



UNIVERSITAS INDONESIA

SISTESIS DAN KARAKTERISTIK FOTOKATALIS Fe^{2+} -ZnO
BERBASIS ZEOLIT ALAM

SKRIPSI

ROMAIDA HUTABARAT
0806455875

FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI DAN MATERIAL
DEPOK
JANUARI 2012



UNIVERSITAS INDONESIA

SISTESIS DAN KARAKTERISTIK FOTOKATALIS Fe^{2+} -ZnO
BERBASIS ZEOLIT ALAM

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik

ROMAIDA HUTABARAT
0806455875

FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI DAN MATERIAL
DEPOK
JANUARI 2012

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Romaida Hutabarat

NPM : 0806455875

Tanda Tangan : 

Tanggal : 24 Januari 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh

Nama : Romaida Hutabarat
NPM : 0806455875
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Judul Skripsi : Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Fe^{2+} -ZnO Berbasis Zeolit Alam

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.

DEWAN PENGUJI

Pembimbing 1 : Prof. Dr. Ir. Anne Zulfia Syahrial, M.Sc. (.....)

Pembimbing 2 : Prof. Dr.rer.nat Rosari Saleh (.....)

Penguji 1 : Dr.Ir.Akhmad Herman Yuwono,M.Phil.Eng. (.....)

Penguji 2 : Dr. Nofrijon, Ph.D. (.....)

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 24 Januari 2012

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT karena dengan rahmat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan serangkaian kegiatan Tugas Akhir dimulai dari tahap awal perancangan kegiatan, pelaksanaan hingga penyusunan skripsi ini. Kegiatan skripsi ini ditujukan untuk memenuhi mata kuliah wajib Skripsi yang berlaku di silabus kurikulum Departemen Metalurgi dan Material Fakultas Teknik Universitas Indonesia (DMM FTUI), yang juga merupakan salah satu persyaratan kelulusan dalam meraih gelar Sarjana Teknik.

Dalam melaksanakan rangkaian kegiatan tugas akhir ini tentunya penulis sangat terbantu oleh berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Prof. Dr. Ir. Anne Zulfia Syahrial, M.Sc. dan Prof. Dr.rer.nat Rosari Saleh selaku dosen pembimbing skripsi sekaligus pembimbing akademik yang telah banyak menyediakan waktu, tenaga dan pikiran dalam mengarahkan saya dalam melaksanakan kegiatan perkuliahan, penelitian hingga penyusunan skripsi ini;
2. Prof. Dr. –Ing. Ir. Bambang Suharno selaku Ketua Departemen yang turut memberi dukungan selama saya menjalani perkuliahan di DMM FTUI;
3. Kedua orang tua dan keluarga saya yang senantiasa memberikan pengertian, dukungan dan motivasi kepada saya dalam menyelesaikan rangkaian tugas akhir;
4. Dennie Widya Hutomo dan Trisilvia Ningsih sebagai sahabat dan rekan penelitian yang siap membantu dan menemani penulis dalam serangkaian proses penelitian;
5. Seluruh Bapak-Ibu staf pengajar DMM FTUI yang telah memberikan banyak ilmu kepada penulis selama menjalani kegiatan perkuliahan;
6. Seluruh staf Laboratorium Afiliasi Kimia – FMIPA UI yang telah membantu penulis dalam melakukan karakterisasi UV-Vis dan FT-IR;
7. Seluruh teman-teman penulis yang senantiasa memberikan semangat untuk menyelesaikan penyusunan skripsi.

Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi.

Depok, 24 Januari 2012

Penulis



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

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

Nama : Romaida Hutabarat
NPM : 0806455875
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Departemen : Teknik 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 FOTOKATALIS Fe²⁺-ZnO BERBASIS
ZEOLIT ALAM**

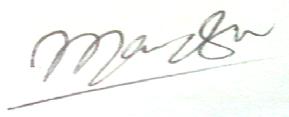
beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 24 Januari 2012

Yang menyatakan,



(Romaida Hutabarat)

ABSTRAK

Nama : Romaida Hutabarat
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Judul :

SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS Fe^{2+} -ZnO BERBASIS ZEOLIT ALAM

Fotokatalis Fe^{2+} -ZnO berbasis zeolit alam disintesis dengan variasi konsentrasi Fe (1%, 3%, 5%, dan 7%) untuk meningkatkan aktifitas fotokatalitik dari ZnO. Fotokatalis ZnO yang telah disintesis kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan *X-ray diffraction* (XRD), *energy dispersive X-ray* (EDX), *ultra-visible spectroscopy* (UV-vis), dan *fourier transform spectroscopy* (FT-IR). Metal jingga digunakan untuk mempelajari aktifitas fotokatalisis dari sampel. Hasil menunjukkan bahwa aktifitas fotokatalisis meningkat dengan penambahan konsentrasi Fe. Pendopongan ion Fe akan meningkatkan daerah spektrum dari sampel dan dapat menahan terjadinya rekombinasi dari pembentukan pasangan *electron-hole*.

Kata kunci:

Semikonduktor ZnO, Fe^{2+} , Fotokatalisis, Zeolit Alam.

ABSTRACT

Name : Romaida Hutabarat
Study Program : Metallurgy and Material Science Engineering
Title :

SYNTHESIS AND CHARACTERISTIC OF PHOTOCATHALYST Fe²⁺- ZnO ON NATURAL ZEOLITE BASED

Fe²⁺-ZnO photocatalyst on zeolit based were synthesis with varying Fe contents (1%, 3%, 5%, and 7%) for improving photocatalytic activity of the samples. The resulting of ZnO photocatalyst were characterized by *X-ray diffraction (XRD)*, *energy dispersive X-ray (EDX)*, *ultra-visible spectroscopy (UV-vis)*, and *fourier transform spectroscopy (FT-IR)*. Methyl orange was used to study photocatalytic activity of the samples. The result showed that photocatalytic activity increased with the higher of Fe concentration. The irons doped can enhance the region of spectral region absorption and suppress the recombination of photogenerated electron-hole pairs.

Keywords:

Semiconductor ZnO, Fe²⁺, Photocatalyst, Natural Zeolite

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR SINGKATAN	xv
DAFTAR RUMUS	xvi
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2. Perumusan Masalah.....	2
1.3. Tujuan Penelitian.....	3
1.4. Hipotesis	3
1.5. Ruang Lingkup Penelitian	3
1.6. Sistematika Penelitian	4
2. DASAR TEORI	6
2.1. Fotokatalis	6
2.1.1. Definisi Fotokatalis.....	6
2.1.2. Mekanisme Fotokatalis	7

2.1.3. Aplikasi Fotokatalis	9
2.2. Semikonduktor ZnO	10
2.3. <i>Doping</i> Logam Fe ²⁺	13
2.4. Zeolit Alam.....	16
3. METODOLOGI PENELITIAN	20
3.1. Diagram Alir Penelitian.....	20
3.2. Alat dan Bahan	21
3.2.1. Alat.....	21
3.2.2. Bahan	21
3.3. Proses Formulasi	23
3.4. Sintesis Fotokatalis Fe _x Zn _(1-x) O-Zeolit	24
3.5. Proses Pengadukan (<i>Stirring</i>)	25
3.6. Proses Pengendapan (<i>Precipitating</i>)	26
3.6. Proses <i>Ageing</i>	27
3.7. Proses Pengeringan (<i>Drying</i>).....	27
3.8. Karakterisasi Fotokatalis Fe _x Zn _(1-x) O-Zeolit	28
3.8.1. Pengujian Difraksi Sinar-X.....	28
3.8.2. Pengujian Spektroskopi <i>Energy Dispersive X-Ray</i> (EDX).....	30
3.8.3 Pengujian Spektroskopi UV-vis.....	31
3.8.4. Pengujian Spektroskopi Fourier Transform Infrared (FT-IR).....	32
3.8.5. Pengujian Aktivitas Fotokatalis	34
4. PEMBAHASAN.....	36
4.1. Sintesis Fotokatalis Fe _x Zn _(1-x) O berbasis Zeolit Alam	36
4.2. Karakterisasi Fotokatalis Fe _x Zn _(1-x) O berbasis Zeolit Alam.....	37

4.2.1. Analisis X-Ray Diffraction (X-Ray) pada Fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ berbasis Zeolit Alam.....	37
4.2.2. Analisis Energi Dipersive X-Ray (EDX) pada Fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ berbasis Zeolit Alam	43
4.2.3. Analisis Ultraviolet-Visible (UV-vis) Spektroskopi pada Fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ berbasis Zeolit Alam.....	44
4.2.4. Analisis Fourier Transform Infrared (FT-IR) Spektroskopi pada Fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ berbasis Zeolit Alam	46
4.2.5. Analisis Aktifitas Fotokatalisis Nanopartikel $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}/\text{Zeolit Alam}$ pada Fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ berbasis Zeolit Alam.....	48
5. KESIMPULAN	52
DAFTAR PUSTAKA	53
LAMPIRAN	58

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1. Potensial Oksidasi dari beberapa senyawa.....	7
Tabel 2.2. Sifat-sifat Clinoptilolite.....	19
Tabel 3.1. Simbol Penyederhanaan Rumus Sampel.....	24
Tabel 4.1. Nilai 2 θ kristal wurtzite (ZnO) dengan orientasi kisi kristal yang berbeda-beda	39
Tabel 4.2. Pengaruh konsentrasi Fe terhadap ukuran kristalit Fe _x Zn _(1-x) O/Zeolit Alam.....	42

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Mekanisme Fotokatalis TiO_2	8
Gambar 2.2. Struktur kristal Seng Oksida <i>Zincite</i> dan <i>Wurtzite</i>	12
Gambar 2.3. Absorbansi UV-Vis Fotokatalis $\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}$ dengan konsentrasi ion Fe yang semakin meningkat	15
Gambar 2.4. Pembentukan tingkat energi baru dari atom Fe dalam energi celahpita TiO_2	16
Gambar 2.5. Rangka zeolit yang terbentuk dari 4 ikatan atom dengan 1 atom Si.....	17
Gambar 2.6. Zeolit Alam (<i>Clinoptilolite</i>)	18
Gambar 3.1. <i>Ultrasonic Cleaner</i>	25
Gambar 3.2. <i>Magnetic Stirrer</i>	26
Gambar 3.3. Proses pengendapan selama 4 jam.....	26
Gambar 3.4. Sampel yang terdapat di dalam tabung kuarsa.....	28
Gambar 3.5. Contoh hasil pengujian EDX pada material ZnO doping logam mangan.....	29
Gambar 3.6. Ilustrasi nilai FWHW.....	31
Gambar 3.7. Diagram alir kerja sebuah FTIR.....	33
Gambar 3.8. Skema pengujian aktivitas fotokatalisis.....	34
Gambar 4.1. Hasil Sintesis Fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ berbasis zeolit alam.....	37

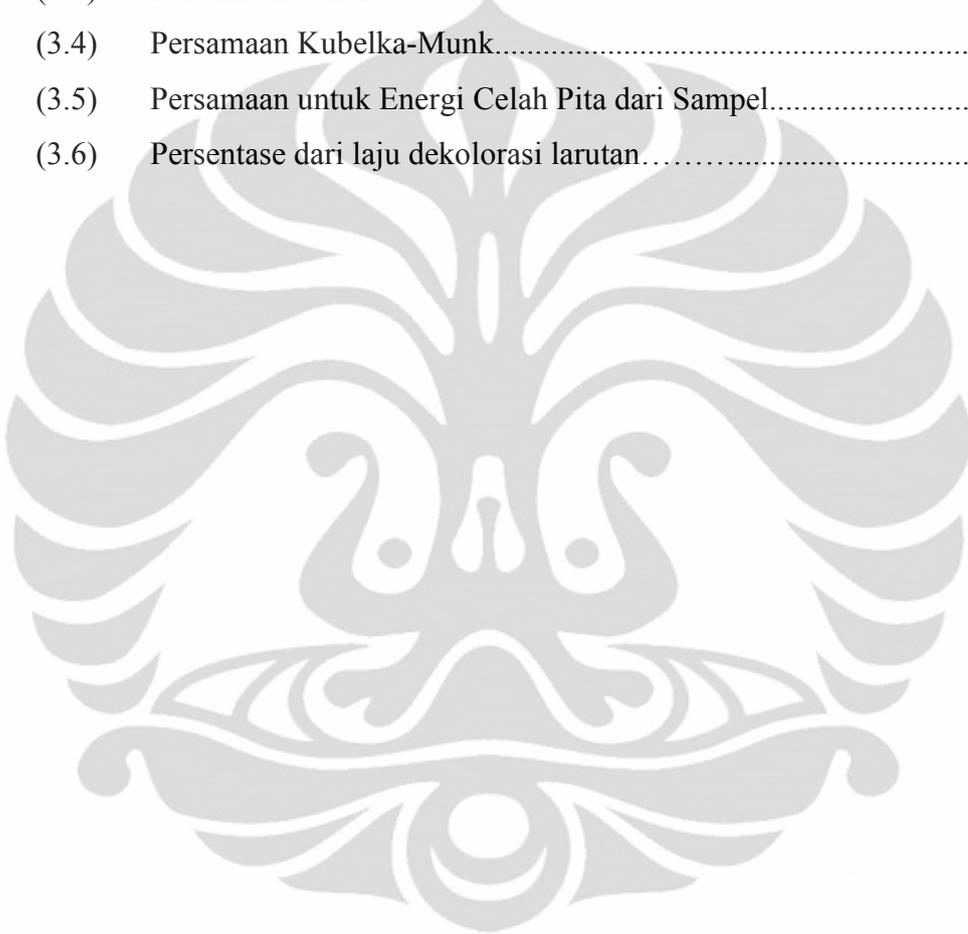
Gambar 4.2.	Puncak grafik hasil XRD yang mengkonfirmasi fasa yang terdapat pada Fotokatalis $Fe_{0.01}Zn_{0.99}O$ /zeolit alam.....	38
Gambar 4.3.	Puncak grafik hasil XRD yang mengkonfirmasi fasa klinoptilolit yang terdapat pada Fotokatalis $Fe_{0.01}Zn_{0.99}O$ /zeolit alam.....	40
Gambar 4.4.	Grafik analisa XRD untuk sampel Zeolit, ZnO, FZA1, FZA3, FZA5, dan FZA7.....	41
Gambar 4.5.	Grafik analisis zeolit alam dengan <i>Energy Dispersive X-Ray</i> dengan variasi waktu.....	43
Gambar 4.6.	Grafik analisis FZA7 alam dengan <i>Energy Dispersive X-Ray</i>	44
Gambar 4.7.	Grafik Perbandingan Nilai Band-Gap Nanopartikel $Fe_xZn_{(1-x)}O$ /Zeolit Alam dengan variasi konsentrasi ion Fe^{2+}	45
Gambar 4.8.	Ilustrasi Pembentukan tingkat energi baru dari atom Fe dalam energi celah pita.....	46
Gambar 4.9.	Grafik Karakteristik Kandungan Zeolit dalam Fotokatalis FZA0 dan FZA1.....	47
Gambar 4.10.	Grafik Karakteristik Kandungan ZnO dalam Fotokatalis FZA0 dan FZA1.....	48
Gambar 4.11.	Grafik Degradasi MO dengan fotokatalis TiO_2 , ZnO, Fe^{2+} -ZnO berbasis Zeolit ALam	49
Gambar 4.12.	Grafik Degradasi MO terhadap waktu (10, 20, 30, 40, 50 menit) untuk sampel TI, ZN, FZA0, FZA1, FZA3, FZA5, dan FZA7.....	50

