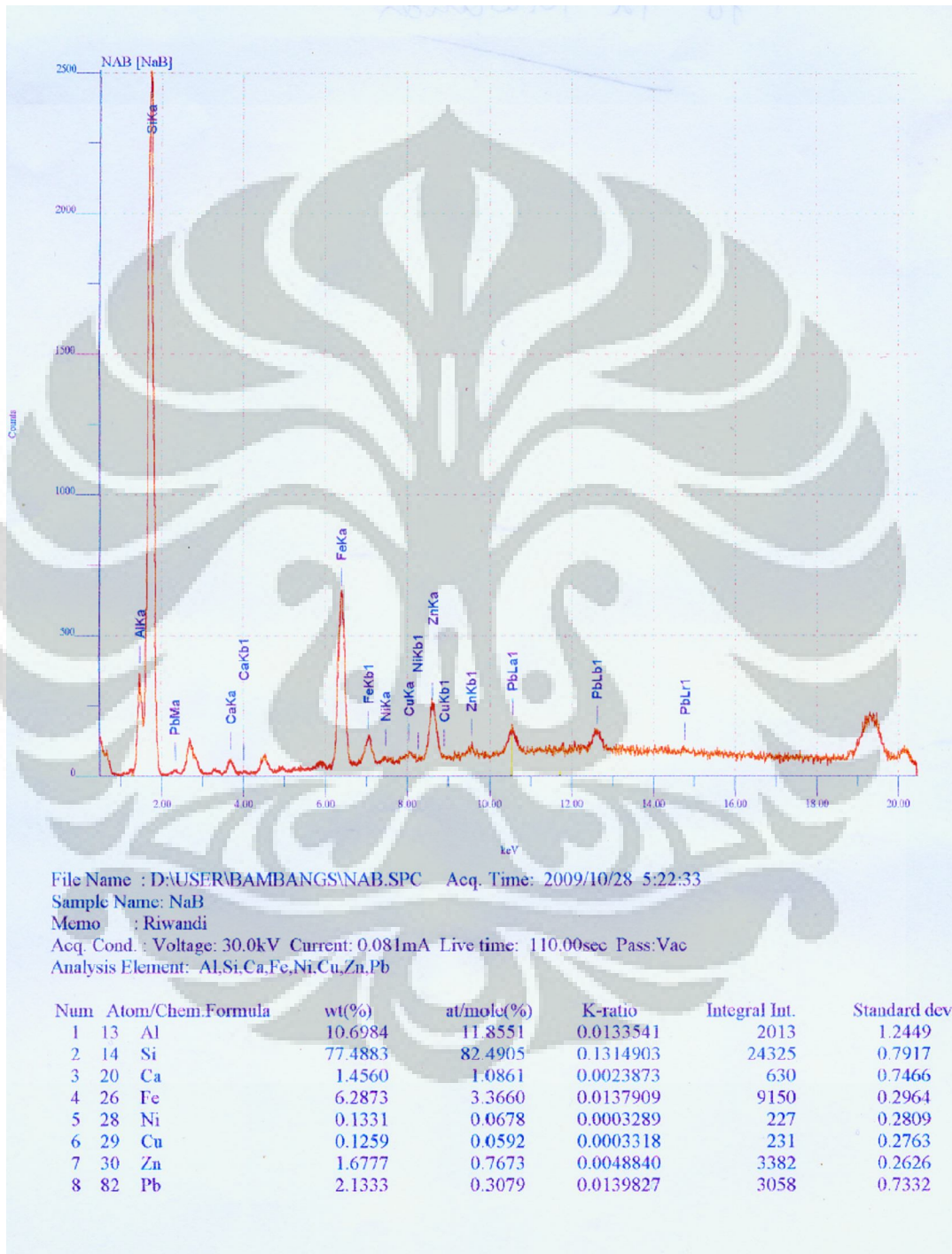
LAMPIRAN 12

FTIR ZnO



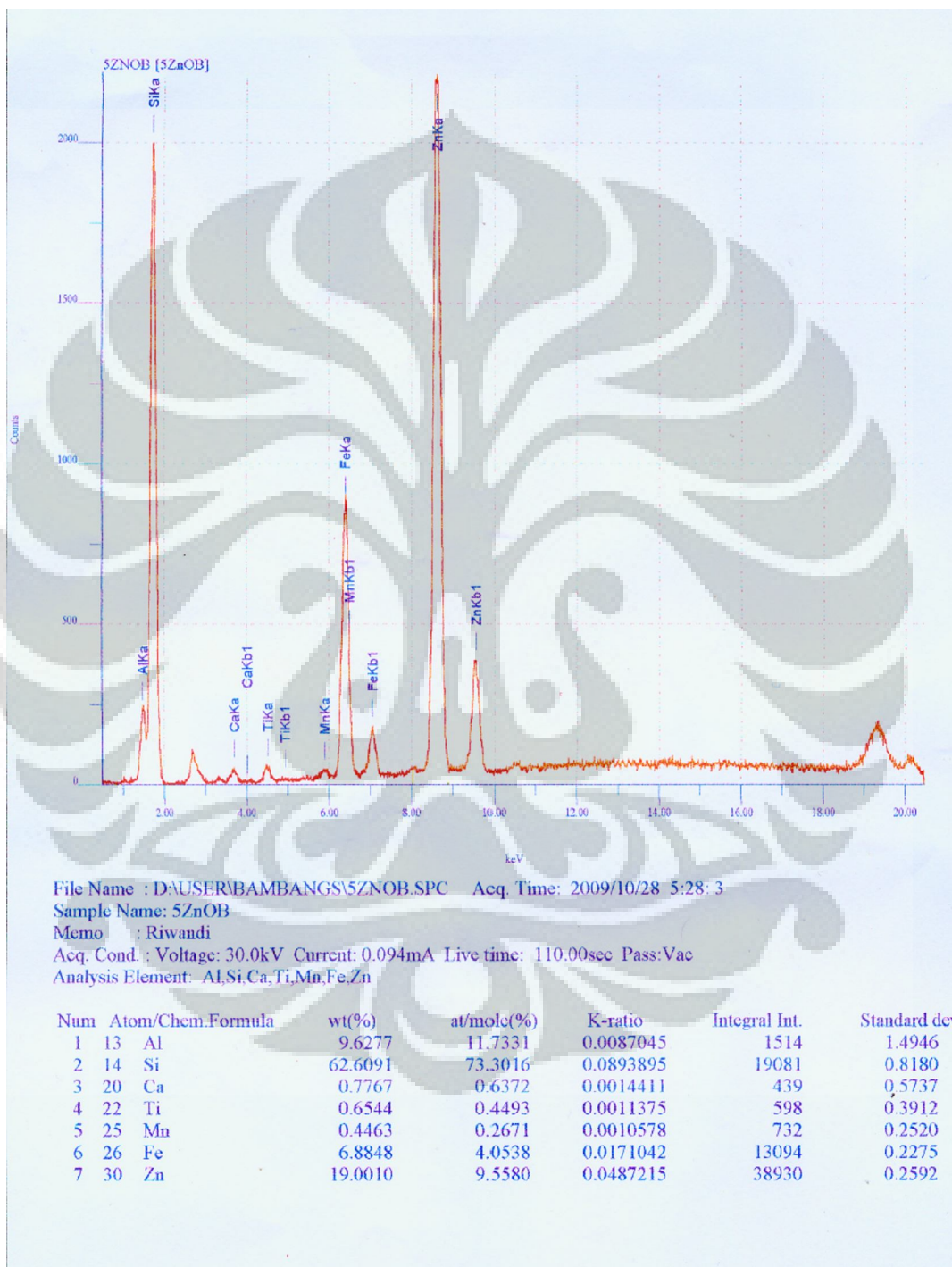
