



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Seng Oksida (ZnO) dengan  
Metode Proses Pengendapan Kimia Basah dan Hidrotermal untuk  
Aplikasi Fotokatalisis**

**SKRIPSI**

**Muhammad Arief**

**0806369026**

**PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI DAN MATERIAL**

**FAKULTAS TEKNIK**

**UNIVERSITAS INDONESIA**

**DEPOK**

**Juli 2011**



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Seng Oksida (ZnO) dengan  
Metode Proses Pengendapan Kimia Basah dan Hidrotermal untuk  
Aplikasi Fotokatalisis**

**SKRIPSI**

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik**

**Muhammad Arief**

**0806369026**

**PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI DAN MATERIAL**

**FAKULTAS TEKNIK**

**UNIVERSITAS INDONESIA**

**DEPOK**

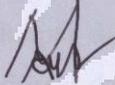
**Juli 2011**

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

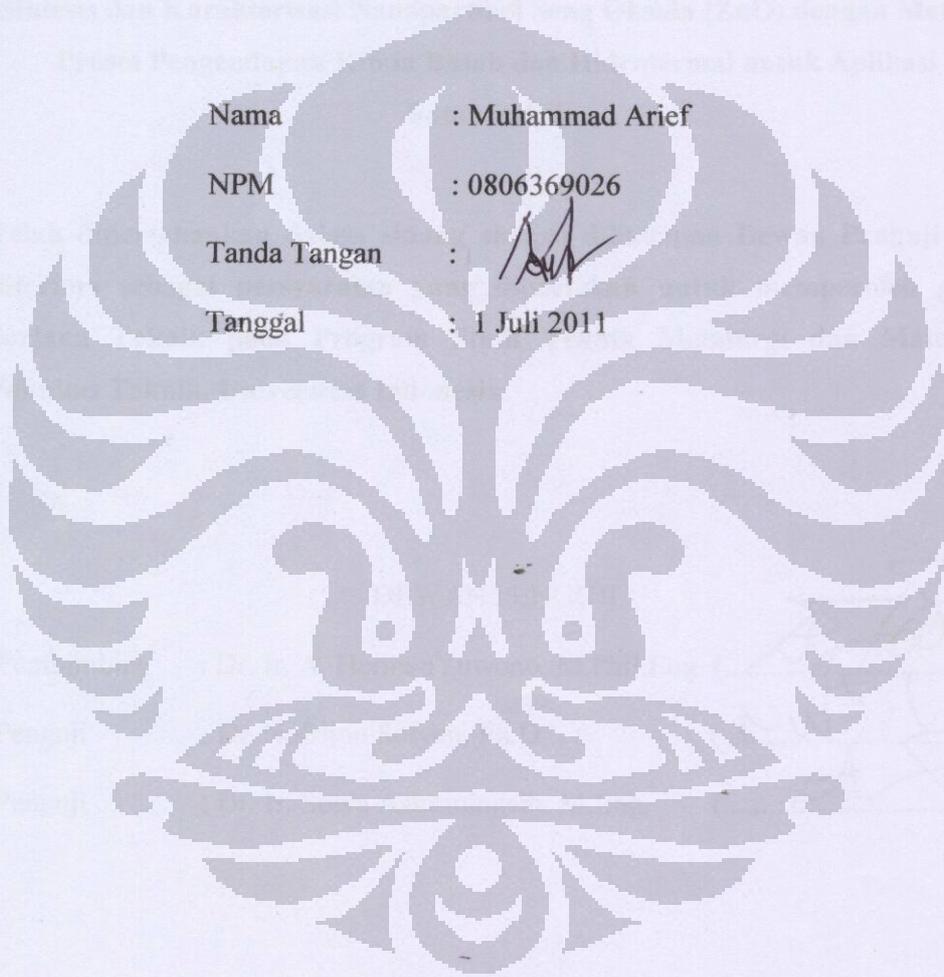
Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.

Nama : Muhammad Arief

NPM : 0806369026

Tanda Tangan : 

Tanggal : 1 Juli 2011



## LEMBAR PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :

Nama : Muhammad Arief  
NPM : 0806369026  
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material  
Judul Skripsi :

**Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Seng Oksida (ZnO) dengan Metode  
Proses Pengendapan Kimia Basah dan Hidrotermal untuk Aplikasi  
Fotokatalisis.**

Telah dipertahankan dalam sidang skripsi dihadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.

### DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Ir. A. Herman Yuwono, M.Phil.Eng (.....)

Penguji : Dr. Nofrijon Sofyan, Ph.D (.....)

Penguji : Dr. Ir. Sotya Astutiningsih, M.Eng. (.....)

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 1 Juli 2011

## KATA PENGANTAR

Diantarkan segala pujian kepada Tuhan semesta alam Allah SWT atas berkat rahmat, hidayah, dan kasih sayang-Nya yang tak terbatas kepada kita semua. Kini izinkan penulis untuk bersimpuh dan bersujud syukur di hadapan-Nya, karena di tengah kesombongan, kelalaian, dan kealpaanku, Dia masih terus menebar benih-benih rahmat dan kasih sayang-Nya untukku sampai. Shalawat dan salam kepada paduka alam yang mulia Baginda Rasulullah SAW beserta keluarga, sahabat, dan para pengikutnya. Kini izinkan penulis menghaturkan terima kasih tak terhingga pada karunia terbesar yang diberikan-Nya yaitu kedua orang tuaku tercinta, Bapak dan Mamak (satu yang ananda pinta doa dan ridhomu selalu), adik-adikku tersayang (Reny Widya, Rahman Zein, Mukhlis Syahadat, Mustakhim Yazaa), keceriaan kalian merupakan semangat dalam hidupku, membuat kalian bangga dan bahagia adalah motivasiku untuk terus melangkah maju. Penulis juga mengucapkan banyak terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Dr. Ir. Akhmad Herman Yuwono, M. Phil. Eng. selaku dosen pembimbing skripsi yang telah menyediakan waktu, tenaga, arahan, semangat, pikiran, dan dana untuk mengarahkan dan membimbing saya dalam penyusunan penelitian tugas akhir ini.
2. Prof. Dr-Ing. Ir. Bambang Suharno selaku ketua Departemen Metalurgi dan Material.
3. Dr. Ir. Winarto, M.Sc. selaku dosen pembimbing akademik.
4. Bapak dan Ibu Dosen Departemen Metalurgi dan Material Universitas Indonesia
5. Ibu Latifa Hanum Lalasari, ST. MT yang telah memberikan arahan dan masukan dalam penggunaan aplikasi fotokatalisis, para peneliti, teknisi dan karyawan lainnya Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI Serpong yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini.
6. Rekan seperjuangan penelitian nanomaterial dan mahasiswa penelitian yang ada di laboratorium Material FT-UI

Akhirnya, penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu penyelesaian skripsi ini. Semoga skripsi ini ini dapat berguna bagi kita semua khususnya kalangan civitas akademika dan lembaga penelitian dan teknologi.

Depok, 1 Juli 2011

Penulis

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI  
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

---

---

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Muhammad Arief  
NPM : 0806369026  
Departemen : Metalurgi dan Material  
Fakultas : Teknik  
Jenis karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

**Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Seng Oksida (ZnO) dengan Metode  
Proses Pengendapan Kimia Basah dan Hidrotermal untuk Aplikasi  
Fotokatalisis.**

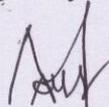
beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 1 Juli 2011

Yang menyatakan



(Muhammad Arief)

## ABSTRAK

Nama : Muhammad Arief  
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material  
Judul : **Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Seng Oksida (ZnO) dengan Metode Proses pengendapan Kimia Basah dan Hidrotermal untuk Aplikasi Fotokatalisis**

Dalam penelitian ini telah berhasil disintesis *nanopartikel* Seng Oksida (ZnO) dari prekursor  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$  dalam bentuk cairan koloid dengan metode pengendapan kimia basah berdasarkan variasi konsentrasi larutan natrium hidroksida. Variasi konsentrasi larutan natrium hidroksida yang digunakan adalah 0,1; 0,2; dan 0,4 M. Reaksi pengendapan kimia basah merupakan metode sintesis yang mudah dan murah karena tidak membutuhkan suhu tinggi, peralatan dan bahan yang sederhana. Material semikonduktor ZnO *nanopartikel* sebagai alternatif material pengganti  $TiO_2$  *nanopartikel* yang menjanjikan untuk aplikasi dalam fotokatalisis yang menghasilkan *electron* dan *hole* tengah gencar dikembangkan dewasa ini. Fotokatalisis merupakan sebuah proses reaksi kimia yang dibantu oleh cahaya dan katalis padat. Katalis padat yang digunakan sebagai fotokatalisator adalah *nanopartikel* ZnO *zincite*. Untuk mendapatkan partikel berukuran kecil, terdistribusi seragam dan tingkat kristalinitas yang tinggi, dilakukan sintesis dengan metode pengendapan kimia basah kemudian dilanjutkan proses *drying*, *annealing*, dan *hidrotermal*. Hasil yang didapatkan dari karakterisasi XRD, metode hidrotermal menghasilkan produk dengan tingkat kristalinitas yang tinggi dibandingkan dengan proses anil dan *drying*. Serbuk hasil hidrotermal memiliki ukuran kristalit rata-rata sebesar 34,37 nm, serbuk hasil anil 25,96 nm, dan serbuk hasil *drying* 11,69 nm. Energi celah pita yang dihasilkan serbuk hasil hidrotermal sebesar 3,07 eV, serbuk hasil anil 3,20 eV, dan serbuk hasil *drying* 3,24 eV. Katalis *nanopartikel* ZnO dalam penelitian ini, hasil proses pengendapan kimia basah pada kondisi hidrotermal cukup efektif dalam menyisihkan methyl orange sebesar 54,86 % dalam waktu 90 menit, sedangkan pada kondisi anil dapat menyisihkan methyl orange sebesar 83,91 % dalam waktu 90 menit.

Kata kunci: ZnO *nanopartikel*, pengendapan kimia basah, hidrotermal, fotokatalisis, penyisihan methyl orange

## ABSTRACT

Name : Muhammad Arief  
Study Program : Teknik Metalurgi dan Material  
Title : **Synthesis and Characterization of Zinc Oxide (ZnO) Nanoparticles derived from Precipitation Technique and Post-hydrothermal Treatment for Photocatalyst Application**

In this study have been successfully synthesized nanoparticle Zinc Oxide (ZnO) of the precursor  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  in the form of colloidal liquid with a wet chemical deposition methods based on variations in the concentration of sodium hydroxide. Variations in the concentration of sodium hydroxide solution used was 0.1; 0.2, and 0.4 M. Wet chemical precipitation reaction is a synthesis method that is easy and cheap because it does not require high temperatures, the simple tools and materials. Semiconductor material ZnO nanoparticles as an alternative replacement material  $\text{TiO}_2$  nanoparticles are promising for applications in photocatalyst that produce electrons and holes being intensively developed today . Photocatalyst is a chemical reaction process, assisted by light and the solid catalyst. Solid catalyst is used as photocatalyst ZnO nanoparticles zincite. To obtain small sized particles, uniformly distributed and the degree of crystallinity is high, the synthesis by a wet chemical precipitation method and then continued the process of drying, annealing, and hydrothermal. Results obtained from XRD characterization, the hydrothermal method produces a product with a high degree of crystallinity compared to the annealing process and drying. Hydrothermal powders have the results of the average crystallite size of 34.37 nm, 25.96 nm powders annealed results, and 11.69 nm powder drying results. Bandgap energy generated hydrothermal powders result of 3.07 eV, 3.20 eV powder annealing results, and drying the powder 3.24 eV. ZnO nanoparticle catalysts in this study, the results of wet chemical deposition process in hydrothermal conditions is effective in degrading methyl orange by 54.86% within 90 minutes, while in the annealed condition to degrade methyl orange by 83.91% within 90 minutes.

Kata kunci: ZnO nanoparticles, wet chemical deposition, hydrothermal, photocatalyst, allowance for methyl orange

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH.....	v
ABSTRAK.....	vi
ABSTRACT.....	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
<b>BAB I PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan permasalahan.....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Batasan Masalah.....	5
1.4 Ruang Lingkup Penelitian.....	6
1.4 Manfaat Penelitian.....	6
1.4 Sistematika Penulisan.....	7
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>8</b>
2.1 Fotokatalisis dan Semikonduktor.....	8
2.2 <i>Nanopartikel</i> Seng Oksida.....	1
2.3 Metode Sintesis dan Karakterisasi <i>ZnO Nanopartikel</i> .....	17
2.3.1 Metode Pengendapan Kimia Basah.....	17
2.3.2 Metode <i>Hidrotermal</i> .....	19
2.3.3 Karakterisasi <i>ZnO Nanopartikel</i> .....	20
2.3.3.1 Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	21
2.3.3.2 Karakterisasi UV-Vis.....	23
2.4 Uji Performa dan Efektivitas Katalis.....	24
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....</b>	<b>27</b>
3.1 Diagram Alir Penelitian.....	27
3.2 Alat dan Bahan Penelitian.....	29
3.2.1 Sintesis <i>Nanopartikel</i> Seng Oksida.....	29
3.2.2 Uji Performa Katalis <i>ZnO Nanopartikel</i> .....	30
3.3 Sintesis <i>Nanopartikel</i> Seng Oksida.....	31
3.3.1 Pembuatan Larutan Prekursor $Zn(Ac)_2 \cdot 2H_2O$ dengan Variasi Konsentrasi NaOH.....	31
3.3.2 Proses Pengeringan ( <i>drying</i> ).....	33
3.3.3 Proses <i>Annealing</i> .....	34
3.3.4 Proses <i>Hidrotermal</i> .....	35
3.4 Karakterisasi <i>Nanopartikel</i> Seng Oksida.....	37

3.5	Uji Kinerja <i>Nanopartikel</i> Seng Oksida .....	38
3.5.1	Prosedur Pembuatan Larutan Standar Methyl Orange.....	38
3.5.2	Prosedur Penyisihan (degradasi) Methyl Orange.....	39
3.5.3	Prosedur Kalibrasi Spektrofotometer UV-Vis .....	40
3.5.4	Prosedur Analisis Sampel dengan Spektrofotometer UV- Vis .....	40
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>		<b>41</b>
4.1	Proses Sintesis <i>Nanopartikel</i> Seng Oksida.....	41
4.2	Hasil Pengujian Karakterisasi XRD ZnO Nanopartikel.....	44
4.2.1	Pegujian Difraksi XRD Hasil Pengeringan.....	45
4.2.2	Pegujian Difraksi XRD Hasil Anil.....	51
4.2.3	Pegujian Difraksi XRD Hasil Hidrotermal .....	57
4.3	Hasil Pengujian Karakterisasi UV-Vis ZnO <i>Nanopartikel</i> .....	63
4.3.1	Pengujian Difraksi UV-Vis Hasil Pengeringan .....	63
4.3.2	Pengujian Difraksi UV-Vis Hasil Anil .....	66
4.3.3	Pengujian Difraksi UV-Vis Hasil Hidrotermal.....	69
4.4	Uji Kinerja Fotokatalitik ZnO dalam Penyisihan Zat Warna Methyl Orange .....	72
4.4.1	Panjang Gelombang Serapan Maksimum Methyl Orange.....	73
4.4.2	Kurva Kalibrasi Methyl Orange.....	74
4.4.3	Pengaruh jenis katalis ZnO <i>Nanopartikel</i> dari Prekursor Zn(CH <sub>3</sub> COOH) <sub>2</sub> · 2H <sub>2</sub> O pada Perubahan Konsentrasi Methyl Orange (C/Co).....	75
4.4.4	Pengaruh Jenis Katalis ZnO <i>Nanopartikel</i> dari Prekursor Zn(CH <sub>3</sub> COOH) <sub>2</sub> · 2H <sub>2</sub> O pada Perubahan % Removal Methyl Orange.....	77
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>		<b>80</b>
5.1	Kesimpulan .....	80
5.2	Saran .....	81
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>		<b>45</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>		<b>45</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Peristiwa eksitasi dan de-eksitasi pada bahan semikonduktor dibawah sinar UV.....	9
Gambar 2.2	Daerah energi pada semikonduktor, dan posisi dan besarnya energi celah pita beberapa bahan semikonduktor.....	11
Gambar 2.3	Mekanisme eksitasi elektron oleh material semikonduktor.....	12
Gambar 2.4	Struktur kristal dari ZnO, (kiri) struktur wurtzite dan (kanan) struktur zinblende.....	13
Gambar 2.5	Skematis hidrotermal, <i>autocleave</i> dengan insert teflon.....	20
Gambar 2.6	Transisi tingkat energi elektronik daerah UV.....	24
Gambar 2.7	Reaksi fotokatalis pada methyl orange.....	25
Gambar 2.8	Mekanisme fotokatalitik methyl orange.....	26
Gambar 3.1	Diagram alir penelitian sintesis nanopartikel ZnO.....	27
Gambar 3.2	Timbangan Digital.....	32
Gambar 3.3	Magnetic Stirrer.....	32
Gambar 3.4	Proses sintesis pengendapan kimia basah ZnO nanopartikel.....	32
Gambar 3.5	Diagram alir sintesis nanopartikel berdasarkan variasi konsentrasi larutan NaOH.....	33
Gambar 3.6	Proses pengeringan sampel serbuk ZnO pada suhu kamar.....	34
Gambar 3.7	Oven Memmert.....	35
Gambar 3.8	Container hidrotermal, dan proses hidrotermal.....	36
Gambar 3.9	Diagram alir proses sintesis ZnO nanopartikel.....	36
Gambar 3.10	Peralatan uji analisa UV-Vis, dan peralatan analisa uji XRD.....	37
Gambar 3.11	Diagram alir penyisihan zat warna methyl orange.....	39
Gambar 4.1	Hasil Pengujian XRD serbuk ZnO hasil proses pengendapan kimia basah pada kondisi pengeringan dengan perbandingan konsentrasi NaOH.....	46
Gambar 4.2	Hasil estimasi ukuran kristalit ZnO menggunakan persamaan Scherrer pada sampel A <sub>1</sub> (Zn(Ac) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O + NaOH 0,1 M).....	48
Gambar 4.3	Hasil estimasi ukuran kristalit ZnO menggunakan persamaan Scherrer pada sampel B <sub>1</sub> (Zn(Ac) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O + NaOH 0,2 M).....	49

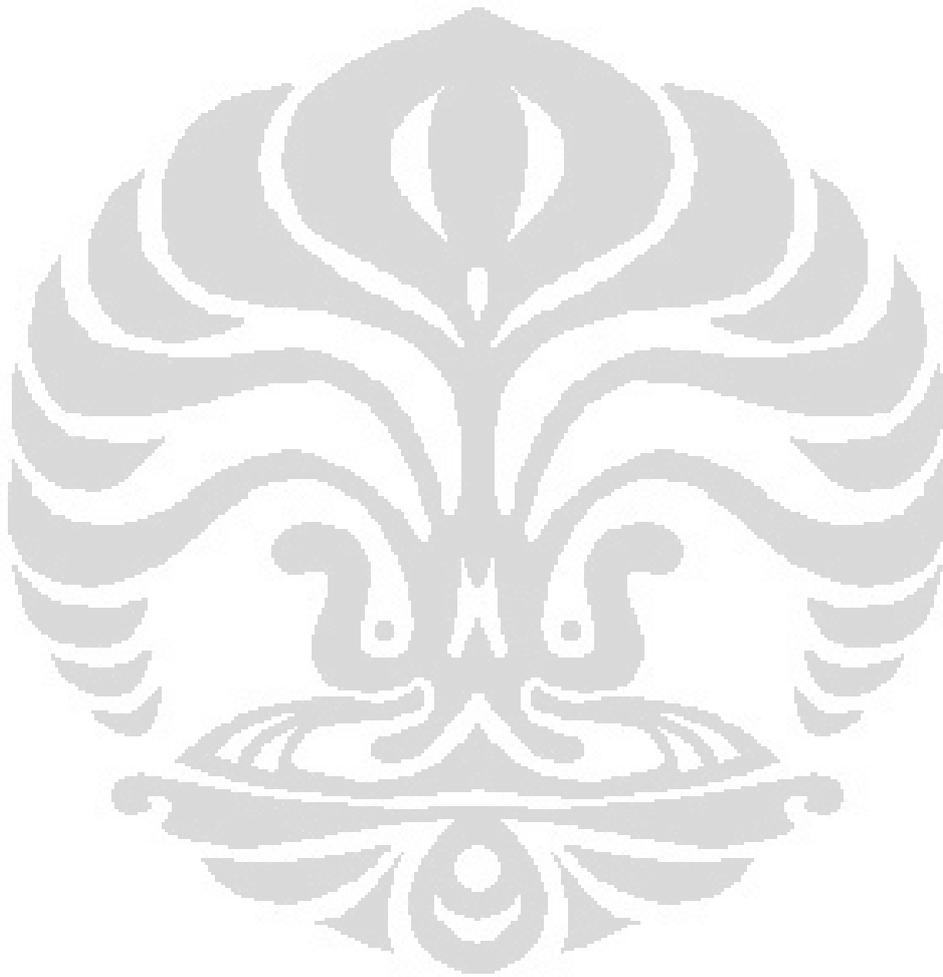
Gambar 4.4	Hasil estimasi ukuran kristalit ZnO menggunakan persamaan Scherrer pada sampel C <sub>1</sub> (Zn(Ac) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O + NaOH 0,4 M). .....	50
Gambar 4.5	Hasil Pengujian XRD serbuk ZnO hasil proses pengendapan kimia basah pada kondisi annealing dengan perbandingan konsentrasi NaOH. ....	52
Gambar 4.6	Hasil estimasi ukuran kristalit ZnO menggunakan persamaan Scherrer pada sampel A <sub>2</sub> (Zn(Ac) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O + NaOH 0,1 M). .....	54
Gambar 4.7	Hasil estimasi ukuran kristalit ZnO menggunakan persamaan Scherrer pada sampel B <sub>2</sub> (Zn(Ac) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O + NaOH 0,2 M). .....	55
Gambar 4.8	Hasil estimasi ukuran kristalit ZnO menggunakan persamaan Scherrer pada sampel C <sub>2</sub> (Zn(Ac) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O + NaOH 0,4 M). .....	56
Gambar 4.9	Hasil Pengujian XRD serbuk ZnO hasil proses pengendapan kimia basah pada kondisi hidrotermal dengan perbandingan variasi konsentrasi NaOH. ....	58
Gambar 4.10	Hasil estimasi ukuran kristalit ZnO menggunakan persamaan Scherrer pada sampel A <sub>3</sub> (Zn(Ac) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O + NaOH 0,1 M). .....	60
Gambar 4.11	Hasil estimasi ukuran kristalit ZnO menggunakan persamaan Scherrer pada sampel B <sub>3</sub> (Zn(Ac) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O + NaOH 0,2 M). .....	61
Gambar 4.12	Hasil estimasi ukuran kristalit ZnO menggunakan persamaan Scherrer pada sampel C <sub>3</sub> (Zn(Ac) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O + NaOH 0,4 M). .....	62
Gambar 4.13	Hasil estimasi terhadap energi celah pita setelah proses pengeringan sampel A <sub>1</sub> (Zn(Ac) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O + NaOH 0,4 M). .....	64
Gambar 4.14	Hasil estimasi terhadap energi celah pita setelah proses pengeringan sampel B <sub>1</sub> (Zn(Ac) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O + NaOH 0,2 M). .....	65
Gambar 4.15	Hasil estimasi terhadap energi celah pita setelah proses pengeringan sampel C <sub>1</sub> (Zn(Ac) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O + NaOH 0,1 M). .....	65
Gambar 4.16	Hasil estimasi terhadap energi celah pita setelah proses annealing sampel A <sub>2</sub> (Zn(Ac) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O + NaOH 0,4 M). .....	67
Gambar 4.17	Hasil estimasi terhadap energi celah pita setelah proses annealing sampel B <sub>2</sub> (Zn(Ac) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O + NaOH 0,2 M). .....	68
Gambar 4.18	Hasil estimasi terhadap energi celah pita setelah proses annealing sampel C <sub>2</sub> (Zn(Ac) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O + NaOH 0,1 M). .....	68

Gambar 4.19 Hasil estimasi terhadap energi celah pita setelah proses hidrotermal sampel A <sub>3</sub> (Zn(Ac) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O + NaOH 0,4 M).....	70
Gambar 4.20 Hasil estimasi terhadap energi celah pita setelah proses annealing sampel B <sub>3</sub> (Zn(Ac) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O + NaOH 0,2 M).....	71
Gambar 4.21 Hasil estimasi terhadap energi celah pita setelah proses annealing sampel C <sub>3</sub> (Zn(Ac) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O + NaOH 0,1 M).....	71
Gambar 4.22 Proses fotokatalitik methyl orange.....	72
Gambar 4.23 Mekanisme fotokatalitik methyl orange.....	73
Gambar 4.24 Panjang gelombang serapan maksimum methyl orange .....	74
Gambar 4.25 Kurva kalibrasi methyl orange .....	75
Gambar 4.26 Perubahan konsentrasi methyl orange menggunakan katalis ZnO dari prekursor Zn(CH <sub>3</sub> COOH) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O.....	76
Gambar 4.27 Perubahan % penyisihan methyl orange pada proses fotokatalitik menggunakan katalis ZnO dari prekursor Zn(CH <sub>3</sub> COOH) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O .....	78
Gambar 4.28 Hubungan konsentrasi dan % penyisihan methyl orange terhadap waktu (menit) menggunakan katalis ZnO nanopartikel pada kondisi hidrotermal dengan konsentrasi NaOH 0,1 M.....	78
Gambar 4.29 Hasil proses fotokatalitik larutan methyl orange menggunakan katalis nanopartikel seng oksida (ZnO) dari prekursor Zn(CH <sub>3</sub> COOH) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O... ..	79

## DAFTAR TABEL

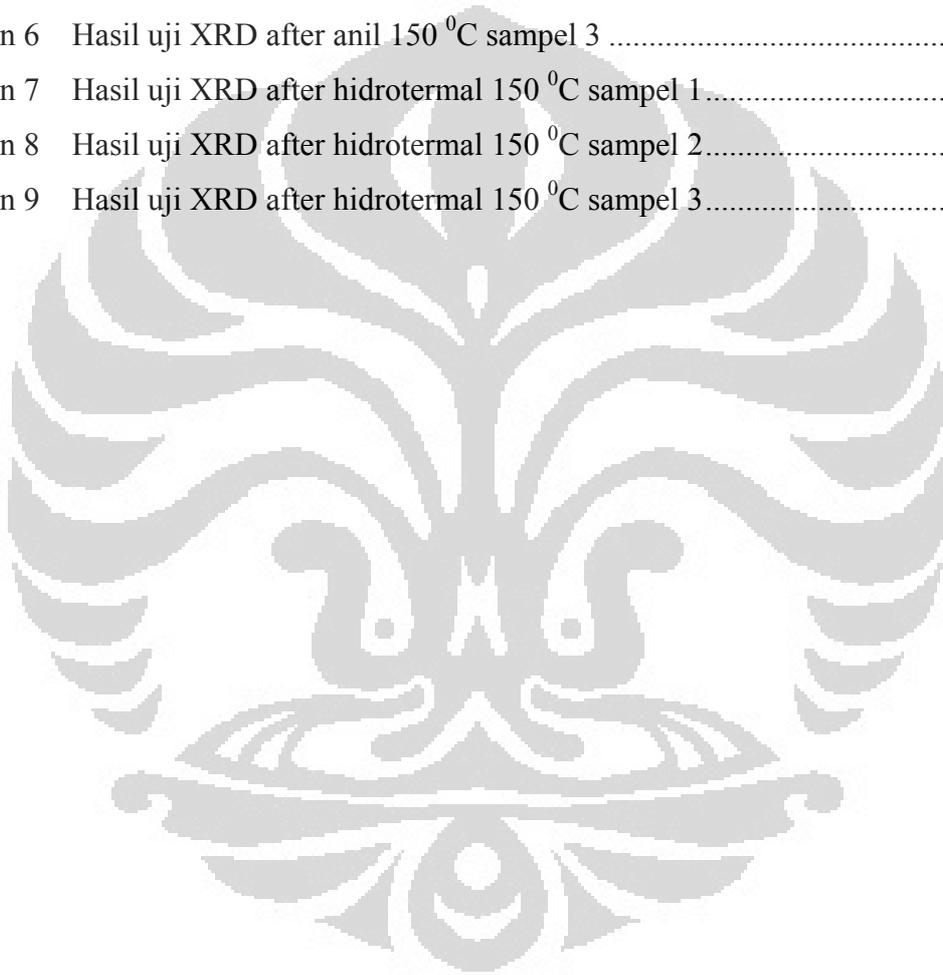
Tabel 2.1	Sifat-sifat dari beberapa macam semikonduktor.....	15
Tabel 4.1	Komposisi bahan-bahan sintesis <i>nanopartikel</i> ZnO .....	42
Tabel 4.2	Nilai $2\theta$ kristal ZnO dengan arah kisi kristal yang berbeda-beda.....	47
Tabel 4.3	Hasil fitting dan penghitungan besar kristalit dari proses pengeringan pada sampel A <sub>1</sub> konsentrasi NaOH 0.1 M (0,4 gram).....	48
Tabel 4.4	Hasil fitting dan penghitungan besar kristalit dari proses pengeringan pada sampel B <sub>1</sub> konsentrasi NaOH 0,2 M (0,8 gram) .....	49
Tabel 4.5	Hasil fitting dan penghitungan besar kristalit dari proses pengeringan pada sampel C <sub>1</sub> konsentrasi NaOH 0,4 M (1,6 gram).....	50
Tabel 4.6	Ukuran kristalit rata-rata ZnO nanopartikel setelah proses pengeringan berdasarkan perbedaan konsentrasi NaOH .....	51
Tabel 4.7	Nilai $2\theta$ kristal ZnO dengan arah kisi kristal yang berbeda-beda.....	52
Tabel 4.8	Hasil fitting dan penghitungan besar kristalit dari proses annealing pada sampel A <sub>2</sub> konsentrasi NaOH 0.1 M (0,4 gram).....	54
Tabel 4.9	Hasil fitting dan penghitungan besar kristalit dari proses annealing pada sampel B <sub>2</sub> konsentrasi NaOH 0.2 M (0,8 gram) .....	55
Tabel 4.10	Hasil fitting dan penghitungan besar kristalit dari proses annealing pada sampel C <sub>2</sub> konsentrasi NaOH 0,4 M (1,6 gram).....	56
Tabel 4.11	Ukuran kristalit rata-rata ZnO nanopartikel setelah proses annealing berdasarkan perbedaan konsentrasi NaOH .....	57
Tabel 4.12	Hasil fitting dan penghitungan besar kristalit dari proses hidrotermal sampel A <sub>3</sub> pada konsentrasi NaOH 0,1 M (0,4 gram).....	59
Tabel 4.13	Hasil fitting dan penghitungan besar kristalit dari proses hidrotermal sampel B <sub>3</sub> konsentrasi NaOH 0.2 M (0,8 gram).....	60
Tabel 4.14	Hasil fitting dan penghitungan besar kristalit dari proses hidrotermal sampel C <sub>3</sub> pada konsentrasi NaOH 0.4 M (1,6 gram).....	61
Tabel 4.15	Ukuran kristalit rata-rata ZnO nanopartikel setelah proses hidrotermal berdasarkan perbedaan konsentrasi NaOH .....	62
Tabel 4.16	Energi celah pita nanopartikel ZnO setelah proses pengeringan berdasarkan perbedaan konsentrasi NaOH.....	66

Tabel 4.17	Energi celah pita nanopartikel ZnO setelah proses annealing berdasarkan perbedaan konsentrasi NaOH.....	69
Tabel 4.18	Energi celah pita nanopartikel ZnO setelah proses hidrotermal berdasarkan perbedaan konsentrasi NaOH.....	72



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Hasil uji XRD after dried 60 °C sampel 1.....	86
Lampiran 2	Hasil uji XRD after dried 60 °C sampel 2.....	86
Lampiran 3	Hasil uji XRD after dried 60 °C sampel 3.....	87
Lampiran 4	Hasil uji XRD after anil 150 °C sampel 1.....	87
Lampiran 5	Hasil uji XRD after anil 150 °C sampel 2.....	88
Lampiran 6	Hasil uji XRD after anil 150 °C sampel 3.....	88
Lampiran 7	Hasil uji XRD after hidrotermal 150 °C sampel 1.....	89
Lampiran 8	Hasil uji XRD after hidrotermal 150 °C sampel 2.....	89
Lampiran 9	Hasil uji XRD after hidrotermal 150 °C sampel 3.....	90



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Perkembangan industri selain membawa keuntungan juga membawa dampak negatif bagi lingkungan sekitar misalnya pencemaran oleh limbah industri dimana limbah industri ini dapat berbentuk cair, padat, dan gas. Limbah cair dapat berupa senyawa anorganik seperti logam Fe(III), Cu(II), Cr(VI), Cr(III), Pb, Cd, Pt, dan sebagainya. Senyawa anorganik ini berasal dari industri pelapisan logam (*electroplating*), industri cat, industri penyamakan kulit (*leather tanning*) maupun industri perminyakan. Sedangkan senyawa organik seperti fenol merupakan polutan yang mempunyai toksisitas tinggi dan bersifat karsinogenik (pemicu kanker) yang berbahaya bagi lingkungan dan kesehatan [1]. Limbah fenol dapat berasal dari limbah cair rumah sakit misalnya pada laboratorium mikrobiologi, laboratorium kimia klinik, laboratorium hematologi, ruang operasi dan instalasi lainnya. Dalam konsentrasi tertentu senyawa ini dapat memberikan efek yang buruk terhadap kesehatan manusia, antara lain berupa kerusakan hati dan ginjal, penurunan tekanan darah, pelemahan detak jantung, hingga kematian [2]. Berdasarkan Keputusan Menteri Lingkungan Hidup RI No. 51/MENLH/10/1995 dan Keputusan Menteri Kesehatan RI No. 907/MENKES/SK/ VIII 2002, senyawa fenol aman keberadaannya dalam air untuk kehidupan ekosistem aquatic pada konsentrasi 0,5 – 1,0 mg/L, sedangkan ambang batas senyawa (turunan) fenol dalam baku mutu air minum adalah maksimal 0,01 mg/L [3-4].