DAFTAR SINGKATAN

CO ₂	<i>Carbon dioxide</i>
ZnO	<i>Zink Oxide</i>
TiO ₂	Titanium Oksida
MO	<i>Methyl Orange</i>
ZnSO ₄ .7H ₂ O	<i>Zinc-sulfat-heptahidrat</i>
FeSO ₄ .7H ₂ O	<i>Ferro-sulfat-heptahidrat</i>
E _g	<i>Band-gap energy</i>
eV	<i>electron Volt</i>
FWHM	<i>Full Width at Half Maximum</i>
H ₂ O	Hidrogen Oksida
FZA	Fotokatalis Zeolit Alam
NaOH	<i>Natrium Hydroxide</i>
nm	nanometer
XRD	<i>X-Ray Diffraction</i>
EDX	<i>Energy Dispersive X-Ray</i>
FT-IR	<i>Fourier Transform InfraRed</i>
UV	<i>Ultra Violet</i>
Zn(OH) ₂	<i>Zinc Hydroxide</i>
COD	<i>Crystallography Open Database</i>
MAUD	<i>Materials Analysis Using Diffraction</i>

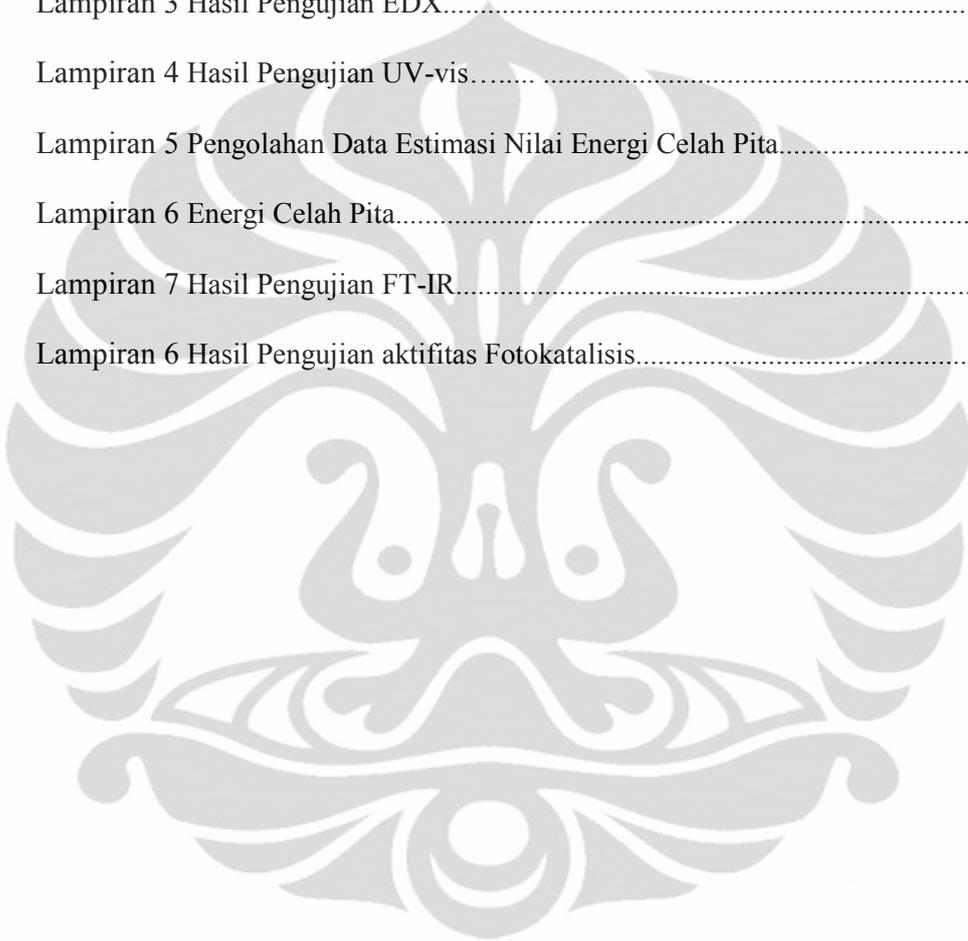
DAFTAR RUMUS

	Halaman
(3.1) Reaksi pembentukan presipitat ZnO <i>Undoped</i>	23
(3.2) Reaksi pembentukan presipitat ZnO <i>Doped</i>	23
(3.3) Persamaan Scherrer.....	29
(3.4) Persamaan Kubelka-Munk.....	31
(3.5) Persamaan untuk Energi Celah Pita dari Sampel.....	32
(3.6) Persentase dari laju dekolokasi larutan.....	34



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Hasil Pengujian XRD.....	58
Lampiran 2 Pengolahan Data Estimasi Besar Kristalit	61
Lampiran 3 Hasil Pengujian EDX.....	67
Lampiran 4 Hasil Pengujian UV-vis.....	72
Lampiran 5 Pengolahan Data Estimasi Nilai Energi Celah Pita.....	74
Lampiran 6 Energi Celah Pita.....	75
Lampiran 7 Hasil Pengujian FT-IR.....	77
Lampiran 6 Hasil Pengujian aktifitas Fotokatalisis.....	79



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sejalan dengan semakin pesatnya perkembangan teknologi di dunia, dampak yang diberikan tidak hanya dampak positif tetapi juga dampak negatif. Hal tersebut dapat kita lihat pada beberapa dekade belakangan ini, perkembangan teknologi tidak diimbangi dengan peningkatan kualitas lingkungan hidup. Dampak negatif yang disebabkan oleh adanya perkembangan teknologi yang ada di dunia dan kehidupan sehari-hari adalah adanya kontaminasi lingkungan. Kontaminasi yang mungkin terjadi dapat menyebabkan polusi air akibat limbah rumah tangga atau limbah industri, penyakit pernafasan akibat polusi udara seperti SO_x atau NO_x , dll. Fakta menunjukkan bahwa energi yang digunakan untuk mengurangi kontaminasi lingkungan menyebabkan peningkatan emisi CO_2 yang dapat menghasilkan pemanasan global. Hal tersebut menyebabkan terjadinya dilema penggunaan energi untuk mencapai anti-polusi. Kondisi tersebut juga berhubungan dengan adanya isu krisis energi dimana manusia semakin tergantung dengan energi fosil yang ketersediannya terbatas di alam ini. Berdasarkan kondisi-kondisi tersebut, maka dibutuhkan suatu teknologi yang mampu mengurangi polutan dengan menggunakan energi alam sehingga mengurangi efek pemanasan global dan mengurangi ketergantungan manusia terhadap energi fosil. Teknologi tersebut adalah fotokatalis.

Pemilihan material untuk proses fotokatalisis ini juga mempunyai peranan penting dalam reaksi fotokatalis tersebut. Material fotokatalis yang digunakan adalah material nano semikonduktor. Nanostruktur semikonduktor tersusun teratur dan mempunyai dimensi yang sangat kecil telah dibuktikan sangat potensial untuk meningkatkan sifat fotokatalisis. Dengan adanya partikel nano dalam material fotokatalis maka material fotokatalis tersebut akan mempunyai luas permukaan interaksi yang tinggi. Semakin banyak partikel yang berinteraksi akan membuat kinerja dari material fotokatalis tersebut semakin baik.

Di antara berbagai macam semikonduktor oksida logam, Titanium

dioksida atau titania atau TiO_2 merupakan salah satu semikonduktor oksida yang telah dipelajari secara ekstensif sebagai fotokatalis sejak ditemukan efek sensitisasi cahaya oleh Honda dan Fujishima pada tahun 1971. Meskipun TiO_2 lebih umum digunakan sebagai fotokatalis, ZnO dapat juga digunakan sebagai fotokatalis. Semikonduktor ZnO memiliki keuntungan dibandingkan dengan TiO_2 karena dia mampu menyerap spektrum matahari dan kuantum cahaya yang lebih banyak dibandingkan dengan TiO_2 .^[1] Hal tersebut diperkuat dengan penemuan bahwa TiO_2 tersebut hanya mampu menyerap 3% sinar UV dari spektrum matahari dan memiliki efisiensi yang rendah untuk fotokatalisis.^[2]

Upaya untuk merekayasa katalis ZnO ini adalah dengan menambah dopan pada katalis ZnO. Fungsi dopan adalah sebagai rekayasa *bandgap* energi dan sebagai penjebakan elektron dapat meningkatkan aktifitas fotokatalisis. Aktifitas fotokatalisis dari ZnO dapat ditingkatkan melalui pengembangan pada material pendukung. Salah satu material yang digunakan untuk tujuan tersebut adalah zeolit alam. Zeolit alam merupakan salah satu material yang melimpah di Indonesia dan memiliki kestabilan yang tinggi pada kondisi asam. Material ZnO teremban pada zeolit alam memiliki fungsi ganda yaitu sebagai adsorben (sifat yang dimiliki oleh zeolit alam yakni berpori) serta sebagai fotokatalis.

Berdasarkan latar belakang tersebut, penulis akan melakukan sistesis fotokatalis ZnO yang berbasis zeolit alam untuk mempelajari aktifitas fotokatalisis dari material tersebut. Aktifitas fotokatalisis dari material tersebut akan ditingkatkan dengan *metal doped*, yakni Fe^{2+} .

1.2. Perumusan Masalah

Penelitian ini dilakukan untuk mensistesis ZnO yang *didoping* dengan ion logam besi (ferro, Fe^{2+}) dan zeolit alam dengan menggunakan metode kimia basah. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh dari zeolit alam dan penambahan konsentrasi ion Fe pada aktifitas fotokatalisis. Berdasarkan tujuan dari penelitian ini, maka digunakan XRD, EDX, FT-IR, dan UV-Vis untuk mempelajari komposisi, konfigurasi dan morfologi dari fotokatalis.

Aktifitas fotokatalisis juga diidentifikasi dengan menggunakan *methyl orange* (MO).

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk :

- a. Melakukan sintesis dan karakterisasi dari material fotokatalis Fe^{2+} -ZnO berbasis zeolit alam dengan menggunakan metode presipitasi dengan peralatan yang tersedia di Laboratorium Kimia Industri, Departemen Fisika, Fakultas MIPA Universitas Indonesia.
- b. Mempelajari pengaruh dari zeolit alam dan konsentrasi ion Fe^{2+} pada material fotokatalis Fe^{2+} -ZnO berbasis zeolit alam.
- c. Menganalisa pengaruh dari konsentrasi ion dopan Fe^{2+} pada material fotokatalis ZnO berbasis zeolit alam pada aktivitas fotokatalisisnya

1.4. Hipotesis

Cheng Wang et. al ^[3] telah melakukan investigasi untuk sintesis dan karakteristik dari zeolit lama yang didukung oleh fotokatalis Fe^{3+} - TiO_2 dengan parameter prosesnya adalah penambahan konsentrasi ion Fe^{3+} . Sedangkan Qi Xiao et. al ^[4] meneliti tentang aktifitas fotokatalisis nanokristalin $\text{Fe}_x\text{Zn}_{1-x}\text{O}$ dengan parameter yang hampir sama dengan pengujian Cheng Wang et. al yakni perbedaan kadar Fe. Berdasarkan penelitian-penelitian yang pernah dilakukan sebelumnya, hipotesis yang ingin dibuktikan dalam penelitian ini adalah pengaruh dari zeolit alam dan penambahan konsentrasi ion Fe^{2+} akan meningkatnya aktifitas fotokatalisis dari semikonduktor ZnO.

1.5. Ruang Lingkup Penelitian

Ruang lingkup penelitian ini meliputi sintesis material fotokatalis ZnO yang *didoping* dengan ion logam Besi (Fe^{2+}) dan zeolit alam dengan menggunakan prekursor *Zinc-sulfat-heptahidrat* ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), *Ferro-sulfat-heptahidrat* ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), dan serbuk zeolit alam di dalam pelarut aquades yang direaksikan dengan reaktan NaOH dengan pelarut yang sama. Proses sintesis ini

menggunakan teknik kimiawi basah berupa metode presipitasi dimana campuran akan diendapkan selama beberapa jam dan juga melalui proses *ageing* selama dua hari. Setelah didapatkan nanopartikel dari prekursor tersebut, dilakukan analisa mengenai aktivitas fotokatalisisnya dengan menggunakan media metal jingga (*methyl orange*) di bawah sinar UV (*ultraviolet*) dan cahaya tampak (*visible*). Karakterisasi dari fotokatalis ZnO *didoping* ion logam Besi (Fe^{2+}) dan zeolit alam yang dihasilkan tersebut dilakukan dengan alat uji difraksi sinar-x (XRD), spektroskopi UV-Vis, *Energy Dispersive X-Ray* (EDX) dan spektroskopi *Fourier Transform InfraRed* (FTIR)

1.6. Sistematika Penelitian

Sistematika penulisan yang digunakan pada karya tulis ini adalah:

BAB I : PENDAHULUAN

Menjelaskan latar belakang, rumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, dan sistematika penulisan.

BAB II : DASAR TEORI

Menjelaskan fenomena fotokatalisis, mekanisme dan aplikasinya, karakteristik umum fotokatalis ZnO, sifat dan aplikasi dari material fotokatalis ZnO, serta metode sintesis nanopartikel ZnO yakni metode presipitasi.