LAMPIRAN 13

XRF Na-Bentonit



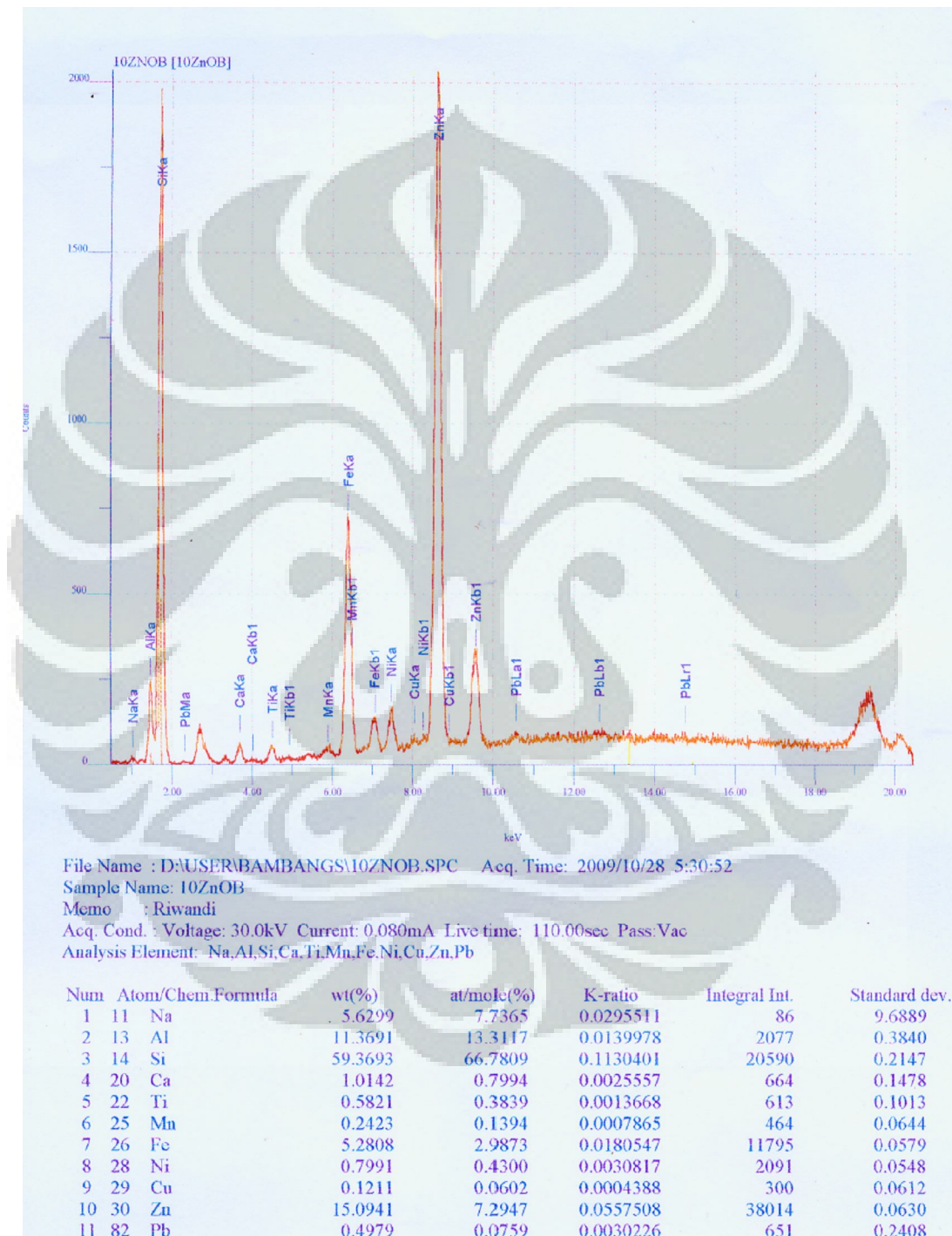
LAMPIRAN 14

XRF 5% ZnO-Bentonit