Penelitian-penelitian mengenai pengolahan limbah organik (fenol), sistem penjernihan air limbah yang tercemar bakteri *Escherchia coli* (*E. coli*) dan berbagai jenis logam berat dari senyawa anorganik telah banyak dilakukan oleh para peneliti. Berbagai upaya telah dilakukan untuk mendapatkan air bersih dari pencemaran akibat banyaknya aktivitas manusia dewasa ini. Secara umum ada empat kegiatan dalam siklus perputaran air berkaitan aktivitas manusia, yaitu eksplorasi air, konsumsi air, produksi air limbah dan

penjernihan air limbah. Beberapa proses yang digunakan untuk pengolahan limbah organik, limbah anorganik, dan penjernihan air limbah, antara lain penyaringan, sedimentasi, filtrasi dan disinfeksi. Meskipun sistem penjernihan dan pengolahan ini tergolong efektif dan banyak diterapkan, namun demikian masih cukup mahal terkait dengan sistem dan material yang digunakan. Salah satu limbah organik yang sangat berbahaya bagi makhluk hidup dan lingkungannya adalah limbah fenol, dimana senyawa fenol dapat mengalami penurunan (degradasi) oleh adanya cahaya matahari. Namun karena intensitas sinar matahari yang sampai ke permukaan bumi relatif lemah maka penurunan kadar fenol kurang efektif atau berlangsung lambat. Akibatnya, laju akumulasi fenol lebih tinggi daripada laju penurunannya, yang pada akhirnya konsentrasi fenol akan semakin meningkat sehingga melebihi batas ambang. Proses ini dapat dipercepat oleh adanya oksida logam seperti  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{CuO}$ ,  $\text{CdO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan sebagainya yang dapat digunakan sebagai katalisator untuk meningkatkan efektivitas penurunan kadar fenol.

Proses adsorpsi merupakan salah satu metode pengolahan limbah yang telah banyak dimanfaatkan. Sayangnya proses ini tidak dapat mendegradasi polutan menjadi senyawa yang tidak berbahaya, melainkan hanya memindahkan limbah dari cairan ke permukaan adsorben, sehingga adsorben tersebut perlu diregenerasi ketika sudah jenuh dengan senyawa organik. Disamping itu, polutan organik yang telah diadsorpsi dalam adsorben masih tetap berbahaya, karena tidak dapat didegradasi menjadi senyawa lain yang tidak berbahaya seperti  $\text{CO}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}$  [5]. Salah satu teknologi yang sedang banyak dikembangkan untuk mendegradasi berbagai limbah industri adalah proses fotokatalitik [6-8], yang memiliki beberapa keunggulan yaitu, polutan organik dapat didegradasi menjadi senyawa yang tidak berbahaya seperti  $\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{CO}_2$ , serta lebih hemat pemakaian bahan kimia dan energinya [6-9]. Akan tetapi proses fotokatalitik kurang efektif dalam mengolah limbah yang konsentrasinya tinggi karena rendahnya daya adsorpsi fotokatalis tersebut, menyebabkan rendahnya laju reaksi fotokatalitik [10-11]. Mekanisme dasar yang memungkinkan terjadinya proses tersebut adalah terbentuknya pasangan *electron-hole* pada permukaan katalis semikonduktor ketika diinduksi oleh energi foton yang sesuai [12-13]. Elektron yang tereksitasi dan sampai ke permukaan katalis dapat mereduksi logam-logam berat, sedangkan

hole yang terbentuk dapat menghasilkan radikal  $\bullet\text{OH}$  yang akan mendegradasi (mengoksidasi) limbah-limbah organik seperti fenol [13].

Teknologi pengolahan air limbah yang umum digunakan pada saat sekarang ini, yaitu IPAL (instalasi pengolahan air limbah) memerlukan biaya relatif besar dari segi instalasi dan pemeliharaan. Terkait dengan masalah-masalah diatas, salah satu alternatif yang dipikirkan dan ditawarkan, yaitu memanfaatkan reaksi fotokatalitik pada permukaan partikel material semikonduktor, dalam hal ini partikel ZnO yang berukuran nano dengan dan atas bantuan sinar matahari. Semikonduktor seperti seng oksida (ZnO) diduga sangat mudah menghasilkan pasangan *elektron* dan *hole* pada pita konduksi dan valensinya ketika disinari dengan ultraviolet. *Elektron* dan *hole* tersebut berperan menghasilkan radikal bebas dalam air, yang selanjutnya mendekomposisi polutan organik dalam air menjadi gas atau senyawa lain yang tidak beracun.

Penelitian mengenai material-material oksida sebagai aktivitas fotokatalisis untuk sistem pengolahan limbah organik, limbah anorganik, dan sistem penjernihan air limbah sangatlah penting dilakukan dengan metode yang sederhana dan relatif murah. Banyak penelitian pengolahan air limbah telah dilakukan dengan melewati air limbah di dalam media plat kaca yang dilapisi dengan material oksida, yaitu  $\text{TiO}_2$  serta diberi paparan cahaya UV dapat membunuh 100% bakteri yang terkandung dalam air limbah tersebut [14], untuk menguraikan senyawa organik seperti *pentaklorofenol*, *cibacron yellow*, dan *powder* untuk menguraikan *2-klorofenol*. Hasil uji katalis komersial  $\text{TiO}_2$  Degusa (P25) dan CdS- $\text{TiO}_2$  dapat menurunkan konsentrasi limbah Cr(VI) dan fenol secara simultan dengan bertambahnya waktu reaksi [2,5]. Radiasi UV dengan cahaya yang memiliki energi lebih rendah daripada celah pita (band gap) pada katalis semikonduktor  $\text{TiO}_2$  akan menghasilkan daya redoks kuat yang mampu mempromosikan berbagai reaksi kimia untuk mendegradasi zat warna [15]. Dalam penelitian ini digunakan jenis material oksida (katalis) yang berbeda yaitu Zink Oksida (ZnO) yang diimobilisasi pada plat kaca untuk mendegradasi limbah organik (methyl orange atau fenol), limbah anorganik, dan zat warna.

## 1.2 Perumusan Masalah

Dalam penelitian ini terfokus pada proses sintesis dan karakterisasi nanopartikel ZnO dengan menggunakan metode presipitasi pengendapan kimia basah yang akan diaplikasikan sebagai material fotokatalitik untuk pengolahan limbah organik (methyl orange dan fenol), limbah anorganik, dan limbah zat warna. Dari hasil banyak riset penggunaan material oksida TiO<sub>2</sub> semikonduktor sebagai fotokatalis untuk pengolahan limbah telah berhasil diterapkan dalam aplikasinya karena mempunyai aktivitas fotokatalis yang tinggi, mudah didapat serta mempunyai kestabilan kimia dan ketahanan fotokorosi yang baik dalam semua kondisi reaksi [6,8]. Dalam penelitian ini menggunakan material oksida semikonduktor yang berbeda yaitu ZnO nanopartikel. Dari latar belakang dan tujuan umum diatas timbul permasalahan, bagaimanakah pengaruh variasi konsentrasi larutan prekursor, pengaruh temperatur dalam mensintesis serbuk nanopartikel ZnO serta pengaruh katalis nanopartikel Zink Oksida (ZnO) terhadap penurunan kadar limbah organik (methyl orange dan fenol), limbah anorganik, dan larutan zat warna melalui reaktor membran fotokatalitik serta keefektifannya sebagai pereduksi limbah?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian tugas akhir ini menggunakan metode proses pengendapan kimia basah dan hidrotermal (*wet chemical precipitation and hidrotermal*) yang banyak dan mudah dilakukan pada skala laboratorium. Berdasarkan latar belakang tersebut, penelitian ini bertujuan antara lain :

1. Mensintesis partikel nano ZnO dalam skala nanometer dari serbuk Zn(CH<sub>3</sub>COOH)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O melalui proses pengendapan kimia basah dan hidrotermal (*wet chemical precipitation and hidrotermal*) dengan variasi konsentrasi larutan prekursor, pengaruh temperatur dalam mensintesis serbuk nanopartikel ZnO serta lama waktu pemanasan terhadap karakteristik nanopartikel ZnO (energi celah pita, tingkat absorpsi pada spektrum cahaya tampak dan ultraviolet) sebagai dasar analisis mekanisme semikonduktor fotokatalisis pengolahan limbah organik (methyl orange dan fenol).

2. Menginvestigasi pengaruh katalis nanopartikel ZnO pada kondisi optimal terhadap larutan limbah organik (methyl orange dan fenol), limbah anorganik, dan zat warna yang diradiasi dengan sinar UV melalui reaktor membran fotokatalitik
3. Menginvestigasi tingkat keefektifan penggunaan katalis nanopartikel ZnO sebagai pereduksi limbah di atas tersebut.

#### 1.4 Batasan Masalah

Pembatasan masalah dilakukan untuk memudahkan pembahasan pokok permasalahan secara jelas dan sistematis. Pada penelitian ini penulis menggunakan metode pengendapan kimia basah dan hidrotermal untuk mensintesis atau memperoleh partikel ZnO yang berukuran nano dengan menggunakan peralatan utama magnetic stirrer, stirrer plate, serbuk ZnO, padatan NaOH, dan larutan etanol. Pada penelitian ini hanya menggunakan nanopartikel ZnO tunggal yang karakterisasinya dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan UV-Vis. Prekursor yang digunakan pada penelitian ini adalah  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , solvent etanol, dan padatan NaOH. Sampel uji yang digunakan adalah air yang tercemar oleh limbah organik (methyl orange dan fenol), limbah limbah anorganik (Cr(IV) dan Cr(III)) dan tidak membahas turunan dari limbah senyawa organik dan anorganik tersebut dan juga tidak membahas kandungan pencemar air lainnya. Parameter yang digunakan adalah variasi konsentrasi larutan perkursor dalam mensintesis serbuk nanopartikel ZnO, kondisi optimal ZnO nanopartikel untuk menyisihkan air yang tercemar oleh limbah organik (methyl orange dan fenol) dan anorganik, dan lama waktu proses penjernihan air dan penyisihan limbah organik (methyl orange dan fenol) dan limbah anorganik tersebut yang diamati dengan menggunakan reaktor membran fotokatalitik.

## 1.5 Ruang Lingkup Penelitian

Dalam penelitian ini dilakukan proses sintesis dan karakterisasi nanopartikel ZnO dari serbuk  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  yang dilarutkan dalam etanol absolut dengan menggunakan metode presipitasi pengendapan kimia basah dan hidrotermal yang akan diaplikasikan sebagai fotokatalitik untuk pengolahan atau penyisihan limbah organik (methyl orange dan fenol), limbah anorganik, dan limbah zat warna. Pengujian karakteristik dilakukan dengan menggunakan alat uji difraksi sinar *X-Ray Diffraction* (XRD), dan ultraviolet visual (UV-Vis). Tujuan pengujian ini untuk mendapatkan Data struktur tingkat kristalinitas dapat diperoleh dengan teknik difraksi sinar *X-Ray Diffraction* (XRD) yang dan daya serap katalis pada daerah sinar ultra violet atau sinar tampak dengan metode UV-Vis. Serbuk nanopartikel ZnO berperan aktif sebagai katalis yang diimobilisasi dengan plat kaca konduktif untuk menyisihkan limbah organik (methyl orange dan fenol), limbah anorganik, serta zat warna. Dimana material nanopartikel ZnO dapat memberikan efektifitas fotokatalitik yang tinggi dan baik sehingga dapat diaplikasikan kedalam suatu reaktor membran fotokatalitik.

## 1.6 Manfaat Penelitian

Dengan hasil penelitian ini diharapkan dapat mengetahui pengaruh konsentrasi larutan prekursor, dan temperatur dalam mensintesis serbuk nanopartikel ZnO untuk dapat dimanfaatkan sebagai salah satu metode untuk menghilangkan atau menyisihkan limbah organik (methyl orange dan fenol) dan anorganik (Cr(VI) dan Cr(III)) secara alamiah dan sinergis, misalnya pembuangan air limbah rumah sakit, limbah kosmetik, industri tekstil, industri cat, maupun industri pelapisan logam yang mengandung  $\text{TiO}_2$ , dan Fe(III) di perairan yang sama. Dimana untuk penyisihan limbah-limbah tersebut banyak para penelitian menggunakan material oksida  $\text{TiO}_2$ , tetapi dalam penelitian ini penulis menggunakan material yang berbeda yaitu seng oksida nanopartikel (ZnO). Penggunaan membran fotokatalitik diharapkan dapat digunakan untuk memisahkan katalis ZnO, molekul-molekul hasil degradasi dan dapat dihasilkan air yang dapat digunakan kembali untuk keperluan industri setelah proses degradasi dengan fotokatalisis.

## 1.7 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan yang digunakan pada karya tulis ini adalah:

### **BAB I : PENDAHULUAN**

Menjelaskan latar belakang, perumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, ruang lingkup, manfaat penelitian dan sistematika penulisan.

### **BAB II : TINJAUAN PUSTAKA**

Menjelaskan dasar teori tentang efek fotokatalitik terhadap material semikonduktor, material nanopartikel ZnO dan karakter umum ZnO nanopartikel sifat dan aplikasi dari material ZnO nanopartikel, sintesis dan karakterisasi ZnO nanopartikel dengan menggunakan proses pengendapan kimia basah.

### **BAB III : METODE PENELITIAN**

Menjelaskan tentang diagram alir penelitian, peralatan penelitian, bahan penelitian, prosedur penelitian, parameter yang divariasikan, data penelitian, dan cara pengambilan data.

### **BAB IV : HASIL DAN PEMBAHASAN**

Menjelaskan tentang hasil yang didapat selama penelitian dan menganalisisnya, terdiri dari hasil spektroskopi UV-Vis dari larutan garam  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , serta spektroskopi *X-Ray Diffraction* untuk mengetahui ukuran butir dan tingkat kristalinitas dari *ZnO nanoparticles* yang diperlakukan pada berbagai variasi konsentrasi larutan NaOH dengan menggunakan *Scherrer's formula* kemudian dihitung besar kristalinitasnya dengan menggunakan program *PeakFit*.

### **BAB V : KESIMPULAN DAN SARAN**

Menjelaskan mengenai kesimpulan yang didapat selama penelitian dan beberapa hal yang disarankan untuk kepentingan pengembangan dan kemajuan penelitian untuk masa yang akan datang.

## BAB II

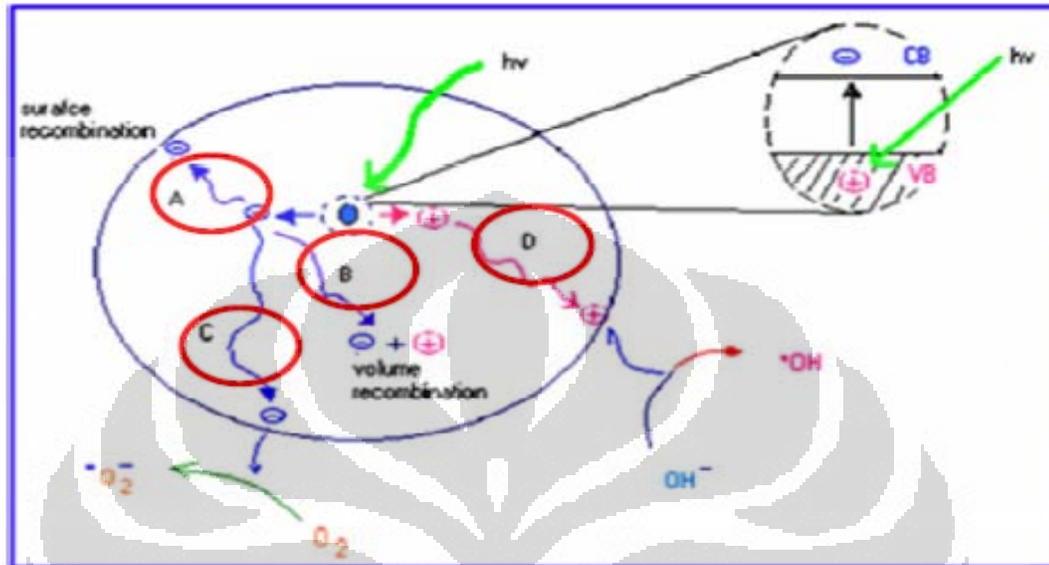
### STUDI PUSTAKA

#### 2.1 Fotokatalisis dan Semikonduktor

Pada abad yang lalu para peneliti berhasil mendeskripsikan fenomena fotokatalisis pada permukaan semikonduktor metal-oksida. Pertama sekali dikemukakan oleh oleh Renz tahun 1921. Popularitas semikonduktor fotokatalisis meningkat setelah publikasi Akira Fujishima di majalah Nature 1972, beliau melaporkan pemecahan air menjadi oksigen dan hidrogen menggunakan kristal tunggal  $\text{TiO}_2$  dengan input sinar UV berenergi rendah [15].

Fotokatalisis, secara umum didefinisikan sebagai suatu proses reaksi kimia yang dibantu oleh adanya cahaya dan material katalis padat. Dengan pencahayaan sinar UV ( $\lambda < 405$ ), maka permukaan material oksida, seperti  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{ZnO}$  mempunyai kemampuan mengionisasi reaksi kimiawi. Dalam media air, kebanyakan senyawa organik dapat dioksidasi menjadi karbon dioksida dan air. Berarti proses tersebut dapat membersihkan air dari pencemaran organik, dan senyawa-senyawa anorganik seperti sianida, krom, tembaga, platina, nitrit dan lain-lain yang beracun dapat diubah menjadi senyawa lain yang relatif tidak beracun. Dimana dalam langkah reaksinya (fotokatalisis) melibatkan pasangan *electron-hole* ( $e^-$  dan  $h^+$ ). Penyinaran permukaan material yang bersifat semikonduktor dalam hal ini  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{ZnO}$  akan menghasilkan pasangan elektron dan hole positif pada permukaannya juga menjadikan permukaan tersebut bersifat polar dan atau hidrofilik (suka akan air) dan kemudian berubah lagi menjadi non polar dan atau hidrofobik (tidak suka akan air) setelah beberapa lama tidak mendapatkan penyinaran lagi. Sifat hidrofilik dan hidrofobik salah satunya ditandai dengan ukuran sudut kontak butiran air pada permukaan lapisan tipis material semikonduktor tersebut, yaitu sedikit lebih besar dari 50 derajat pada saat sebelum disinari kemudian berubah menjadi mendekati 0 derajat setelah disinari. Material dengan sudut kontak sekecil itu akan sangat hidrofilik (super hidrofilik). Dari definisi umum fotokatalisis diatas tersebut mempunyai implikasi bahwa beberapa langkah-langkah

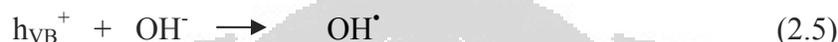
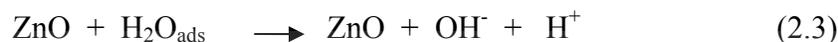
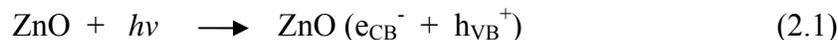
fotokatalis adalah merupakan reaksi redoks yang melibatkan pasangan *electron-hole* ( $e^-$  dan  $h^+$ ).



Gambar 2.1 Peristiwa eksitasi dan de-eksitasi pada bahan semikonduktor di bawah sinar UV

Secara umum, fenomena fotokatalisis pada permukaan bahan semikonduktor dapat dijelaskan sebagai berikut. Jika suatu semikonduktor tipe  $n$  dikenai cahaya ( $h\nu$ ) dengan energi yang sesuai, maka elektron ( $e^-$ ) pada pita valensi akan pindah ke pita konduksi, dan meninggalkan lubang positif (*hole*) pada pita valensi. Sebagian besar pasangan *electron-hole* ( $e^-$  dan  $h^+$ ) akan berkombinasi kembali, baik dipermukaan ataupun di dalam bulk partikel. Sedangkan sebagian lain dari pasangan  $e^-$  dan  $h^+$  dapat bertahan sampai pada permukaan semikonduktor, dimana pada akhirnya,  $h^+$  dapat menginisiasi reaksi oksidasi dan dilain pihak  $e^-$  akan menginisiasi reaksi reduksi zat kimia yang ada disekitar permukaan semikonduktor. Dalam hal ini semikonduktor ini adalah zink oksida (ZnO). Pada prinsipnya, reaksi oksidasi pada permukaan semikonduktor dapat berlangsung melalui donor elektron dari subsrat ke  $h^+$ . Apabila potensial oksidasi yang dimiliki oleh  $h^+$  pada pita valensi ini cukup besar untuk mengoksidasi air pada permukaan partikel, maka akan dihasilkan gugus hidroksil. Radikal hidroksil merupakan spesi pengoksidasi kuat dan memiliki potensial redoks sebesar 2,8 Volt. Potensial sebesar ini cukup kuat untuk mengoksidasi sebagian besar zat organik

menjadi air, asam mineral, dan karbon dioksida [16]. Berikut adalah gambaran reaksi kimia yang terjadi pada fotokatalisis ZnO :

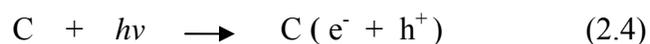


Fotokatalisis dapat didefinisikan sebagai akselerasi fotoreaksi oleh adanya katalis, dalam hal ini proses katalis dapat dibagi menjadi dua berdasarkan jenis katalisnya yaitu fotokatalis heterogen dan homogen. Fotokatalis heterogen adalah katalisis medium dan reaktan berada dalam fasa yang sama, sedangkan fotokatalis homogen adalah proses katalisis yang melibatkan katalis yang tidak satu fasa dengan medium dan reaktan. Setiap deskripsi mekanisme fotoreaksi selalu berawal dengan absorpsi foton. Dalam hasil fotokatalis homogen interaksi antara foton dengan spesi pengabsorpsi (senyawa koordinasi dari logam transisi, zat warna organik atau metalloporphyrines), substrat (kontaminan) dan cahaya akan menyebabkan terjadinya modifikasi (perubahan) substrat [17].

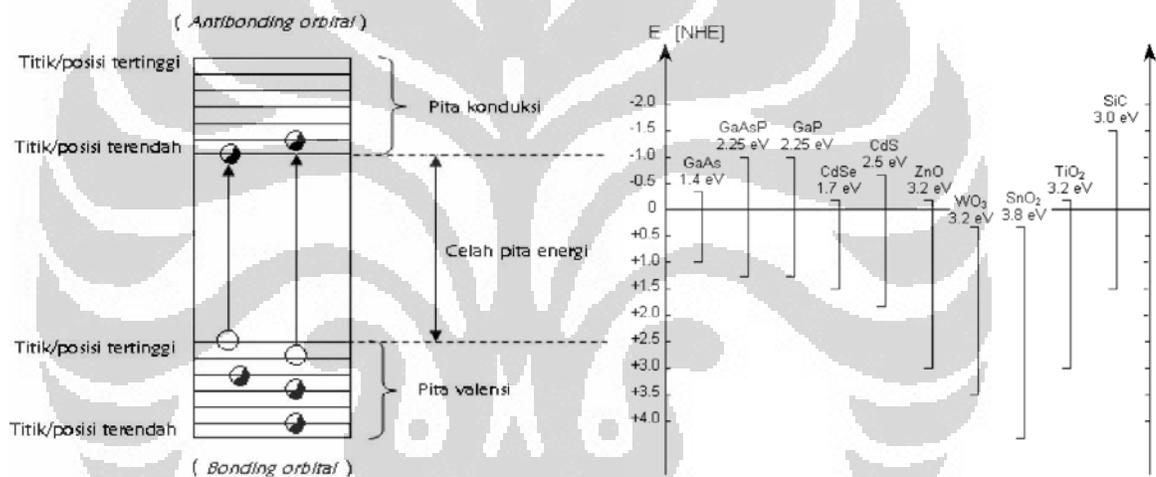
Homogen



Heterogen



Semikonduktor adalah sebuah bahan dengan konduktivitas yang berada diantara insulator dan konduktor. Material semikonduktor dapat dimanfaatkan dalam proses fotokatalisis. Proses fotokatalisis terjadi apabila energi dari sinar yang diberikan sesuai dengan energi celah pita (bandgap) dari material semikonduktor tersebut. Pada semikonduktor ini dikenal istilah pita valensi dan pita konduksi. 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 material semikonduktor. Jarak antara pita konduksi dan pita valensi ini dinamakan celah pita (bandgap).



Gambar 2.2 (kiri) Daerah energi pada semikonduktor, dan (kanan) posisi dan besarnya energi celah pita beberapa bahan semikonduktor [18].

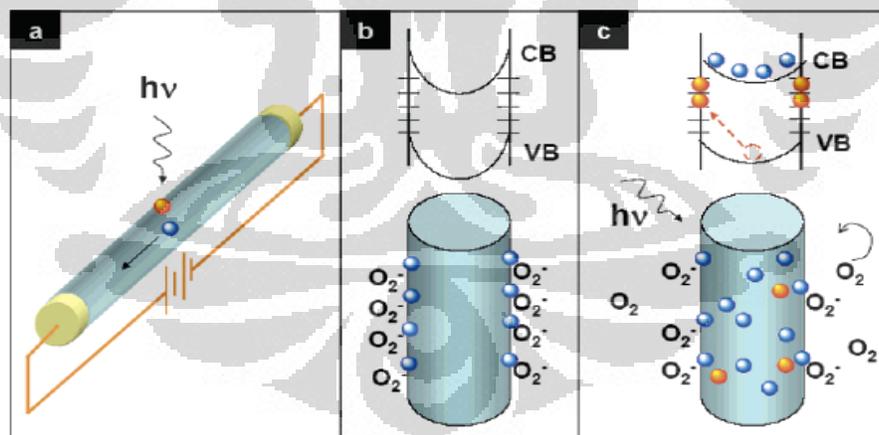
Energi bandgap merupakan besaran energi yang diperlukan suatu elektron untuk dapat tereksitasi dari pita valensi menuju pita konduksi. Semakin besar bandgap dari suatu senyawa atau unsur maka semakin sulit elektron untuk dapat tereksitasi dan semakin berkurang dampak efek fotokatalisis yang akan diberikan. Besarnya energi celah pita ini dapat diukur dengan menggunakan panjang gelombang cahaya yang dapat mengeksitasi elektron. Pada semikonduktor yang memiliki celah pita cukup lebar, elektron pada pita valensi tidak bisa tereksitasi menuju pita konduksi, akan tetapi jika diberikan suatu energi dari luar yang berupa energi foton, maka elektron dari pita valensi akan tereksitasi ke pita

konduksi dan terbentuk lubang pada pita valensi. Ada beberapa faktor yang dapat mempengaruhi reaksi fotokatalis pada semikonduktor menyangkut struktur pita yang dimilikinya [19], yaitu :

1. Energi celah pita (*bandgap energy*)
2. Pita Konduksi (posisi terbawah)
3. Pita Valensi (posisi teratas)

Partikel semikonduktor sangat baik digunakan sebagai fotokatalisis untuk reaksi tertentu, jika

1. Produk yang dihasilkannya sangat spesifik
2. Katalis tetap tidak rusak sepanjang proses
3. Dibutuhkan pembentukan pasangan elektron atau hole ( yang dihasilkan dengan absorpsi foton yang mempunyai energi lebih tinggi dari yang diperlukan untuk memindahkan elektron dari pita valensi menuju ke pita konduksi).
4. Energi foton tidak disimpan di dalam produk akhir, reaksinya eksotermis dan hanya di retardasi secara kinetik.

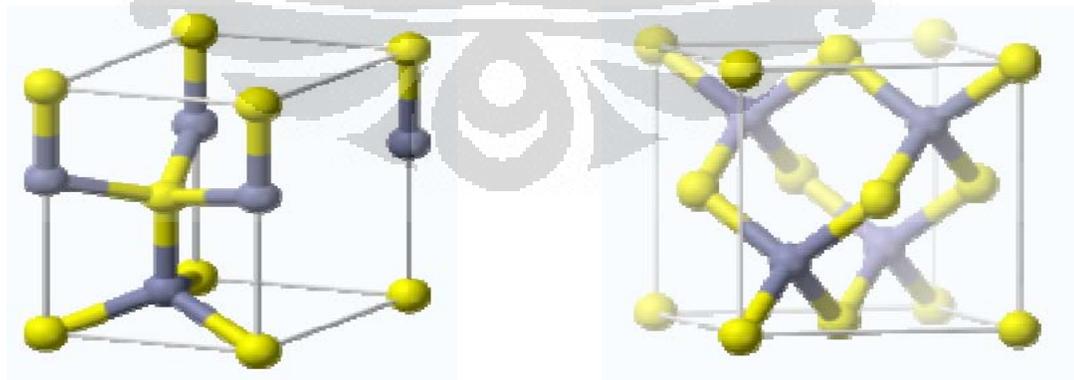


Gambar 2.3 Mekanisme eksitasi elektron oleh material semikonduktor pada; (a) dipaparkan cahaya dengan energi sedikit diatas energi *band gap*-nya, (b) tidak dipaparkan cahaya, (c) di bawah paparan sinar ultraviolet (UV) [19].

Oksidasi fotokatalisis heterogen merupakan suatu proses dimana polutan di oksidasi dengan menggunakan semikonduktor fotokatalis yang mempunyai sifat tidak beracun serta memiliki fasa tidak sama dengan substrat. Partikel semikonduktor akan menjadi oksidator yang mendegradasi sejumlah polutan bila dikenai cahaya dengan panjang gelombang yang sesuai dengan *bandgap* semikonduktor tersebut. Degradasi total polutan organik (mineralisasi sempurna) ini akan menghasilkan  $H_2O$ ,  $CO_2$ , dan asam-asam mineral. Salah satu penggunaan fotokatalisis untuk aplikasi penyisihan senyawa organik (fenol) dan senyawa anorganik serta zat warna lainnya adalah penggunaan semikonduktor oksida logam.

## 2.2 Nanopartikel Zink Oksida (ZnO)

Seng oksida adalah senyawa inorganik yang mempunyai rumus umum ZnO dan salah satu oksida inorganik logam yang termasuk golongan transisi (*transitional metal oxides*, *TMO*). Senyawa ZnO ini umumnya berbentuk serbuk putih, hampir tidak larut dalam air tetapi larut dalam asam dan basa. ZnO berada dalam kerak bumi dalam bentuk mineral *zincite*. Struktur kristal ZnO terdiri dari 3 bentuk, yaitu: hexagonal wurtzite, cubic zincblende, dan cubic rocksalt (kadang-kadang). Struktur wurtzite sangat stabil pada suhu kamar dan dengan demikian paling umum pada kondisi sekitarnya.



Gambar 2.4 Struktur kristal dari ZnO, (kiri) struktur wurtzite dan (kanan) struktur zincblende [20].

Di dalam ilmu material, ZnO merupakan material semikonduktor golongan II-VI karena seng dan oksigen berada pada tabel periodik ke 2 dan ke 6 yang memiliki nilai *band gap* yang tinggi, yaitu, 3,37 eV pada temperatur ruang dan *excitation binding* energi yang kuat, yaitu 60 meV, jika dibandingkan dengan GaN, yaitu 28 meV (60 meV for ZnO versus 28 meV for GaN) and *higher optical gain* ( $300 \text{ cm}^{-1}$ ) daripada GaN ( $100 \text{ cm}^{-1}$ ) pada temperatur ruang [21,22]. Nilai tersebut merupakan yang tertinggi dibandingkan dengan material nanostruktur dimensi satu (1 D) lainnya [23]. Beberapa bentuk kristal ZnO yang berhasil ditemukan antara lain, yang berdimensi satu (1 D) *rod*, *tube*, *wire*, dan *nail*, berdimensi dua (2 D) *sheet*, *hexagon*, *tower*, dan *comb*, dan berdimensi tiga (3D) *flower* [24].

Material semikonduktor ini telah banyak menjadi perhatian para penelitian dibidang teknologi dan industri karena memiliki sifat-sifat yang menarik serta aplikasinya yang luas. Material semikonduktor ini mempunyai beberapa sifat yang menguntungkan : mampu tembus yang baik, mobilitas elektron yang tinggi, bandgap (celah pita) yang *moderat*, tahan pada temperatur tinggi, dapat memendarkan cahaya dan sebagainya [20]. ZnO juga mempunyai sifat-sifat lain seperti : *catalytic*, *optoelectronic*, dan *piezo electric properties* [26]. Terkait dengan sifat-sifat tersebut, material ZnO telah diteliti dan dipelajari secara luas untuk aplikasi *microwave absorber* [27], *light-emitting diodes* [28], *optical switches* [29], *solar cells* [30], *photovoltaic devices* [31] *varistors* [32] dan *sensor* [33].

Beberapa penelitian pada skala lab nanomaterial yang ada Departemen Metalurgi dan Material dan skala lab di instansi lainnya telah banyak dilakukan penelitian untuk penggunaan ZnO sebagai alternatif material pengganti  $\text{TiO}_2$  nanopartikel. Walaupun efektifitas katalis  $\text{TiO}_2$  nanopartikel yang paling tinggi dan lebih baik dibandingkan dengan fotokatalisis lain seperti ZnO,  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{WO}_3$ , dan CdS, dan bersifat inert sehingga tidak larut dalam reaksi baik secara biologis dan kimia. Namun, dewasa ini ZnO mulai dijadikan alternatif utama pengganti  $\text{TiO}_2$  nanopartikel khususnya untuk aplikasi pada *solar cells* (DSSC) dan fotokatalisis. Hal ini dikarenakan material ZnO nanopartikel banyak kelebihan dan potensi yang tidak dimiliki semikonduktor lainnya.

**Tabel 2.1.** Sifat-sifat dari beberapa macam semikonduktor [25]

<b>Semikonduktor</b>	<b>Band gap (eV)</b>	<b>Band gap wavelength (nm)</b>
<b>BaTiO<sub>3</sub></b>	<b>3,3</b>	<b>375</b>
<b>CdO</b>	<b>2,1</b>	<b>590</b>
<b>CdS</b>	<b>2,5</b>	<b>497</b>
<b>CdSe</b>	<b>1,7</b>	<b>730</b>
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>2,2</b>	<b>565</b>
<b>GaAs</b>	<b>1,4</b>	<b>887</b>
<b>GaP</b>	<b>2,3</b>	<b>540</b>
<b>SnO<sub>2</sub></b>	<b>3,9</b>	<b>318</b>
<b>SrTiO<sub>3</sub></b>	<b>3,4</b>	<b>365</b>
<b>TiO<sub>2</sub></b>	<b>3,0</b>	<b>390</b>
<b>WO<sub>3</sub></b>	<b>2,8</b>	<b>443</b>
<b>ZnO</b>	<b>3,2</b>	<b>390</b>
<b>ZnS</b>	<b>3,7</b>	<b>336</b>

Pada Tabel 2.1 di atas berdasarkan bandgap energinya, material ZnO memiliki nilai *bandgap* yang cukup tinggi, yaitu 3.2 eV. Besarnya nilai band gap ini menyebabkan ZnO mampu menyerap energi foton dari matahari dengan jumlah yang banyak. Selain itu, nilai band gap tersebut juga berhubungan dengan rentang cahaya yang dapat diserap oleh material semikonduktor untuk fotokatalisis pengolahan limbah. Seperti dapat dilihat dalam tabel tersebut, besarnya nilai band gap tersebut membutuhkan cahaya dengan panjang gelombang yang kecil, yaitu 390 nm. Hal ini jelas lebih menguntungkan daripada material konvensional yang digunakan sebagai material dasar fotokatalisis pengolahan limbah. Dimana hanya membutuhkan paparan cahaya matahari yang relative rendah untuk menghasilkan *elektron* dan *hole*. Semakin besar bandgap dari suatu senyawa atau unsur maka semakin sulit elektron untuk dapat tereksitasi dan semakin berkurang dampak efek fotokatalisis yang akan

diberikan. Besarnya energi celah pita ini dapat diukur dengan menggunakan panjang gelombang cahaya yang dapat mengeksitasi elektron. Pada semikonduktor yang memiliki celah pita cukup lebar, elektron pada pita valensi tidak bisa tereksitasi menuju pita konduksi, akan tetapi jika diberikan suatu energi dari luar yang berupa energi foton, maka elektron dari pita valensi akan tereksitasi ke pita konduksi dan terbentuk lubang pada pita valensi sehingga terbentuk *elektron* dan *hole*.