BAB III : METODE PENELITIAN

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

BAB IV : HASIL DAN PEMBAHASAN

Menjelaskan tentang hasil dan pembahasan yang berupa uraian dan analisis terhadap hasil sintesis dan karakterisasi material fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ berbasis zeolit alam terhadap variable yang mempengaruhi.

BAB V : KESIMPULAN

Menjelaskan mengenai kesimpulan yang didapat selama penelitian.

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN



BAB II

DASAR TEORI

2.1. Fotokatalis

2.1.1. Definisi Fotokatalis

Fenomena fotokatalisis pertama kali dilakukan oleh Renz pada tahun 1921. Dalam penelitiannya dia melaporkan fenomena fotokatalisis pada permukaan semikonduktor metal-oksida. Akan tetapi, penelitian tersebut bersifat stagnan karena pada saat itu masih kurang diminati. Kemudian pada tahun 1972, dengan adanya isu krisis energi maka fotokatalis ini pun semakin populer karena dapat menghasilkan hidrogen yang lebih ramah lingkungan. Fujishima dan Honda^[5] mempublikasikan fenomena fotokatalisis dimana terjadi pemecahan H₂O menjadi hidrogen dan oksigen dengan input sinar UV yang memiliki energi yang rendah. Aplikasi teknologi untuk fenomena ini menjadi lahan penelitian yang terus berkembang. Salah satu aplikasi yang banyak berkembang dari teknologi material fotokatalis TiO₂ adalah upaya untuk meminimalkan zat organik berbahaya yang disebabkan oleh pencemaran limbah industri maupun limbah rumah tangga.^[6]

Fotokatalis dapat didefinisikan sebagai suatu proses reaksi kimia yang melibatkan cahaya dan katalis padat seperti semikonduktor. Proses reaksi kimia tersebut dapat digunakan sebagai media untuk mengubah zat-zat berbahaya menjadi zat-zat yang lebih ramah lingkungan. Fotokatalisis menghasilkan permukaan yang bersifat sebagai pengoksidasi yang kuat sehingga dapat digunakan untuk mengurangi zat-zat yang berbahaya seperti senyawa organik atau bakteri ketika dikenai cahaya matahari atau lampu yang berpijar. Fotokatalis dapat terjadi pada material semikonduktor antara lain zink oksida (ZnO), Titanium Oksida (TiO₂), Zink Sulfida (ZnS), Tungsten Oksida (WO₃), Stronsium Titanat (SrTiO₃), dan *hematite* (α -Fe₂O₃). Fotokatalis semikonduktor sudah banyak menarik perhatian pada pengolahan air limbah dalam beberapa dekade ini, karena semikonduktor dapat menghasilkan radikal hidroksil bebas (OH \cdot) yang

dapat memineralisasi zat-zat yang berbahaya.^[4] Radikal hidroksil ($\text{OH}\cdot$) merupakan sumber oksidator kuat sekaligus akselator proses penyisihan kontaminan dalam limbah. Pemilihan Radikal hidroksil ($\text{OH}\cdot$) sebagai oksidator kuat adalah karena memiliki potensial oksidasi relatif paling tinggi, yaitu 2.8 V. Tabel 2.1 menunjukkan bahwa potensial radikal OH ini merupakan oksidator yang paling kuat. Potensial oksidasi yang tinggi tersebut membuat radikal OH mampu mengoksidasi senyawa-senyawa reduktor lain yang ada disekitarnya.^[7-8]

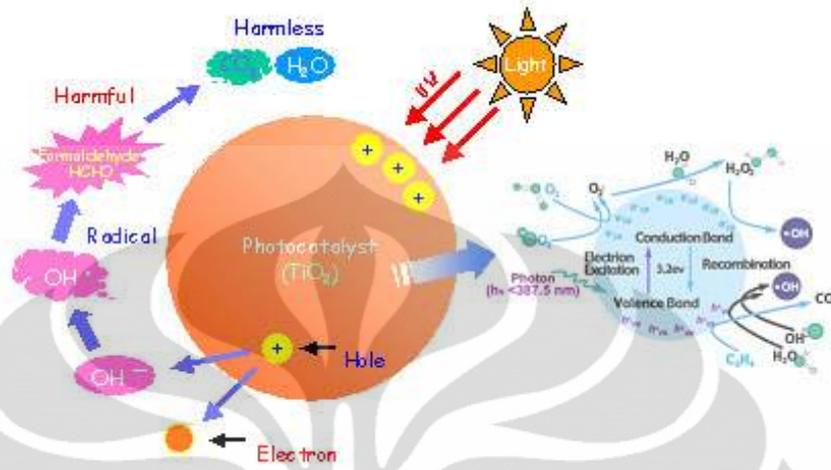
Tabel 2.1. Potensial Oksidasi dari beberapa Senyawa^[9]

Senyawa	Potensial Oksidasi (V)
Radikal $\text{OH}\cdot$	2.8
Radikal Sulfat	2.6
Ozon	2.1
H_2O_2	1.77
Ion Permanganat	1.67
Chlorin	1.36
<i>Hypochlorous Acid</i>	1.5
O_2	1.23

2.1.2. Mekanisme Fotokatalis

Mekanisme fotokatalis TiO_2 ditunjukkan pada Gambar 2.1. Proses reaksi pada fotokatalisis melibatkan kehadiran pasangan elektron dan *hole* (e^- dan h^+) dan pasangan tersebut akan tercipta akibat penyinaran pada material semikonduktor. Jika semikonduktor TiO_2 dikenai cahaya yang sama atau lebih besar dari energi celah pita seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1, maka elektron pada TiO_2 akan tereksitasi dari pita valensi menuju pita konduksi, pasangan elektron (e^-) dan lubang (h^+) akan terbentuk pada permukaan fotokatalis. Elektron akan berkombinasi dengan oksigen membentuk O_2^- dan lubang (h^+) akan berkombinasi dengan air membentuk radikal hidroksil. Sebagian dari pasangan elektron-*hole* ini akan berkombinasi kembali dan sebagian lagi akan bertahan pada permukaan semikonduktor. Pasangan elektron-*hole* yang bertahan

pada permukaan dapat mereduksi dan mengoksidasi zat kimia yang berbahaya yang berada disekitarnya.



Gambar 2.1. Mekanisme Fotokatalis TiO₂^[10]

Pada prinsipnya, reaksi oksidasi pada permukaan semikonduktor dapat berlangsung melalui donor elektron dari substrat 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. Berikut adalah reaksi kimia yang terjadi pada fotokatalis TiO₂.^[11]



dimana :

$h\nu$: sinar ultra violet dengan panjang gelombang $< 400 \text{ nm}$

h_{VB}^+ : lubang positif pada pita valensi

e_{CB}^- : elektron pada pita konduksi

$\text{C}_6\text{H}_3\text{OCl}_3$: Triklorofenol sebagai model zat organik beracun

Di antara berbagai macam semikonduktor oksida logam, Titanium dioksida atau titania atau TiO₂ merupakan salah satu semikonduktor oksida yang telah dipelajari secara ekstensif sebagai fotokatalis sejak ditemukan efek

sensitisasi cahaya oleh Honda dan Fujishima pada tahun 1971 karena memiliki sifat kimia fisik yang menguntungkan, biaya rendah, mudah untuk didapatkan, kestabilan dan ketahanan terhadap korosi pada media air. Akan tetapi, semikonduktor ini memiliki kelemahan yakni membutuhkan energi UV yang tinggi untuk mengeksitasi elektron dan laju transfer elektron yang rendah untuk oksigen dan laju rekombinasi yang tinggi antara pasangan elektron-hole, dan laju oksidasi nanopartikel TiO₂ yang terbatas.^[12] Pada beberapa tahun belakangan ini, nanopartikel ZnO merupakan alternatif yang dapat menggantikan semikonduktor TiO₂. Substitusi TiO₂ dengan ZnO sebagai fotokatalis memiliki mekanisme degradasi foton yang sama dengan TiO₂. K. Gouvea et al.^[13] melaporkan bahwa ZnO memberikan efisiensi yang lebih baik dibandingkan dengan TiO₂ sebagai fotokatalisis dalam larutan air.

Dalam penelitian ini, semikonduktor yang akan digunakan adalah oksida seng (ZnO). Reaksi yang terjadi pada fotokatalis ZnO ini hampir sama dengan TiO₂. Berikut adalah Gambaran reaksi kimia yang terjadi pada fotokatalis ZnO:^[14]



2.1.3. Aplikasi Fotokatalis

Fotokatalis yang dikenai cahaya UV dapat digunakan untuk mengoksidasi polutan organik menjadi material yang tidak berbahaya dan dapat memusnahkan bakteri. Fotokatalis TiO₂ mempunyai sifat *self-cleaning* yaitu daya membersihkan sendiri seperti debu pada kaca yang dapat dibersihkan dengan air hujan dan membuat eksterior bangunan tetap bersih. Selain itu, fotokatalis dapat juga digunakan untuk mereduksi atau mengeliminasi senyawa-senyawa polutan pada udara seperti NO_x dan asap rokok.

Dalam penelitian ini, akan dipelajari mengenai aktifitas fotokatalis dari Fe^{2+} -ZnO berbasis zeolit alam. Aktifitas fotokatalisis tersebut akan dipelajari berdasarkan degradasi dari metal jingga. Metal jingga dalam penelitian ini dianggap sebagai polutan.

2.2. Semikonduktor ZnO

Semikonduktor adalah sebuah bahan yang dapat digunakan sebagai material fotokatalis, Untuk meningkatkan sifat fotokatalis dari material ini maka pembuatan material fotokatalis ini dilakukan dalam skala nanopartikel. Nanostruktur semikonduktor tersusun teratur dan mempunyai dimensi yang sangat kecil telah dibuktikan sangat potensial untuk meningkatkan sifat fotokatalisis. Prinsip dasar dari teknologi nano ini adalah pemanfaatan material yang mempunyai struktur berskala nano yaitu berkisar antara 1-100 nm. Pada skala yang skala yang sangat kecil tersebut, material nano memiliki sifat yang sama sekali berbeda dengan material yang berukuran ruah. Sifat kimia dan fisika pada material nano akan lebih unggul dibandingkan dengan material berukuran besar (*bulk*). Selain itu, material dalam skala akan menghasilkan beberapa sifat yang tidak dimiliki oleh material ukuran besar (*bulk*). Dengan partikel-partikel nano akan didapatkan luas permukaan interaksi yang tinggi sehingga akan dihasilkan kinerja yang lebih baik dari material tersebut. Rekayasa material nano pada dasarnya merupakan rekayasa pada pengendalian efek ukuran (*size effect*), efek permukaan (*surface effect*) dan interaksi antar muka (*interface*).

Pada semikonduktor dikenal istilah pita valensi dan pita konduksi. Untuk mengeksitasi suatu elektron dari pita valensi menuju pita konduksi dibutuhkan besaran energi tertentu, energi tersebutlah yang kemudian disebut sebagai energi celah pita. Celah pita itu sendiri merupakan jarak antara pita konduksi dan pita valensi. Dengan energi celah pita yang semakin besar maka dibutuhkan energi yang besar pula energi yang dibutuhkan untuk 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. Energi celah pita ini

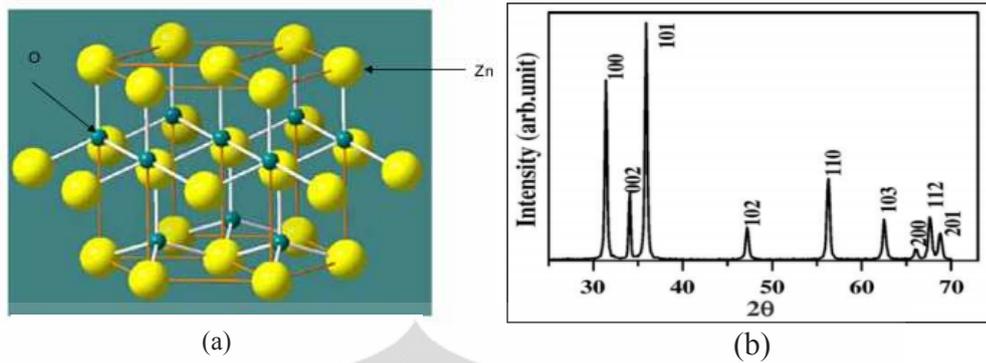
memiliki peranan yang penting dalam aktifitas fotokatalisis.

Faktor yang dapat mempengaruhi reaksi fotokatalis pada semikonduktor menyangkut struktur pita yang dimilikinya seperti energi celah pita (E_g) dan posisi ikatan valensi dan ikatan konduksi.^[14] Partikel semikonduktor dapat digunakan sebagai fotokatalisis yang baik untuk reaksi tertentu, apabila;

1. Adanya pembentukan pasangan elektron-*hole* (yang dihasilkan dengan absorpsi foton yang mempunyai energi lebih tinggi dari yang diperlukan untuk memindahkan elektron dari pita valensi menuju ke pita konduksi).
2. Energi foton tidak disimpan di dalam produk akhir, reaksinya eksotermis dan hanya di retardasi secara kinetik.