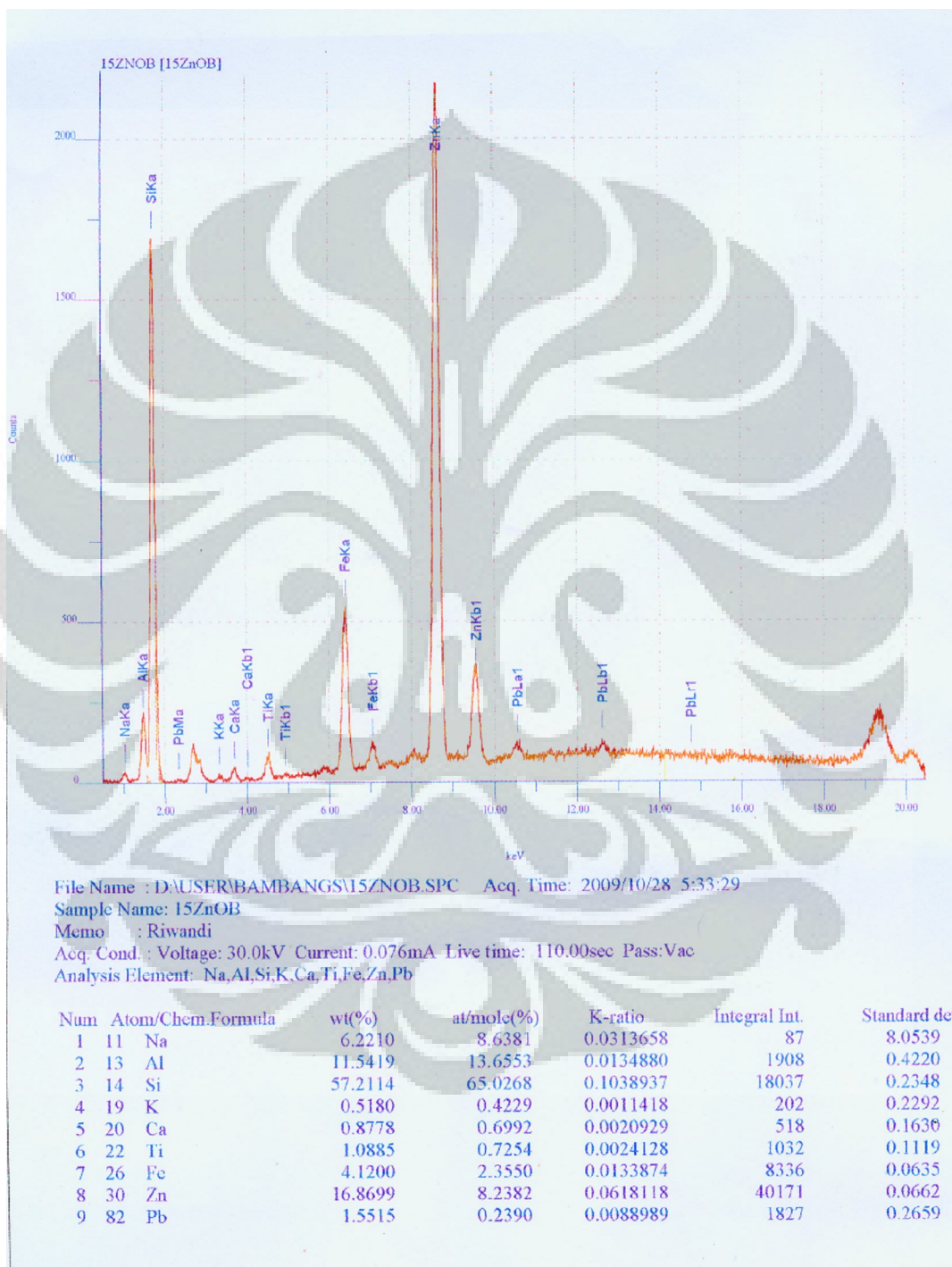
LAMPIRAN 15

XRF 10% ZnO-Bentonit



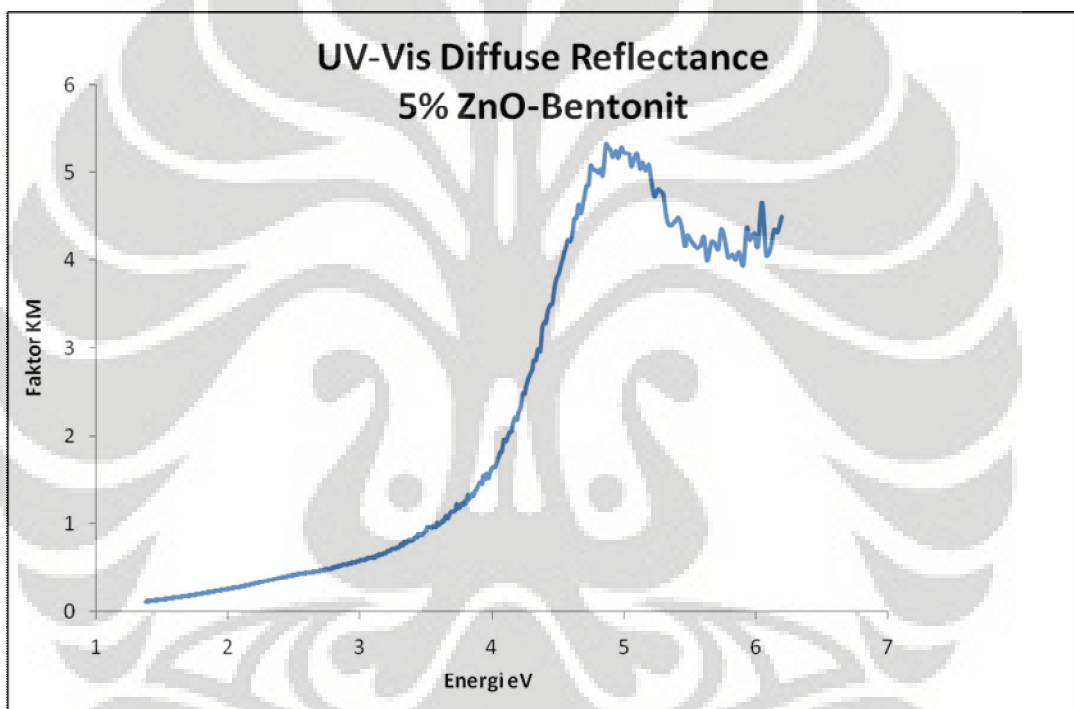