ZnO nanopartikel adalah material semikonduktor yang menghasilkan luminisens biru sampai hijau-kuning yang cukup efisien. Sifat ini menjadikan ZnO sebagai material yang sangat potensial bagi pengembangan sumber cahaya putih (*white light sources*). Karena strukturnya yang kovalen, material oksida biasa disebut dengan keramik. Dalam bentuk lapisan tipisnya, material oksida ini transparan terhadap cahaya dikarenakan bandgapnya yang *moderat*. Sifat konduktifnya (lebih tepatnya semikonduktif) diaplikasikan semikonduktor fotokatalisis yang menghasilkan *elektron* dan *hole*, untuk *transparent conducting oxide* (TCO) pada layar LCD, LED, *electrochromic windows* (jendela yang bisa mengatur dirinya menjadi transparan-gelap), aspek alternatif energi lapisan pertama pada sel surya lapis tipis dan aspek teknologi yang berupa sensor gas yang dapat mendeteksi berbagai macam gas sebagai contohnya yaitu: sensor gas dimetil amin (DMA) yang terlarut pada gas hidrogen, uap etanol, dan gas-gas beracun hasil pembakaran dari transportasi darat. Dalam aplikasi dibidang teknologi, morfologi, kristalinitas, dan sifat optikal menjadi parameter penting. Sehingga hal inilah yang mendorong berkembangnya penelitian terhadap partikel ZnO yang berukuran nano dengan skala industri dan skala laboratorium [34].

Salah satu metode sederhana untuk partikel ZnO yang berukuran nano dengan diameter di bawah 10 nanometer adalah hidrolisis zinc asetat yang pertama kali dikenalkan oleh Spanhel dan Anderson (1991). Metode ini disebut juga dengan metode pengendapan kimia basah (*wet chemical precipitation*) yang diterapkan dalam penelitian ini. Dalam metode ini, ZnO koloid diproduksi dalam larutan etanol, dan padatan logam basa dalam larutan etanol sehingga diameter partikel ZnO yang dihasilkan dapat mencapai ukuran nanometer ( saat mencampur perkusor).

## 2.3 Metode Sintesis dan Karakterisasi ZnO Nanopartikel

### 2.3.1 Metode Pengendapan Kimia Basah

Berbagai macam metode yang telah digunakan dan dikembangkan untuk mensintesis ZnO sehingga menjadi struktur yang berukuran nano. Serbuk nanopartikel ZnO dapat disintesis dengan metode reaksi pada kondisi solid (*solis-state reaction*), metode larutan-cair (*liquid-solution*), dan metode sintesis dengan teknik aerosol. Berbagai metode yang berkembang tersebut tentunya memiliki keunggulan dan kelemahan masing-masing. Pemilihan metode untuk mensintesis ZnO *nanostructure* didasarkan atas aplikasi yang diinginkan. Pada aplikasi yang berhubungan dengan dunia fotokatalisis, solar sel dan pengolahan limbah dibutuhkan ZnO nanopartikel, metode larutan-cair atau metode pengendapan kimia basah diatas sangat memungkinkan karena beberapa alasan yaitu : temperatur sintesis yang rendah, proses yang sederhana, peralatan yang digunakan sederhana, dan kemudahan mengontrol setiap tahapan proses [35].

Reaksi pada kondisi padat dilakukan pada temperatur tinggi memiliki keuntungan antara lain ZnO yang dihasilkan memiliki kemurnian dan kristalinitas yang baik, tetapi ZnO yang dibuat pada kondisi padat menghasilkan partikel dengan ukuran besar dan morfologi tidak teratur. Metode lain adalah dengan teknik aerosol, dimana dalam metode ini material/perkusor dicampur pada larutan pada level *atomic*. Dengan metode ini dapat diperoleh partikel berukuran nano dengan struktur berbentuk simetri hexagonal. Metode lain yang lebih modern dikembangkan bertujuan untuk menghasilkan partikel dengan kristalinitas tinggi, morfologi yang teratur dan berbentuk bulat (*sphere*) dengan kemurnian tinggi, serta memiliki konduktivitas dan transparansi yang tinggi adalah metode aerosol. Proses pengolahan material dengan metode aerosol secara luas digunakan dalam industri produksi partikel fungsional yang baik dalam jumlah besar dari material tunggal menjadi multikomponen termasuk logam, oksida logam, dan material non-oksida dengan komposisi kimia homogen dalam waktu yang singkat dan proses operasi yang kontinyu. Terlebih lagi dengan proses aerosol, partikel produk dapat dengan mudah dipisahkan dari aliran gas tanpa proses lagi sesudahnya dan menghasilkan material dengan kemurnian yang tinggi. Kelebihan metode ini adalah waktu yang diperlukan untuk memperoleh serbuk ZnO lebih singkat, akan tetapi membutuhkan energi yang besar dan resiko yang cukup tinggi karena menggunakan

media pemanas/pembakaran. Selain itu ukuran serta morfologi partikel ZnO yang dihasilkan kurang seragam, tergantung sempurna atau tidaknya pembakaran di setiap titik yang di-*spray* [36].

Yang tergolong metode aerosol antara lain *flame synthesis*, dan *spray pyrolysis*. Secara umum metode kedua metode ini melibatkan reaksi evaporasi droplet yang berupa koloid larutan prekursor yang dibawa oleh *carrier gas* yang selanjutnya terjadi reaksi dekomposisi termal dimana biasanya mengikuti prinsip *one droplet to one particle* untuk menghasilkan partikel produk yang berukuran mikrometer, submikrometer ataupun nanometer. Metode *spray pyrolysis* sebagai sumber panas digunakan dinding yang dipanasi secara elektrik sedangkan *flame spray pyrolysis* menggunakan bahan bakar gas (LPG) sebagai pemanas dengan ciri utama semburan (*flame*) sebagai tempat terjadinya reaksi. *Spray pyrolysis* memiliki keuntungan dibandingkan metode *flame spray pyrolysis*. Pada *flame spray pyrolysis*, kondisi temperatur yang tidak merata pada reaktor tempat terjadinya reaksi, hanya daerah semburan api yang memiliki temperatur sama dan sekeliling sumber api memiliki perbedaan temperatur dan mudah terjadi aglomerasi pada partikel yang dihasilkan. Sedangkan pada *spray pyrolysis* mudah menghindari terjadinya aglomerasi hanya dengan mengatur kondisi operasi pada reaktor, maka *spray pyrolysis* dipilih sebagai metode sintesis partikel dalam penelitian ini. Namun metode *spray pyrolysis* juga memiliki kekurangan yaitu morfologi dari partikel dapat berongga atau berlubang, serta distribusi ukuran partikel yang tidak merata [36].

Oleh karena itu, metode larutan-cair (*liquid-solution*) seperti sol-gel, hydrothermal, mikroemulsi, dan pengendapan kimia basah (*wet chemical precipitation*) telah banyak diaplikasikan untuk membuat serbuk ZnO berukuran nanometer. Keuntungan dari metode ini adalah pengaturan morfologi serta ukuran ZnO yang cukup baik dan seragam, juga sudah berbentuk koloid, sehingga mudah untuk diambil lapisan tipisnya. Selain itu juga tidak membutuhkan banyak energi dan prosesnya sangat sederhana mudan dan aman dilakukan. Tetapi metode ini memiliki kelemahan yaitu produk yang dihasilkan mengandung kontaminan, kristalinitas yang rendah dan proses yang lama sehingga produk yang dihasilkan kurang memenuhi syarat apabila diaplikasikan di bidang teknologi.

Pada penelitian sintesis dan karakterisasi nanopartikel zink oksida (ZnO) dengan metode proses pengendapan kimia basah dan hidrotermal (*wet chemical precipitation and hidrotermal*) untuk aplikasi fotokatalisis dilakukan dengan menggunakan dua metode sintesis yaitu metode pengendapan kimia basah dan hidrotermal

### 2.3.2 Metode Hidrotermal

Hidrotermal adalah penggunaan air pada suhu dan tekanan tinggi untuk merubah struktur kristal dan membentuk material nanostruktur [38]. Metode hidrotermal telah dikenal dan menarik perhatian banyak peneliti dan ilmuwan sejak 24 tahun lalu. Istilah hidrotermal digunakan pada bidang geologi, Sir Roderick Murchison (1792–1871) menggunakan istilah ini yang pertama kalinya untuk menjelaskan perilaku air pada kenaikan temperatur dan tekanan dalam membawa perubahan pada lapisan kulit bumi yang mengarah kepada pembentukan berbagai jenis batuan dan mineral [38].

Metode hidrotemal merupakan salah satu diantara berbagai macam teknik kristalisasi dan menjadi salah satu bagian terpenting pada penelitian ini. Tujuannya tak lain untuk mendapatkan tingkat kristalinitas yang tinggi pada lapisan tipis seng oksida.

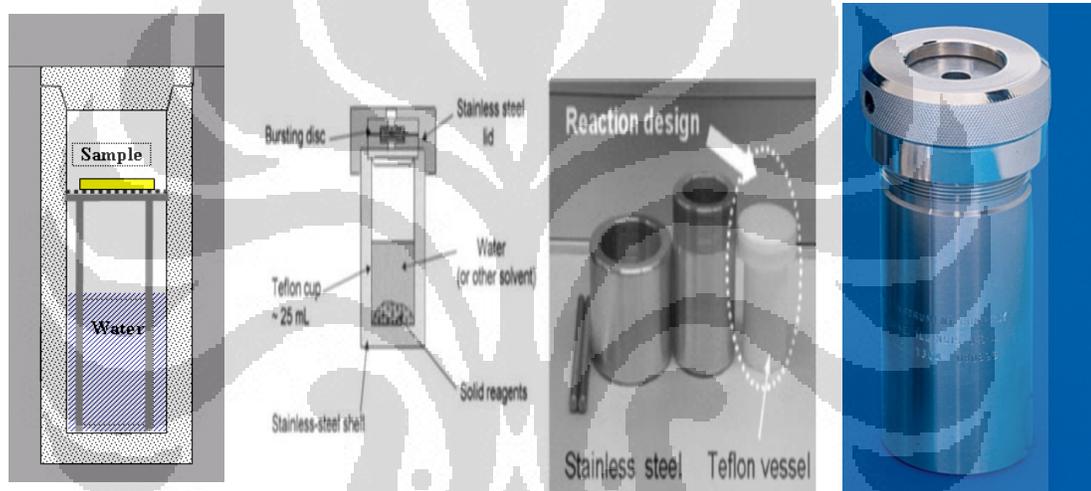
Metode ini memiliki banyak keuntungan diantaranya:

1. Mampu menghasilkan produk kristal homogen yang dapat dicapai pada temperatur yang cukup rendah (dibawah  $150^{\circ}\text{C}$ ) dengan deraja kristalinitas yang tinggi.
2. Dapat mengurangi penggumpalan (*agglomeration*) di antara partikel.
3. Mampu menghasilkan distribusi ukuran partikel yang relatif seragam (*narrow*)
4. Morfologi partikel yang terkontrol dan kemurnian produk yang tinggi.

Pertumbuhan kristal ini terjadi di dalam sebuah alat yang terbuat dari tabung baja yang dinamakan *autoclave*. Umumnya alat ini berupa silinder berdinding tebal yang memiliki *hermetic seal* dengan tujuan tahan terhadap temperatur tinggi serta tekanan dalam periode waktu tertentu. Untuk mencegah terjadinya reaksi antara dinding bagian dalam dengan zat yang dimasukkan, maka *autoclave* ini harus *inert* terhadap larutan (*solvent*). Hal ini sangat penting untuk diperhatikan, terlebih lagi dalam beberapa kasus zat yang dimasukkan bersifat

korosi. Untuk mencegah korosi ini, umumnya *autoclave* diberi tambahan berupa *protective-insert*. *Insert* ini dapat terbuat dari tembaga, perak, emas, titanium, platina, kaca, kuarsa atau teflon, tergantung temperatur yang akan digunakan [39]. Bagian umum sebuah *autoclave* diperlihatkan pada Gambar 2.5 di bawah ini.

Persiapan ZnO dan oksida lainnya telah umum dilakukan dengan proses hidrotermal. Proses hidrotermal memungkinkan pengendalian ukuran kristal, morfologi dan tingkat aglomerasi dengan pemilihan material awalan, keasaman, waktu, dan suhu. Keunggulan metode hidrotermal adalah struktur kristalin yang sangat homogen pada suhu yang relatif rendah sekitar 150 °C.



Gambar 2.5 (kiri) Skematis hidrotermal, (kanan) *autoclave* dengan insert teflon

### 2.3.3 Karakterisasi ZnO Nanopartikel

Karakterisasi ini merupakan pemeriksaan rutin untuk mengetahui struktur tingkat kristalinitas dan mengukur serapan sinar ultra violet atau sinar tampak oleh suatu material dalam bentuk padatan, yang telah disintesis dan kemudian dibandingkan dengan hasil dari standart atau referensi. Hal-hal yang harus dipahami adalah setiap alat atau metode karakterisasi memiliki kelebihan dan kekurangan, selain itu diperlukan lebih dari dua metode untuk memberikan informasi atau data yang cukup mengenai struktur dan daya serap katalis tersebut, yaitu ZnO nanopartikel. Metode karakterisasi yang umum digunakan dalam penelitian adalah :

- a. Data struktur tingkat kristalinitas dan ukuran butir dapat diperoleh dengan teknik difraksi sinar *X-Ray Diffraction* (XRD) yang dilakukan di Pusat Tenaga Nuklir Badan Tenaga Atom Nasional (BATAN)
- b. Daya serap katalis pada daerah sinar ultra violet atau sinar tampak dengan metode UV-Vis dilakukan di Laboratorium Afiliasi Departemen Kimia FMIPA UI.

### 2.3.3.1 Karakterisasi Difraksi Sinar X- Ray Diffraction (XRD)

Spektroskopi difraksi sinar-X (X-ray diffraction/XRD) merupakan salah satu metode karakterisasi material yang paling tua dan paling sering digunakan hingga sekarang ini. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa dan struktur kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Material yang dianalisis terlebih dahulu digiling halus dan homogen. Sinar-X pertama sekali ditemukan pada tahun 1985 oleh seorang ilmuwan Jerman, W. Rontgen. Pemakaian sinar-X ini banyak digunakan dalam bidang kedokteran dan bidang ilmu material. Panjang gelombang sinar-X yaitu mencapai 10 - 0.001 nm, dimana panjang gelombang ini lebih kecil dari panjang gelombang cahaya tampak, dan yang membuatnya memiliki energi yang lebih besar. Dalam penelitian ini, identifikasi fasa dan struktur dari nanopartikel ZnO dilakukan dengan menggunakan teknik difraksi sinar *X-Ray Diffraction* (XRD) menggunakan mesin *Phillips X-Ray Diffractometer*. Secara khusus untuk menentukan pengukuran besar kristalit nanopartikel ZnO dan tingkat kristalinitasnya dilakukan dengan mengolah data yang diperoleh dari hasil XRD yaitu menggunakan persamaan *Scherrer* [40] dibawah ini.

$$t = \frac{k \cdot \lambda}{(\beta \cos \theta)} \quad (2.1)$$

Dimana  $t$  adalah besar dari ukuran kristal rata-rata,  $\lambda$  panjang gelombang radiasi sinar- X,  $K$  merupakan konstanta Scherrer (0,89), dan  $B$  adalah besarnya pelebaran pada ketinggian setengah dari puncak maksimum difraksi atau berdasarkan *full width at half maximum* (FWHM) atau *integral breadth* dihitung dalam radian, dan  $\theta_B$  adalah sudut difraksi (Bragg Angle). Dari persamaan ini akan didapatkan besar ukuran kristal rata-rata.

Dalam penggunaan persamaan Scherrer ini, ada beberapa hal yang perlu diperhatikan agar tidak terjadi kesalahan yang diakibatkan oleh pelebaran (*broadening*) pada puncak-puncak difraksi karena faktor instrumen dan regangan. Faktor adanya regangan yang tidak seragam di dalam material mengakibatkan pengaruh pelebaran dan hasil akhirnya berupa puncak-puncak difraksi yang melebar. Selain itu pelebaran hasil uji difraksi sinar-X dapat juga disebabkan oleh instrumen pada mesin itu sendiri dan operator yang berbeda. Jadi, didapatkan secara ringkas pelebaran hasil uji sinar-X yaitu:

$$B_{\text{total}} = B_{\text{kristal}} + B_{\text{regangan}} + B_{\text{instrumen}} \quad (2.2)$$

Pada hasil pengujian XRD notasi  $B_r$  berarti  $B_{\text{total}}$ , dan hasil pelebaran karena instrumen dapat diabaikan terlebih dahulu sehingga diperoleh ukuran kristal yang disebabkan oleh material itu sendiri. Selain itu pada perhitungan ini perlu diperhatikan apakah kurva yang dihasilkan setelah proses hasil uji XRD menunjukkan tipikal Lorentzian, Gaussian, dan atau campuran keduanya. Ketiga persamaan tipikal ini memberikan perbedaan perhitungan yaitu:

$$B_{\text{total}} = B_{\text{kristal}} + B_{\text{regangan}} \quad (2.3)$$

Lorentzian:  $B_r = B_{\text{total}} - B_{\text{instrumen}} \quad (2.4)$

Gaussian:  $B_r^2 = B_{\text{total}}^2 - B_{\text{instrumen}}^2 \quad (2.5)$

Campuran:  $B_r^2 = (B_{\text{total}} - B_{\text{instrumen}}) (B_{\text{total}}^2 - B_{\text{instrumen}}^2)^{1/2} \quad (2.6)$

Dengan menggunakan persamaan Scherrer dan dari penggabungan semua rumus yang dibahas diatas. Jadi, secara ringkas didapatkan persamaan

$$B_r \cos \theta = \frac{k \cdot \lambda}{t} + n \sin \theta \quad (2.7)$$

Hasil dari persamaan diatas merupakan suatu persamaan garis lurus (linear), dimana nilai  $B_r \cos \theta$  adalah nilai y;  $n \sin \theta$  adalah mx; dan  $k\lambda/t$  adalah suatu konstanta (c). Dari hasil

penghitungan dapat dicari besarnya nilai konstanta ( $c$ ) dengan memanfaatkan grafik pengolahan data pelebaran pada beberapa puncak.

$$c = \frac{k\lambda}{t} \quad (2.8)$$

Sehingga akhirnya bisa didapatkan nilai ukuran kristalit rata-rata ( $t$ ) dengan menggunakan ulang persamaan Scherrer:

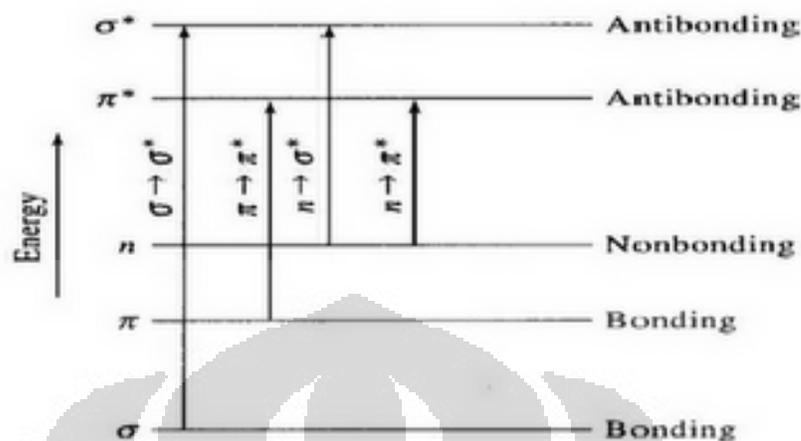
$$t = \frac{k\lambda}{c} \quad (2.9)$$

### 2.3.3.2 Karakterisasi UV-Vis

Banyak senyawa organik dan anorganik yang dapat dianalisis secara kualitatif maupun kuantitatif dengan menggunakan spektrofotometer ultra violet (200-400 nm). Kemudahan dalam pengukuran dapat diperoleh dengan spektrofotometer yang mempunyai alat pencatat. Dibandingkan dengan daerah infra merah, spektra UV molekul-molekul dalam larutan relatif sederhana, hanya satu atau dua puncak, dibandingkan dengan IR yang mungkin dapat mencapai 20 atau lebih puncak yang dihasilkan.

Bila molekul menyerap dalam daerah tampak dan UV, elektron valensi atau ikatan akan naik ke tingkat energi yang lebih tinggi, disertai dengan eksitasi vibrasi dan rotasi. Jarak tingkat vibrasi dan rotasi yang berdekatan dalam tingkat energi elektroniknya menyebabkan terdapat sejumlah besar kemungkinan transisi elektron dengan perbedaan tingkat energi yang kecil. Hal tersebut disertai pula dengan adanya interaksi zat terlarut-pelarut, cenderung menghasilkan pita serapan yang lebar dalam daerah UV. Transisi yang terjadi pada daerah UV secara sederhana dapat dilihat pada Gambar

Molekul-molekul dengan elektron terikat lemah dapat menyerap energi dalam daerah UV. Dengan beberapa pengecualian, spektra UV dapat digunakan untuk menentukan ketidakjenuhan molekul-molekul yang menyerap (gugus kromofor), karena hanya molekul-molekul dengan ikatan rangkaplah yang mempunyai energi eksitasi yang cukup rendah yang menimbulkan penyerapan dalam daerah UV dekat.



Gambar 2.6 Transisi tingkat energi elektronik daerah UV

Dengan alasan tersebut hidrokarbon jenuh, alkohol dan eter transparan (tidak menunjukkan serapan) dalam UV, seperti juga monofungsional olefin, asetilen, asam karboksilat, ester, amida, dan oksim yang puncak serapannya terdapat pada panjang gelombang yang agak lebih pendek daripada UV dekat. Gugus-gugus fungsi tak jenuh seperti aldehid, keton, senyawa nitro alifatik, dan ester nitrat mempunyai puncak serapan pada UV dekat, akan tetapi intensitasnya begitu rendah, sehingga hanya dapat digunakan pada kondisi khusus.

#### 2.3.4 Uji Performa dan Efektivitas Katalis

Didalam limbah industri cat, tekstil banyak mengandung logam kimia yang dapat mencemarkan lingkungan yang bila di buang langsung akan dapat menimbulkan masalah. Limbah tekstil merupakan jenis limbah Bahan Berbahaya dan Beracun (B3) karena mengandung polutan yang berbahaya bagi kesehatan manusia dan hewan yaitu mengandung logam kimia berbahaya jenis logam berat, seperti tembaga (Cu), kobalt (Co), timbal (Pb), kadmium (Cd), kromium (Cr), mangan (Mn), raksa (Hg), nikel (Ni), dan senyawa organik yang sulit di degradasi. Bahan-bahan berbahaya dan beracun tersebut digolongkan menjadi empat material di antaranya:

- **Pigmen**

Pigmen merupakan komponen utama yang terdapat secara alami dan sintetis di hasilkan dari bubuk yang banyak tersebar di bumi. Pigmen merupakan bahan utama yang paling banyak karena berfungsi utama sebagai pewarna. Pigmen ini bisa berupa senyawa organik dan anorganik.

- **Bahan Pengikat (Binder)**

Merupakan komponen utama kedua. Umumnya di sebut resin atau polimer, bahan pengikat ini untuk mengikat komponen lain (pigmen utama).

- **Pelarut**

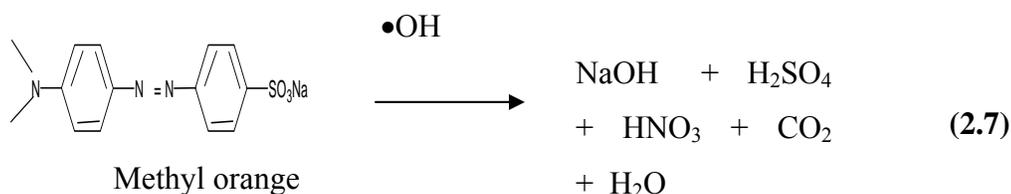
Merupakan komponen utama ketiga yang berfungsi sebagai pengencer dan pengental untuk kemudahan industri dalam aplikasinya.

- **Aditif**

Sekelompok bahan kimia yang terdiri dari banyak kegunaan, contohnya untuk mempercepat proses pengeringan.

Pada penelitian ini akan dilakukan uji kinerja katalis dalam penyisihan limbah organik dan zat warna pada berbagai industri. Zat warna yang akan didegradasi dengan proses fotokatalisis adalah larutan methyl orange. Methyl orange ( $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$ ) merupakan kelompok senyawa pewarna azo jenis p-dimethylamino-azobenzenesulfonic acid yang banyak digunakan dalam industri tekstil. Methyl orange ini bersifat toksik, namun murah dan mudah didapat sebagai zat warna (Poubabae et al, 2005 dan Dhamayanti, 2005). Mekanisme reaksi fotokatalisis pada senyawa organik ditunjukkan pada Gambar 2.6

Reaksi fotokatalis pada methyl orange ditunjukkan pada reaksi dibawah ini :



**Keterangan :**

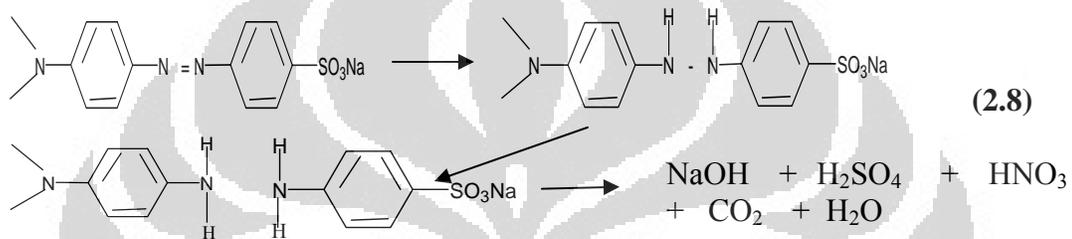
$h\nu$  : sinar ultraviolet dengan panjang gelombang  $< 400$  nm

$h^+$  : lubang positif pada pita valensi

$e^-$  : electron pada pita valensi

Methyl orange : senyawa organik yang akan didegradasi dengan proses fotokatalik

Tahapan pemutusan ikatan (Pourbabaee, 2005) data dilihat pada reaksi dibawah :



Gambar 2.8 Mekanisme fotokatalitik methyl orange [41]

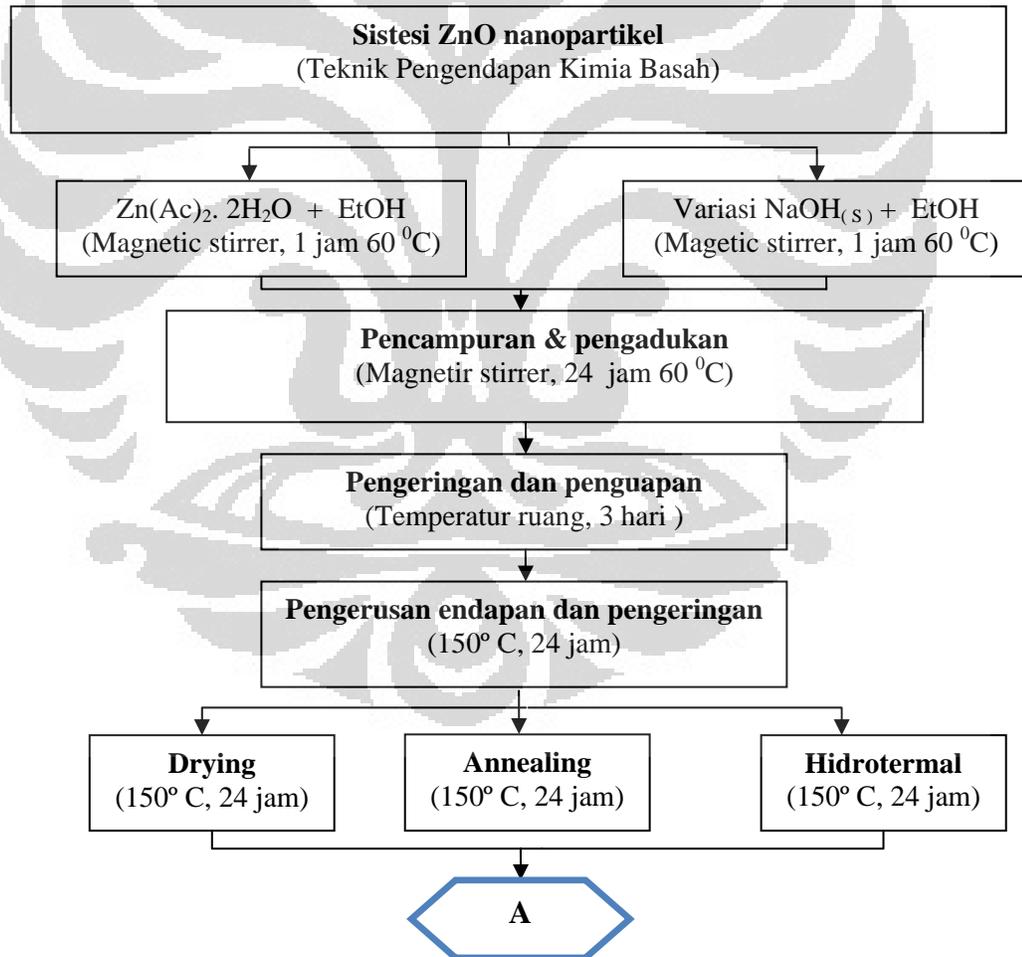
Pada Gambar 2.8, terlihat bahwa methyl orange terdegradasi sempurna akan menghasilkan senyawa yang tak berwarna diantaranya NaOH, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>O dan gas CO<sub>2</sub>.

## BAB III

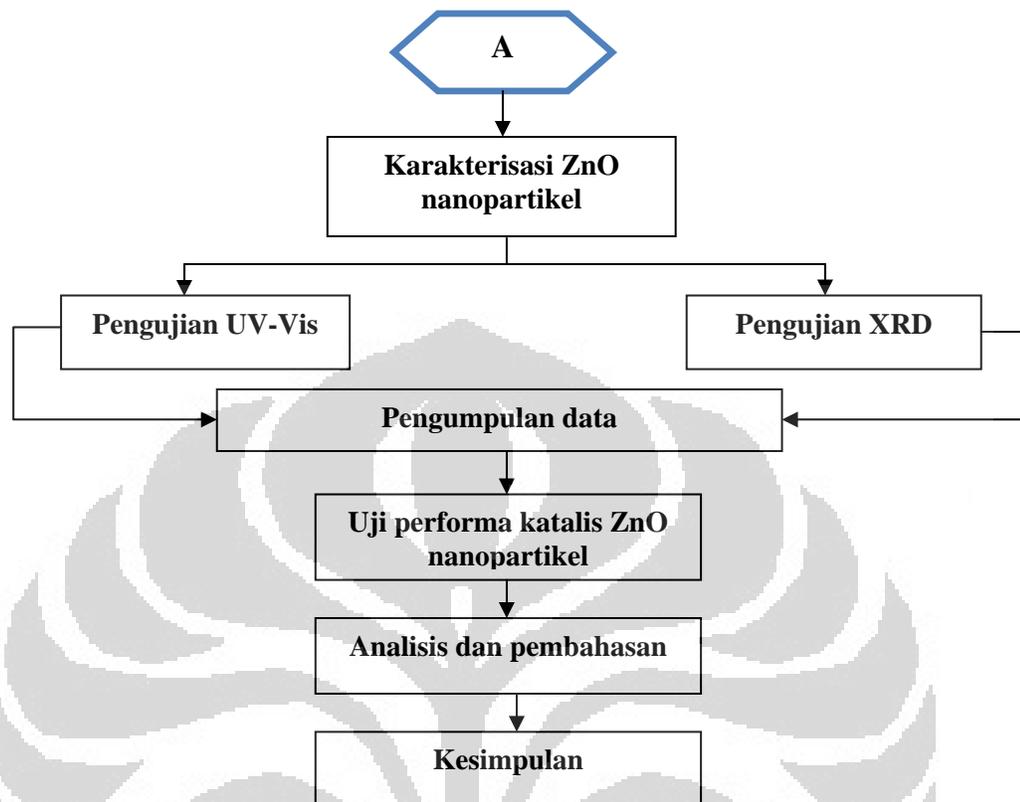
### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1. Diagram Alir Penelitian

Sacara umum pada tahapan penelitian ini yang akan dilakukan terdiri dari tahapan sintesis nanopartikel ZnO, tahapan proses (drying, annealing, hidrotermal), karakterisasi nanopartikel ZnO fotokatalisis, serta uji performa katalis dan efektivitas nanopartikel ZnO. Secara keseluruhan tahapan tersebut dapat digambarkan pada Gambar 3.1 berikut ini.



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian sintesis nanopartikel ZnO



Gambar 3.1 (lanjutan). Diagram alir penelitian sintesis nanopartikel ZnO

Sebagian besar kegiatan penelitian ini dilakukan di Laboratorium Material Lanjut Lantai 3 Departemen Metalurgi dan Material FTUI dengan metode proses pengendapan kimia basah dan hidrotermal (*wet chemical precipitation and hidrotermal*) untuk aplikasi fotokatalisis pengolahan limbah. Untuk karakterisasi nanopartikel ZnO seperti *X-Ray Diffraction* (XRD) yang dilakukan di Pusat Tenaga Nuklir Badan Tenaga Atom Nasional (BATAN) dan sedangkan karakterisasi UV-Vis dilakukan di Laboratorium Afiliasi Departemen Kimia FMIPA UI. Selanjutnya untuk pengujian performa dan atau efektivitas katalis nanopartikel ZnO menggunakan reaktor membran fotokatalitik akan dilakukan di Lingkungan Puspitek, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI Metalurgi Serpong).