Semikonduktor yang digunakan dalam penelitian ini adalah semikonduktor ZnO. ZnO adalah salah satu material semikonduktor yang secara kontiniu menarik perhatian para peneliti sejak 40 tahun yang lalu.^[15] Material ZnO merupakan semikonduktor golongan II-VI yang memiliki jarak celah pita sebesar 3.4 eV dan mempunyai struktur yang stabil yakni wurtzite dengan jarak kisi $a=0.325$ nm dan $c=0.521$ dengan energi eksitasi ikatan sebesar 60meV.^[16]

Secara kristalografi, seng oksida memiliki tiga jenis struktur kristal, yaitu *wurtzite*, *zincite* atau *zinblend* dan *rocksalt*.^[17] Seng oksida yang tersedia sebagai mineral di alam memiliki struktur *zincite*. Struktur kristal ini berbentuk *sphalerite* dengan adanya atom Zn di setiap sudut dan bagian tengah sisi (*face centered cubic*, FCC) dan atom O sebagai interstisi di antara empat atom Zn yang berdekatan. Di lain hal, seng oksida yang biasa diproduksi secara komersial merupakan hasil sintesis dan berstruktur *wurtzite*. Struktur ini memiliki bentuk heksagonal dan stabil pada suhu ruang. Struktur kristal *wurtzite* dapat dilihat pada Gambar 2.3 (a). Sedangkan pola difraksi sinar-X dari material ZnO nanorods dengan struktur *wurtzite* tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.3(b). Berbeda dengan dua struktur kristal lain yang cukup banyak diperoleh, seng oksida dengan struktur *rocksalt* hanya dapat diperoleh pada tekanan tinggi di atas 10 GPa.^[18]



Gambar 2.2. (a) Struktur kristal seng oksida *wurtzite* ^[19], (b) Pola difraksi sinar-X ZnO^[20]

Keunggulan nanostruktur ZnO ini dapat kita lihat dari segi aplikasinya yang sangat luas. ZnO dapat digunakan sebagai dalam bidang elektronik, tidak hanya sebagai semikonduktor, tetapi juga piezoelektrik, spintronik, sensor dan sel surya. Selain dari segi aplikasinya, nanopartikel ZnO juga memiliki sifat yang mudah disintesis baik secara konvensional sekalipun. Serbuk ZnO dapat disintesis dengan metode reaksi pada kondisi solid (*solid-state reaction*) dan metode larutan-cair (*liquid solution*). Reaksi pada kondisi padat dilakukan pada temperatur tinggi memiliki keuntungan antara lain ZnO yang dihasilkan memiliki kemurnian dan kristalinitas yang baik. Tetapi ZnO yang disintesis dengan metode reaksi pada kondisi padat menghasilkan partikel dengan ukuran besar dan morfologi tidak teratur. Selain itu, proses ini memerlukan proses sintering dan pelelehan. Oleh karena hal-hal tersebut, diperlukan suatu teknologi yang mampu mensintesis nanopartikel ZnO pada suhu yang rendah. Metode yang tepat yang bisa digunakan untuk mengatasi kekurangan pada kondisi padat adalah metode kimia basah, antara lain metode sol-gel dan presipitasi. Metode presipitasi merupakan salah satu metode yang digunakan karena semua produk hasil reaksinya menghasilkan nanopartikel dan memiliki ukuran kristalit yang lebih kecil dibandingkan dengan hasil sol-gel. Metode presipitasi dilakukan dengan temperature sistesis yang rendah, peralatan yang digunakan sederhana, proses yang sederhana, dan kemudahan dalam mengontrol setiap proses.

M.S. Sayed-Dorraji et. al., ^[21] menginvestigasi pembuatan oksida nanometer, ZnO, dengan menggunakan metode presipitasi dengan $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

sebagai material awal dan NaOH sebagai *precipitants* tanpa melalui pemurnian lanjutan.

Mohammad A. Behnajady et. al.,^[22] juga melaporkan sintesis nanopartikel ZnO dengan menggunakan metode presipitasi dari $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dengan menggunakan NaOH sebagai pembasa dengan pengadukan *ultrasonic* dan teknik pengeringan pada suhu 100°C untuk menghasilkan bubuk nanopartikel ZnO. Pada penelitian ini, sintesis nanopartikel ZnO dilakukan dengan berbagai variabel proses, salah satunya adalah metode pencampuran-reagen-reagen. Dari penelitian ini diperoleh bahwa pencampuran dengan menggunakan gelombang *ultrasonic* menghasilkan aktivitas fotokatalisis yang lebih baik dibandingkan dengan pencampuran secara mekanik (*mechanical stirring*).

2.3. *Doping Logam Fe²⁺*

Doping adalah salah satu teknik yang digunakan untuk menambahkan sejumlah kecil atom pengotor ke dalam struktur kristal semikonduktor. Penambahan atom pengotor ke dalam semikonduktor merupakan salah satu metode yang digunakan untuk mengontrol sifat dari semikonduktor, seperti celah pita dan konduktivitas elektrik.

Matahari memancarkan energi hasil fusi intinya sebagai gelombang elektromagnetik pada berbagai spektrum, antara lain adalah gelombang ultraviolet (UV), cahaya tampak, dan infrared (IR). Gelombang tersebut akan sampai ke bumi, dimana spektrum UV akan ditahan dan sebagian gelombang lainnya akan diteruskan ke permukaan bumi. Apabila gelombang elektromagnetik tersebut dilewatkan pada material semikonduktor, maka energi cahaya tersebut dapat diubah langsung menjadi energi listrik. Namun, seng oksida memiliki beberapa kelemahan seperti area permukaan yang kecil atau ukuran partikel yang besar dan energi celah pita yang kurang sesuai ($E_g = 3,4 \text{ eV}$) apabila diaplikasikan pada cahaya tampak. Hal tersebut disebabkan oleh karena cahaya tampak memiliki panjang yang gelombang antara 380-800 nm. Apabila diaplikasikan pada semikonduktor maka cahaya tampak tidak akan mampu mengeksitasi elektron karena energinya yang rendah. Untuk mengatasi hal tersebut, dapat dilakukan

rekayasa terhadap energi celah pita, yakni dengan menambahkan ion pengotor ke dalam semikonduktor tersebut.

M. Sima et. al.,^[23] melaporkan bahwa nanostruktur *doping* dengan logam transisi adalah salah satu metode yang efektif untuk menyelesaikan permasalahan energi tingkat permukaan dari ZnO, dimana dapat direkayasa dengan melakukan perubahan pada konsentrasi material yang di *doping* sehingga sifat-sifat fisik, terutama sifat optik dapat ditingkatkan.

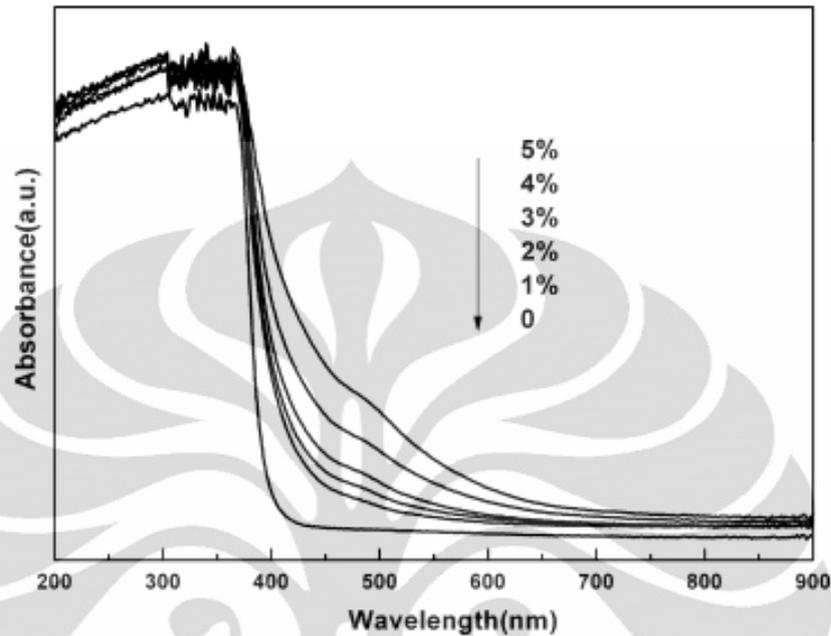
G. Campet et. al.,^[25] menyatakan bahwa *Doping* dengan menggunakan logam-logam 3d akan menurunkan tingkat energi celah pita (E_g) dari semikonduktor dengan membentuk tingkat celah antar gelombang (*interband-gap level*) yang terlokalisasi. Selain itu, transisi dari pemindahan muatan antara elektron dari *dopan* dengan pita konduksi dan pita valensi juga telah dilaporkan oleh W. Choi et. al.,^[25] Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode presipitasi untuk mendapatkan nanopartikel ZnO *Doping* ion Fe^{2+} .

Dopan logam yang paling banyak digunakan adalah logam Pt. Beberapa hasil penelitian menunjukkan bahwa logam Pt memiliki kinerja yang lebih dibanding dengan *dopan* logam *noble* yang lain.^[24] Namun tingginya harga Pt merupakan hambatan dalam penggunaannya sehingga perlu dicari alternatif pengganti logam lain sebagai *doping* TiO_2 diantaranya dengan Fe, Ni, atau Mn.

Menurut Qi Xiao et. al.,^[4], menunjukkan bahwa peningkatan daerah absorbansi UV-vis akan meningkatkan jumlah pembentukan pasangan elektron-*hole* yang memiliki pengaruh terhadap peningkatan aktifitas fotokatalisis. Dengan semakin meningkatnya pembentukan elektron-*hole* maka kemungkinan untuk terjadinya reaksi antara elektron dan aseptor (O_2) dan reaksi antara hole dengan donor (H_2O , OH^-) akan semakin cepat yang akan memberikan peran penting dalam pembentukan radikal bebas OH.

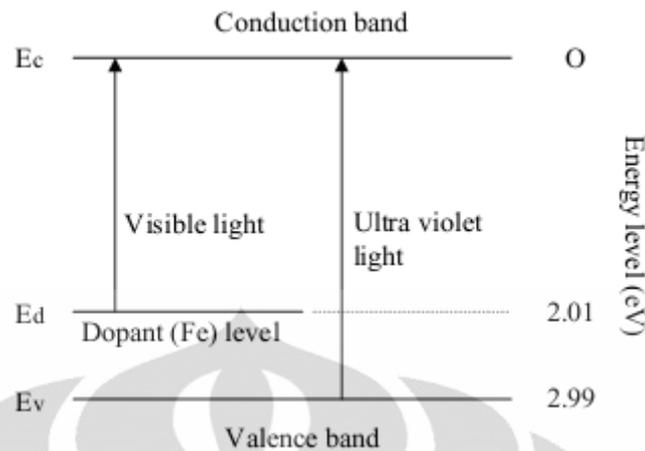
Menurut Lettmann et al.,^[27] terdapat hubungan yang baik antara sifat absorpsi cahaya dengan aktifitas fotokatalitik. Untuk memperoleh aktifitas fotokatalis yang tinggi dapat dilakukan dengan meningkatkan daerah absorbansi.

Absorbansi tersebut dapat ditingkatkan dengan meningkatkan konsentrasi dari *doping* Fe seperti yang terlihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Absorbansi UV-Vis Fotokatalisis $Zn_{1-x}Fe_xO$ dengan konsentrasi ion Fe yang semakin meningkat ^[4]

Pada Gambar 2.4. menunjukkan bahwa ion dopan Fe menyebabkan timbulnya energi baru antara ikatan valensi dan ikatan konduksi. Dengan adanya energi baru ion dopan tersebut dapat menyebabkan jarak celah pita pada material TiO_2 menjadi menurun. Dengan demikian, energi yang dibutuhkan untuk mengeksitasi elektron dapat diaplikasikan pada energi yang rendah seperti yang dimiliki oleh cahaya tampak. Dong Hyun Kim et al.,^[28] melaporkan bahwa dengan adanya *pendopingan* Fe pada semikonduktor TiO_2 memiliki absorpsi UV-vis yang lebih tinggi dimulai dari range 427-496 nm dibandingkan dengan dibandingkan dengan serbuk TiO_2 (406 nm).

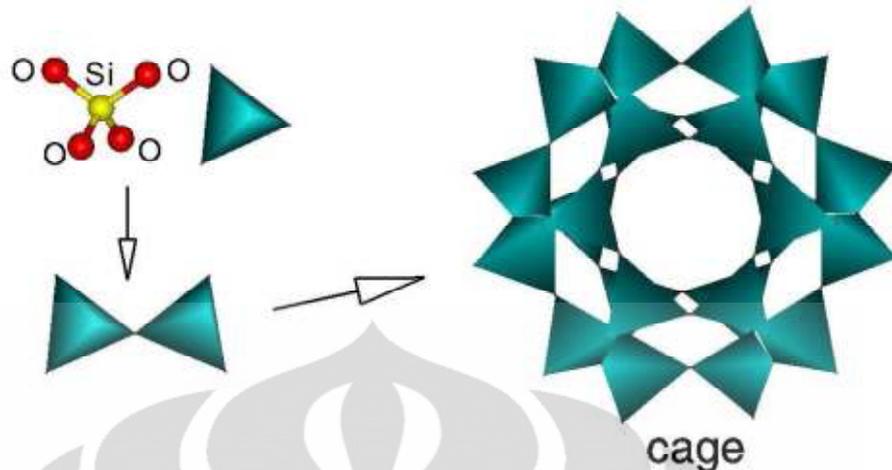


Gambar 2.4. Pembentukan tingkat energi baru dari atom Fe dalam energi celah pita TiO₂^[28]

2.4. Zeolit Alam

Zeolit merupakan endapan dari aktifitas vulkanik yang banyak mengandung unsur silika. Nama zeolit itu sendiri berasal dari bahasa Yunani yaitu Zeni dan Lithos yang berarti batu mendidih. Apabila zeolit dipanaskan maka akan membuih dan mengeluarkan air. Zeolit adalah material aluminosilikat alami yang telah banyak digunakan untuk pertukaran ion (*ion exchange*), adsorbs, dan sifat katalis. Kemampuan tersebut dimiliki oleh zeolit karena struktur kristalnya yang berongga-rongga. Material ini juga secara ekstensif diinvestigasi karena keanekaragaman strukturalnya. Sifat unik dan aplikasi dari zeolit telah mengembangkan proses sintesis zeolit untuk menciptakan material baru dengan dimensi yang berporos, komposisi dan reaktifitas yang bervariasi.^[29]

Mineral zeolit adalah kelompok mineral aluminium silikat terhidrasi $L_mAl_xSi_yO_z \cdot nH_2O$, dari logam alkali dan alkali tanah (terutama Ca, dan Na), m, x, y, dan z merupakan bilangan 2 hingga 10, n koefisien dari H₂O, serta L adalah logam. Zeolit secara empiris ditulis $(M^+, M^{2+})Al_2O_3SiO_2 \cdot zH_2O$, M⁺ berupa Na atau K dan M²⁺ berupa Mg, Ca, atau Fe. Li, Sr atau Ba dalam jumlah kecil dapat menggantikan M⁺ atau M²⁺, g dan z bilangan koefisien. Zeolit berbentuk kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung muatan positif dari ion-ion logam alkali dan alkali tanah dalam kerangka kristal tiga dimensi dengan setiap oksigen membatasi antara dua tetrahedra (Gambar 2.5).^[30]



Gambar 2.5. Rangka zeolit yang terbentuk dari 4 ikatan atom dengan 1 atom Si^[31]

Struktur zeolit dapat dibedakan dalam tiga komponen yaitu rangka aluminosilikat, ruang kosong saling berhubungan yang berisi kation logam dan molekul air dalam fasa occluded.^[32] Jika kation tersebut digantikan dengan ion logam, dilanjutkan dengan oksidasi dan kalsinasi, diharapkan dibentuk oksida dari ion logam tersebut yang mana terdispersi pada permukaan padatan secara merata sesuai posisi ion tertukar. Pada struktur zeolit, semua atom Al dalam bentuk tertahedra sehingga atom Al akan bermuatan negatif karena berkoordinasi dengan 4 atom oksigen. Kelebihan muatan ini biasanya diimbangi oleh kation-kation logam yang menduduki tempat tersebar dalam struktur zeolit alam yang bersangkutan. Dengan struktur ruang kosong yang saling berhubungan tersebut menyebabkan permukaan zeolit menjadi luas.