LAMPIRAN 16

XRF 15% ZnO-Bentonit



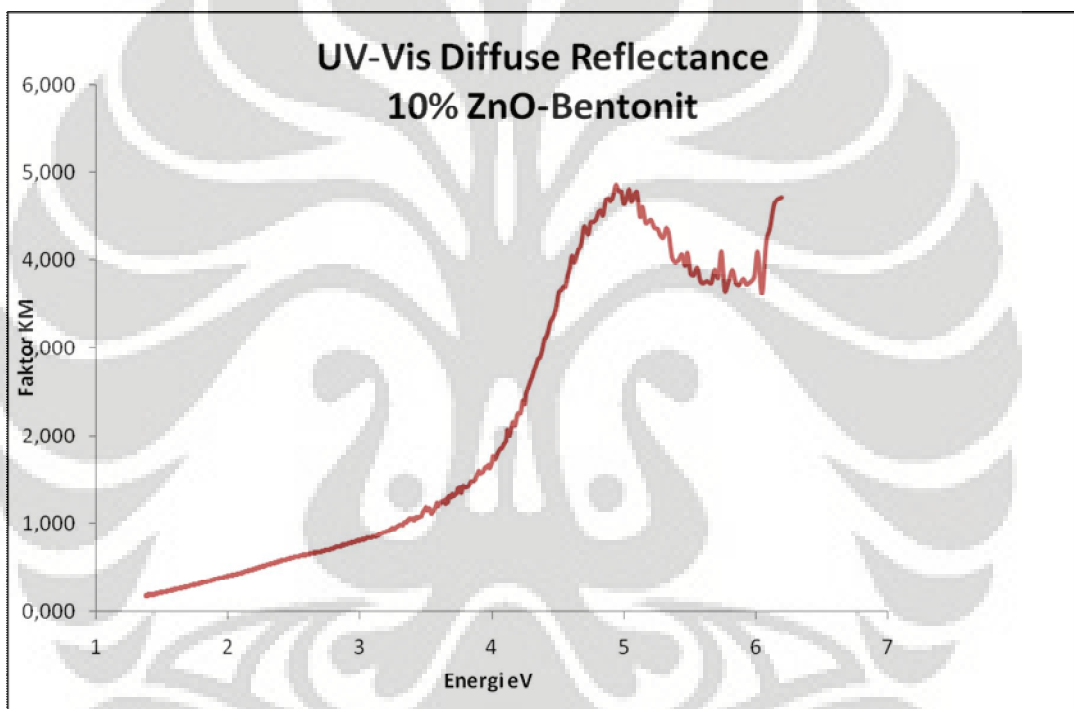
LAMPIRAN 17

UV-Vis Reflectance 5% ZnO-Bentonit



LAMPIRAN 18

UV-Vis Reflectance 10% ZnO-Bentonit



LAMPIRAN 19

UV-Vis Reflectance 15% ZnO-Bentonit