## 3.2 Alat dan Bahan Penelitian

### 3.2.1 Sintesis Nanopartikel Zink Oksida (ZnO)

Alat yang digunakan

- Labu erlemeyer 250 mL
- Gelas ukur 50 mL
- *Beaker glass 500 mL*
- Cawan petri
- *Hot plate magnetic stirrer*
- Stirrer plate
- Neraca digital analitik
- Oven
- Spatula
- Pipet tetes
- Termometer
- Aluminium foil
- Botol Semprot
- Sarung tangan tahan panas
- *Teflon-lined autoclave*
- Turbo dry (alat pengering)

Bahan yang digunakan

- $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (Merck)
- NaOH padatan (Merck)
- Etanol absolute 99 % (Merck)
- Aqua demineralisasi

### 3.2.2 Uji performa penggunaan katalis ZnO nanopartikel

Alat dan bahan yang digunakan

- Reaktor fotokatalitik
- Lampu UV (*black light*) 10 watt
- Spektrofotometer UV-Vis
- Beaker glass 500 mL
- Labu ukur 250 mL
- Limbah organik (methyl orange)
- Serbuk methyl orange
- Asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )
- Aqua demineralisasi
- Asam posfat ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ )
- Aseton
- Tissue
- Botol semprot

### 3.3 Sintesis Nanopartikel Zink Oksida (ZnO)

#### 3.3.1 Pembuatan larutan prekursor $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dengan variasi konsentrasi NaOH

Pada penelitian sintesis nanopartikel ZnO ini dengan menggunakan teknik proses pengendapan kimia basah, drying, annealing, dan hidrotermal. Pembuatan larutan reagen terbagi menjadi tiga bagian yang saling berhubungan dan dilakukan dalam waktu yang hampir sama secara berurutan.

- a. Tahapan pertama adalah proses pelarutan  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (Merk) dalam larutan Etanol 99 % (Merck) dengan menimbang terlebih dahulu menggunakan neraca digital analitik  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 2,2 gram dan larutan Etanol 99 % (Merck) 100 mL, kemudian bahan tersebut dicampur dan dimasukkan kedalam labu erlemeyer 250 mL dan kemudian dilakukan pengadukan dengan menggunakan magnetic stirrer dan stirrer plate pada kondisi temperatur pemanasan  $60^\circ\text{C}$  selama waktu mixing 24 jam. Parameter terkait yang harus menjadi perhatian pada bagian ini adalah konsentrasi prekursor  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , temperatur, dan lamanya pemanasan.
- b. Tahapan kedua adalah proses pelarutan variasi konsentrasi padatan NaOH (Merk) dalam larutan Etanol 99 % (Merck) dengan menimbang terlebih dahulu NaOH (Merk) menggunakan neraca digital analitik sebanyak 0,4 gram ;0,8 gram; 1,6 gram dan larutan Etanol 99 % (Merck) 100 mL kemudian bahan tersebut dicampur dan dimasukkan kedalam labu erlemeyer 250 mL dan kemudian dilakukan pengadukan dengan menggunakan magnetic stirrer dan stirrer plate pada kondisi temperatur pemanasan  $60^\circ\text{C}$  selama waktu mixing 24 jam. Parameter terkait yang harus menjadi perhatian pada bagian ini adalah konsentrasi larutan NaOH, temperatur, dan lamanya pemanasan.
- c. Pada tahapan pencampuran ini larutan reagen ZnO (tahapan pertama) dimasukkan setetes demi setetes larutan NaOH (tahapan kedua) dengan menggunakan pipet tetes dan sambil dilakukan pengadukan menggunakan magnetic stirrer dan stirrer plate pada kondisi suhu konstan  $60^\circ\text{C}$  dan lama waktu pengadukan 24 jam. Parameter terkait yang harus menjadi perhatian pada pencampuran larutan tahapan pertama dengan

kedua ini adalah konsentrasi prekursor dan konsentrasi larutan NaOH, temperatur pemanasan dan lamanya waktu pemanasan. Dan selanjutnya pada tahapan pencampuran larutan ini dilakukan poses teknik drying, annealing, dan hidrotermal.



Gambar 3.2 Timbangan Digital

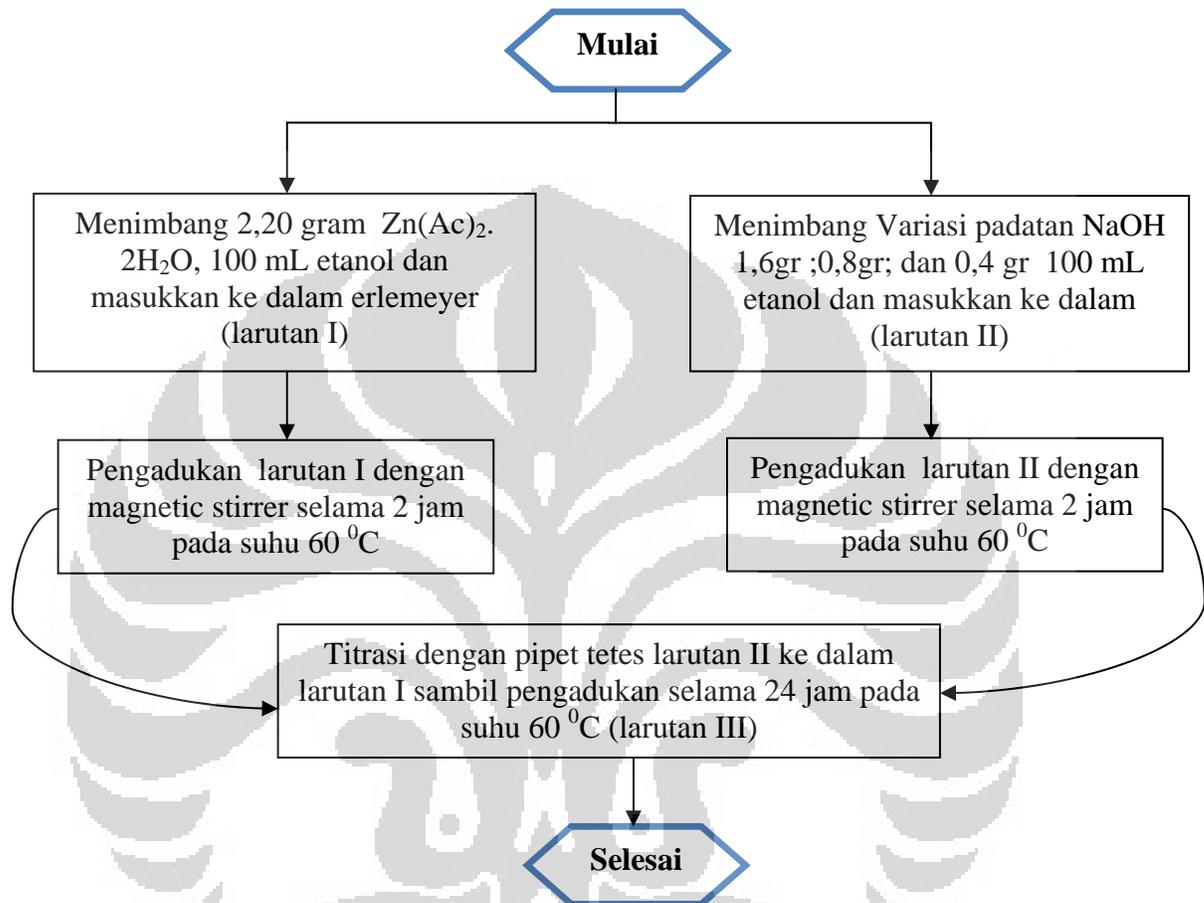


Gambar 3.3 Magnetic stirrer



Gambar 3.4 Proses sintesis pengendapan kimia basah ZnO nanopartikel

Tahapan-tahapan diatas dapat diperjelas dengan diagram alir sebagaimana diperlihatkan pada Gambar 3.5 dibawah ini.

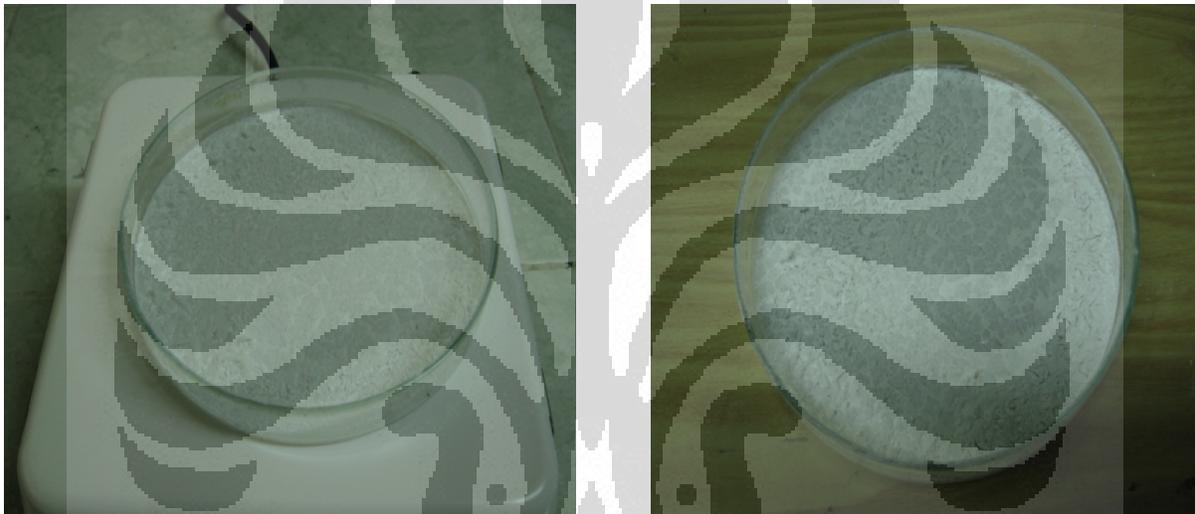


Gambar 3.5 Diagram alir sintesis ZnO nanopartikel berdasarkan dengan variasi konsentrasi larutan NaOH

### 3.3.2 Proses pengeringan (*drying*)

Pada proses ini pencampuran larutan I dan larutan II diatas dengan menggunakan magnetic stirrer selama 24 jam pada suhu 60 °C. Pencampuran dengan meneteskan secara perlahan larutan NaOH dengan berbagai variasi konsentrasi menggunakan pipet tetes sampai terbentuknya endapan putih susu yang berupa larutan koloid. Setelah proses pencampuran tersebut kemudian larutan ini dituangkan ke dalam cawan petri dengan perbedaan variasi

konsentrasi larutan NaOH dan dikeringkan pada suhu kamar selama 3 hari. Proses pengeringan ini berlangsung cukup lama karena masih banyaknya etanol yang tersisa sehingga larutan ini harus dikeringkan menggunakan cawan petri. Hasil akhir yang didapatkan berupa serbuk ZnO nanopartikel yang bebas dari etanol, tetapi serbuk ZnO nanopartikel ini mudah sekali lembab karena ZnO bersifat mudah bereaksi dengan air sehingga harus dikeringkan di oven selama 15 menit, sehingga diperoleh hasil akhir padatan ZnO nanopartikel berupa serbuk yang bebas dari etanol dan air. Kemudian hasil akhir padatan ZnO nanopartikel dilakukan pengujian karakterisasi UV-Vis dan XRD.



Gambar 3.6 Proses pengeringan sampel serbuk ZnO pada suhu kamar

### 3.3.3 Proses *Annealing*

Pada proses ini serbuk yang didapatkan dari proses pengeringan dikerikkan atau digerus terlebih dahulu dan dilakukan penghalusan dengan menggunakan lumpang dan alu supaya terdapat keseragaman bentuk terhadap serbuk ZnO nanopartikel tersebut. Kemudian serbuk yang didapatkan dilakukan proses selanjutnya yaitu anil dengan menggunakan oven pada suhu  $150^{\circ}\text{C}$  selama 24 jam, setelah itu serbuk yang didapatkan dari proses anil ini siap dilakukan pengujian karakterisasi UV-Vis dan XRD.

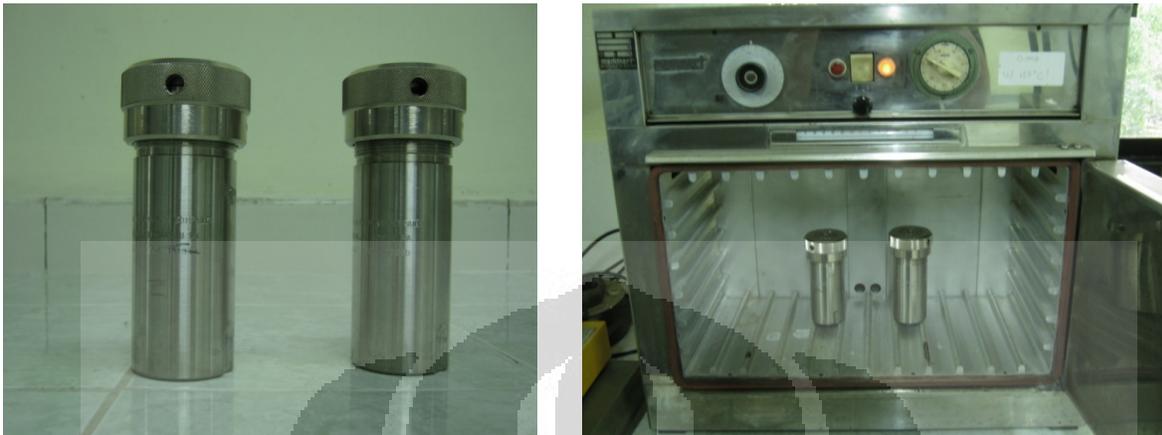


Gambar 3.7 Oven Memmert yang digunakan pada proses annealing dan hidrotermal

#### 3.3.4 Proses Hidrotermal

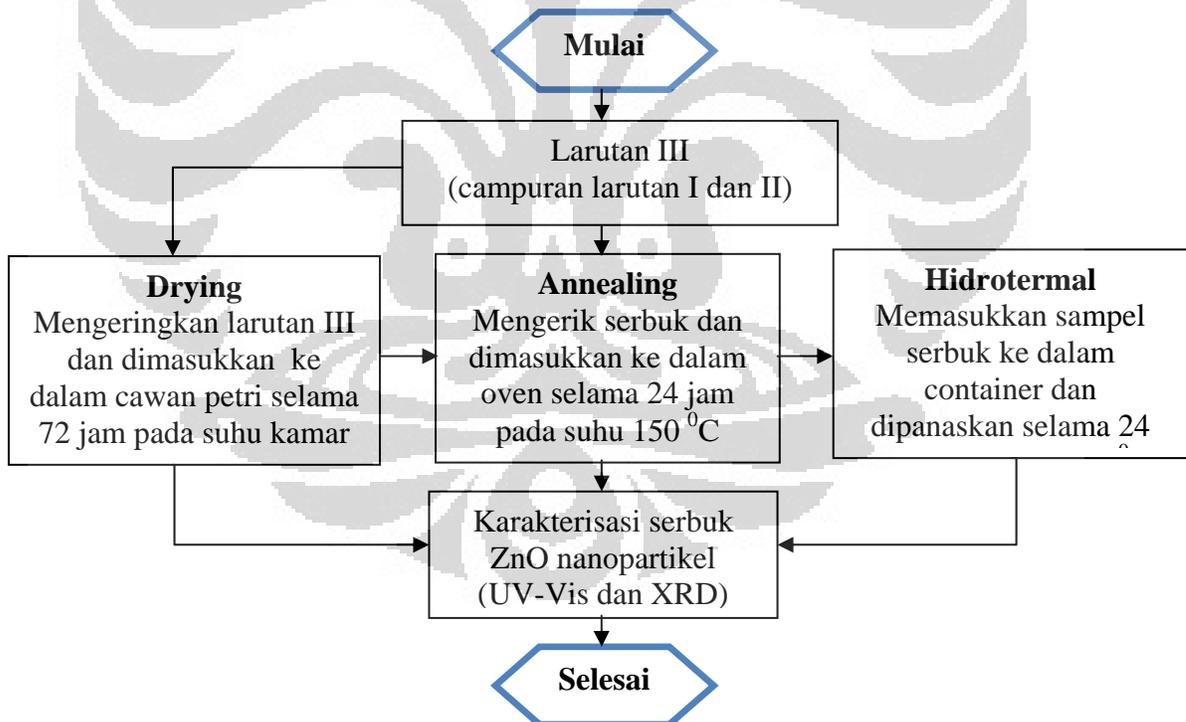
Pada proses hidrotermal ini sampel yang berupa serbuk padatan ZnO nanopartikel dimasukkan ke dalam *container* hidrotermal seperti yang terlihat pada gambar. *Container* hidrotermal ini terdiri dari *Teflon-lined autoclave*, kawat kasa dan kawat penyangga supaya sampel tidak kontak dengan air. Preparasinya dilakukan dengan memasukkan air pada dasar *container* tersebut sebanyak kira-kira 12 mL, kemudian sampel diletakkan di atas kawat kasa tetapi sebelumnya kawat kasa diberi penyangga sehingga tidak terjadi kontak antara sampel dengan air. Kawat kasa ini berfungsi untuk menahan agar serbuk ZnO nanopartikel tidak bercampur dengan air. Pada percobaan ini sampel yang didapatkan sangat sedikit, untuk mempercepat proses hidrotermal ini di desain kawat kasa yang memiliki pori-pori yang sangat kecil kira-kira 500 mesh supaya sampel serbuk ZnO nanopartikel tidak terjatuh. Pada percobaan ini mungkin didapatkan pula apakah desain cetakan dan kawat kasa tempat sampel yang dibuat dapat mempengaruhi hasil penelitian atau tidak. Setelah preparasi selesai, *container* hidrotermal dimasukkan ke dalam oven (Gambar 3.8 kanan). Temperatur proses hidrotermal ini 150 °C selama 24 jam, setelah itu *container* dikeluarkan dan ditunggu sampai dingin baru kemudian dibuka dan sampel dikeluarkan. setelah itu serbuk yang didapatkan

dari proses hidrotermal ini siap dilakukan pengujian karakterisasi UV-Vis dan XRD.



Gambar 3.8 (kiri) Container hidrotermal, dan (kanan) proses hidrotermal

Tahapan-tahapan diatas dapat diperjelas dengan diagram alir sebagaimana diperlihatkan pada Gambar 3.9 dibawah ini.



Gambar 3.9 Diagram alir proses sintesis ZnO nanopartikel.

### 3.4 Karakterisasi Nanopartikel Zink Oksida (ZnO)

Karakterisasi ini merupakan pemeriksaan rutin untuk mengetahui struktur tingkat kristalinitas dan mengukur serapan sinar ultra violet atau sinar tampak oleh suatu material dalam bentuk padatan, yang telah disintesis dan kemudian dibandingkan dengan hasil dari standart atau referensi. Hal-hal yang harus dipahami adalah setiap alat atau metode karakterisasi memiliki kelebihan dan kekurangan, selain itu diperlukan lebih dari dua metode untuk memberikan informasi atau data yang cukup mengenai struktur dan daya serap katalis tersebut, yaitu ZnO nanopartikel. Metode karakterisasi yang umum digunakan dalam penelitian adalah :

- a. Data sruktur tingkat kristalinitas dapat diperoleh dengan teknik difraksi sinar *X-Ray Diffraction* (XRD) yang dilakukan di Pusat Tenaga Nuklir Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN).
- b. Daya serap katalis pada daerah sinar ultra violet atau sinar tampak dengan metode UV-Vis dilakukan di Laboratorium Afiliasi Departemen Kimia FMIPA UI.



Gambar 3.10 (kiri) Peralatan Uji Analisa UV-Vis, dan (kanan) Peralatan Analisa Uji XRD.

### 3.5 Uji kinerja *Nanopartikel ZnO*

Bertujuan untuk mengetahui aktivitas fotokatalitik/performa dari katalis ZnO yang terbentuk dengan cara menguji kinerja katalis pada penyisihan zat warna pada limbah industri tekstil. Pada penelitian ini zat warna yang digunakan dalam uji kinerja katalis adalah larutan methyl orange. Zat warna methyl orange merupakan jenis pewarna azo yang banyak digunakan dalam industri tekstil. Parameter yang dilihat adalah warna dan konsentrasi zat warna.

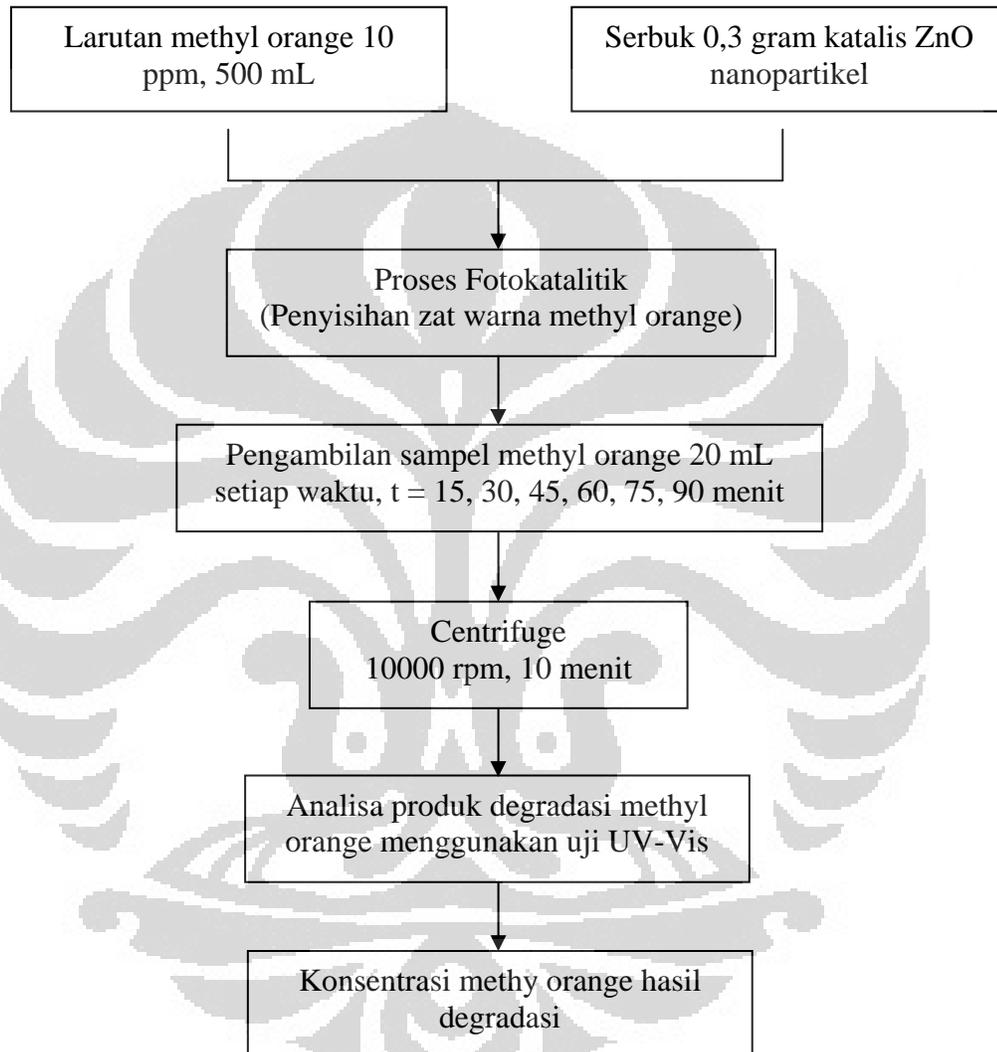
#### 3.5.1 Prosedur Pembuatan Larutan Standar Methyl Orange

Larutan standar methyl orange yang dibuat mempunyai konsentrasi 10 ppm sebanyak 250 ml dengan tahapan sebagai berikut:

1. Membuat larutan methyl orange 2000 ppm sebanyak 250 ml
  - Menimbang 0,5 gram methyl orange dan dimasukkan dalam labu ukur 250 ml
  - Melarutkan methyl orange dengan air demin hangat sampai 250 ml
  - Larutan methyl orange 2000 ppm siap digunakan
2. Membuat larutan methyl orange 200 ppm sebanyak 250 ml
  - Mengambil 25 ml larutan methyl orange 2000 ppm dan dimasukkan dalam labu ukur 250 ml
  - Melarutkan methyl orange dengan air demin sampai 250 ml
  - Larutan methyl orange 200 ppm siap digunakan
3. Membuat larutan standar methyl orange 10 ppm sebanyak 250 ml
  - Mengambil 12,5 ml larutan methyl orange 200 ppm dan dimasukkan dalam labu ukur 250 ml
  - Melarutkan methyl orange dengan air demin sampai 250 ml
  - Larutan methyl orange 10 ppm siap digunakan

### 3.5.2 Prosedur Penyisihan (degradasi) methyl orange

Diagram alir uji kinerja dalam penyisihan zat warna methyl orange dapat ditunjukkan pada Gambar 3.11



Gambar 3.11 Diagram alir penyisihan zat warna methyl orange

### **3.5.3 Prosedur kalibrasi spektrofotometer UV-VIS**

Sebelum melakukan analisis menggunakan spektrofotometer UV-VIS harus dilakukan kalibrasi spektrofotometer pada panjang gelombang serapan maksimum untuk larutan methyl orange. Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan pada range panjang gelombang UV-VIS mulai 400 sampai 700 nm dengan serapan absorbansi maksimum. Data panjang gelombang maksimum kemudian digunakan untuk melakukan kalibrasi spektrofotometer UV-VIS. Kalibrasi spektrofotometer dilakukan untuk membentuk kurva hubungan absorbansi ( $A$ ) dengan konsentrasi ( $c$ ) pada konsentrasi larutan methyl orange 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9; 10; 11; 12; 13; 14; dan 15 ppm. Berbagai konsentrasi larutan methyl orange tersebut dibuat dari pengenceran larutan standar methyl orange 100 ppm. Setelah itu larutan yang telah dibuat tersebut dimasukkan ke dalam spektrofotometer untuk dianalisis pada panjang gelombang maksimum.

### **3.5.4 Prosedur analisis sampel dengan spektrofotometer UV-VIS**

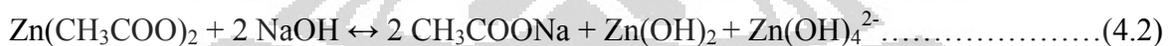
Sampel methyl orange sebelum dan sesudah dilakukan proses fotokatalitik menggunakan katalis ZnO dianalisis dengan UV-VIS spektrofotometer. Dari hasil analisis, didapat data absorbansi sampel yang diambil tiap selang waktu tertentu yang kemudian dikonversi menjadi data konsentrasi methyl orange. Hal ini dilakukan setelah membuat terlebih dahulu kurva kalibrasi absorbansi terhadap konsentrasi methyl orange dari larutan standar. Kemudian setiap data dan absorbansi sampel diplot ke kurva kalibrasi tersebut sehingga diperoleh konsentrasi masing-masing sampel.

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Proses Sintesis Nanopartikel Seng Oksida (ZnO)

Dalam penelitian tugas akhir ini telah berhasil disintesis sampel serbuk nanopartikel seng oksida (ZnO) dengan menggunakan prekursor seng asetat dihidrat ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dan dengan variasi perbedaan konsentrasi larutan natrium hidroksida (NaOH). Penelitian sintesis nanopartikel ini menggunakan metode pengendapan kimia basah yang telah banyak dilakukan dalam penelitian sebelumnya, karena persiapan alat dan bahan sangat mudah, murah dan sederhana. Metode ini cukup efektif untuk dapat menghasilkan partikel berukuran nano, pada penelitian ini menggunakan pelarut etanol absolut (99,8%) karena mampu menghasilkan kristal ZnO yang berukuran nano. Mekanisme reaksi yang menyertai pembuatan ZnO dengan menggunakan proses pengendapan kimia basah (*wet chemical precipitation and hidrotermal*) adalah sebagai berikut:



Pada reaksi diatas terlihat bahwa ketika prekursor  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam etanol pada suhu  $60^\circ\text{C}$  menggunakan *magnetic stirrer* akan kelihatan berwarna bening dan bersifat tembus pandang. Pada reaksi selanjutnya untuk mendapatkan endapan garam  $\text{CH}_3\text{COONa}$ , maka pada larutan prekursor tersebut ditambahkan setetes demi setetes secara perlahan larutan natrium hidroksida, dalam reaksi tersebut akan terlihat jelas dan

terbentuk larutan koloidal berwarna putih susu (milky solution). Di dalam teknik ini, kedua sampel padatan serbuk prekursor dan padatan natrium hidroksida dilarutkan terlebih dahulu dalam pelarut *ethanol* secara terpisah. Masing-masing sampel dilakukan pengadukan yang relatif lama selama 24 jam pada suhu konstan 60 °C, dilakukan agar kedua sampel tersebut larut dengan merata dan sempurna, sehingga pada saatnya penambahan setetes demi setetes (*dropwise*) larutan basa natrium hidroksida akan bersifat miscible. Prekursor  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  pada saat pengadukan dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 60 °C berbentuk larutan bening dan tembus oleh pandangan (transparans), dimana prekursor  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ini larut sempurna, pada saat prekursor ini sudah larut dengan sempurna ditambahkan variasi konsentrasi larutan natrium hidroksida setetes demi setetes dan sambil dilakukan pengadukan dan pemanasan untuk mendapatkan dispersi nanopartikel yang merata. Pada saat penambahan variasi konsentrasi natrium hidroksida ke dalam larutan prekursor akan terbentuk gel-gel di beberapa bagian larutan dan pada saat penetesan yang terus menerus dan selanjutnya akan mengalami terjadinya larutan jenuh dan koloidal yang berwarna putih susu. Semakin bertambahnya konsentrasi larutan natrium hidroksida akan terbentuk larutan jenuh (koloid) yang lebih cepat dan warna larutannya lebih pekat dibandingkan dengan konsentrasi yang lebih kecil. Hal ini sesuai dengan teori dasar dari kelarutan dan hasil kali kelarutan, bahwasannya semakin bertambahnya konsentrasi dari larutan basa (natrium hidroksida) akan dapat memperkecil kelarutan, sehingga dengan bertambahnya konsentrasi dari larutan natrium hidroksida akan mengalami pengendapan yang lebih cepat dan larutan bersifat jenuh (koloid)

Tabel 4.1 Komposisi bahan-bahan yang digunakan berdasarkan perbedaan variasi konsentrasi larutan natrium hidroksida (NaOH).

Sampel	Serbuk $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (gram)	Padatan NaOH (gram)	Pelarut ethanol (mL)	Konsentrasi NaOH (M)
I	2,20	0,4	100	0,1
II	2,20	0,8	100	0,2
III	2,20	1,6	100	0,4

Pada Tabel 4.1 diatas menunjukkan komposisi bahan-bahan yang digunakan dalam proses sintesis nanopartikel ZnO pada skala laboratorium. Dimana, dalam teknik ini masing masing konstituen yaitu serbuk seng asetat dihidrat  $Zn(Ac)_2 \cdot 2H_2O$  dan padatan natrium hidroksida (NaOH) dilarutkan terlebih dahulu di dalam pelarut *ethanol* secara terpisah. Kemudian kedua konstituen tersebut dilakukan pencampuran secara perlahan-lahan dengan penambahan larutan natrium hidroksida. Pada pemanasan sampel yang terlalu lama (lebih dari 24 jam) dan suhu diatas  $60\text{ }^{\circ}C$  akan mengakibatkan larutan tersebut berwarna putih kekuning-kuningan yang sangat pekat, hal ini disebabkan karena konsentrasi larutan natrium hidroksida yang masih tersisa dalam larutan garam tersebut masih terus bereaksi dengan larutan prekursor ( $Zn(CH_3COOH)_2 \cdot 2H_2O$ ). Jadi dalam sintesis nanopartikel ZnO ini, konsentrasi optimal yang di dapat dalam penelitian ini adalah larutan natrium hidroksida adalah 0,4 M (1,6 gram). Proses selanjutnya adalah dilakukan pengeringan (*drying*), annealing, dan hidrotermal.

a. Proses Pengeringan (*drying*)

Proses pengeringan ini bertujuan untuk menguapkan dan menghilangkan pelarut etanol dan air. Hasil akhir yang didapatkan berupa serbuk ZnO nanopartikel yang berwarna putih dan kering, sebaiknya penyimpanan serbuk ini harus ditempat yang kering dan ditutup rapat, karena serbuk ZnO nanopartikel ini mudah sekali bereaksi dengan air sehingga sampel tersebut agak sedikit lembab. Untuk itu sampel tersebut harus dipanaskan terlebih dahulu pada suhu kira-kira  $60\text{ }^{\circ}C$  selama 15 menit. Dari hasil serbuk yang didapatkan, dilakukan pengujian karakterisasi UV-Vis dan XRD untuk menentukan energi celah pita dan ukuran butir kristal

b. Proses Anil

Pada proses ini sampel yang telah dikeringkan kemudian digerus atau dikerik, setelah itu dimasukkan ke dalam oven dilakukan pemanasan pada suhu  $150\text{ }^{\circ}C$  selama waktu 24 jam. Hasil yang didapatkan setelah proses anil ini serbuk ZnO nanopartikel terlihat kasar dan berwarna agak kuning, hal ini karena dilakukan pemanasan yang terlalu lama dan suhu yang cukup tinggi ( $150\text{ }^{\circ}C$ ).

### c. Proses Hidrotermal

Material nanokristalin yang diharapkan adalah memiliki sifat mekanik serta stabilitas kimia, tekanan, dan termal yang baik. Sifat mekanik, stabilitas kimia, tekanan, dan termal yang baik erat kaitannya dengan ukuran kristal pada material nanokristalin tersebut. Salah satu cara yang digunakan untuk meningkatkan ukuran kristal pada material nanokristalin tersebut adalah dengan menggunakan proses hidrotermal. Perlakuan hidrotermal berfungsi untuk meningkatkan ukuran kristalit material nanokristalin. Prinsip hidrotermal adalah menurunkan nilai tegangan pada material dengan cara memecahkan ikatan-ikatan senyawa amorf pada material dengan uap air pada temperatur tertentu sehingga diharapkan terjadinya peningkatan ukuran kristal. Pada penelitian ini, perlakuan hidrotermal dilakukan dengan temperatur 150 °C dalam waktu 24 jam. Semua hasil proses diatas masing-masing dilakukan pengujian karakterisasi UV-Vis dan XRD.