Berdasarkan pada asal zeolit, zeolit dapat dibedakan menjadi dua macam, yakni zeolit alam dan zeolit sintesis. Zeolit alam, clinoptilolite, dibentuk oleh reaksi dari air pori dengan berbagai material seperti gelas, *poorly crystalline clay*, ataupun silika. Pembentukan zeolit ini tergantung pada komposisi dari batuan induk, temperature, tekanan parsial dari air, pH dan aktifitas dari ion-ion tertentu. Sedangkan zeolit sintesis adalah zeolit yang direayasa sedemikian rupa sehingga memiliki karakteristik yang sama dengan zeolit alam, walaupun zeolit sintesis ini memiliki sifat fisis yang jauh lebih baik.

Salah satu aplikasi yang menarik dari zeolit sebagai absorben adalah penggunaannya dalam panel surya. Zeolit alam yang digunakan dalam panel surya

harus mempunyai kemurnian yang tinggi, serta mempunyai daya absorpsi-desorpsi yang baik. Zeolit juga digunakan sebagai bahan pengolahan limbah yang dihasilkan dari proses produksi industri karena sifatnya yang dapat menyerap molekul polar baik dalam fasa cair maupun fasa gas. Limbah tersebut berupa gas berbahaya seperti gas yang mengandung logam berat, H₂S, juga gas metan.

Pada penelitian ini, zeolit digunakan untuk mengurangi kelemahan yang dimiliki oleh proses fotokatalisis. Kelemahan tersebut adalah daya adsorpsi yang lemah sehingga proses fotokatalisis ini perlu dikombinasikan dengan suatu material adsorben. Beberapa peneliti telah membuktikan bahwa penambahan adsorben, dalam hal ini karbon aktif pada fotokatalisis TiO₂, dapat meningkatkan laju degradasi berbagai senyawa organik seperti dekomposisi *propylamide* [33], degradasi fenol [34], dan degradasi *methyl orange* [35]

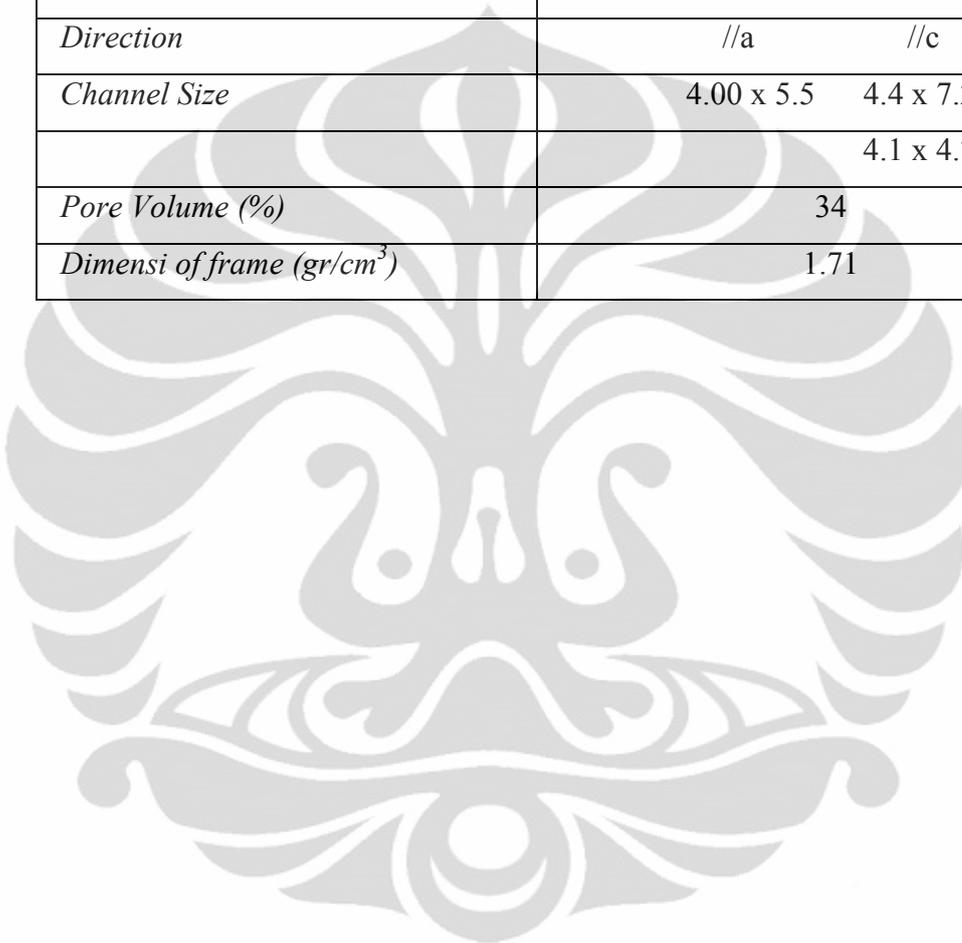
Zeolit yang digunakan adalah zeolit alam, yakni *clinoptilolite* yang akan diimbun pada fotokatalis ZnO yang di *doping* oleh Fe²⁺. *Clinoptilolite* ditunjukkan pada Gambar 2.6. *Clinoptilolite* ini memiliki ukuran pori yang relatif kecil yakni 0.4-0.7 nm. Rumus molekul dari *clinoptilolite* adalah Na₈[Al₈Si₄₀O₉₆].3H₂O dengan struktur yang *oblique*. Sifat-sifat *clinoptilolite* lebih dijelaskan pada Tabel 2.2. [36]



Gambar 2.6. Zeolit Alam (*Clinoptilolite*)

Tabel 2.2. Sifat-sifat Clinoptilolite

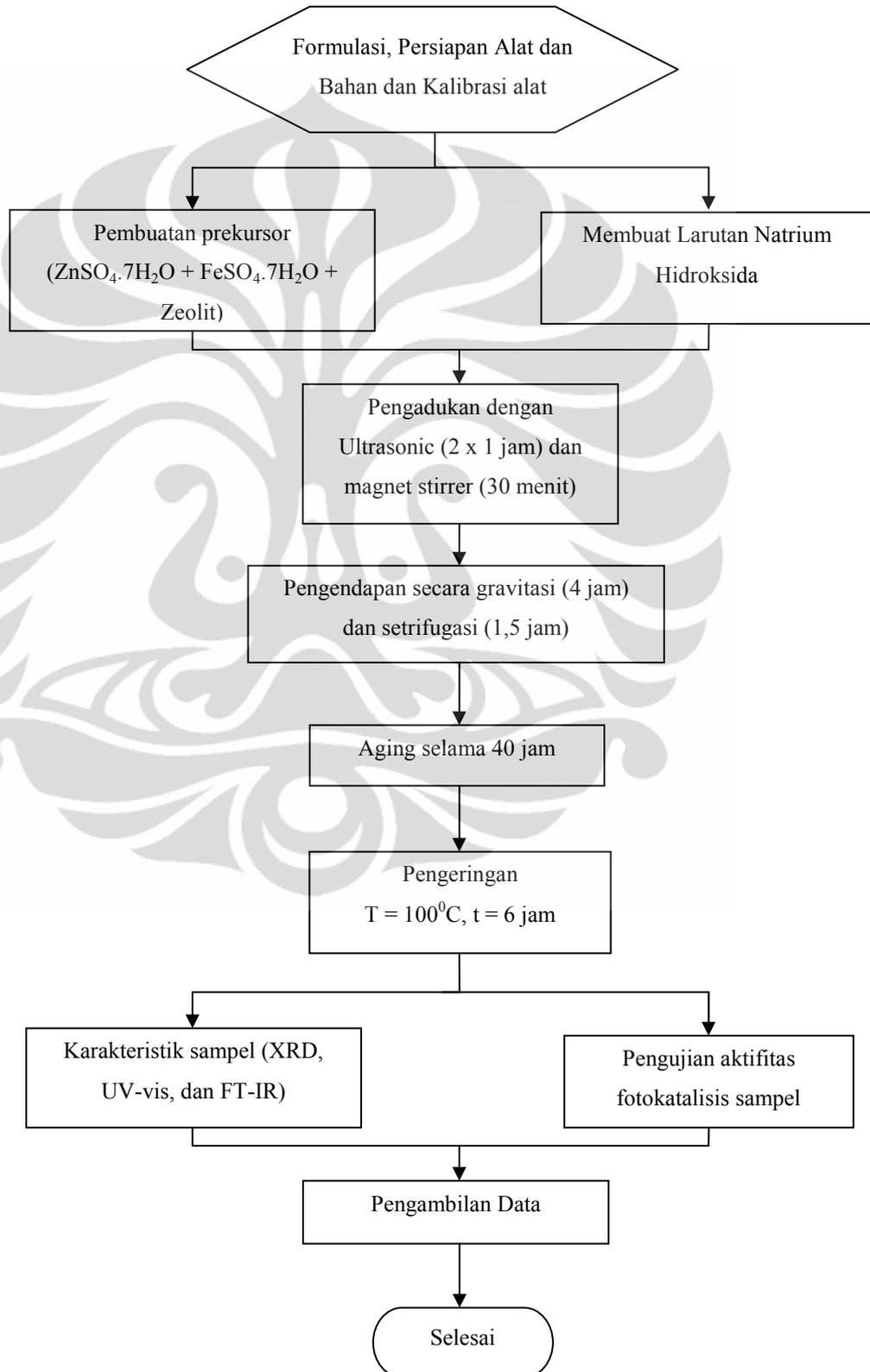
Rumus Molekul	$\text{Na}_8[\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}]\cdot 3\text{H}_2\text{O}$	
Bentuk Kristal	<i>oblique</i>	
Konstanta Kisi	a= 7.410, b= 17.89	
	c= 15.85, $\beta = 91^{\circ}29'$	
Dimensi	II	
<i>Direction</i>	//a	//c
<i>Channel Size</i>	4.00 x 5.5	4.4 x 7.2
		4.1 x 4.7
<i>Pore Volume (%)</i>	34	
<i>Dimensi of frame (gr/cm³)</i>	1.71	



BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Diagram Alir Penelitian



Rangkaian penelitian ini dibagi atas beberapa tahapan, yaitu :

(i). Formulasi, (ii). Sintesis Fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ -zeolit, (iii). Proses pengadukan (*stirring*), (iv). Proses Pengendapan (*Precipitating*), (v). Proses Aging, (vi). Proses Pengeringan (*drying*), (vii). Karakterisasi sampel, dan (viii). Pengujian aktivitas fotokatalisis sampel.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat

- *Beaker Glass* 250 ml
- Spatula
- Timbangan Digital
- *Magnetic Stirrer*
- *Ultrasonic Cleaner*
- *Centrifuge*
- Indikator pH
- *Aluminium Foil*
- Tabung Kuarsa
- Tabung Sampel
- Reaktor Fotokatalitik yang terdiri dari :
 - Lampu UV
 - Magnetic Stirrer
 - Kotak Kayu

3.2.2. Bahan

3.2.2.1 Sistesis fotokatalisis ZnO berbasis Zeolit Alam

- 7.07 gram serbuk $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ *Merck*
- 1,97 gram serbuk NaOH *Fulka*
- Aquades secukupnya
- Etanol 75% secukupnya
- 1 gram zeolit alam

3.2.2.2. Sintesis Fotokatalisis ZnO berbasis Zeolit Alam yang di *doping* (1%)**Fe²⁺ (Fe_{0.01}Zn_{0.99}O/zeolit alam)**

- 7 gram serbuk ZnSO₄.7H₂O *Merck*
- 0.068 gram serbuk FeSO₄.7H₂O *Merck*
- 1.966 gram serbuk NaOH *Fulka*
- Aquades secukupnya
- Etanol 75% secukupnya
- 1 gram zeolit alam

3.2.2.3. Sintesis Fotokatalisis ZnO berbasis Zeolit Alam yang di *doping* (3%)**Fe²⁺ (Fe_{0.01}Zn_{0.99}O/zeolit alam)**

- 6.879 gram serbuk ZnSO₄.7H₂O *Merck*
- 0.205 gram serbuk FeSO₄.7H₂O *Merck*
- 1.973 gram serbuk NaOH *Fulka*
- Aquades secukupnya
- Etanol 75% secukupnya
- 1 gram zeolit alam

3.2.2.4. Sintesis Fotokatalisis ZnO berbasis Zeolit Alam yang di *doping* (5%)**Fe²⁺ (Fe_{0.01}Zn_{0.99}O/zeolit alam)**

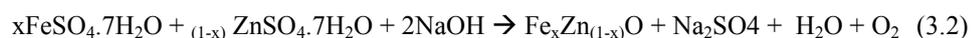
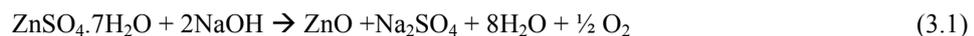
- 6.75 gram serbuk ZnSO₄.7H₂O *Merck*
- 0.344 gram serbuk FeSO₄.7H₂O *Merck*
- 1.97 gram serbuk NaOH *Fulka*
- Aquades secukupnya
- Etanol 75% secukupnya
- 1 gram zeolit alam

3.2.2.5. Sistesis Fotokatalisis ZnO berbasis Zeolit Alam yang di *doping* (7%) Fe²⁺ (Fe_{0.01}Zn_{0.99}O/zeolit alam)

- 6.42 gram serbuk ZnSO₄·7H₂O Merck
- 0.482 gram serbuk FeSO₄·7H₂O Merck
- 1.98 gram serbuk NaOH Fulka
- Aquades secukupnya
- Etanol 75% secukupnya
- 1 gram zeolit alam

3.3. Proses Formulasi

Proses penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Industri Departemen Fisika Universitas Indonesia. Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan tiga jenis bahan utama, yakni serbuk ZnSO₄·7H₂O, serbuk FeSO₄·7H₂O, dan serbuk zeolit alam. Semua reagen tersebut merupakan produksi PT MERCK. Ketiga bahan tersebut akan disintesis untuk mendapatkan fotokatalis Fe_xZn_(1-x)O berbasis zeolit alam. Sebelum melakukan proses sintesis diperlukan proses formulasi terlebih dahulu untuk mengetahui jumlah bahan yang dibutuhkan. Tahapan awal dari proses formulasi ini adalah menentukan banyak material fotokatalis yang diinginkan dalam bentuk serbuk. Pada penelitian ini, serbuk material fotokatalis yang diinginkan adalah sebanyak 2 gram. Dalam penelitian ini akan didapatkan dua jenis fotokatalis, yakni fotokatalis ZnO berbasis zeolit alam dan fotokatalis Fe_xZn_(1-x)O berbasis zeolit alam. Pada fotokatalis Fe_xZn_(1-x)O berbasis zeolit alam akan dipelajari mengenai pengaruh pen-*doping* Fe terhadap fotokatalis tersebut. Berikut adalah persamaan stoikiometri yang akan digunakan dalam proses formulasi untuk kedua jenis fotokatalis tersebut.