## 4.2 Hasil Pengujian Karakterisasi XRD ZnO nanopartikel

Karakterisasi ZnO yang terbentuk dari hasil proses pengendapan kimia basah dan *hydrothermal* dilakukan untuk mengetahui jenis kristal dan energi celah pita, morfologi ZnO, dan ukuran (diameter) ZnO. Karakterisasi ini menggunakan analisis UV-Vis spectrophotometer (Shimadzu-UV 245, Laboratorium Afiliasi – Departemen Kimia FMIPA UI) dan analisis XRD Philips Analytical X-Ray B. V dengan jenis difraktor berupa PW 1710 dan anode Cu ( $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$ , beroperasi pada 40 kV dan 30 mA). Hasil karakterisasi UV-Vis dan XRD kemudian dievaluasi untuk mengetahui pengaruh variasi proses, rasio perbandingan variasi konsentrasi larutan NaOH, suhu, dan waktu *hydrothermal* dalam pembentukan ZnO. Perbedaan morfologi dan ukuran ZnO karena pengaruh faktor-faktor tersebut dijelaskan dibawah ini.

Hasil analisis XRD ini juga dapat digunakan untuk menghitung ukuran kristal ZnO dengan menggunakan persamaan Scherrer. Persamaan Scherrer yang digunakan adalah sebagai berikut:

$$t = \frac{k \cdot \lambda}{(\beta \cos \theta)}$$

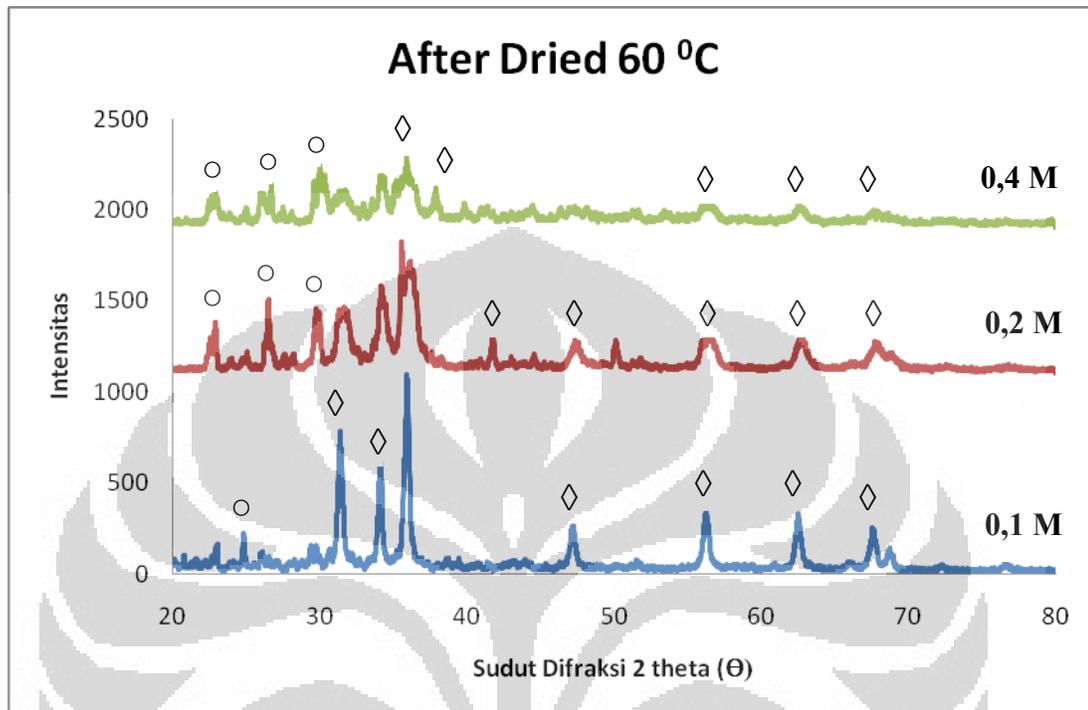
dimana

- t = besar dari ukuran kristal rata-rata
- k = faktor bentuk dari kristalit (dengan rentang 0.89)
- $\lambda$  = panjang gelombang radiasi sinar X yang digunakan (1.5418 Å)
- $\beta$  = lebar dari setengah puncak gelombang tertinggi (FWHM)
- $\theta$  = sudut difraksi

#### 4.2.1 Pengujian Difraksi XRD Hasil Pengeringan

Jenis kristal ZnO yang terbentuk dari proses sintesis pengendapan kimia basah dan *hydrothermal* dilakukan menggunakan analisis XRD. Perbedaan hasil analisis XRD ditunjukkan pada Gambar 4.1. Pada pengujian XRD dari ZnO nanopartikel hasil metode reaksi pengendapan kimia basah pada proses pengeringan ini akan dibandingkan pengaruh perbedaan variasi konsentrasi prekursor  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dan larutan natrium hidroksida (NaOH), dimana pada penelitian ini akan dibahas pengaruh perbedaan variasi konsentrasi larutan natrium hidroksida 0,4; 0,2; dan 0,1 M pada proses sintesis dengan menggunakan metode reaksi pengendapan kimia basah. Dari hasil menggunakan software *Matching* dengan *database* ICDD dapat dikonfirmasi bahwa fasa inorganik yang terbentuk adalah seng oksida berbentuk hexagonal dengan struktur kristal *zincite* yang amorfus. Dimana dengan semakin besarnya konsentrasi atau molaritas dari larutan basa yaitu natrium hidroksida yang ditambahkan ke dalam larutan prekursor, maka tentu saja semakin besar pula reaksi yang terjadi sehingga pembentukan jaringan-jaringan dan gel-gel yang ada semakin banyak di dalam proses pengeringan ini dan pada saat pengeringan ini, serbuk dari ZnO ini berbentuk kasar seiring dengan bertambahnya konsentrasi larutan NaOH, terlihat pada grafik dengan konsentrasi yang lebih besar terbentuk puncak yang lebih kecil dan kasar

(amorfus) karena semakin kuat reaksi yang terjadi, sehingga pada akhirnya terbentuk serbuk zink oksida yang masih amorfus.



Gambar 4.1 Hasil Pengujian XRD serbuk ZnO hasil proses pengendapan kimia basah pada kondisi pengeringan dengan perbandingan konsentrasi NaOH (◇ puncak difraksi ZnO zincite ; ○ puncak difraksi  $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )

Berdasarkan hasil pengujian XRD pada Gambar 4.1 diatas terlihat bahwa telah terbentuknya bidang kristal dan arah. Dengan menggunakan program match, *database* ICDD sebagai referensi didapatkan kisi kristal berbagai senyawa, didapat nilai  $2\theta$  ( $36,29^\circ$ ) yang sesuai untuk kristal ZnO, dengan arah kristal dengan intensitas terbesar untuk keseluruhan data pada proses pengeringan ini adalah (101) dengan konsentrasi NaOH yang paling rendah (0,1 M). Dari hasil analisis perhitungan ukuran kristalit rata-rata pada kondisi pengeringan ini yang dapat dilihat pada Gambar 4.2-4.4, dimana semakin besar konsentrasi larutan natrium hidroksida yang digunakan maka ukuran kristal rata-rata pada kondisi pengeringan ini akan semakin kecil. Dari hasil analisis perhitungan pada kondisi pengeringan ini didapatkan ukuran kristal rata-rata yang optimal dari berbagai konsentrasi larutan natrium hidroksida yang digunakan, dengan menggunakan persamaan *Scherrer* adalah sebesar

26,2582 nm (Gambar 4.2). Nilai dari sudut terdeteksi dengan arah kisi kristal nanopartikel ZnO dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Nilai  $2\theta$  kristal ZnO dengan arah kisi kristal yang berbeda-beda.

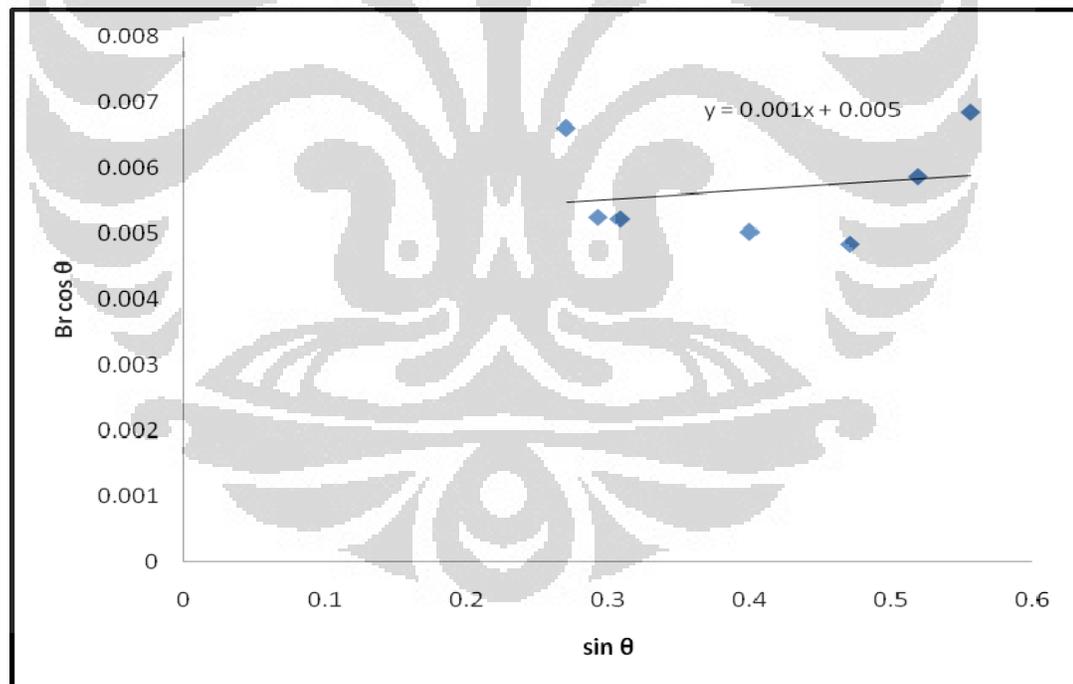
$2\theta$ ( $^{\circ}$ )	Arah
31,80	(100)
34,45	(002)
36,29	(101)
47,59	(102)
56,66	(110)
62,92	(103)
66,46	(200)

Full-Width at Half Maximum (FWHM) merupakan parameter yang biasa digunakan untuk menghitung lebar puncak dari sebuah kurva dengan cara menentukan jarak antar 2 titik yang telah memiliki nilai setengah dari nilai maksimal kurva. Nilai FWHM yang dihasilkan dapat digunakan untuk menghitung nilai *broadening* (pelebaran), yaitu dengan mengubah nilai FWHM ke dalam radian. Sedangkan untuk mengetahui sudut dimana titik puncak berada dapat langsung dilihat pada hasil di PeakFit. Data-data tersebut kemudian digunakan untuk menghitung ukuran kristal dengan mengikuti prosedur yang telah diuraikan pada bagian lampiran. Hasil fitting dan penghitungan besar kristalit dari berbagai konsentrasi larutan natrium hidroksida yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 4.3-4.5 untuk berbagai kondisi pengeringan, annealing dan hidrotermal. Setelah mengetahui nilai *broadening* dari semua peak, maka akan didapat konstanta persamaan garis, hasil ekstrapolasi semua titik tersebut. Nilai konstanta tersebut akan digunakan untuk menghitung besar kristalit menggunakan Persamaan Scherrer, yaitu:

$$t = \frac{k \cdot \lambda}{(\beta \cos \theta)}$$

Tabel 4.3 Hasil fitting dan penghitungan besar kristalit dari proses pengeringan pada sampel A<sub>1</sub> konsentrasi NaOH 0.1 M (0,4 gram).

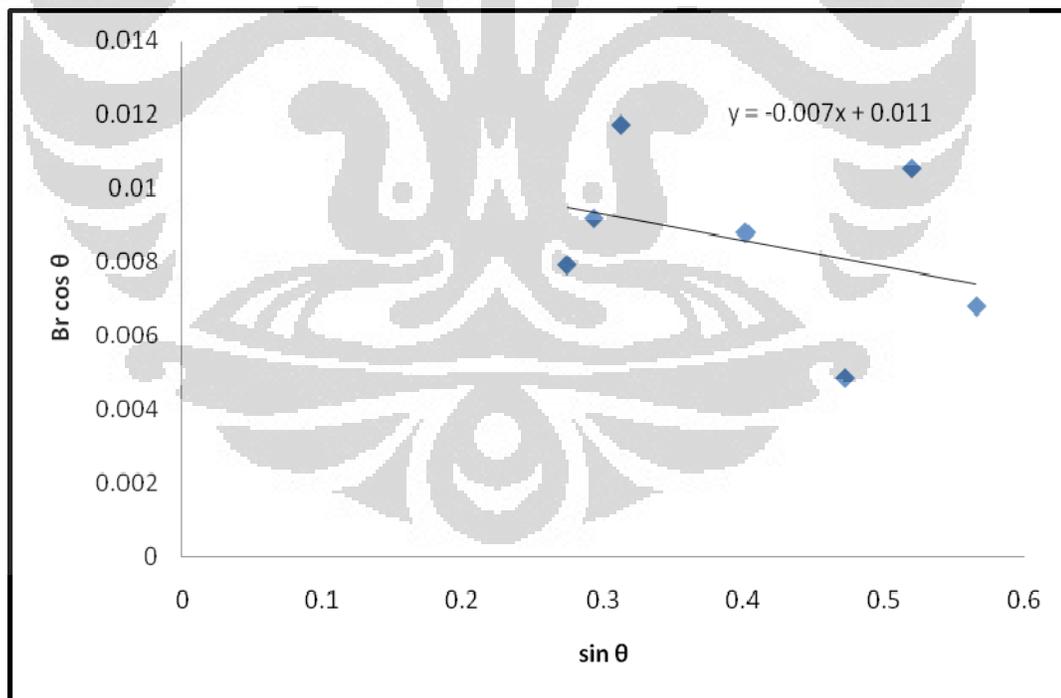
Peak	Br (rad)	$\theta$ (rad)	$\cos\theta$	$\sin\theta$	Br $\cos\theta$
1	0,006866	0,273798	0,962751	0,270389	0,006610
2	0,005493	0,297483	0,956077	0,293114	0,005252
3	0,005493	0,313339	0,951310	0,308237	0,005226
4	0,005493	0,411702	0,916441	0,400170	0,005034
5	0,005493	0,490601	0,882050	0,471156	0,004845
6	0,006866	0,545244	0,855001	0,518626	0,005871
7	0,008239	0,589699	0,831108	0,556111	0,006848



Gambar 4.2 Hasil estimasi ukuran kristalit ZnO menggunakan persamaan Scherrer pada sampel A<sub>1</sub> ( $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{NaOH}$  0,1 M).

Tabel 4.4 Hasil fitting dan penghitungan besar kristalit dari proses pengeringan pada sampel B<sub>1</sub> konsentrasi NaOH 0,2 M (0,8 gram)

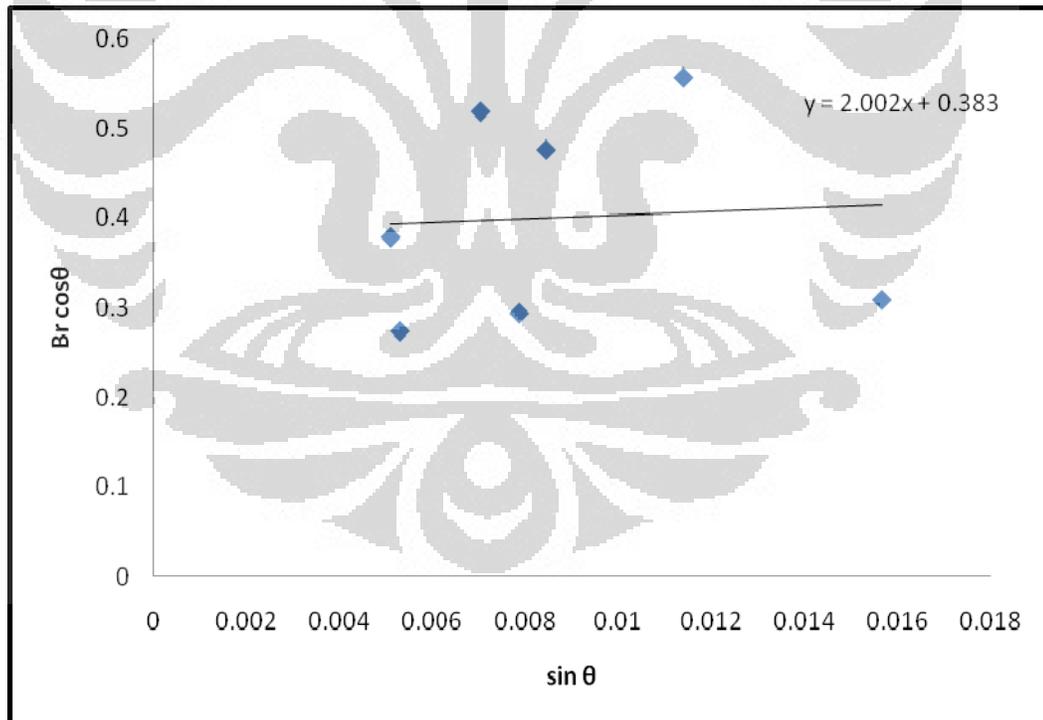
Peak	Br (rad)	$\theta$ (rad)	$\cos\theta$	$\sin\theta$	Br $\cos \theta$
1	0.008239	0.277862	0.961644	0.274300367	0.007922996
2	0.009612	0.298025	0.955918	0.293633081	0.00918818
3	0.012359	0.318308	0.949766	0.312959915	0.011738531
4	0.009612	0.413486	0.915726	0.401803677	0.008801855
5	0.005493	0.492041	0.881371	0.47242541	0.004841594
6	0.012359	0.547069	0.854053	0.520186338	0.010555571
7	0.008239	0.601242	0.824634	0.565667077	0.006794166



Gambar 4.3 Hasil estimasi ukuran kristalit ZnO menggunakan persamaan Scherrer pada sampel B<sub>1</sub> ( $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{NaOH}$  0,2 M).

Tabel 4.5 Hasil fitting dan penghitungan besar kristalit dari proses pengeringan pada sampel C<sub>1</sub> konsentrasi NaOH 0,4 M (1,6 gram).

Peak	Br (rad)	$\theta$ (rad)	$\cos\theta$	$\sin\theta$	Br $\cos\theta$
1	0.005493256	0.277029989	0.961871978	0.273500089	0.005283809
2	0.008239011	0.298102878	0.955895408	0.293707286	0.007875633
3	0.016478022	0.313555167	0.95124302	0.308442406	0.015674604
4	0.005493256	0.387960083	0.925682688	0.378300888	0.005085012
5	0.009611889	0.496037139	0.879475563	0.475944045	0.008453421
6	0.008239011	0.545309844	0.854966621	0.518683022	0.007044079
7	0.013732267	0.59032	0.830762601	0.556626895	0.011408254



Gambar 4.4 Hasil estimasi ukuran kristalit ZnO menggunakan persamaan Scherrer pada sampel C<sub>1</sub> ( $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{NaOH}$  0,4 M).

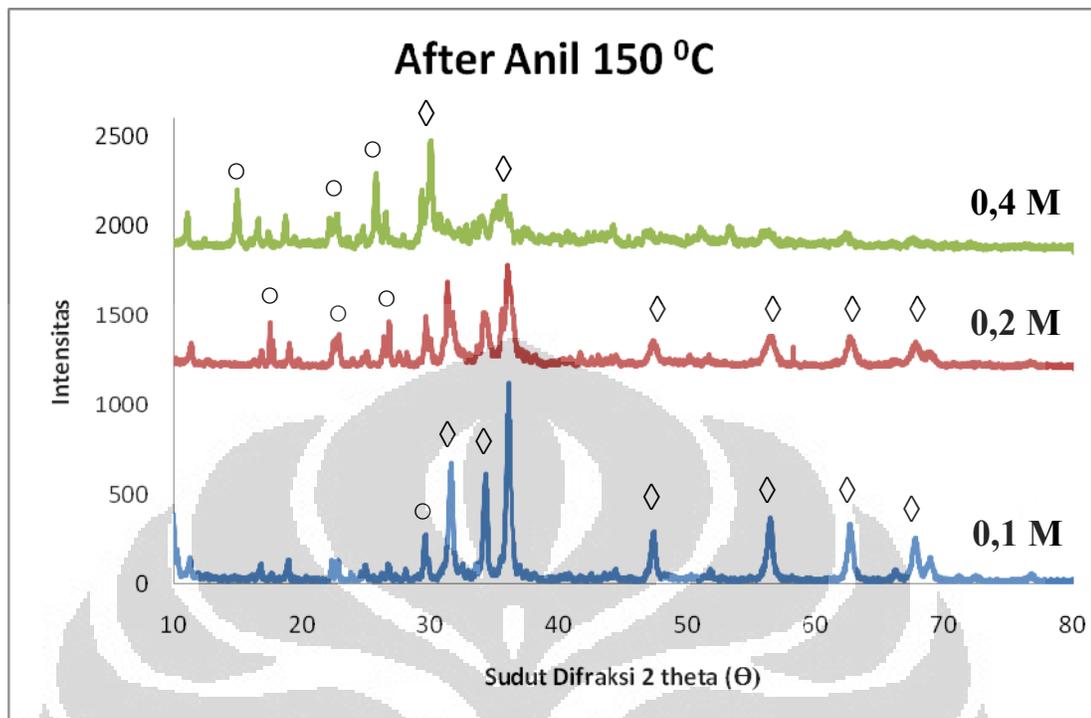
Tabel 4.6 Ukuran kristalit rata-rata ZnO nanopartikel setelah proses pengeringan berdasarkan perbedaan konsentrasi NaOH.

Sampel	Konsentrasi NaOH (Molaritas)	Ukuran kristalit rata-rata (nm)
A <sub>1</sub>	0,1	26,25
B <sub>1</sub>	0,2	11,69
C <sub>1</sub>	0,4	8,75

#### 4.2.2 Pengujian Difraksi XRD Hasil Annealing

Pada pengujian XRD dari serbuk ZnO nanopartikel hasil metode reaksi pengendapan kimia basah pada proses anil ini hampir sama dengan pengujian pada proses pengeringan, dimana akan dibandingkan pengaruh perbedaan variasi konsentrasi prekursor ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dan larutan natrium hidroksida (NaOH), dimana pada penelitian ini akan dibahas pengaruh perbedaan variasi konsentrasi larutan natrium hidroksida 0,4; 0,2; dan 0,1 M pada proses sintesis dengan menggunakan metode reaksi pengendapan kimia basah.

Material apabila ditahan pada temperatur anil dalam rentang waktu tertentu maka akan terjadi proses perbesaran ukuran kristal. Pada penelitian kondisi anil ini masing-masing serbuk pada konsentrasi sintesis yang berbeda dilakukan proses anil selama 24 jam pada suhu 150 °C didalam oven, terlihat bahwa setelah proses anil dalam penelitian ini terjadinya perbesaran ukuran kristal dan terlihat warna serbuk ZnO nanopartikel berwarna putih agak kekuningan, hal ini dapat diwajarkan karena pada proses anil ini serbuk dipanaskan dalam waktu yang cukup lama (24 jam). Nilai dari sudut terdeteksi dengan arah kisi kristal nanopartikel ZnO dapat dilihat pada Tabel 4.7.



Gambar 4.5 Hasil Pengujian XRD serbuk ZnO hasil proses pengendapan kimia basah pada kondisi annealing dengan perbandingan konsentrasi NaOH.

(◊ puncak difraksi ZnO zincite ; ◯ puncak difraksi Zn(Ac)<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O)

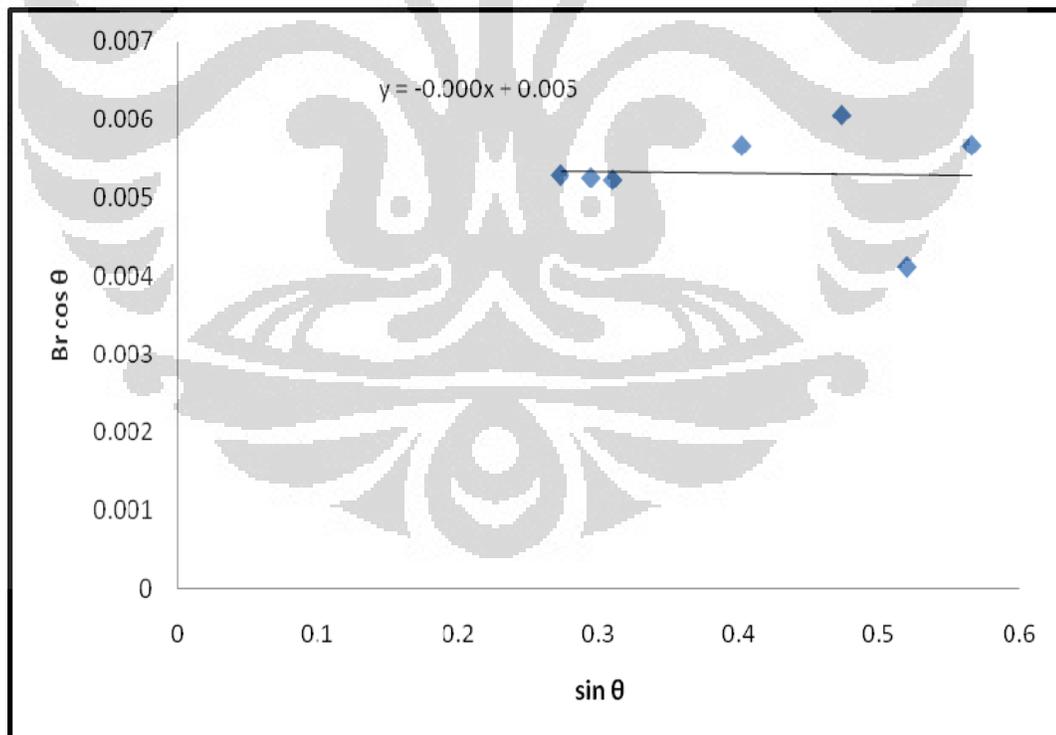
Tabel 4.7 Nilai  $2\theta$  kristal ZnO dengan arah kisi kristal yang berbeda-beda.

$2\theta$ (°)	Arah
31,80	(100)
34,45	(002)
36,29	(101)
47,59	(102)
56,66	(110)
62,92	(103)
66,46	(200)

Berdasarkan hasil pengujian anil XRD pada Gambar 4.5 diatas terlihat bahwa telah terbentuknya bidang kristal dan arah. Dengan menggunakan program Match, *database* ICDD sebagai referensi didapatkan kisi kristal berbagai senyawa, didapat nilai  $2\theta$  ( $36,29^\circ$ ) yang sesuai untuk kristal ZnO, dengan arah kristal dengan intensitas terbesar untuk keseluruhan data pada proses pengeringan ini adalah (101) dengan konsentrasi NaOH yang paling rendah (0,1 M). Hasil dari nilai sudut  $2\theta$  dengan arah kristal pada proses anil ini sama dengan kondisi pengeringan dengan semakin kecil konsentrasi didapatkan puncak-puncak yang lebih besar, tetapi terlihat pada grafik XRD pada anil lebih halus dibandingkan dengan grafik XRD hasil proses pengeringan, hal ini dikarenakan adanya peningkatan suhu dan lamanya pemanasan mengakibatkan terbentuknya energi baru pada material tersebut sehingga material tersebut dapat menyusun arahnya sendiri dan kemudian membentuk bidang yang sama. Hal inilah yang menyebabkan terjadinya perbesaran ukuran kristal. Dari hasil analisis perhitungan ukuran kristalit rata-rata pada kondisi anil ini yang dapat dilihat pada Gambar 4.6-4.10, dimana semakin besar konsentrasi larutan natrium hidroksida yang digunakan maka ukuran kristal rata-rata pada kondisi pengeringan ini akan semakin besar. Dari hasil analisis perhitungan pada kondisi annealing ini didapatkan ukuran kristal rata-rata yang optimal dengan menggunakan persamaan *Scherrer* adalah sebesar 34,48 nm (Gambar 4.8). Dimana hasil yang diperoleh dari ukuran kristal pada kondisi anil ini lebih besar dibandingkan pada kondisi pengeringan, hal ini dikarenakan serbuk ZnO nanopartikel pada kondisi anil ini dilakukan pemanggangan yang cukup lama (24 jam) pada suhu  $150^\circ\text{C}$ . Pada dasarnya sesuatu material bila dipanaskan dan ditahan pada temperatur anil dan pada waktu tertentu maka akan terjadi proses perbesaran kristal.

Tabel 4.8 Hasil fitting dan penghitungan besar kristalit dari proses annealing pada sampel A<sub>2</sub> konsentrasi NaOH 0.1 M (0,4 gram)

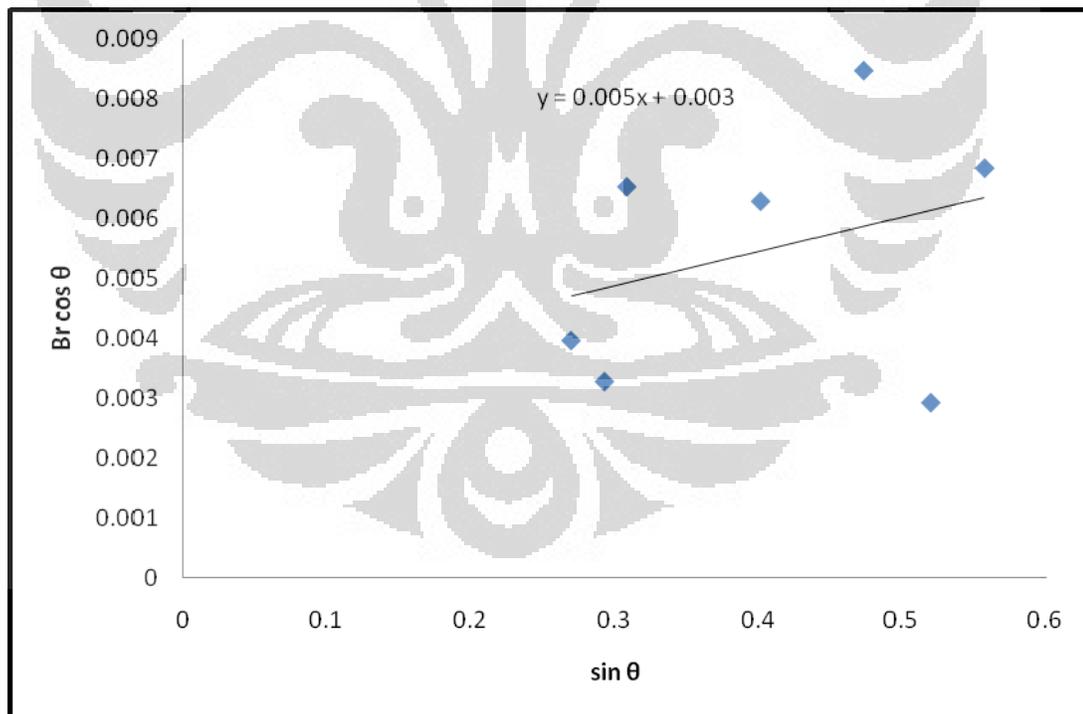
Peak	Br (rad)	$\theta$ (rad)	$\cos\theta$	$\sin\theta$	Br $\cos \theta$
1	0,005493	0,276115	0,962122	0,272620	0,005285181
2	0,005493	0,299041	0,955619	0,294604	0,005249461
3	0,005493	0,315050	0,950781	0,309864	0,005222882
4	0,006179	0,413326	0,915790	0,401658	0,005658503
5	0,006866	0,492929	0,880950	0,473209	0,006048723
6	0,004806	0,546374	0,854414	0,519593	0,004106267
7	0,006866	0,601276	0,824614	0,565695	0,005661913



Gambar 4.6 Hasil estimasi ukuran kristalit ZnO menggunakan persamaan Scherrer pada sampel A<sub>2</sub> ( $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{NaOH}$  0,1 M).

Tabel 4.9 Hasil fitting dan penghitungan besar kristalit dari proses annealing pada sampel B<sub>2</sub> konsentrasi NaOH 0.2 M (0,8 gram)

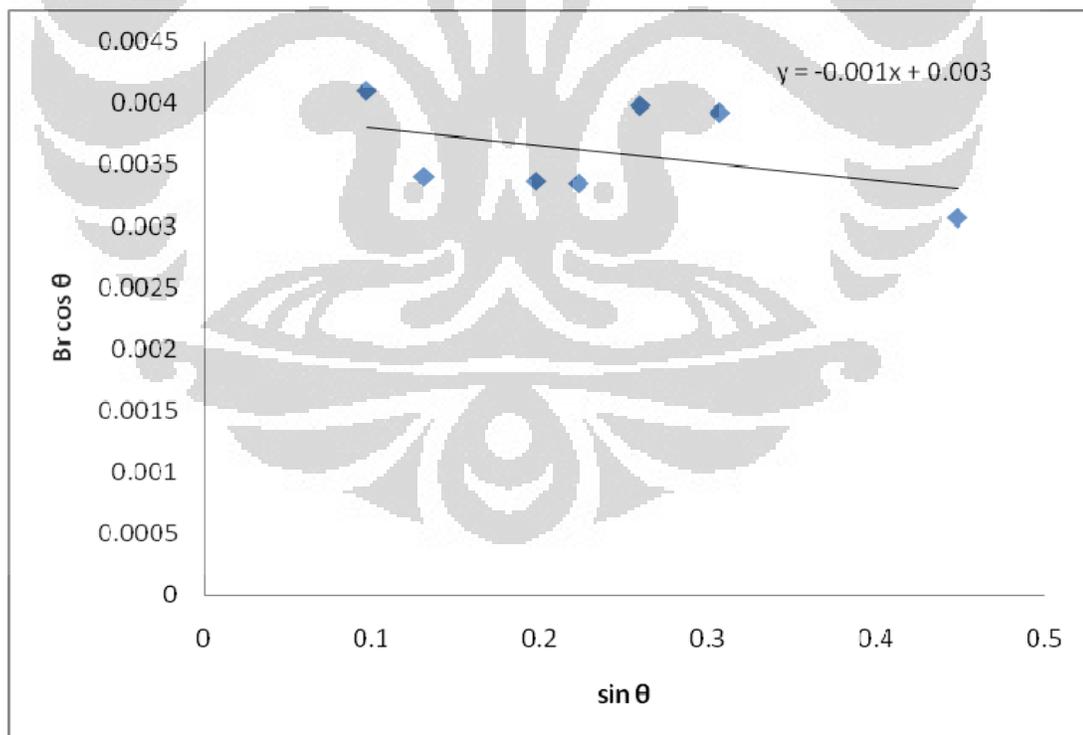
Peak	Br (rad)	$\theta$ (rad)	$\cos\theta$	$\sin\theta$	Br $\cos\theta$
1	0.004120378	0.273612622	0.270211429	0.962801009	0.003967104
2	0.003433067	0.297247228	0.292889267	0.956146368	0.003282514
3	0.006866133	0.313923244	0.308792517	0.951129424	0.006530581
4	0.006866133	0.413149861	0.401496149	0.915860711	0.006288422
5	0.009611889	0.493227711	0.473471347	0.880809221	0.00846624
6	0.003433067	0.546814428	0.519968803	0.854185252	0.002932475
7	0.008239011	0.591056156	0.557238315	0.830352612	0.006841284



Gambar 4.7 Hasil estimasi ukuran kristalit ZnO menggunakan persamaan Scherrer pada sampel B<sub>2</sub> (Zn(Ac)<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O + NaOH 0,2 M).

Tabel 4.10 Hasil fitting dan penghitungan besar kristalit dari proses annealing pada sampel C<sub>2</sub> konsentrasi NaOH 0,4 M (1,6 gram)

Peak	Br (rad)	$\theta$ (rad)	$\cos\theta$	$\sin\theta$	Br $\cos\theta$
1	0.004120378	0.096624778	0.995335457	0.096474494	0.004101158
2	0.003433067	0.131025222	0.991428469	0.130650646	0.00340364
3	0.003433067	0.198734089	0.98031729	0.197428495	0.003365495
4	0.003433067	0.224719333	0.974856687	0.222832761	0.003346748
5	0.004120378	0.262446433	0.965758156	0.259443989	0.003979288
6	0.004120378	0.311625811	0.951836344	0.306606547	0.003921925
7	0.003433067	0.464706917	0.893952952	0.448160818	0.003069



Gambar 4.8 Hasil estimasi ukuran kristalit ZnO menggunakan persamaan Scherrer pada sampel C<sub>2</sub> (Zn(Ac)<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O + NaOH 0,4 M).

Tabel 4.11 Ukuran kristalit rata-rata ZnO nanopartikel setelah proses annealing berdasarkan perbedaan konsentrasi NaOH

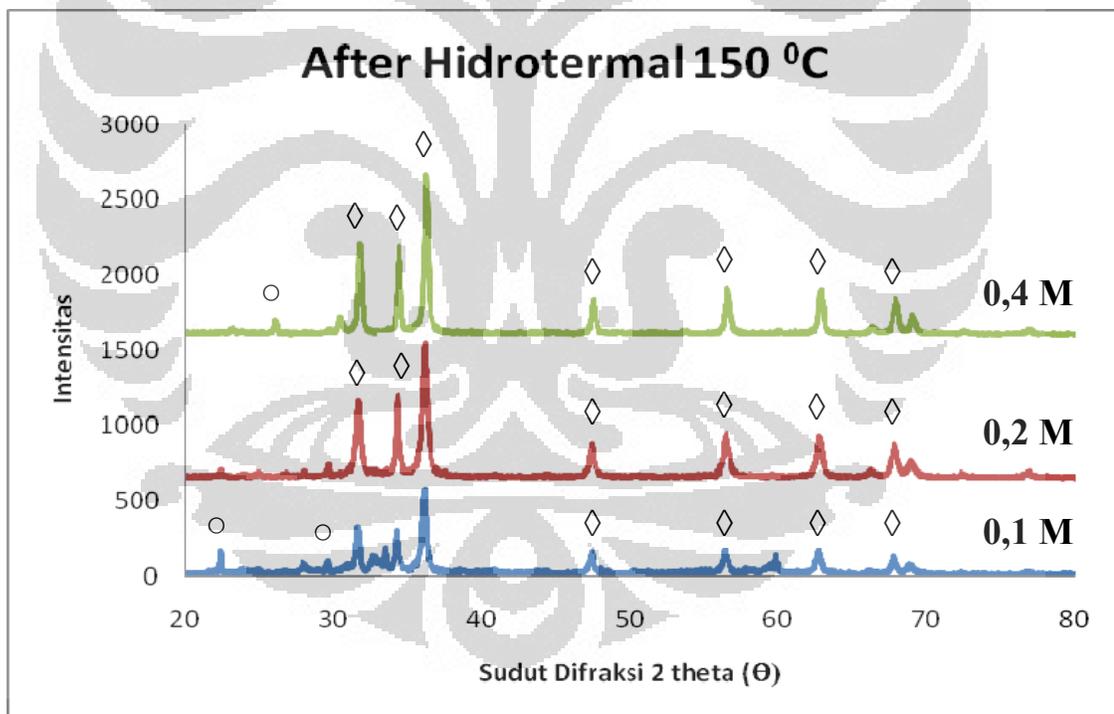
Sampel	Konsentrasi NaOH (Molaritas)	Ukuran kristalit rata-rata (nm)
A <sub>2</sub>	0,1	34,48
B <sub>2</sub>	0,2	30,10
C <sub>2</sub>	0,4	25,96

#### 4.2.3 Pengujian Difraksi XRD Hasil Hidrotermal

Pada pengujian XRD dari serbuk ZnO nanopartikel hasil metode reaksi pengendapan kimia basah pada proses hasil hidrotermal ini hampir sama dengan pengujian pada proses pengeringan dan anil, dimana akan dibandingkan pengaruh perbedaan variasi konsentrasi prekursor ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dan larutan natrium hidroksida (NaOH), dimana pada penelitian ini akan dibahas pengaruh perbedaan variasi konsentrasi larutan natrium hidroksida 0,4; 0,2; dan 0,1 M pada proses sintesis dengan menggunakan metode reaksi pengendapan kimia basah.

Jenis kristal ZnO yang terbentuk dari proses pengendapan kimia basah (*wet chemical precipitation* pada kondisi hasil *hidrotermal* dilakukan menggunakan analisa XRD. Pada Gambar 4.4 menunjukkan bubuk ZnO hasil sintesis pengendapan kimia basah dengan perbedaan variasi konsentrasi larutan natrium hidroksida adalah berbentuk hexagonal dengan struktur kristal *zincite*. Struktur kristal ini dapat ditunjukkan dengan peak-peak pada sudut  $2\theta$  sebesar  $36,29^\circ$  dan nilai dengan arah kristal dengan intensitas terbesar untuk keseluruhan data pada proses pengeringan ini adalah (101) dengan konsentrasi NaOH yang paling besar (0,4 M). Hasil dari nilai sudut  $2\theta$  dengan arah kristal pada kondisi hidrotermal ini dengan menggunakan *software match* sama dengan pada proses pengeringan dan anil tetapi berbeda

pemakaian konsentrasi larutan natrium hidroksida yaitu 0,4 M. Kondisi ini menunjukkan bahwa ZnO hasil sintesis dengan proses pengendapan kimia basah kondisi hidrotermal sudah mempunyai daya fotokatalitik yang signifikan bila dibandingkan dengan pada kondisi pengeringan dan anil apabila dikontakkan dengan sinar UV. Pada gambar 4.9 hasil evaluasi grafik XRD juga memperlihatkan terdapat peak-peak lain selain peak ZnO pada metode pengendapan kimia basa dan hidrotermal yang mempunyai relatif intensitas kecil dibandingkan dengan kondisi pengeringan dan anil. Peak-peak tersebut diperkirakan adalah *zink oksida* yang masih berbentuk amorphus pada sudut  $2\theta$  sebesar  $31,80^\circ$ , dan  $2\theta$  sebesar  $56,66^\circ$ . Struktur kristal hexagonal *zincite* inilah yang diharapkan dapat terbentuk melalui proses metode pengendapan kimia basah suhu rendah. Hal ini karena struktur kristal ini mempunyai daya fotokatalitik yang lebih baik dan signifikan.



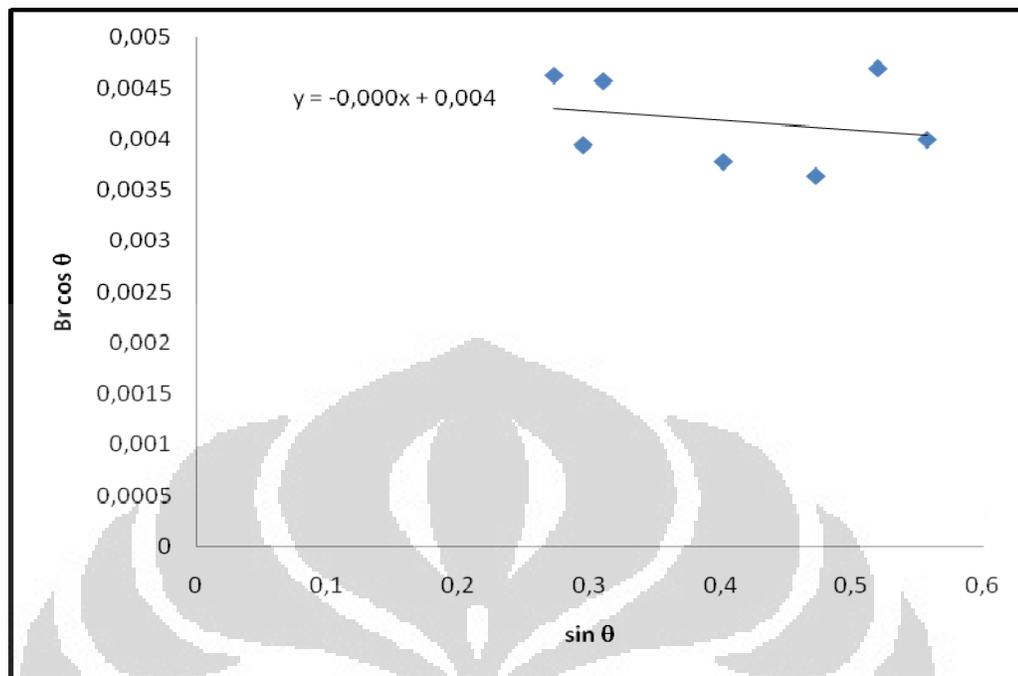
Gambar 4.9 Hasil Pengujian XRD serbuk ZnO hasil proses pengendapan kimia basah pada kondisi hidrotermal dengan perbandingan variasi konsentrasi NaOH.

(◇ puncak difraksi ZnO zincite ; ○ puncak difraksi Zn(Ac)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O)

Usaha dalam pembentukan kristal *zincite* hexagonal dapat dilakukan melalui proses pengendapan kimia basah dengan rasio larutan konsentrasi NaOH yang lebih besar (0,4 M) dan proses lebih lanjut (hydrothermal), atau kalsinasi. Dari hasil analisis perhitungan ukuran kristalit rata-rata pada kondisi hidrotermal ini yang dapat dilihat pada Gambar 4.10-4.12, dimana semakin besar konsentrasi larutan natrium hidroksida yang digunakan maka ukuran kristal rata-rata pada kondisi hidrotermal ini akan semakin besar. Dari hasil analisis perhitungan pada kondisi hidrotermal ini didapatkan ukuran kristal rata-rata yang optimal dengan menggunakan persamaan *Scherrer* adalah sebesar 34,37 nm (Gambar 4.12). Dimana hasil yang diperoleh dari ukuran kristal pada kondisi anil ini lebih besar dibandingkan pada kondisi pengeringan. Perbedaan variasi konsentrasi larutan natrium hidroksida hasil analisa XRD ditunjukkan pada Gambar 4.9. Pada gambar hasil grafik uji XRD ini terlihat perbedaan pada puncak, dengan konsentrasi semakin besar (0,4 M) didapatkan peak-peak yang lebih halus dan lebih tinggi dibandingkan dengan proses pengeringan dan anil, hal ini karena sampel diperlakukan dengan metode hidrotermal pada kondisi suhu 150 °C selama waktu 24 jam, dimana hasil yang didapatkan pada metode reaksi pengendapan kimia basah dan dilanjutkan dengan hidrotermal ini memiliki serbuk kristal dengan tingkat kristalinitas yang rendah.

Tabel 4.12 Hasil fitting dan penghitungan besar kristalit dari proses hidrotermal sampel A<sub>3</sub> pada konsentrasi NaOH 0,1 M (0,4 gram)

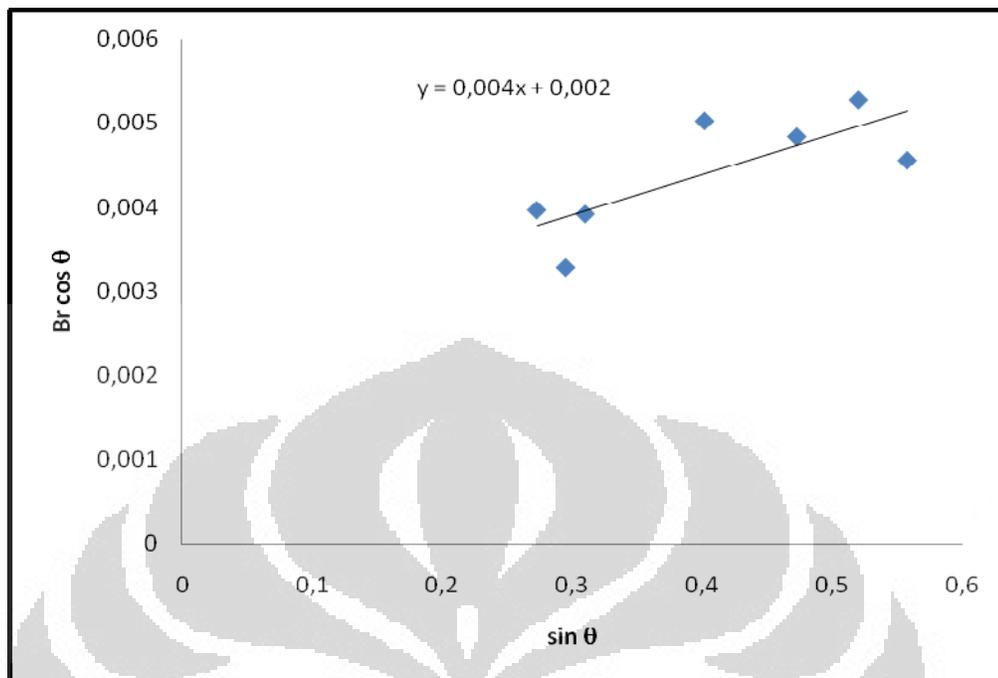
Peak	Br (rad)	$\theta$ (rad)	cos $\theta$	sin $\theta$	Br cos $\theta$
1	0.004805944	0.2757548	0.96221996	0.272273298	0.004624376
2	0.004120378	0.298964633	0.955641949	0.294530925	0.003937606
3	0.004805944	0.315037072	0.950784893	0.309851719	0.004569419
4	0.004120378	0.413237956	0.915825338	0.40157683	0.003773546
5	0.004120378	0.491784183	0.881491772	0.472199382	0.003632079
6	0.005493256	0.546401867	0.854399698	0.519616355	0.004693436
7	0.004805944	0.591009928	0.830378371	0.557199929	0.003990752



Gambar 4.10 Hasil estimasi ukuran kristalit ZnO menggunakan persamaan Scherrer pada sampel A<sub>3</sub> (Zn(Ac)<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O + NaOH 0,1 M).

Tabel 4.13 Hasil fitting dan penghitungan besar kristalit dari proses hidrotermal sampel B<sub>3</sub> konsentrasi NaOH 0.2 M (0,8 gram)

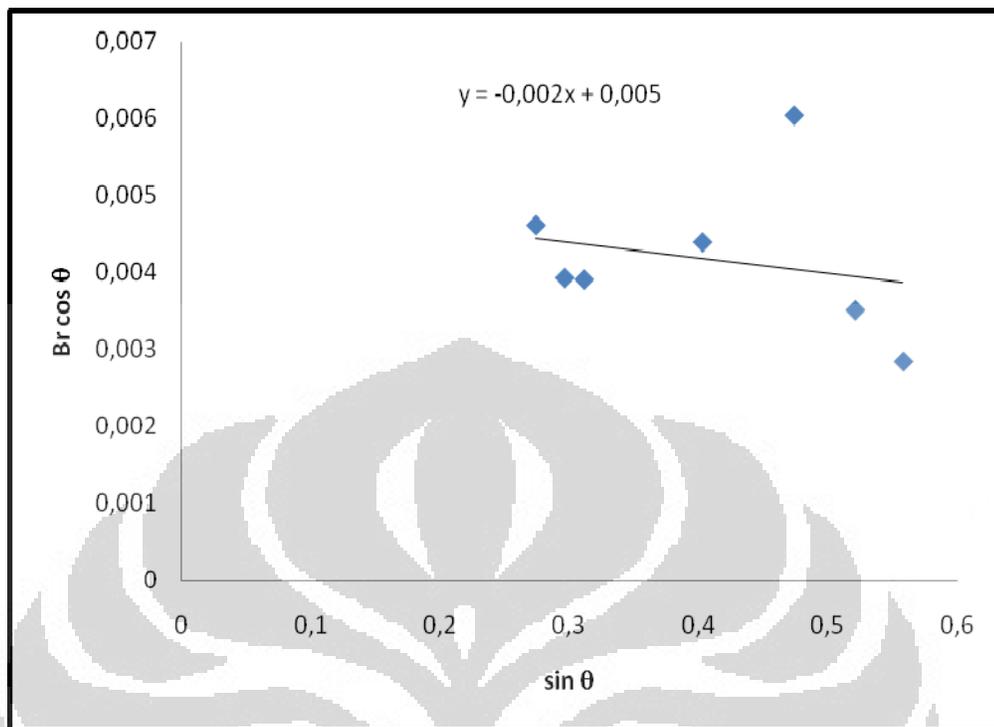
Peak	Br (rad)	$\theta$ (rad)	cos $\theta$	sin $\theta$	Br cos $\theta$
1	0.004120378	0.2761944	0.962100176	0.272696264	0.003964216
2	0.003433067	0.299395511	0.955514953	0.294942662	0.003280347
3	0.004120378	0.315163544	0.950745697	0.309971965	0.003917431
4	0.005493256	0.41334175	0.915783652	0.401671885	0.005030634
5	0.005493256	0.492222039	0.881284932	0.472585303	0.004841123
6	0.006178822	0.546741161	0.854223346	0.519906218	0.005278094
7	0.005493256	0.591123317	0.830315185	0.557294081	0.004561134



Gambar 4.11 Hasil estimasi ukuran kristalit ZnO menggunakan persamaan Scherrer pada sampel B<sub>3</sub> (Zn(Ac)<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O + NaOH 0,2 M).

Tabel 4.14 Hasil fitting dan penghitungan besar kristalit dari proses hidrotermal sampel C<sub>3</sub> pada konsentrasi NaOH 0.4 M (1,6 gram)

Peak	Br (rad)	$\theta$ (rad)	$\cos \theta$	$\sin \theta$	Br $\cos \theta$
1	0,004806	0,276963	0,961890	0,273435	0,00462279
2	0,004120	0,300158	0,955290	0,295671	0,00393616
3	0,004120	0,316054	0,950469	0,310819	0,00391629
4	0,004806	0,414082	0,915486	0,402350	0,00439977
5	0,006866	0,493122	0,880859	0,473378	0,00604810
6	0,004120	0,547562	0,853796	0,520607	0,00351796
7	0,003433	0,591793	0,829942	0,557850	0,00284925



Gambar 4.12 Hasil estimasi ukuran kristalit ZnO menggunakan persamaan Scherrer pada sampel C<sub>3</sub> (Zn(Ac)<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O + NaOH 0,4 M).

Tabel 4.15 Ukuran kristalit rata-rata ZnO nanopartikel setelah proses hidrotermal berdasarkan perbedaan konsentrasi NaOH

Sampel	Konsentrasi NaOH (Molaritas)	Ukuran kristalit rata-rata (nm)
A <sub>3</sub>	0,1	31,88
B <sub>3</sub>	0,2	33,18
C <sub>3</sub>	0,4	34,37

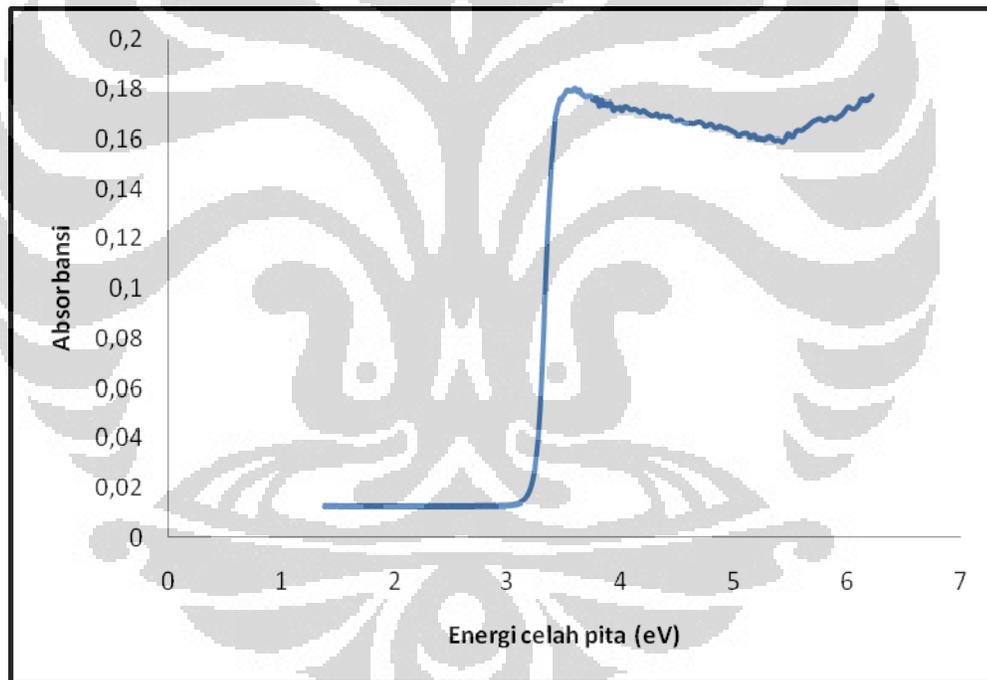
### 4.3 Hasil Pengujian Karakterisasi UV-Vis ZnO nanopartikel

#### 4.3.1 Pengujian Difraksi UV-Vis Hasil Pengeringan

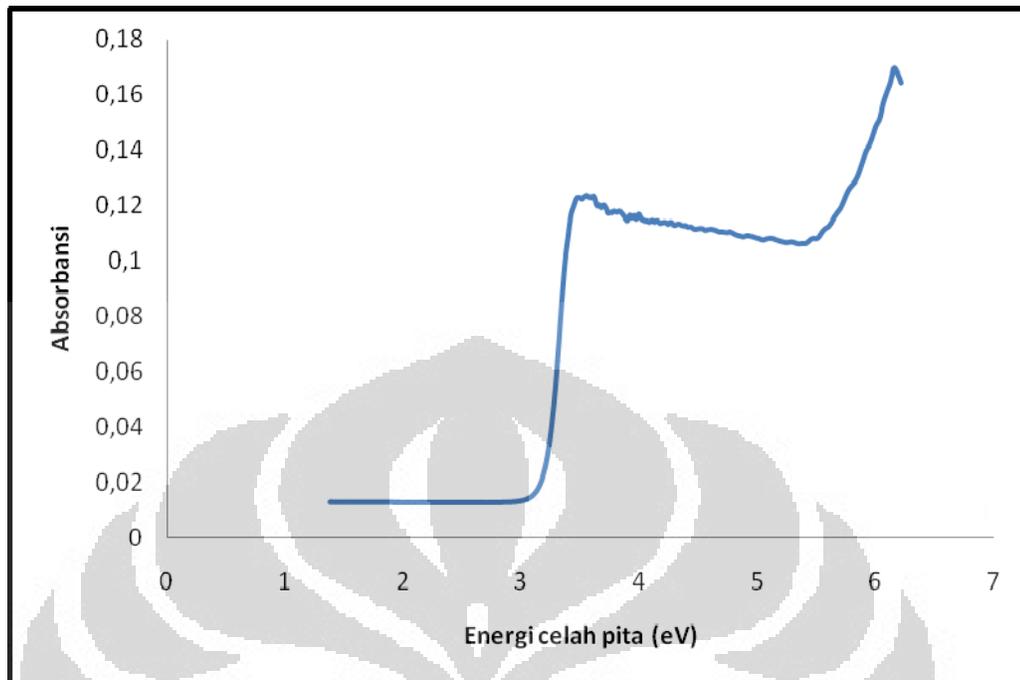
Pengujian spektroskopi UV-Vis dilakukan untuk mengetahui perilaku optis sampel atas respon terhadap cahaya dengan intensitas tinggi. Dalam hal ini, perilaku optis berkaitan erat dengan sifat-sifat elektronik material dan selanjutnya dapat dijadikan sandaran untuk menganalisis kemampuan suatu transfer elektron. Akhirnya, dengan kemampuan suatu material ini mentransfer elektron, maka dapat diperkirakan atau diduga tingkat efektivitas fotokatalitik suatu material tersebut. Dalam pengujian ini digunakan UV-Vis spectrophotometer (Shimadzu-UV 245, Laboratorium Afiliasi – Departemen Kimia FMIPA UI) dengan rentang panjang gelombang 200 - 900 nm. Data yang diperoleh berupa spektrum tingkat pantulan (*reflectance*) terhadap panjang gelombang (nm). Dari data yang diperoleh, dapat dianalisis lebih lanjut menggunakan metode Kubelka-Munk untuk memperoleh energi celah pita (*band gap energy, eV*) dari setiap kondisi sampel dari serbuk ZnO nanopartikel.

Pada Gambar 4.13–4.15 terdapat hasil yang tidak jauh berbeda terhadap energi celah pita yang dimiliki oleh material tersebut yang berdasarkan perbedaan konsentrasi natrium hidroksida. Dari pengujian UV-Vis memperlihatkan spektrum absorbansi UV-Vis sampel nanopartikel ZnO proses pengendapan kimia basah dengan variasi konsentrasi larutan natrium hidroksida 0,1; 0,2; 0,4 M. Dari hasil gambar tersebut dapat dilihat bahwa tingkat spektrum absorbansi mengalami penurunan seiring dengan berkurangnya konsentrasi penetesan larutan natrium hidroksida di dalam larutan prekursor  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , tetapi pada konsentrasi yang rendah (0,1 M) terjadi peningkatan yang signifikan, hal ini dapat diperjelaskan dengan hasil yang diperoleh yaitu pada kondisi konsentrasi larutan natrium hidroksida yang lebih rendah (0,1 M) sampel serbuk ZnO hasil pengeringan ini lebih halus dan berwarna lebih putih dibandingkan dengan pada kondisi konsentrasi lainnya (0,4 dan 0,1 M). Dari hasil pengujian serbuk ZnO nanopartikel menggunakan UV-Vis dapat disimpulkan bahwa pada material ini dapat digunakan untuk daya fotokatalitik, namun tidak begitu signifikan karena perlu proses lebih lanjut yaitu anil dan hidrotermal. Selanjutnya untuk penghitungan energi celah pita (*band gap energy*) dari setiap sampel nanopartikel ZnO pada variasi konsentrasi larutan natrium hidroksida dengan menggunakan metode Kubelka – Munk dapat ditunjukkan pada tabel 4.16. Dari hasil pada tabel 4.16 tersebut, maka dapat

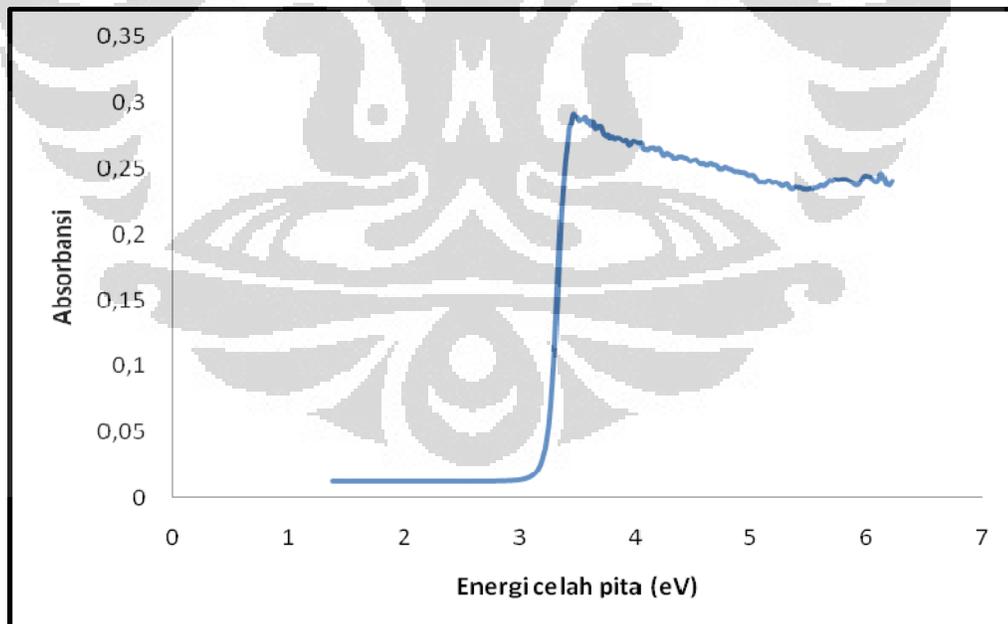
dilihat dengan jelas perbedaan energi celah pita, bahwa dengan semakin besarnya tingkat penggunaan konsentrasi larutan natrium hidroksida di dalam larutan prekursor  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  maka semakin besar pula nilai energi celah pita sampel nanopartikel ZnO tersebut. Hal ini mengindikasikan bahwa eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi bergantung pada besar dan kecilnya konsentrasi penggunaan natrium hidroksida sebagai reaksi pembentukan ZnO nanopartikel. Semakin kecil nilai energi celah pita suatu sampel maka akan semakin mudah untuk mentransfer energi dari pita valensi ke pita konduksi. Dalam penelitian sintesis ZnO nanopartikel metode pengendapan kimia basah pada kondisi pengeringan ini didapatkan energi celah pita yang optimum digunakan adalah dengan penggunaan konsentrasi natrium hidroksida yang lebih rendah (0,1 M).



Gambar 4.13 Hasil estimasi terhadap energi celah pita setelah proses pengeringan sampel A<sub>1</sub> ( $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{NaOH } 0,4 \text{ M}$ ).



Gambar 4.14 Hasil estimasi terhadap energi celah pita setelah proses pengeringan sampel B<sub>1</sub> ( $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{NaOH } 0,2 \text{ M}$ ).



Gambar 4.15 Hasil estimasi terhadap energi celah pita setelah proses pengeringan sampel C<sub>1</sub> ( $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{NaOH } 0,1 \text{ M}$ ).

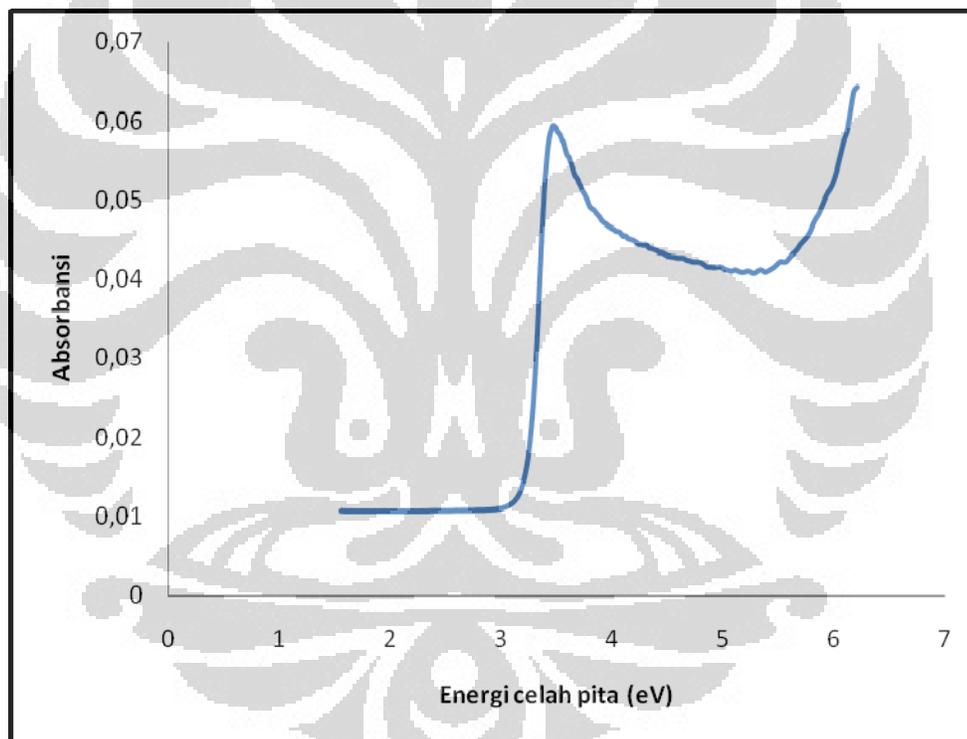
Tabel 4.16 Energi celah pita nanopartikel ZnO setelah proses pengeringan berdasarkan perbedaan konsentrasi NaOH.