Persamaan 3.1 digunakan untuk melakukan sistesis Fotokatalis ZnO berbasis zeolit alam. Sedangkan Persamaan 3.2 digunakan untuk sistesis

fotokatalis *metal doped* ZnO berbasis zeolit alam, dimana *metal doped* yang digunakan pada penelitian ini adalah Fe^{2+} . Koefisien x pada persamaan 3.2 tersebut menggambarkan persentase dari ion Fe^{2+} yang akan digunakan sebagai *doping*. Pada penelitian ini digunakan konsentrasi ion Fe^{2+} sebesar 1%, 3%, 5%, dan 7%. Berdasarkan konsentrasi tersebut akan didapatkan rumus molekul untuk material tersebut, yakni $\text{Fe}_{0.01}\text{Zn}_{0.99}\text{O}$ /zeolit alam, $\text{Fe}_{0.03}\text{Zn}_{0.97}\text{O}$ /zeolit alam, $\text{Fe}_{0.05}\text{Zn}_{0.95}\text{O}$ /zeolit alam, $\text{Fe}_{0.07}\text{Zn}_{0.93}\text{O}$ /zeolit alam. Dalam mempermudah proses penelitian, maka dilakukan penyederhanaan nama terhadap rumus-rumus molekul tersebut seperti yang tertulis pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Simbol untuk Penyederhanaan Rumus Sampel

Rumus Molekul	Simbol
Zeolit Alam	ZE
ZnO/zeolit alam	FAZ0
$\text{Fe}_{0.01}\text{Zn}_{0.99}\text{O}$ /zeolit alam	FAZ1
$\text{Fe}_{0.03}\text{Zn}_{0.97}\text{O}$ /zeolit alam	FAZ3
$\text{Fe}_{0.05}\text{Zn}_{0.95}\text{O}$ /zeolit alam	FAZ5
$\text{Fe}_{0.07}\text{Zn}_{0.93}\text{O}$ /zeolit alam	FAZ7

Pada penelitian ini, zeolit alam yang digunakan adalah sebanyak 1 gram. Dengan menggunakan Persamaan 3.1. dan Persamaan 3.2. di atas, maka akan didapatkan jumlah dari setiap bahan yang dibutuhkan. Proses ini dilakukan pada kondisi basa dengan $\text{pH} = 13$. Hal ini dilakukan mengikuti metode sintesis yang digunakan dalam penelitian yang dilakukan oleh Kamellia Nejadi dan kawan-kawan dalam sintesis nanopartikelnya. Dengan nilai pH tersebut akan didapatkan volume total untuk proses sintesis.

3.4. Sintesis Fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ -Zeolit

Setelah melakukan proses formulasi, masing-masing prekursor ($x\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) kemudian ditimbang dengan menggunakan timbangan digital. Koefisien x menunjukkan konsentrasi ion dopan yang akan ditambahkan pada fotokatalis ZnO yang berbasis zeolit. Sintesis fotokatalis ini dibatasi untuk konsentrasi Fe sebesar 1%, 3%, 5%, dan 7%. Setelah didapatkan

sejumlah bahan yang diinginkan kemudian dilarutkan dengan menggunakan aquades ke dalam *beaker glass*. Volume aquades yang digunakan untuk melarutkan bahan fotokatalis didapatkan dengan menggunakan persamaan stoikiometri seperti yang tertulis pada persamaan 3.1. Setelah itu, larutan prekursor tersebut kemudian ditambahkan dengan zeolit alam sebanyak 1 gram. Proses selanjutnya adalah menimbang NaOH, kemudian melarutkannya dengan menggunakan aquades ke dalam beaker glass. Pada proses ini perlu diingat bahwa semua reagen yang digunakan diproduksi oleh PT. Merck, Jerman. Prekursor yang sudah dilarutkan kemudian dicampur dengan menggunakan alat *ultrasonic cleaner* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.1. Pencampuran tersebut dilakukan selama 2 x 1 jam dengan tujuan agar didapatkan campuran yang homogen.



Gambar 3.1. *Ultrasonic Cleaner*

3.5. Proses Pengadukan (Stirring)

Proses pengadukan bertujuan untuk mencampur prekursor dengan larutan NaOH. Proses ini dilakukan dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada kondisi temperatur ruang dan kecepatan ± 3 . Proses ini diawali dengan mengaduk prekursor yang ada di dalam beaker glass kemudian menuang larutan NaOH secara perlahan-lahan ke dalam prekursor tersebut. Setelah selesai menuang NaOH dilakukan pengecekan pH, dimana pH larutan tersebut adalah 13. Proses ini dilakukan selama ± 30 menit untuk mendapatkan campuran yang homogen.



Gambar 3.2. *Magnetic Stirrer*

3.6. Proses Pengendapan (*Precipitating*)

Proses pengendapan bertujuan untuk memisahkan suspensi material fotokatalis dari larutan. Proses ini dilakukan dengan dua tahap. Tahap pertama dilakukan dengan mengendapkan larutan yang telah *distirring* selama 4 jam seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.3. Pengendapan ini memanfaatkan gravitasi sehingga partikel-partikel yang memiliki massa jenis lebih berat akan mengendap ke dasar *beaker glass*.



Gambar 3.3. Proses pengendapan selama 4 jam

Proses dilanjutkan dengan memisahkan suspensi dari larutan yang kemudian dilanjutkan dengan menggunakan bantuan alat sentrifugasi. Pada proses sentrifugasi ini dilakukan dengan tiga tahap,

- a. sentrifugasi dilakukan tanpa penambahan apapun.
- b. Tahap 2, suspensi yang didapatkan dari tahap 1 ditambah dengan aquades kemudian dilakukan sentrifugasi.
- c. Tahap 3, suspensi yang didapatkan dari tahap 2 ditambah dengan campuran aquades dan etanol (perbandingan etanol dan aquades adalah 1:1)

3.6. Proses *Ageing*

Setelah melakukan sentrifugasi akan didapatkan suspensi. Suspensi tersebut kemudian dipindahkan ke dalam tabung kecil, dimana akan dilakukan proses *ageing*. Proses ini dilakukan selama ± 40 jam. Pada proses aging ini diharapkan serbuk fotokatalis ZnO tidak lagi mengandung air yang dapat menghambat proses pengering sampel fotokatalis tersebut.

3.7. Proses Pengeringan (*Drying*)

Proses pengeringan merupakan proses akhir yang dilakukan dalam sistesis fotokatalis ZnO. Proses ini dilakukan untuk menghilangkan kandungan air yang masih terdapat pada suspensi. Sebelum sampel di-*drying*, terlebih dahulu dilakukan proses vakum. Proses vakum dilakukan untuk menghilangkan kandungan air yang masih terdapat pada sampel dan untuk mencegah kontaminasi lingkungan luar terhadap sampel fotokatalis. Sampel tersebut di vakum sebanyak 4 kali, dimana 3 kali juga dilakukan proses *fluxing*. *Fluxing* dilakukan dengan menggunakan gas *inert*, yaitu argon. Selanjutnya, sampel di-*drying* selama 6 jam pada suhu 100°C . Proses *drying* dilakukan dalam keadaan vakum sehingga sampel tersebut tidak terkontaminasi oleh udara luar. Gambar 3.4. menunjukkan sampel yang telah di *drying* selama 6 jam.



Gambar 3.4. Sampel yang terdapat di dalam tabung kuarsa

3.8. Karakterisasi Fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ -Zeolit

3.8.1. Pengujian Difraksi Sinar-X

Struktur kristal dari sampel akan di karakterisasi dengan difraksi sinar X (XRD). Pengujian ini dilakukan di laboratorium XRD Badan Tenaga Atom Nasional (BATAN) Serpong, Tangerang, Banten dengan menggunakan mesin Phillips *X-ray Diffractometer*, dengan radiasi monokromatik Cu $K\alpha$ ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$). Sampel dalam bentuk serbuk ditempatkan dalam sebuah plat kaca. Pada sampel tersebut akan ditembakkan sinar-X yang dihasilkan dari penumbukkan target (logam anoda, Cu) oleh elektron berenergi tinggi yang berasal dari pemanasan filamen dalam keadaan vakum pada tekanan tinggi dan kecepatan yang tinggi. Sampel kemudian akan mendifraksikan sinar ke segala arah yang kemudian akan direkam sebagai data analog atau digital. Pola difraktogram yang dihasilkan berupa puncak-puncak difraksi dengan intensitas bervariasi dengan nilai sepanjang 2θ .

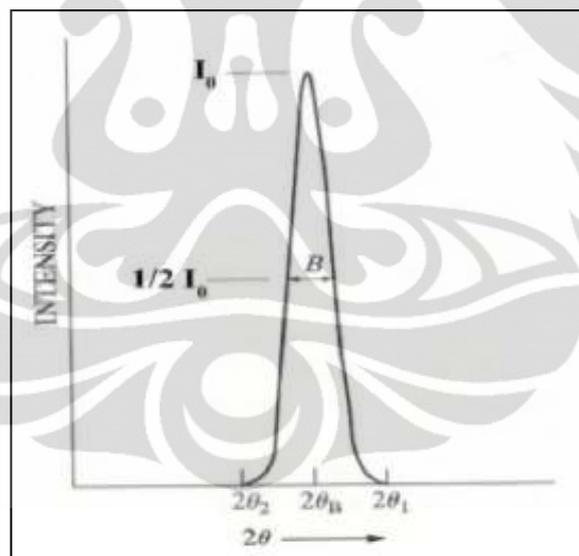
Pengujian XRD ini memiliki dua tujuan utama, yaitu mengkonfirmasi jenis fasa yang terbentuk serta ukuran rata-rata kristalit yang dihasilkan. Dengan membandingkan puncak-puncak (besar sudut 2θ) dari data pengujian XRD yang didapatkan dengan *database* yang terdapat pada *crystallography open database*

(COD)^[37] sehingga didapatkan jenis fasa yang sesuai dengan sampel nanopartikel hasil eksperimen. Berdasarkan *database* tersebut kemudian dilakukan analisis terhadap fasa-fasa yang terbentuk pada sampel fotokatalis dengan menggunakan program MAUD.^[38]

Untuk mengetahui ukuran kristalit nanopartikel digunakan persamaan Scherrer berikut ini:

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta} \quad (3.3)$$

Dimana D adalah ukuran diameter kristalit; k adalah konstanta proporsionalitas ($=0.89$); λ adalah panjang gelombang dari difraksi X-ray yang digunakan ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$); β adalah lebar keseluruhan dari setengah kali puncak difraksi maksimum (*Full Width at Half Maximum*, FWHM) ; dan θ adalah sudut Bragg yang terbaca oleh mesin XRD.



Gambar 3.5. Ilustrasi nilai FWHW

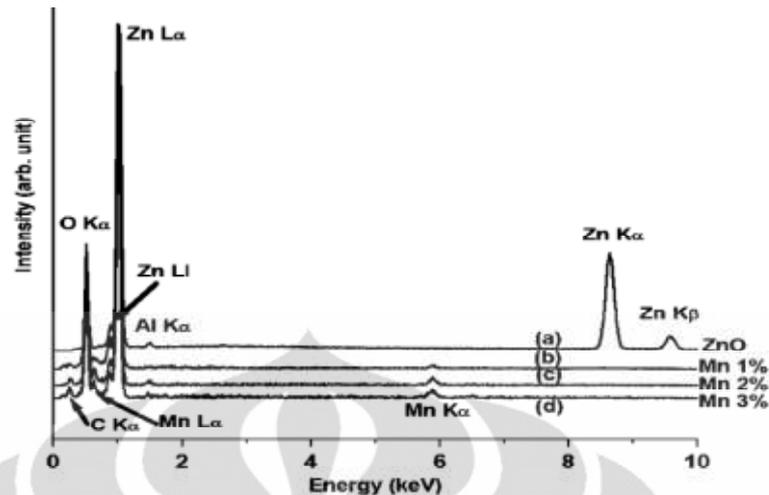
Untuk mendapatkan nilai β (*Full Width at Half Maximum*, FWHM), dilakukan analisis nilai *broadening* atau pelebaran dari tiap sampel kristal. Dari peak tertinggi yang dihasilkan pada tiap sampel akan didapatkan nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*). Nilai FWHM tersebut kemudian dikonversi ke dalam satuan radian.

3.8.2. Pengujian Spektroskopi *Energy Dispersive X-Ray* (EDX)

Pengujian *Energy Dispersive X-Ray* (EDX) dilakukan di *Center of Material Processing and Failure Analysis* Departemen Metalurgi dan Material FTUI. Pengujian EDX merupakan teknik yang digunakan untuk melakukan analisis unsur-unsur atau karakterisasi kimia dari sebuah sampel. Pengujian ini dilakukan untuk mengkonfirmasi unsur-unsur yang terdapat pada material fotokatalis yang telah disintesis.

EDX merupakan salah satu jenis dari *X-Ray fluorescence spectroscopy* dimana terjadi interaksi antara radiasi elektromagnetik dan sampel. Prinsip dari pengujian EDX ini adalah memanfaatkan sinar-X yang dimiliki masing-masing unsur yang memiliki struktur atom yang khas. Sinar-X tersebut akan diemisikan oleh sampel sebagai interaksi terhadap partikel yang bermuatan. Pada pengujian ini, laser energi tinggi yang mengandung partikel bermuatan seperti elektron dan proton akan ditembakkan pada sampel. Dengan adanya *incident beam* mengakibatkan terjadinya eksitasi elektron dari keadaan dasar menuju keadaan tereksitasi. Jumlah energi yang diemisikan dalam bentuk sinar-X tersebut akan diukur dengan menggunakan *energy-dispersive spectrometer*.