Sampel	Konsentrasi NaOH (Molaritas)	Energi celah pita (eV)
A <sub>1</sub>	0,1	3,18
B <sub>1</sub>	0,2	3,23
C <sub>1</sub>	0,4	3,24

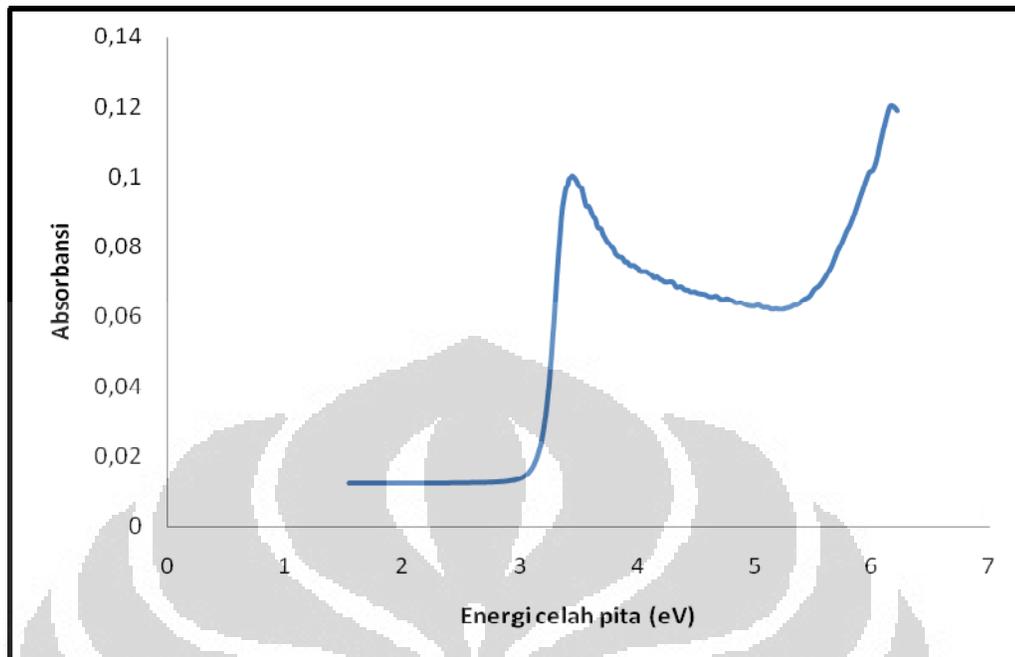
#### 4.3.2 Pengujian Difraksi UV-Vis Hasil Annealing

Pada pengujian hasil UV-Vis pada kondisi anil ini sangat berbeda dengan proses pengeringan. Pada gambar 4.16 – 4.18 terdapat hasil yang sangat bagus. Pada pengujian UV-Vis memperlihatkan spektrum absorbansi UV-Vis sampel nanopartikel ZnO proses pengendapan kimia basah dengan variasi konsentrasi larutan natrium hidroksida 0,4; 0,2; 0,1 M. Dari hasil gambar tersebut dapat dilihat bahwa tingkat spektrum absorbansi mengalami penurunan yang signifikan seiring dengan berkurangnya konsentrasi penetesan larutan natrium hidroksida di dalam larutan prekursor  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Hal ini memang dapat dipahami karena sampel pada kondisi ini dilakukan pemanggangan dan dipertahankan pada temperatur anil ( $150^\circ\text{C}$ ) selama 24 jam, karena secara visual hasil serbuk yang didapatkan pada kondisi anil ini ikatan antar suatu atom dapat saling menyatu dan lebih kaku. Dari hasil pengujian serbuk ZnO nanopartikel menggunakan UV-Vis dapat disimpulkan bahwa pada material ini dapat digunakan untuk daya fotokatalitik yang lebih baik daripada hasil proses pengeringan. Selanjutnya untuk penghitungan energi celah pita (*band gap energy*) dari setiap sampel nanopartikel ZnO pada variasi konsentrasi larutan natrium hidroksida dengan menggunakan metode Kubelka – Munk dapat ditunjukkan pada tabel 4.17. Dari hasil pada tabel 4.17 tersebut, maka dapat dilihat dengan jelas perbedaan energi celah pita, bahwa

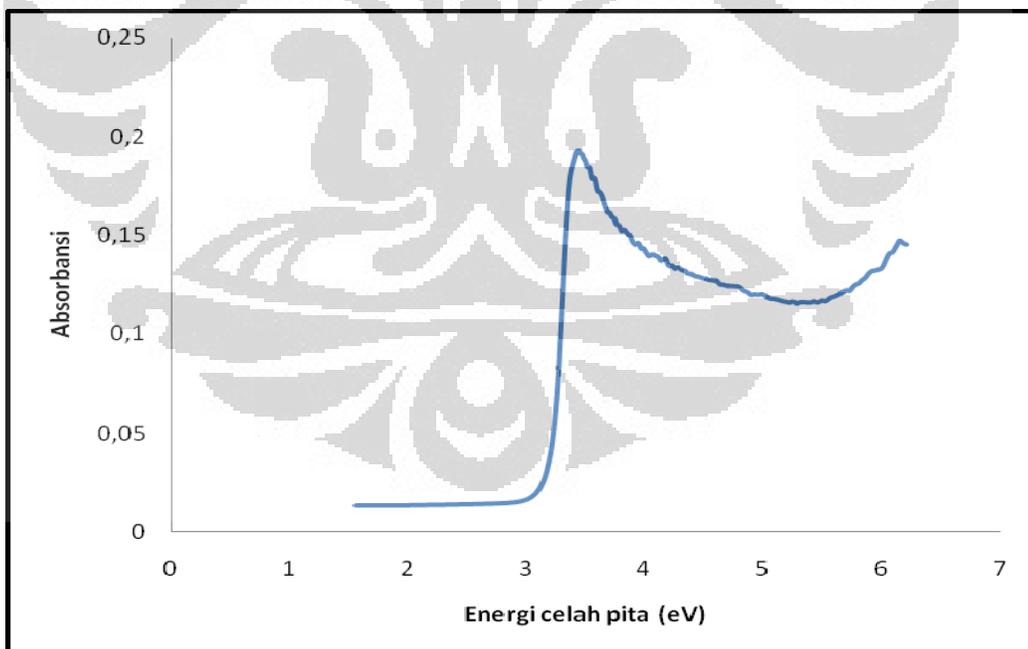
dengan semakin besarnya tingkat penggunaan konsentrasi larutan natrium hidroksida di dalam larutan prekursor  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  maka semakin besar pula nilai energi celah pita sampel nanopartikel ZnO tersebut. Hal ini mengindikasikan bahwa eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi bergantung pada besar dan kecilnya konsentrasi penggunaan natrium hidroksida sebagai reaksi pembentukan ZnO nanopartikel. Semakin kecil nilai energi celah pita suatu sampel maka akan semakin mudah untuk mentransfer energi dari pita valensi ke pita konduksi. Dalam penelitian sintesis ZnO nanopartikel metode pengendapan kimia basah pada kondisi annealing didapatkan energi celah pita yang optimum digunakan adalah dengan penggunaan konsentrasi natrium hidroksida yang lebih tinggi (0,1 M).



Gambar 4.16 Hasil estimasi terhadap energi celah pita setelah proses annealing sampel A<sub>2</sub> ( $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{NaOH } 0,4 \text{ M}$ ).



Gambar 4.17 Hasil estimasi terhadap energi celah pita setelah proses annealing sampel B<sub>2</sub> (Zn(Ac)<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O + NaOH 0,2 M).



Gambar 4.18 Hasil estimasi terhadap energi celah pita setelah proses annealing sampel C<sub>2</sub> (Zn(Ac)<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O + NaOH 0,1 M).

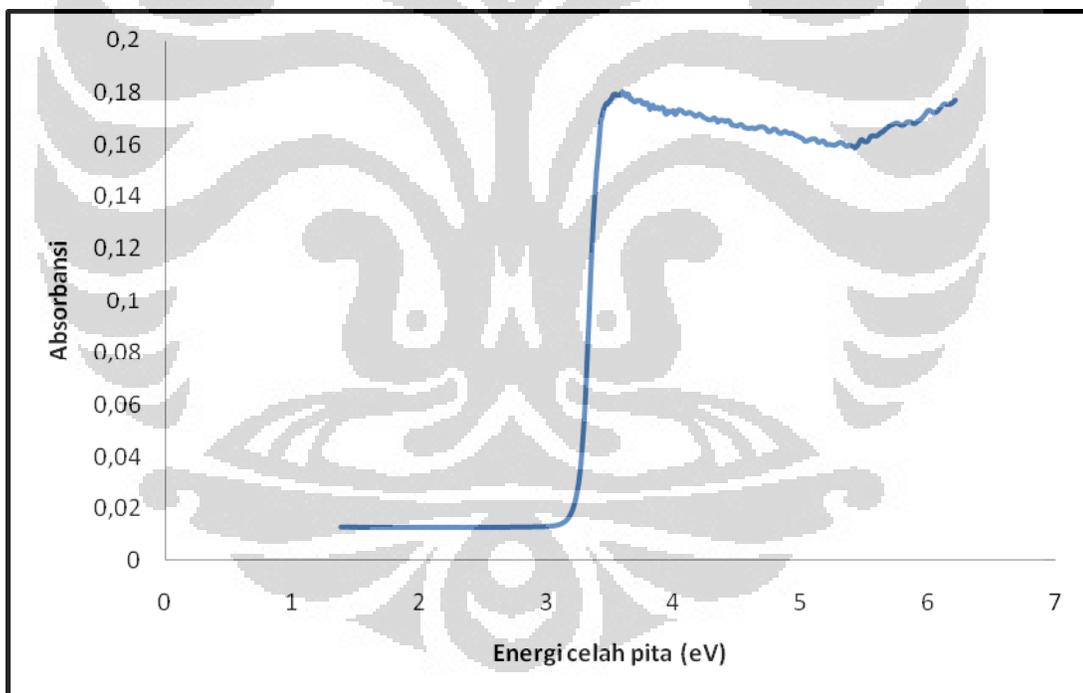
Tabel 4.17 Energi celah pita nanopartikel ZnO setelah proses annealing berdasarkan perbedaan konsentrasi NaOH.

Sampel	Konsentrasi NaOH (Molaritas)	Energi celah pita (eV)
A <sub>2</sub>	0,1	3,15
B <sub>2</sub>	0,2	3,18
C <sub>2</sub>	0,4	3,20

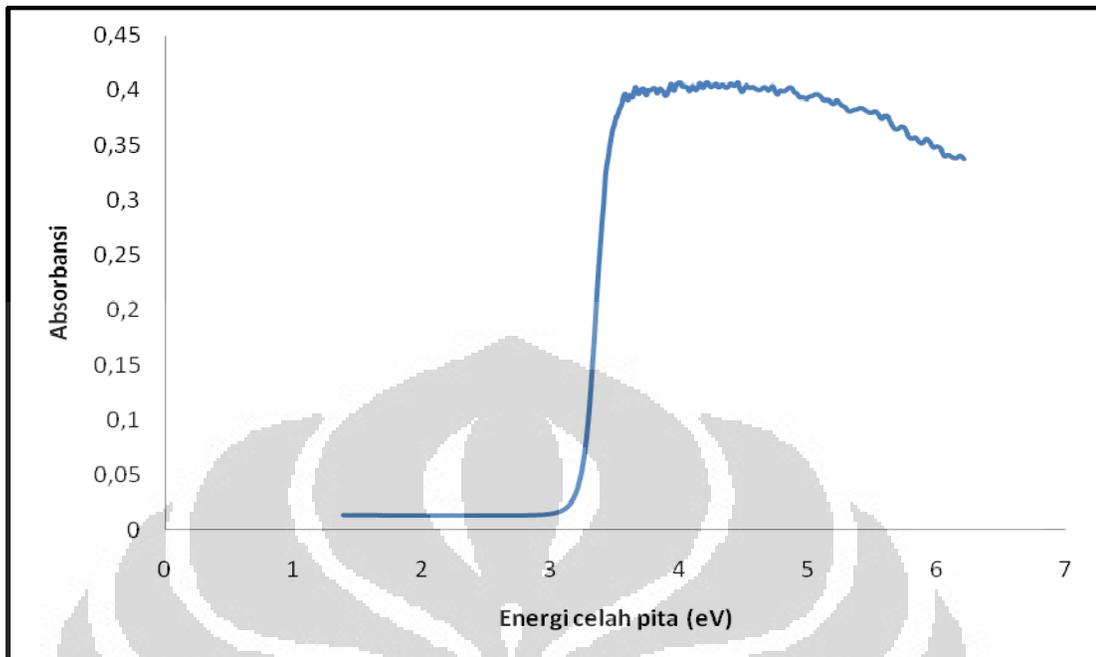
#### 4.3.3 Pengujian Difraksi UV-Vis Hasil Hidrotermal

Pada pengujian hasil UV-Vis pada kondisi hidrotermal ini sangat berbeda dengan proses pengeringan dan anil. Pada gambar 4.19 – 4.21 terdapat hasil yang sangat bagus. Pada pengujian UV-Vis memperlihatkan spektrum absorbansi UV-Vis sampel nanopartikel ZnO proses pengendapan kimia basah dengan variasi konsentrasi larutan natrium hidroksida 0,4; 0,2; 0,1 M. Dari hasil gambar tersebut dapat dilihat bahwa tingkat spektrum absorbansi mengalami penurunan yang signifikan seiring dengan berkurangnya konsentrasi penetes larutan natrium hidroksida di dalam larutan prekursor  $Zn(CH_3COOH)_2 \cdot 2H_2O$ . Hal ini memang dapat dipahami karena sampel pada kondisi ini dilakukan pemanasan menggunakan autoclave reaktor hidrotermal dan dipertahankan pada temperatur ( $150^{\circ}C$ ) selama 24 jam, karena secara visual hasil serbuk yang didapatkan pada kondisi hidrotermal ini ikatan antar suatu atom dapat saling menyatu dan lebih kaku dibandingkan dengan proses kondisi pengeringan dan anil. Dari hasil pengujian serbuk ZnO nanopartikel menggunakan UV-Vis dapat disimpulkan bahwa pada material ini sudah dapat digunakan untuk daya fotokatalitik yang lebih baik daripada hasil proses pengeringan dan anil. Selanjutnya untuk penghitungan energi celah pita (*band gap energy*) dari setiap sampel nanopartikel ZnO pada variasi konsentrasi larutan natrium hidroksida dengan menggunakan metode Kubelka – Munk dapat

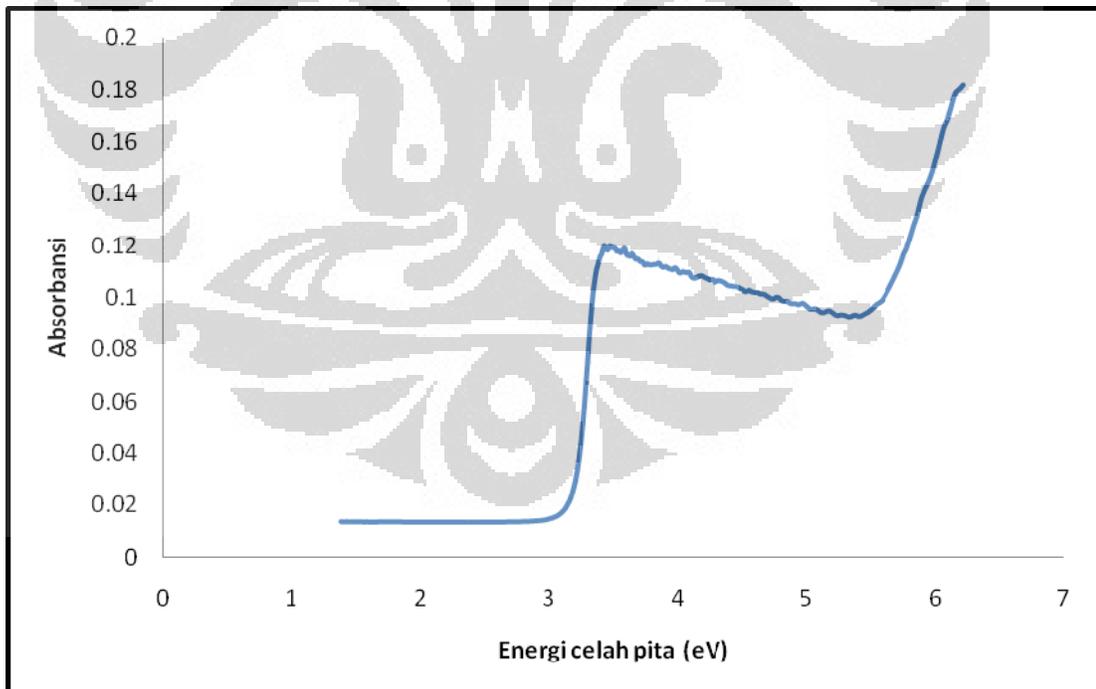
ditunjukkan pada tabel 4.18. Dari hasil pada tabel 4.18 tersebut, maka dapat dilihat dengan jelas perbedaan energi celah pita, bahwa dengan semakin besarnya tingkat penggunaan konsentrasi larutan natrium hidroksida di dalam larutan prekursor  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  maka semakin kecil nilai energi celah pita sampel nanopartikel ZnO tersebut. Hal ini mengindikasikan bahwa eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi bergantung pada besar dan kecilnya konsentrasi penggunaan natrium hidroksida sebagai reaksi pembentukan ZnO nanopartikel. Semakin kecil nilai energi celah pita suatu sampel maka akan semakin mudah untuk mentransfer energi dari pita valensi ke pita konduksi. Dalam penelitian sintesis ZnO nanopartikel metode pengendapan kimia basah pada kondisi hidrotermal didapatkan energi celah pita yang optimum digunakan adalah dengan penggunaan konsentrasi natrium hidroksida yang lebih tinggi (0,4 M).



Gambar 4.19 Hasil estimasi terhadap energi celah pita setelah proses hidrotermal sampel A<sub>3</sub> ( $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{NaOH } 0,4 \text{ M}$ ).



Gambar 4.20 Hasil estimasi terhadap energi celah pita setelah proses annealing sampel B<sub>3</sub> ( $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{NaOH } 0,2 \text{ M}$ ).



Gambar 4.21 Hasil estimasi terhadap energi celah pita setelah proses annealing sampel C<sub>3</sub> ( $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{NaOH } 0,1 \text{ M}$ ).

Tabel 4.18 Energi celah pita nanopartikel ZnO setelah proses hidrotermal berdasarkan perbedaan konsentrasi NaOH

Sampel	Konsentrasi NaOH (Molaritas)	Energi celah pita (eV)
A <sub>3</sub>	0,1	3,24
B <sub>3</sub>	0,2	3,22
C <sub>3</sub>	0,4	3,07

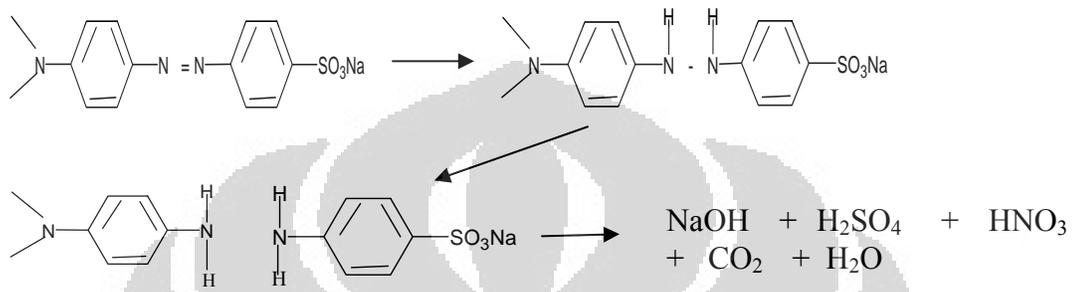
#### 4.4. Uji kinerja fotokatalitik ZnO dalam penyisihan zat warna methyl orange

Pada penelitian ini digunakan larutan methyl orange yang mewakili keberadaan zat warna organik pada limbah industri tekstil dan rumah tangga. Methyl orange ( $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$ ) merupakan kelompok senyawa azo jenis p-dimethylamino-azobenzenesulfonic acid yang banyak digunakan dalam industri tekstil. Methyl orange ini bersifat toksik, namun murah dan mudah didapat sebagai zat warna. Kondisi ini yang menjadi pertimbangan dalam pemilihan uji aktifitas fotokatalitik. Uji aktivitas fotokatalitik digunakan dalam penyisihan zat warna methyl orange. Proses fotokatalitik pada larutan methyl orange dapat dilihat pada Gambar 4.22.



Gambar 4.22 Proses fotokatalitik methyl orange

Pada Gambar 4.22 terlihat proses fotokatalitik methyl orange dilakukan pada reaktor yang berisi 500 ml larutan methyl orange 10 ppm dengan kadar katalis ZnO 0,3 g/ml. Proses fotokatalitik menggunakan lampu UV sebanyak 5 buah (@ 10 watt). Mekanisme reaksi yang terjadi pada proses fotokatalitik pada Gambar 4.22.



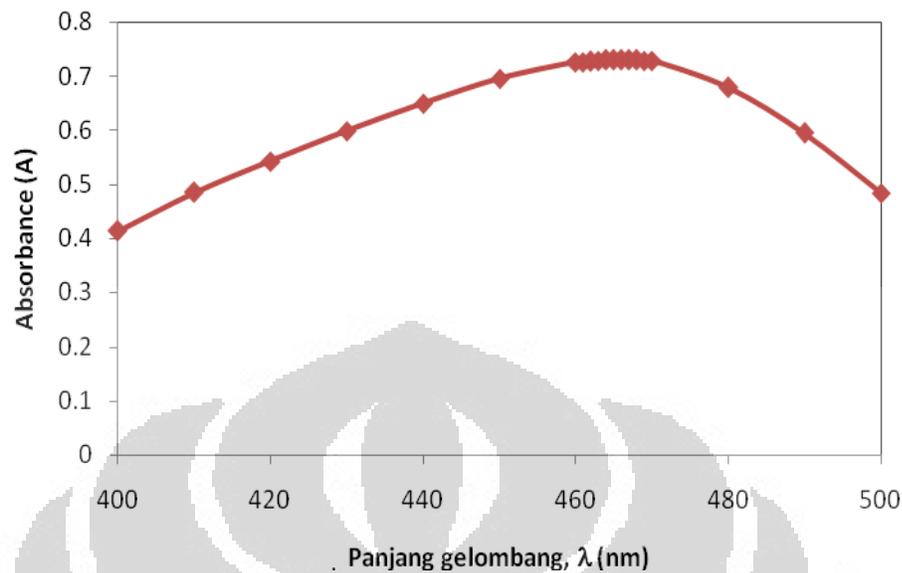
Gambar 4.23 Mekanisme fotokatalitik methyl orange [41]

Pada Gambar 4.23 terlihat senyawa-senyawa intermediate yang terbentuk ketika methyl orange mengalami proses fotokatalitik. Pada akhir proses fotokatalitik akan terbentuk senyawa NaOH, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HNO<sub>3</sub>, CO<sub>2</sub>, dan H<sub>2</sub>O yang tak berwarna.

Pada penelitian ini dilakukan analisa UV-Vis untuk mengetahui konsentrasi methyl orange yang tersisa setelah proses fotokatalitik. Konsentrasi methyl orange dapat ditentukan dengan membuat kurva kalibrasi terlebih dahulu. Kurva kalibrasi dibuat dengan melakukan set UV-Vis pada panjang gelombang serapan maksimum (465 nm) untuk konsentrasi methyl orange sekitar 10 ppm.

#### 4.4.1. Panjang gelombang serapan maksimum methyl orange

Hasil pengukuran panjang gelombang serapan maksimum menggunakan alat UV-Vis pada daerah panjang gelombang antara 400 nm samapi 500 nm dapat ditunjukkan pada Gambar 4.24.

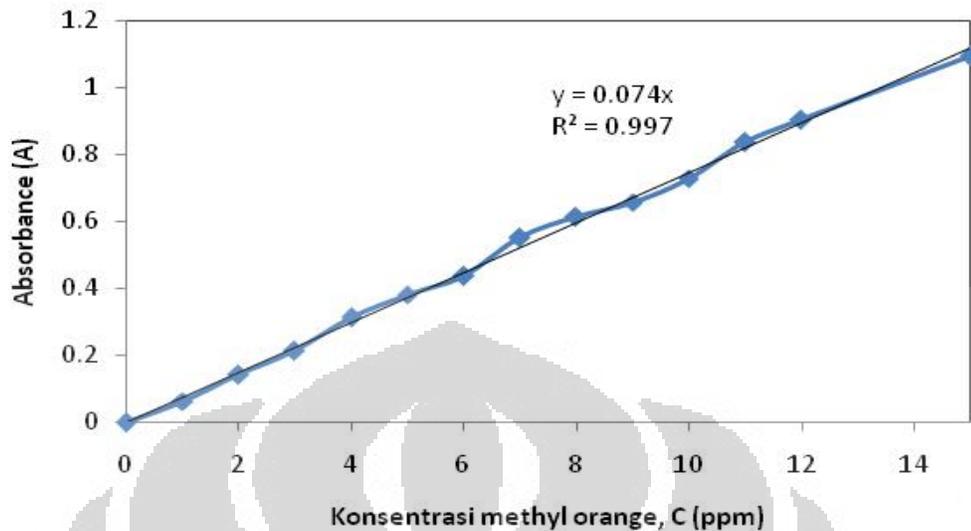


Gambar 4.24 Panjang gelombang serapan maksimum methyl orange

Pada Gambar 4.24 menunjukkan panjang gelombang serapan maksimum untuk methyl orange adalah 465 nm. Hasil penentuan panjang gelombang maksimum untuk methyl orange hampir sama dengan penelitian Yuni Dhamayanti (2005) sebesar 466 nm.

#### 4.4.2. Kurva kalibrasi methyl orange

Penentuan konsentrasi methyl orange hasil proses fotokatalitik ditentukan dari kurva kalibrasi hubungan absorbance (A) dengan konsentrasi methyl orange. Pembuatan kurva kalibrasi methyl orange dilakukan dalam range 1 ppm sampai 15 ppm dengan interval konsentrasi 1 ppm pada panjang gelombang maksimum 465 nm. Kurva kalibrasi methyl orange dapat ditunjukkan pada Gambar 4.25.

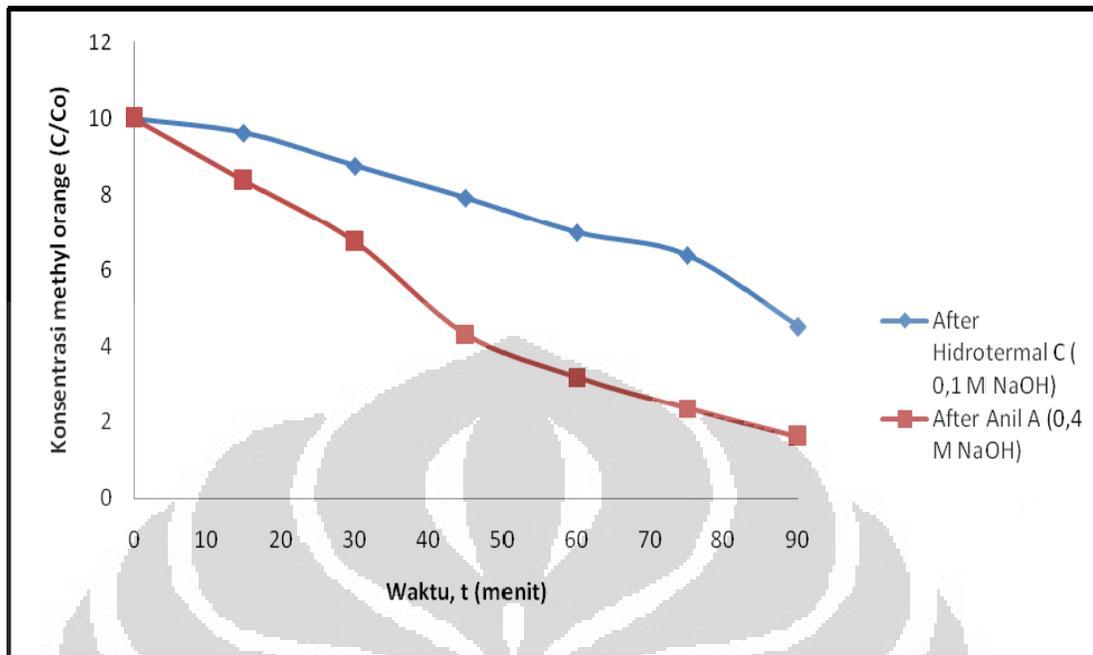


Gambar 4.25 Kurva kalibrasi methyl orange

Pada Gambar 4.25 terlihat hubungan absorbance (A) dengan konsentrasi methyl orange yang ditunjukkan pada persamaan:  $y = 0,074 x$ ; dimana y adalah absorbance dan x adalah konsentrasi methyl orange. Kurva kalibrasi methyl orange ini berguna untuk membandingkannya dengan hasil penyisihan methyl orange pada proses fotokatalitik, pengujian konsentrasi sebelum dan sesudah proses fotokatalitik dengan menggunakan UV-Vis dilakukan di laboratorium analisis kimia Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI Metalurgi Puspittek Serpong).

#### 4.4.3 Pengaruh jenis katalis ZnO nanopartikel dari prekursor $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ pada perubahan konsentrasi methyl orange (C/Co).

Pada pengujian fotokatalitik ini sebagai mewakili serbuk nanopartikel ZnO kondisi hidrotermal pada suhu  $150\text{ }^\circ\text{C}$  selama 24 jam dengan konsentrasi larutan natrium hidroksida 0,1 M. Pengaruh jenis katalis ZnO dari prekursor  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dalam proses fotokatalitik ditunjukkan pada Gambar 4.26.



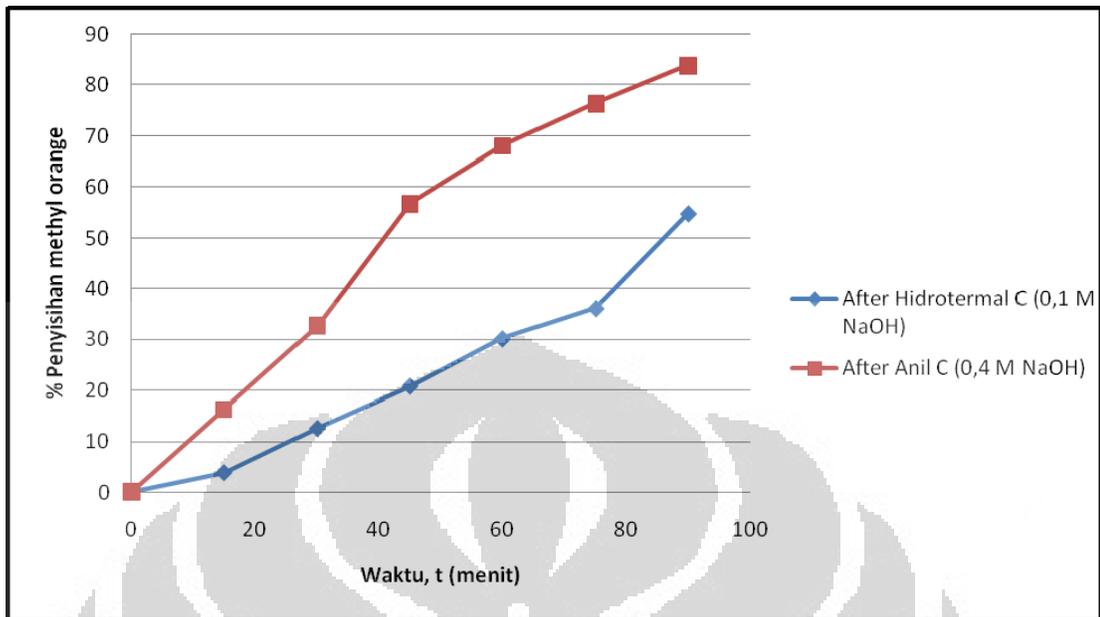
Gambar 4.26 Perubahan konsentrasi methyl orange menggunakan katalis ZnO dari prekursor  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Pada Gambar 4.26 terlihat bahwa konsentrasi methyl orange semakin kecil (berkurang) pada katalis ZnO nanopartikel seiring dengan bertambahnya waktu pengambilan larutan methyl orange pada reaktor fotokatalitik. Pada pengujian fotokatalitik ini serbuk ZnO nanopartikel setelah proses anil pada konsentrasi larutan natrium hidroksida 0,4 M lebih banyak menurunkan konsentrasi larutan limbah methyl orange dibandingkan dengan serbuk ZnO nanopartikel setelah proses hidrotermal. Hal ini dikarenakan pada proses anil ini terdapatnya struktur ZnO nanopartikel yang masih bersifat amorphus dan masih adanya senyawa pengotor selain ZnO nanopartikel yang dapat berpengaruh pada proses fotokatalitik tersebut. Penyebab penurunan konsentrasi methyl orange setelah proses fotokatalitik pada ZnO dikarenakan pada katalis dengan pemilihan ini mempunyai ukuran partikel yang relatif lebih kecil dan kandungan senyawa organik lebih sedikit dari pada ZnO nanopartikel yang lainnya. Kandungan senyawa organik yang terlalu banyak dapat menghambat proses fotokatalitik. Pada gambar diatas menunjukkan juga bahwa serbuk nanopartikel ZnO berperan aktif dalam penurunan konsentrasi methyl orange, hal ini dapat dipahami bahwa

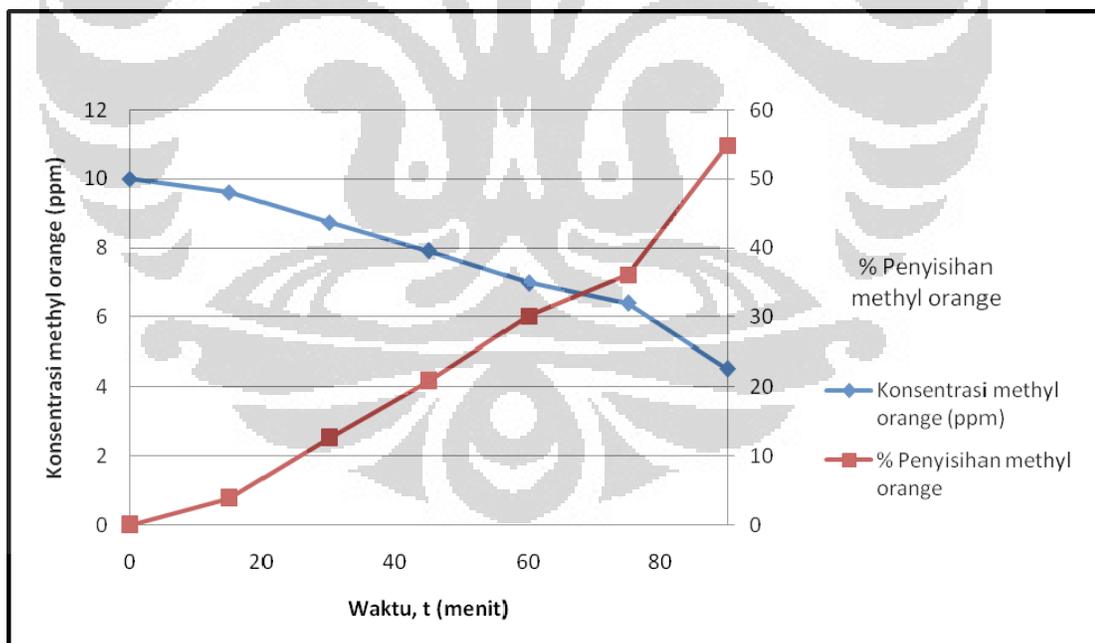
serbuk nanopartikel ZnO dengan metode hidrotermal sudah mempunyai daya fotokatalitik yang signifikan.

#### **4.4.4 Pengaruh jenis katalis ZnO nanopartikel dari prekursor $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ pada perubahan % removal methyl orange.**

Penurunan konsentrasi methyl orange yang semakin besar akan menyebabkan % removal methyl orange setelah proses fotokatalitik semakin besar pula. Pengaruh jenis katalis ZnO dari prekursor  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  pada perubahan % removal methyl orange dalam proses fotokatalitik ditunjukkan pada Gambar 4.27. Pada Gambar 4.27 tersebut pengujian fotokatalitik ini serbuk ZnO nanopartikel setelah proses anil pada konsentrasi larutan natrium hidroksida 0,4 M lebih banyak menyisihkan % removal methyl orange dibandingkan dengan serbuk ZnO nanopartikel setelah proses hidrotermal. Hal ini dikarenakan pada proses anil ini terdapatnya struktur ZnO nanopartikel yang masih bersifat amorphus dan masih adanya senyawa pengotor selain ZnO nanopartikel yang dapat berpengaruh pada proses fotokatalitik tersebut. Pada gambar tersebut menunjukkan juga bahwa serbuk nanopartikel ZnO berperan aktif dalam penyisihan limbah methyl orange, hal ini dapat dipahami bahwa serbuk nanopartikel ZnO dengan kondisi anil ini sudah mempunyai daya fotokatalitik yang signifikan bila dibandingkan dengan hasil pada metode hidrotermal.



Gambar 4.27 Perubahan % penyisihan methyl orange pada proses fotokatalitik menggunakan katalis ZnO dari prekursor  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .



Gambar 4.28 Hubungan konsentrasi dan % penyisihan methyl orange terhadap waktu (menit) menggunakan katalis ZnO nanopartikel pada kondisi hidrotermal dengan konsentrasi NaOH 0,1 M.

Pada Gambar 4.28 terlihat hubungan antara konsentrasi methyl orange (ppm) dan % penyisihan methyl orange, dimana terdapat hubungan yang berpengaruh terhadap penggunaan katalis serbuk ZnO nanopartikel didalam proses fotokatalitik. Semakin lama waktu reaksi maka akan semakin berkurangnya konsentrasi methyl orange (limbah organik), dan sebaliknya pengaruh katalis ZnO nanopartikel ini akan menyisihkan methyl orange dengan bertambahnya waktu reaksi dalam reaktor fotokatalitik tersebut.



Gambar 4.29 Hasil proses fotokatalitik larutan methyl orange menggunakan katalis nanopartikel seng oksida (ZnO) dari prekursor  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

Pada Gambar 4.29 terlihat perubahan warna methyl orange menjadi berkurang seiring dengan bertambahnya waktu penganbilen di dalam reaktor fotokatalitik setelah 90 menit setelah mengalami proses fotokatalitik dengan katalis nanopartikel seng oksida (ZnO) dari prekursor  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Tetapi dalam proses ini masih adanya zat warna methyl orange karena penggunaan katalis serbuk ZnO ini relatif sedikit (0,3 gram) dan waktu yang relatif cukup cepat. Proses fotokatalitik dengan katalis nanopartikel seng oksida (ZnO) mampu mendegradasi methyl orange menjadi senyawa baru  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{NaOH}$ ,  $\text{CO}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}$ .

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1. Kesimpulan

Penelitian yang telah dilakukan dalam sintesis dan karakterisasi nanopartikel zink oksida (ZnO) dengan metode proses pengendapan kimia basah dan hidrotermal untuk aplikasi fotokatalisis dapat ditarik beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Sintesis nanopartikel ZnO dari prekursor  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dapat dilakukan dengan metode reaksi pengendapan kimia basah dengan cara melarutkannya dengan pelarut etanol absolut. Kehadiran dari pencampuran larutan natrium hidroksida (NaOH) berperan besar untuk menghasilkan reaksi pengendapan garam dari zink oksida selama proses pelarutannya. Hasil pengujian karakterisasi XRD dan UV-Vis mengkonfirmasi secara kualitatif dalam penggunaan variasi konsentrasi larutan natrium hidroksida untuk menghasilkan pengendapan dari garam zink oksida tersebut.
2. Hasil pengujian karakterisasi XRD kondisi pengeringan diperoleh ukuran kristal rata-rata pada konsentrasi NaOH dari ke kecil yang besar, 26,25; 11,69; dan 8,75 nm. Dimana semakin besar konsentrasi sintesis ZnO nanopartikel maka akan semakin kecil ukuran rata-rata dari suatu material tersebut pada proses pengeringan ini.
3. Hasil pengujian karakterisasi XRD kondisi anil diperoleh ukuran kristal rata-rata pada konsentrasi NaOH dari ke kecil yang besar, 34,48; 30,10; dan 25,96 nm. Dimana semakin besar konsentrasi sintesis ZnO nanopartikel maka akan semakin kecil ukuran rata-rata dari suatu material tersebut pada proses anil ini.
4. Hasil pengujian karakterisasi XRD kondisi hidrotermal diperoleh ukuran kristal rata-rata pada konsentrasi NaOH dari ke kecil yang besar, 31,88; 33,18; dan 34,37 nm. Dimana semakin besar konsentrasi sintesis ZnO nanopartikel maka akan semakin besar ukuran rata-rata dari suatu material tersebut pada proses hidrotermal ini.

5. Hasil pengujian karakterisasi UV-Vis kondisi pengeringan diperoleh energi celah pita pada konsentrasi NaOH dari ke kecil yang besar, 3,18; 3,23; dan 3,24 eV. Dimana semakin besar konsentrasi sintesis ZnO nanopartikel pada penelitian ini maka akan semakin besar energi celah pita dari suatu material tersebut pada proses pengeringan ini.
6. Hasil pengujian karakterisasi UV-Vis kondisi anil diperoleh energi celah pita pada konsentrasi NaOH dari ke kecil yang besar, 3,15; 3,18; dan 3,20 eV. Pada proses ini nilai energi celah pita tidak jauh berbeda dibandingkan dengan proses pengeringan. Dimana semakin besar konsentrasi sintesis ZnO nanopartikel pada penelitian ini maka akan semakin besar energi celah pita dari suatu material tersebut pada proses anil ini ini.
7. Hasil pengujian karakterisasi UV-Vis kondisi hidrotermal diperoleh energi celah pita pada konsentrasi NaOH dari ke kecil yang besar, 3,24; 3,22; dan 3,07 eV. Dimana semakin besar konsentrasi sintesis ZnO nanopartikel pada penelitian ini maka akan semakin kecil energi celah pita dari suatu material tersebut pada proses pengeringan ini.
8. Katalis *nanopartikel* ZnO dalam penelitian ini, hasil proses pengendapan kimia basah pada kondisi hidrotermal cukup efektif dalam menyisihkan methyl orange sebesar 54,86 % dalam waktu 90 menit, sedangkan pada kondisi anil dapat menyisihkan methyl orange sebesar 83,91 % dalam waktu 90 menit.

## 5.2. Saran

Saran yang dapat diberikan untuk meningkatkan kemampuan katalis ZnO hasil proses sintesis pengendapan kimia basah dan hidrotermal dalam menyisihkan zat warna methyl orange atau limbah organik lainnya adalah dengan melapisi (*doping*) nanopartikel ZnO tunggal dengan material oksida lainnya atau dengan absorben dan zeolit. Dan untuk meningkatkan intensitas kristalin ZnO adalah dengan melakukan post treatment, pemurnian katalis ZnO dari pengotor organik dan inorganik yang menghambat proses fotodegradasi.

## Daftar Pustaka

- [1]. Slamet, R. Arbianti, dan Daryanto. MAKARA, TEKNOLOGI, VOL. 9, NO. 2, NOPEMBER 2005: 66-71
- [2]. \_\_\_\_\_, [www.msds.go.id](http://www.msds.go.id), “ *Material Safety Data Sheet (MSDS) for Phenol*, 2005
- [3]. \_\_\_\_\_, [www.bapedal.go.id](http://www.bapedal.go.id), Keputusan Menteri Lingkungan Hidup RI No. 51/MENLH/10/1995, *tentang Baku Mutu Limbah Cair Bagi Kegiatan Industri*, 2001.
- [4]. \_\_\_\_\_, Keputusan Menteri Kesehatan RI No. 907/MENKES/SK/ VIII 2002, *tentang Syarat-syarat dan Pengawasan Kualitas Air Minum*, 2002.
- [5]. Slamet, Meta Ellyana dan Setijo Bismo, *Modifikasi Zeolit Alam Lampung Dengan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>*, Bab I Pendahuluan, Hal 2 (2008), Departemen Teknik Kimia FT UI.
- [6]. D. Dumitriu, *Photocatalytic Degradation of Phenol by TiO<sub>2</sub> Thin Film Prepared by Sputtering*, *Appl. Catal. B. Environ.*, 25 (2002) 83-92.
- [7]. M. Bideau , B. Claudel, C. Dubien, L. Faure, and H. Kazouan, *On the immobilization of titanium dioxide in photocatalytic oxidation spent waters*, *J. Photochem. Photobiol. A. Chemistry*, 91 (1995) 137-144.
- [8]. R.W. Matthews and S.R. McEvoy, *Destruction of Phenol in Water With Sun, Sand and Photocatalysis*, *Solar Energy*, 49 (6), (1992) 507-513.
- [9]. A. Toyoda, L. Zhang , T. Kanki , and N. Sano, *Degradation of Phenol in Aqueous Solution by TiO<sub>2</sub> Photocatalys Coated Rotating Drum Reactor*, *J. Chem. Eng. Japan*, 33 (2000) 188-191).
- [10]. N. Takeda, T. Torimoto, S. Sampath, Kuwabata, and H. Yoneyama, *Effect of Inert Support for Titanium Dioxide Loading on Enhancement of Photodecomposition Rate of Gaseous Propionaldehyde* , *J. Phys. Chem.*, 99 (1995) 9986-9991.

- [11]. H. Yoneyama and T. Torimoto, Titanium dioxide/adsorbent hybrid photocatalysts for photodestruction of organic substances of dilute concentration, *Catal. Today*, 58 (2000) 133-140.
- [12]. A.L. Linsebigler, G. Lu, J.T. Yates, *Chem. Rev.* 95 (1993) 735.
- [13]. J.M. Hermann, *Catal. Today* 53 (1999) 115.
- [14]. Sistem Penjernih Air Yang Tercemar Bakteri E. Coli Berbasis Fotokatalisis TiO<sub>2</sub> Yang Dikombinasikan Dengan Karbon Aktif, Sebagai persyaratan untuk memperoleh derajat Sarjana S1 Fisika pada Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Diponegoro, Semarang.
- [15]. Jarnuzi Gunlazuardi, 2001, Preparasi Lapisan tipis TiO<sub>2</sub> sebagai Fotokatalis : Keterkaitan antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis, *Jurnal Penelitian Universitas Indonesia* Volume 5, nomor 2, Seri Sains, Desember hal. 81-91.
- [16]. Osi Arutanti, Mikrajuddin Abdullah, Khairurijal, dan Hermawan Mahfudz, Penjernihan Air Dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalis pada Permukaan Titanium Oksida (TiO<sub>2</sub>), *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, Edisi Khusus, Agustus 2009.
- [17]. J. Gunlazuardi, Fotokatalis Pada Permukaan TiO<sub>2</sub>: Aspek Fundamental dan Aplikasinya, *Prosiding Seminar Nasional Kimia Fisika II*, Jakarta, 2001, hal. 1-15
- [18]. Gunlazuardi, Jarnuzi, "Fotokatalisis pada permukaan TiO<sub>2</sub> : Aspek dan Fundamentalnya" *Seminar Nasional Kimia Fisika II*. 14-15 Juni 2001.
- [19]. Three Bond Technical News, issued January, 2004.
- [20]. B. M. Jayanta, Synthesis and Characterization of ZnO Nano-Particles, In partial fulfillment for the award of the Degree of MASTER OF SCIENCE IN PHYSICS DEPARTMENT OF PHYSICS NATIONAL INSTITUTE OF TECHNOLOGY, ROURKELA-769008, ORISSA, INDIA
- [21]. E.M. Wong, P.C. Searson, *Appl. Phys. Lett.* 74 (1999) 2939.
- [22]. S. Choopun, R.D. Vispute, W. Noch, A. Balsamo, R.P.Sharma, T. Venkatesan, A. Iliadis, D.C. Look, *Appl. Phys.Lett.* 75 (1999) 3947.
- [23]. Banerjee, D, et al. *Large Hexagonal Arrays of Aligned ZnO Nanorods*. Material Science and Processing: Boston College. Oktober 2004.

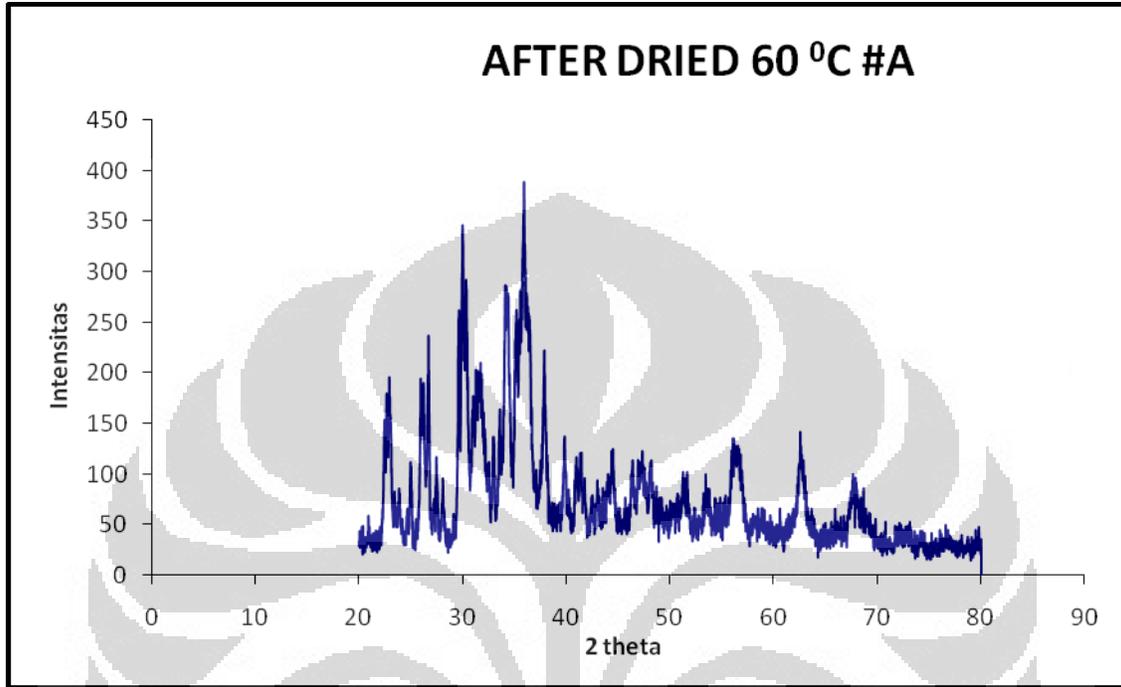
- [24] Hongxia, Zhang, et al. *Preparation of ZnO Nanorods Through Wet Chemical Method*. Elsevier: Harbin Engineering University. April 2007.
- [25]. Gunlazuardi, Jarnuzi, Diktat Perkuliahan Semikonduktor fotokatalitik Untuk Mahasiswa S-2 Departemen Kimia FMIPA-UI.
- [26]. Wikipedia. Zinc oxide. [http://en.wikipedia.org/wiki/zinc\\_oxide](http://en.wikipedia.org/wiki/zinc_oxide) (Diakses Maret 2011)
- [27]. Z. W. Zhou, W.M. Peng, S.Y. Ke, H. Deng, J. Mater. Proc. Technol. 89-90 (1999) 415.
- [28]. H. Kim, J.S. Horwitz, W.H. Kim, A.J. Makinen, Z.H. Kafafi, D.B. Chrisey, Thin solid film 420-421 (2002) 539.
- [29]. H. Kind, H.Q. yan, B. Messer, M. Law, P.D. Yang, Adv. Mater. 14 (2002) 158.
- [30]. J.B. Baxter, E.S. Aydil, Appl. Phys. Lett. 86 (2005) 053114GHH.
- [31]. Y. Chen, D. Bagnall and T. Yao, Mater. Sci. Eng. B., 2000, 75,190.
- [32]. P. Duran, F. Capel, J. Tartaj and C. Moure, J. Am. Ceram. Soc., 2001, 84, 1661.
- [33]. H-M. Lin, S- J. Tzeng, P-J. Hsiau and W-L. Tsai, Nanostruct. Mater., 1998, 10, 465.
- [34]. ITS Undergraduate, Bab I Pendahuluan, Metode Sintesis ZnO nanopartikel, hal 1 - 3 tahun 2007.
- [35]. Keishi, Nishio dan Toshio Tsuchiya. "Sol-Gel Processing of Thin Film with Metal Salts: *Handbook Sol gel science and Technology* Ed. Hiromitsu Kozuka. Kluwer Academic Publishers. Hal 59-75.
- [36]. ITS Undergraduate, Bab I Pendahuluan, Metode Sintesis ZnO nanopartikel, hal 4 - 7 tahun 2007.
- [37]. Byrappa, K., Yoshimura, M. "Handbook of Hydrothermal Technology: A Technology for Crystal Growth and Materials Processing". William Andrew Inc., 2001.
- [38]. [http://en.wikipedia.org/wiki/Hydrothermal\\_synthesis](http://en.wikipedia.org/wiki/Hydrothermal_synthesis) (diakses pada tanggal 28 Maret 2011, pukul 16.00WIB).
- [39]. Akhmad herman Yuwono, Binghai Liu, Junmien Xue, John Wang, Hendry Izaac Elim, Wei Ji, and Timothy John White. "Controlling the crystallinity and nonlinear

- optical properties of transparent TiO<sub>2</sub>-PMMA." *Journal of Materials Chemistry*, 2004: 2978-2987.
- [40]. Alfian Ferdiansyah, Akhmad Herman Yuwono, Tego Hadi Pujianto, B.Munir. "Pengaruh Konsentrasi batrium hidroksida dan temperatur anil terhadap struktur nano dan tingkat kristalinitas TiO<sub>2</sub> nanotubes." *Seminar Material Metalurgi 2009*. Serpong: Pusat Penelitian Metalurgi Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, 2009. 284-294.
- [41]. Poubabae et al, 2005 dan Dhamayanti et al., 2005

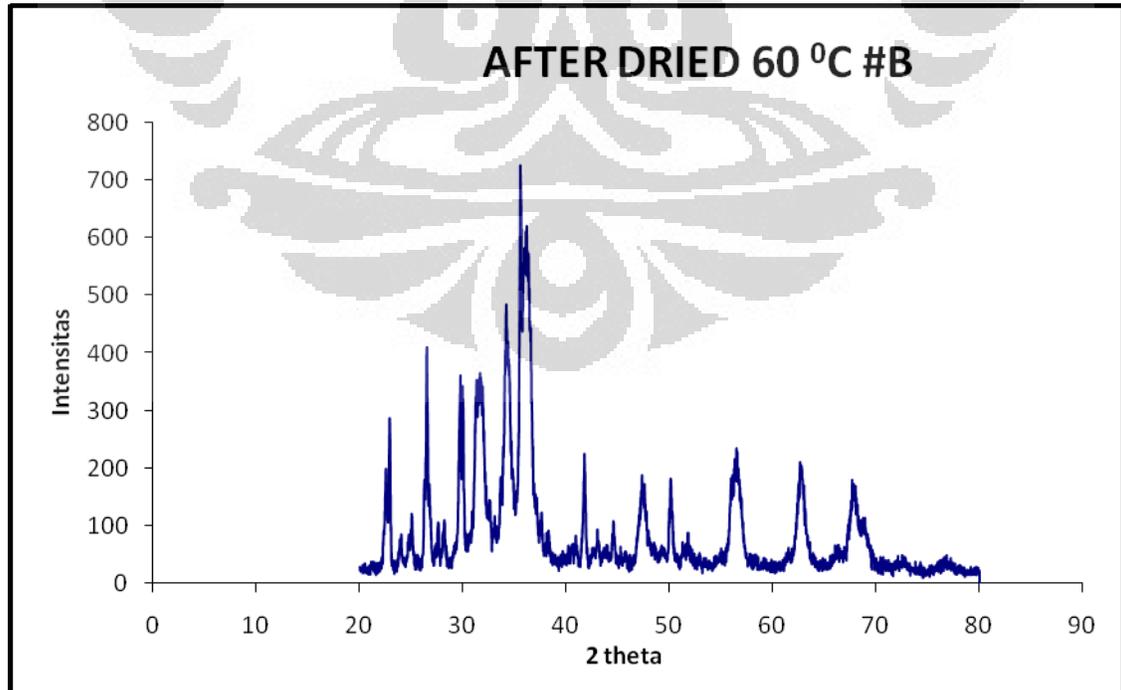


# LAMPIRAN

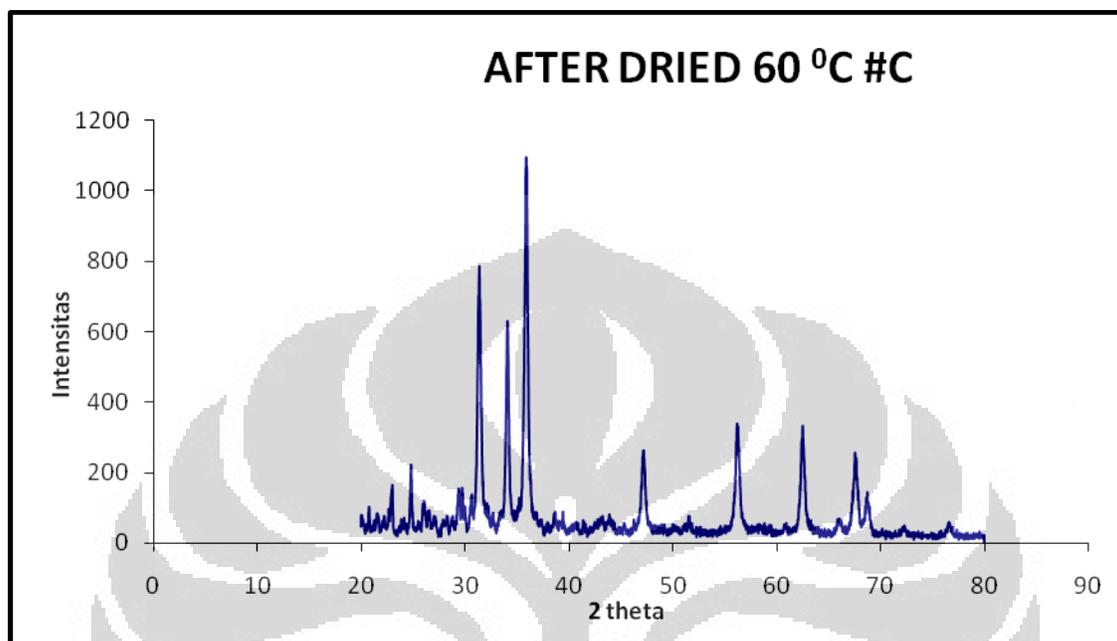
Lampiran 1



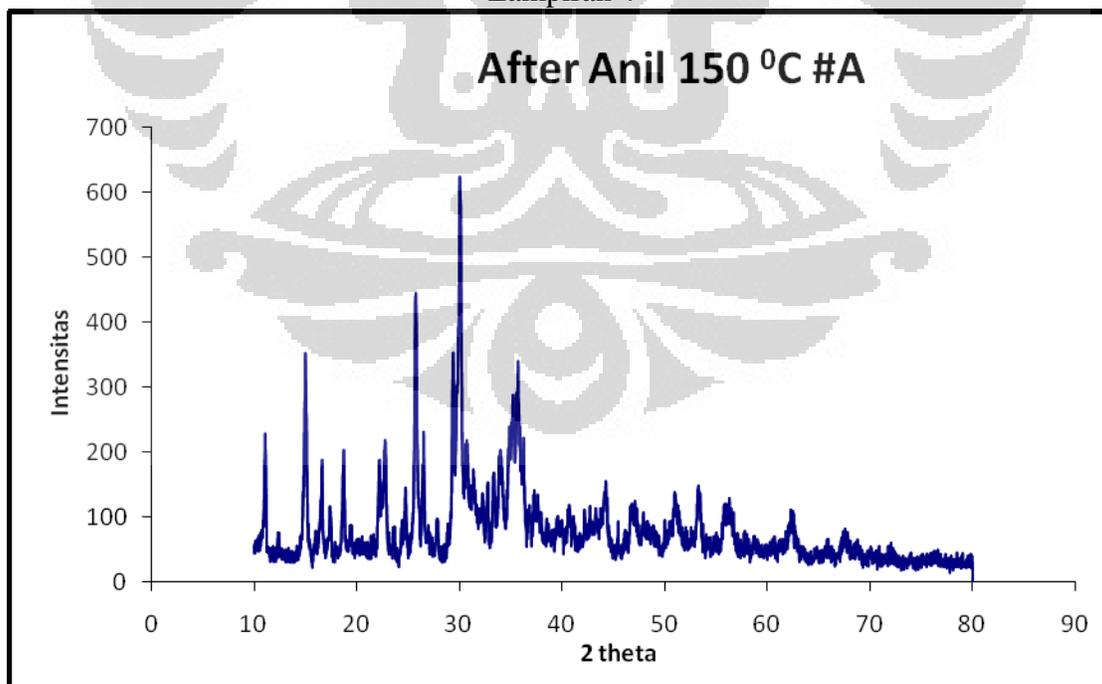
Lampiran 2



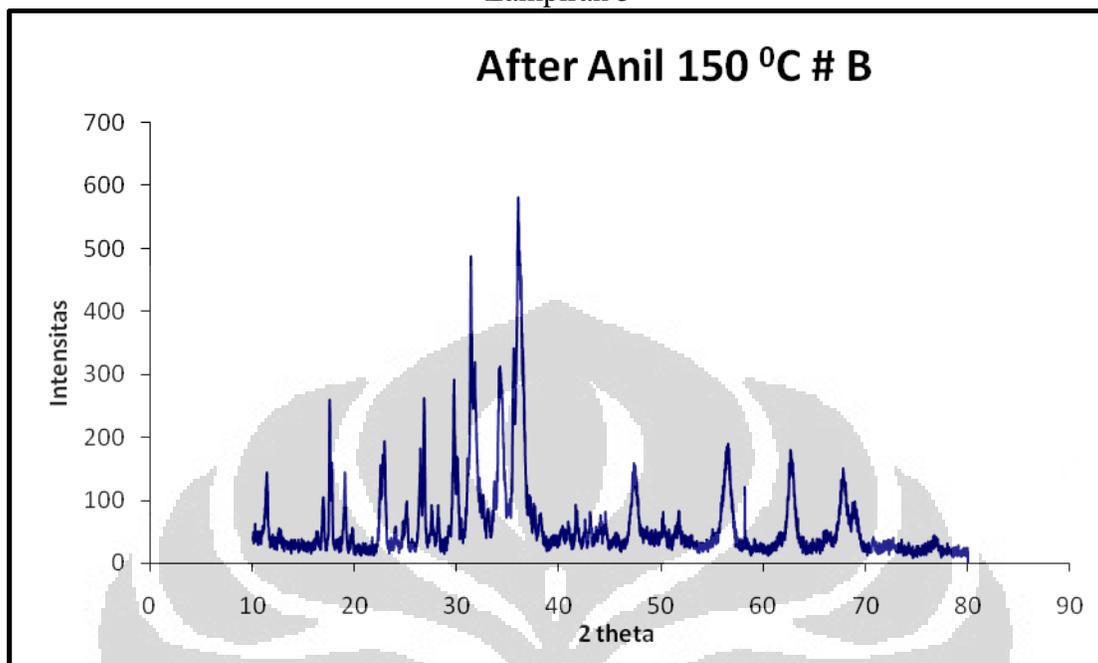
Lampiran 3



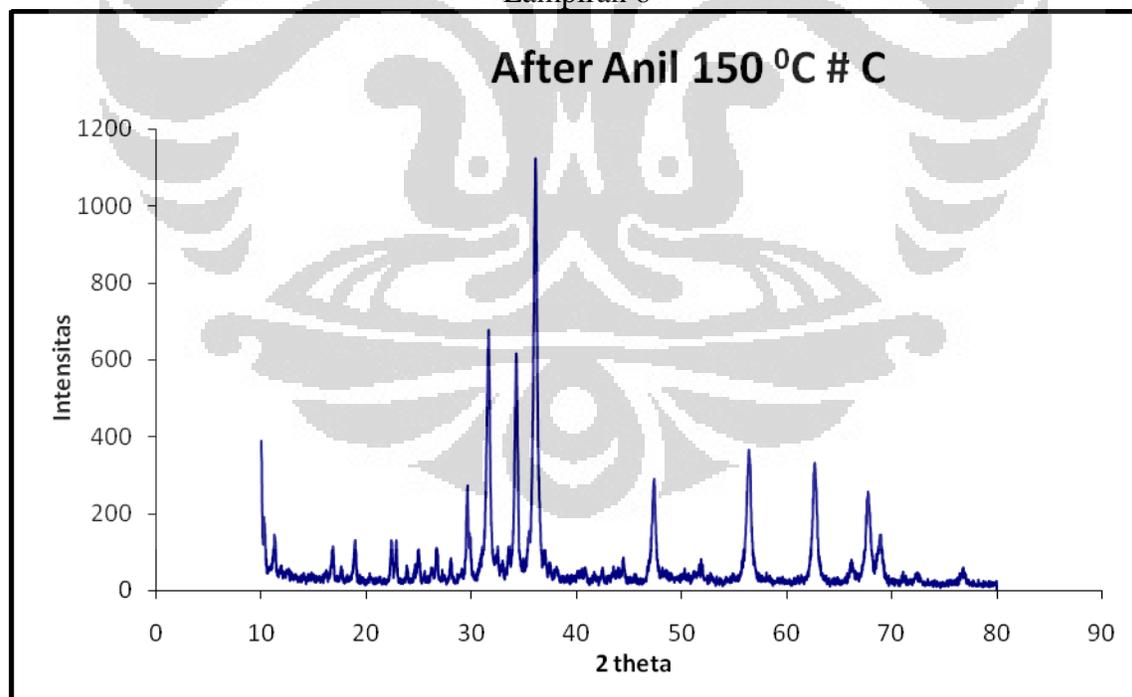
Lampiran 4



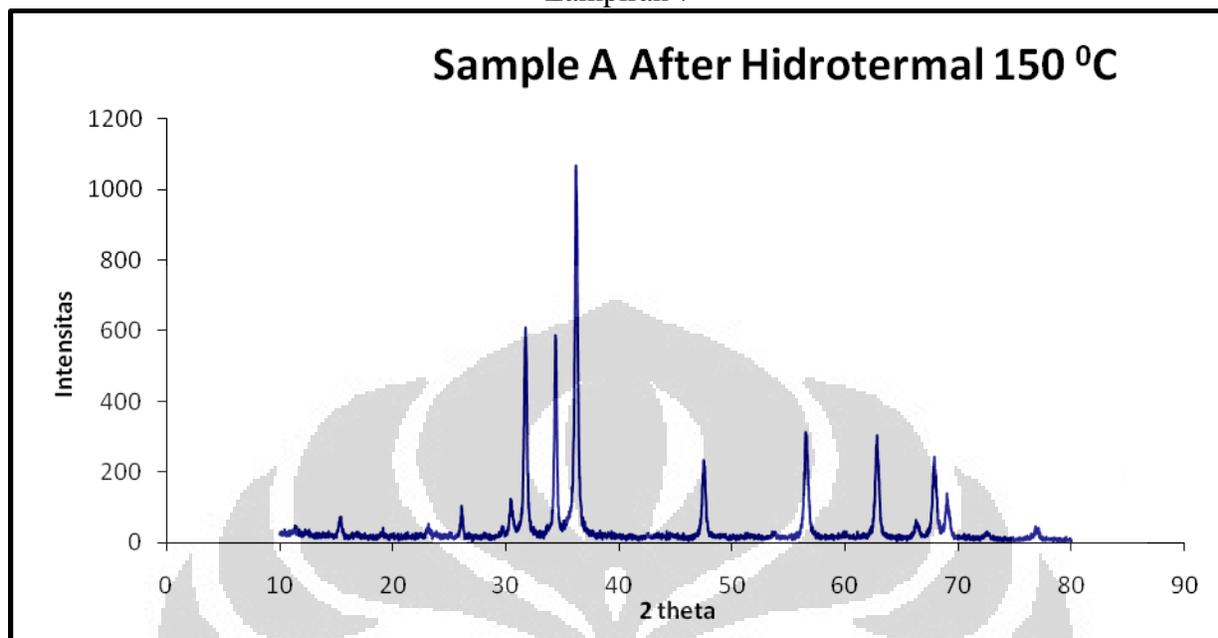
Lampiran 5



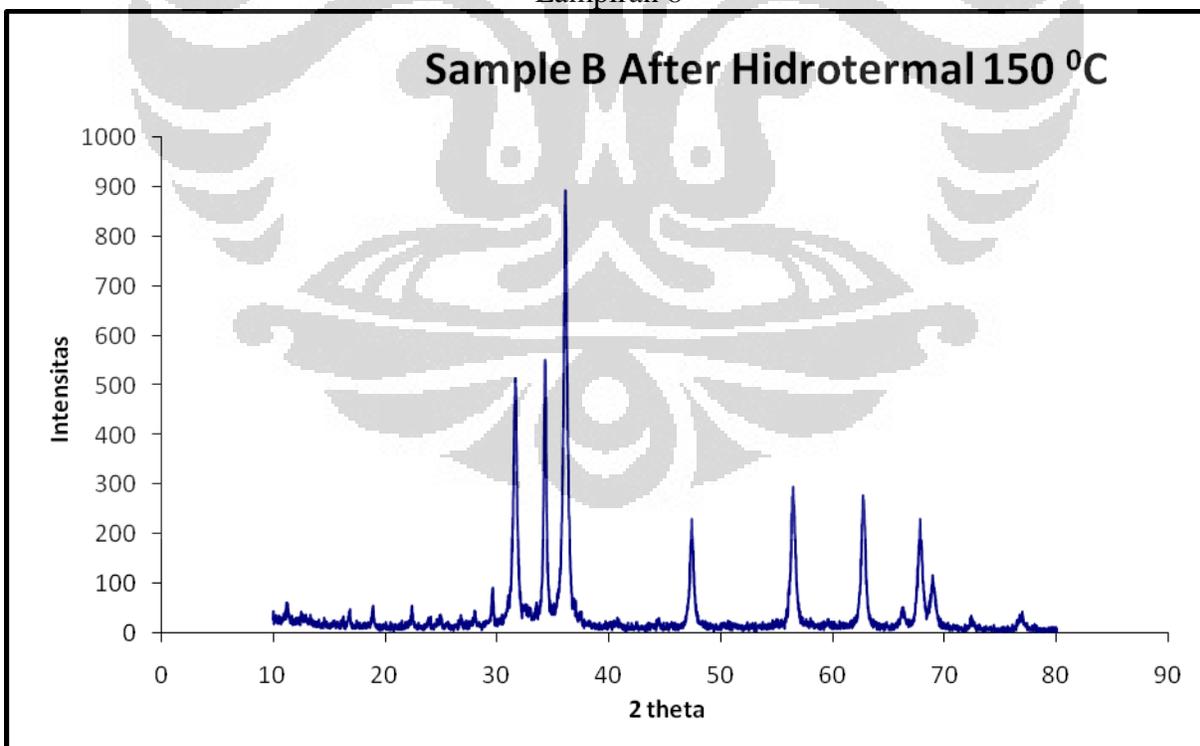
Lampiran 6



Lampiran 7



Lampiran 8



## Lampiran 9