Jumlah energi yang diserap tersebut akan dikalkulasikan oleh spektrometer *energy-dispersive*. Gambar 3.6 di bawah ini menunjukkan hasil pengujian EDX pada sebuah material. Gambar 3.6 tersebut menunjukkan identifikasi setiap unsur yang terdapat pada material ZnO yang didoping dengan logam mangan. Dengan menggunakan hasil dari pengujian EDX maka analisis kualitatif dan juga kuantitatif dari unsur-unsur penyusun material fotokatalis yang disintesis pada penelitian ini dapat dilakukan.



Gambar 3. 6. Contoh hasil pengujian EDX pada material ZnO doping logam mangan^[39]

3.8.3 Pengujian Spektroskopi UV-vis

Pengujian spektroskopi UV-vis dilakukan untuk mengetahui karakteristik absorpsi dari sampel. Sebelumnya telah diketahui bahwa pada material semikonduktor oksida inorganik, perbedaan ukuran dalam skala nanometer memberikan perbedaan yang sangat signifikan terhadap sisi absorpsi dan puncak maksimum kurva absorpsi hasil spektroskopi UV tersebut (*size-dependent optical absorption*). Dengan adanya sumber radiasi dari sinar UV-vis dapat menyebabkan terjadinya transisi elektronik yang dapat mempromosikan elektron-elektron dari orbital keadaan dasar yang benergi rendah menuju ke orbital dalam keadaan tereksitasi yang memiliki energi yang lebih tinggi. Energi tersebut kemudian diserap sebagai cahaya dan tersalurkan dalam reaksi kimia.

Estimasi nilai energi celah pita dapat diperoleh dari pengujian UV-vis. Dengan memanfaatkan persamaan Kubelka-Munk di bawah ini maka dapat diperoleh hubungan antara energi celah pita (E_g) dengan nilai reflektansi dari sampel nanopartikel ZnO. Persamaan Kubelka-Munk:

$$(F_r)^2 = \left(\frac{1-R}{2R}\right)^2 \quad (3.4)$$

Dimana R adalah reflektansi sampel yang didapatkan dari hasil pengujian UV-vis. Energi celah pita dari sampel akan diperoleh berdasarkan Persamaan 3.5 seperti yang ditunjukkan di bawah ini.

$$E_g = h \cdot \frac{c}{\lambda} \quad (3.5)$$

Dimana E_g adalah nilai energi celah pita; h adalah tetapan Plank ($6,6261 \times 10^{-34}$ Js); v adalah frekuensi foton; c adalah kecepatan rambat cahaya di udara (3×10^8 m/s); dan λ adalah panjang gelombang (nm) penyinaran.

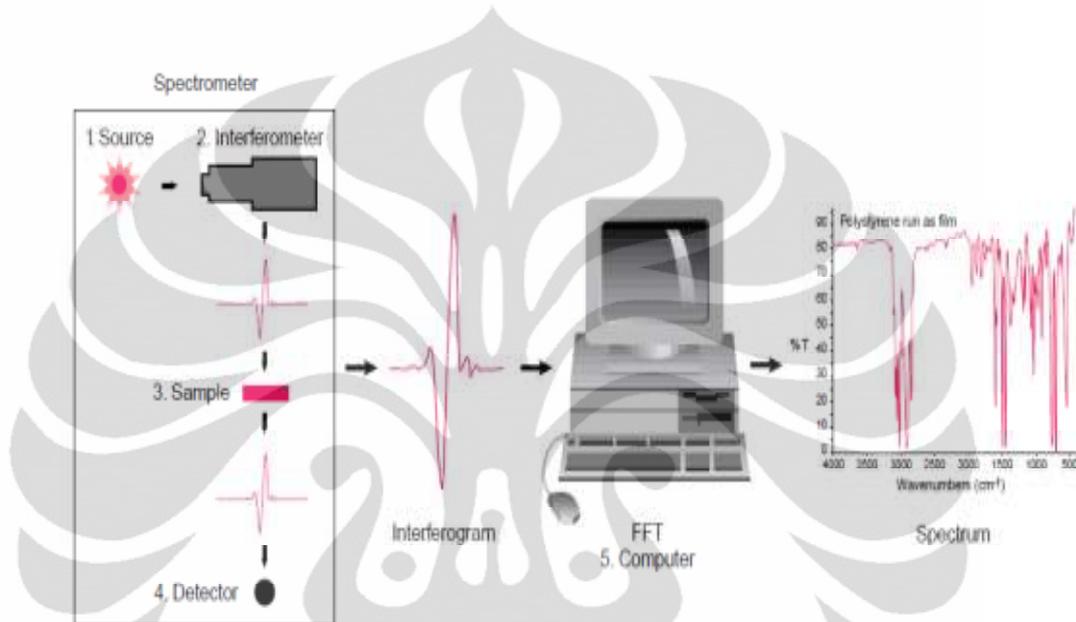
Spektroskopi absorpsi UV-Vis menggunakan sumber radiasi lampu wolfram (tugsten) sebagai sumber radiasi untuk spektrum kontiniu. Wadah sampel yang digunakan disebut sel atau kuvet. Sampel diletakkan di dalam kuvet dan kemudian di press dengan menggunakan *glass block*. Penelitian ini menggunakan analisa kuantitatif dengan metode *Base-Line*. Analisis komponen yang diketahui dan berada bersama-sama komponen lain yang tak diketahui, tetapi menyerap radiasi pada daerah spektral yang sama, merupakan masalah yang sering dihadapi dalam pengukuran. Metode *Base-Line* digunakan untuk menyelesaikan permasalahan tersebut.

3.8.4. Pengujian Spektroskopi Fourier Transform Infrared (FT-IR)

Spektroskopi *Fourier Transform InfraRed* (FTIR) adalah pengujian spektroskopi yang pada sistem optiknya digunakan media infra merah. Jika sinar inframerah dilewatkan melalui sampel senyawa inorganik seperti yang ditunjukkan maka terdapat sejumlah frekuensi yang diserap dan ada yang diteruskan atau ditransmisikan tanpa diserap. Serapan cahaya oleh molekul tergantung pada struktur pada struktur elektronik dari molekul tersebut. Molekul yang menyerap energi tersebut sesuai dengan tingkat vibrasi dan rotasi pada ikatan kovalen yang mengalami perubahan momen dipol. Setiap material memiliki kombinasi atom-atom yang unik. Sehingga tidak akan ditemui hasil spektrum infra merah yang serupa. Ukuran dari puncak pada spektrum tersebut adalah sebuah indikasi langsung dari jumlah kandungan pada suatu material sampel uji.

Proses untuk mendapatkan puncak-puncak spektrum dari suatu sampel ditunjukkan pada Gambar 3.7. Pertama kali energi infrared akan diemisikan dari suatu sumber. Kemudian sinar tersebut akan masuk ke dalam *interferometer*

dimana akan terjadi pengkodean spektrum sehingga dapat menghasilkan sinyal *interferogram* yang kemudian akan ditembakkan ke sampel. Jika sinar tersebut masuk ke dalam sampel maka terdapat sejumlah frekuensi yang akan diteruskan dan diserap. Kemudian sinyal dari *interferogram* yang telah diserap oleh sampel tersebut akan di ukur oleh *detector*. Selanjutnya, sinyal tersebut akan dikirim ke dalam *computer* dan akan dihasilkan *spectrum* yang kemudian akan dianalisis.

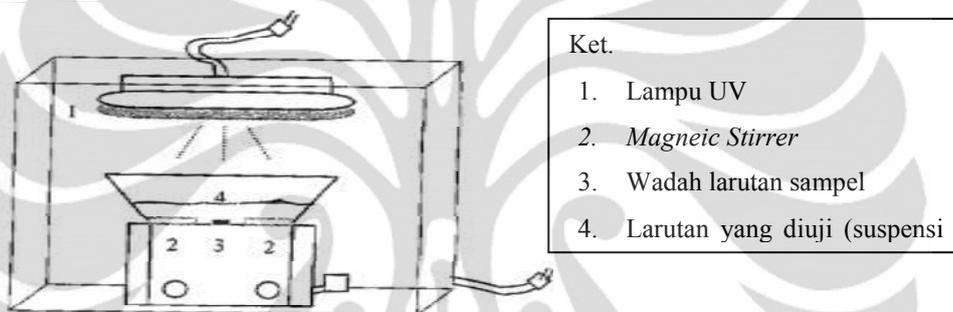


Gambar 3.7. Diagram alir kerja sebuah FTIR^[40]

Energi daerah inframerah sangat lemah, untuk mengurangi absorpsi oleh sistem optik maka penggunaan sistem lensa pada spektrometer infra merah sebisa mungkin dihindarkan. Lensa cekung dapat digunakan untuk membuat berkas sinar infrared yang jatuh padanya hampir seluruhnya dipantulkan kembali. Lensa cekung tersebut dilapisi oleh logam aluminium yang mengkilap. Pada penelitian ini, material yang digunakan untuk mentransmisikan berkas infra merah dengan sangat baik adalah KBr. Sampel yang telah digerus dicampur dengan Kalium Bromida dan dibuat pellet. Pelet yang baik harus jernih/ transparan dan tidak retak. Perbandingan sampel dan kalium bromida adalah 1 : 5. Selanjutnya pellet tersebut diukur spektranya.

3.8.5. Pengujian Aktivitas Fotokatalis

Aktivitas fotokatalis dari sampel diinvestigasi dengan menggunakan degradasi dari *methyl orange* (MO) pada larutan yang mengandung air. Reaktor fotokatalis ini terdiri dari lampu UV dan *magnetic stirrer*. Sampel fotokatalis sebanyak 0,2 gr disuspensikan pada 100 ml larutan metil jingga (MO). Larutan tersebut dikontrol pada pH 7. Pengujian dilakukan di dalam sebuah wadah yang diletakkan di atas *magnetic stirrer* dengan tujuan untuk homogenisasi hasil reaksi fotokatalisis sampel nanopartikel terhadap MO. Gambar 3.8. menunjukkan skema pengujian yang dilakukan untuk mempelajari aktivitas fotokatalisis.



Gambar 3.8. Skema pengujian aktivitas fotokatalisis

Untuk mendapatkan penyinaran yang optimal, pengujian ini dilakukan dengan menggunakan suatu kotak kayu. Dengan demikian tidak akan ada spektrum cahaya lain yang masuk selain sinar UV. Pengujian ini dilakukan di bawah sinar UV dengan variasi waktu, yakni ½, 1, 1 ½, 2, dan 2 ½ jam. Konsentrasi dari larutan MO pada sampel-sampel hasil penyinaran UV tersebut dikontrol setiap interval waktu dengan cara mengukur absorbansi maksimum MO dengan menggunakan spektroskopi UV-vis. Kemudian laju dekomposisi dari larutan MO diukur. Hasil pengujian tersebut kemudian dibandingkan dengan sampel sebelum diberi penyinaran UV. Persentase dari laju dekomposisi larutan tersebut kemudian dihitung dengan menggunakan formulasi sebagai berikut.

$$P = \frac{A_0 - A_t}{A_0} \times 100\% \quad (3.6)$$

dimana P adalah persentase degradasi fotokatalisis larutan; A_0 adalah absorbansi dari larutan sebelum disinari UV; A_t adalah absorbansi dari larutan MO setelah t jam.



BAB IV

PEMBAHASAN

Dalam bab ini akan dilakukan pembahasan mengenai hasil-hasil yang telah diperoleh dari penelitian yang dilakukan mengenai “Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis ZnO berbasis zeolit alam yang *didoping* oleh Fe²⁺”. Pembahasan ini meliputi tahapan preparasi sampel, sintesis fotokatalis Fe²⁺-ZnO berbasis zeolit alam, karakterisasi dari material yang telah disintesis, dan aktifitas fotokatalisis dari material tersebut. Adapun karakterisasi dari hasil penelitian ini adalah terkait dengan ukuran kristalit dari partikel nano, ukuran celah pita, unsur-unsur yang terkandung dalam material fotokatalis tersebut, serta ikatan-ikatan yang ada pada partikel tersebut.

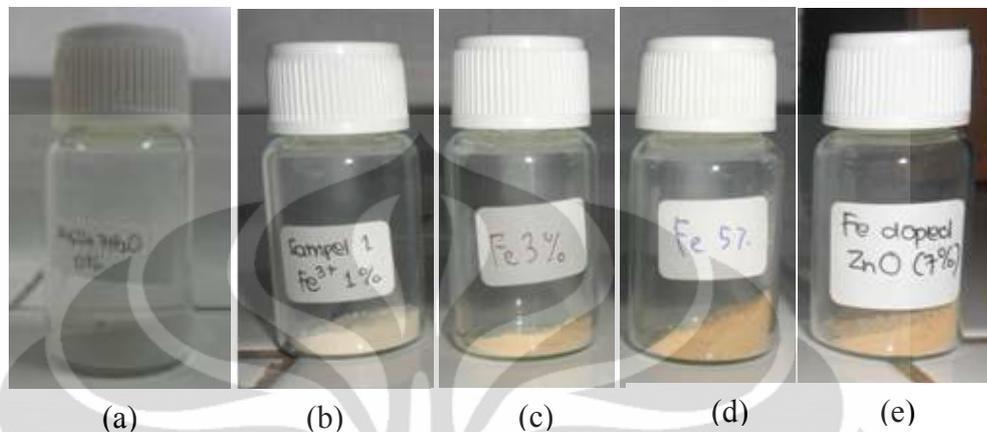
4.1. Sintesis Fotokatalis Fe_xZn_(1-x)O berbasis Zeolit Alam

Pada penelitian ini, fotokatalis Fe_xZn_(1-x)O/Zeolit Alam telah disintesis dengan menggunakan metode presipitasi. Metode presipitasi merupakan alternatif yang menarik karena banyak alasan, yaitu: temperatur sintesis yang rendah (temperature ruang), peralatan yang digunakan sederhana, proses yang sederhana, dan kemudahan dalam mengontrol setiap tahapan proses

Penelitian ini terfokus kepada preparasi metode presipitasi dari partikel ZnO yang menggunakan NaOH sebagai sumber alkalin. Skema proses sintesis ini dibedakan berdasarkan prekursor yang digunakan, yakni larutan untuk FZA0, FZA1, FZA3, FZA5, dan FZA7. Dalam penelitian, larutan FeSO₄.7H₂O ditambahkan pada larutan yang mengandung ZnSO₂.7H₂O dan zeolit alam. Pada Gambar 4.1 terlihat hasil sintesis fotokatalis dari penelitian ini. Dari hasil sintesis fotokatalis ini terlihat bahwa dengan konsentrasi ion Fe yang semakin meningkat maka akan terlihat perubahan warna yang semakin gelap. Variasi penambahan konsentrasi tersebut di batasi pada konsentrasi 1%, 3%, 5%, dan 7%.

Pada Gambar 4.1 (a) terlihat serbuk FZA0 yang berwarna putih menunjukkan warna dasar dari fotokatalis yang tidak *didoping* oleh Fe. Dengan

penambahan konsentrasi ion *doping* yang semakin meningkat terlihat bahwa warna akan semakin gelap seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1(b) sampai 4.1.(e).



Gambar 4.1. Hasil Sintesis Fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ berbasis zeolit alam, (a) FZA0, (b) FZA1, (c) FZA3, (d) FZA5, (e) FZA7

Untuk mempelajari lebih lanjut mengenai pengaruh ion dopan terhadap fotokatalis berbasis zeolit alam ini, maka dilakukan karakterisasi seperti yang akan dijelaskan pada bagian berikutnya.

4.2. Karakterisasi Fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ berbasis Zeolit Alam

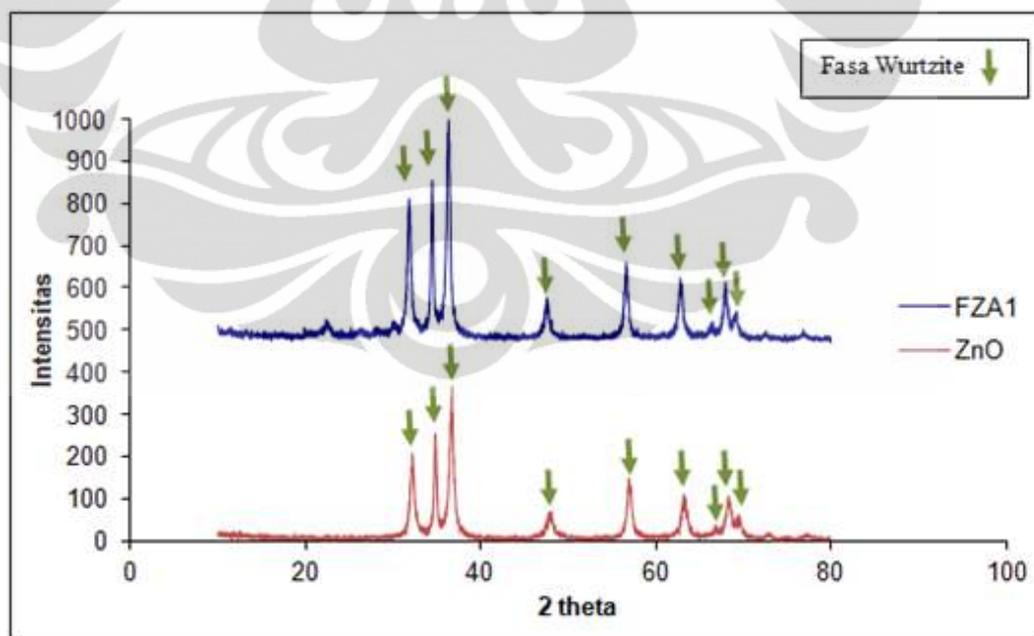
4.2.1. Analisis X-Ray Diffraction (X-Ray) pada Fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ berbasis Zeolit Alam

Pengujian XRD ini dilakukan untuk mengetahui dua tipe data, yaitu kualitatif dan kuantitatif. Dengan mengetahui posisi 2θ pada tiap puncak yang terdeteksi oleh XRD. Dengan mengetahui besarnya intensitas relatif deretan puncak-puncak difraksi tersebut maka dapat diketahui senyawa penyusun material tersebut. Pola difraksi dari setiap sampel bergantung pada kisi kristal, unit parameter dan panjang gelombang sinar-X yang digunakan. Dengan demikian, untuk menghasilkan pola difraksi yang sama pada sampel yang berbeda memiliki kemungkinan yang sangat kecil.

Pada Gambar 4.2. di bawah ini memperlihatkan perbandingan puncak-puncak difraksi antara ZnO dan $\text{Fe}_{0,01}\text{Zn}_{0,99}\text{O}$ /zeolit alam. Pada Gambar tersebut

terlihat bahwa terdapat kesamaan puncak-puncak difraksi antara ZnO dengan $\text{Fe}_{0.01}\text{Zn}_{0.99}\text{O}$ /zeolit alam. Dengan menggunakan program MAUD yang menggunakan *Crystallography Open Database*^[37] sebagai referensi database kisi kristal berbagai senyawa, maka didapatkan fasa apa yang terdapat pada fotokatalis tersebut. Berdasarkan program MAUD^[38] tersebut diketahui bahwa pada material fotokatalis Fe^{2+} -ZnO yang berbasis zeolit alam ini telah terbentuk fasa wurtzite dari ZnO dan fasa klinoptilolit dari zeolit alam.

Pada Gambar 4.2 menunjukkan bahwa fasa wurtzite terdapat pada puncak-puncak difraksi dengan sudut 2 theta, 31.84° , yang menunjukkan bahwa adanya intensitas kristalit nanopartikel ZnO dengan arah (100). Puncak kedua berada pada 34.49° yang menunjukkan bahwa adanya intensitas kristalit nanopartikel ZnO dengan arah (002). Puncak lain yang mengindikasikan terbentuknya partikel ZnO dapat dilihat pada Tabel 4.1. Puncak-puncak difraksi sinar-X tersebut dibandingkan dengan puncak-puncak difraksi yang telah dilaporkan oleh Hongxia, Zhang, et al.^[20]

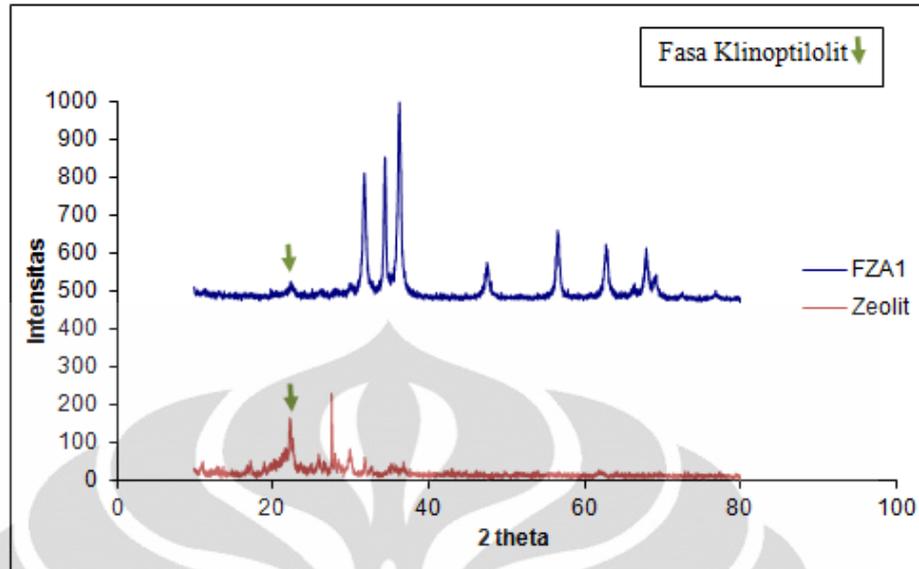


Gambar 4.2. Puncak grafik hasil XRD yang mengkonfirmasi fasa yang terdapat pada Fotokatalis $\text{Fe}_{0.01}\text{Zn}_{0.99}\text{O}$ /zeolit alam

Tabel 4.1. Nilai 2θ kristal wurtzite (ZnO) dengan orientasi kisi kristal

2θ ($^{\circ}$)	Arah
31.84	(100)
34.49	(002)
36.34	(101)
47.65	(102)
56.63	(110)
62.93	(103)
66.43	(200)
67.96	(112)
69.17	(201)

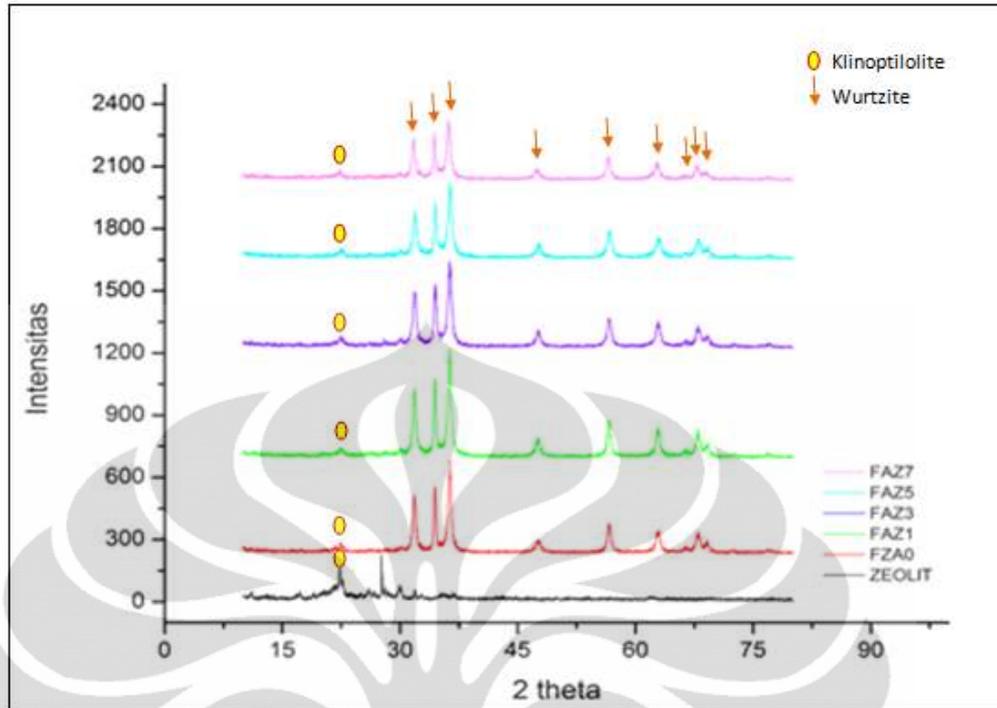
Pada Gambar 4.3 menunjukkan bahwa fasa zeolit terbentuk pada puncak dengan sudut 25.01° , 26.79° , 27.77° yang merupakan kandungan modernit. Beberapa puncak juga menunjukkan adanya kandungan klinoptilolit yakni pada puncak 13.02 dan 22.36 . Hal tersebut seperti dilaporkan oleh Fatimah dkk^[41]. Untuk mengetahui apakah zeolit alam terintegrasi pada material fotokatalis maka dapat dibandingkan pola difraksi antara zeolit dan material fotokatalis. Apabila difraksi zeolit tersebut dibandingkan dengan fotokatalis FZA1 seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.3, terlihat bahwa terbentuknya fasa klinoptilolit pada puncak 22.36° . Berdasarkan hasil XRD terhadap zeolit dan fotokatalis FZA1 maka dapat disimpulkan bahwa fotokatalis ZnO yang berbasis zeolit alam ini telah berhasil dilakukan.



Gambar 4.3. Puncak grafik hasil XRD yang mengkonfirmasi fasa klinoptilolit yang terdapat pada Fotokatalis $\text{Fe}_{0,01}\text{Zn}_{0,99}\text{O}$ /zeolit alam

Apabila dilakukan perbandingan terhadap sampel FZA0, FZA1, FZA3, FZA5, dan FZA7, maka terlihat bahwa material fotokatalis tersebut menunjukkan karakteristik yang sama dengan terbentuknya puncak-puncak difraksi yang sama. Gambar 4.4 menunjukkan karakteristik dari klinoptilolit dan wurtzite yang terdapat pada setiap sampel fotokatalis.

Berdasarkan analisis XRD terhadap sampel fotokatalis FZA1, FZA3, FZA5, dan FZA7 seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.4 terlihat bahwa tidak terbentuk fasa Fe meskipun dengan konsentrasi yang paling tinggi. Hal tersebut dapat terjadi karena dua hal : (a) konsentrasi dari Fe kecil sehingga tidak terdeteksi oleh XRD; (b) atom Fe mungkin masuk kedalam struktur ZnO dan tersubstitusi pada kisi ZnO karena ukuran atomnya yang lebih kecil dibandingkan dengan Zn. Untuk mengkonfirmasi lebih jelas mengenai hal tersebut dapat dilakukan dengan hasil XPS (*X-Ray Photoelektron spectroscopy*). Akan tetapi pada penelitian ini tidak dilakukan pengujian tersebut.



Gambar 4.4. Grafik analisa XRD untuk sampel Zeolit, ZnO, FZA1, FZA3, FZA5, dan FZA7

Ukuran kristalit dari hasil sistesis fotokatalis Fe^{2+} -ZnO berbasis zeolit alam dapat dihitung dengan menggunakan besar pelebaran total atau broadening sampel. Berdasarkan data yang diperoleh dari pengujian XRD, maka akan didapatkan nilai pelebaran total, yang meliputi pelebaran kristal, pelebaran regangan, dan pelebaran instrumen. Program PeakFit^[43] digunakan untuk mengerahui nilai pelebaran total tersebut atau yang biasanya disebut dengan *full width at half maximum* (FWHM). Karena adanya variabel instrumen dalam penentuan nilai broadening suatu kristal maka perlu dilakukan untuk meminimalisasi variabel tersebut, yang dirumuskan dengan Persamaan 4.1.

$$B_r = B_{\text{total}} - B_{\text{instrumen}} \quad (4.1)$$

dimana B_{total} adalah nilai FWHM yang didapatkan dari program Peakfit dan $B_{\text{instrumen}}$ merupakan ketidakteelitian alat XRD Philip PW 1710 yang digunakan, yaitu sebesar 0.205° .

Setelah mendapatkan nilai *broadening* dari semua *peak*, *peak-peak* tersebut kemudian diolah dengan menggunakan *microsoft excel* sehingga akan didapatkan konstanta persamaan garis, hasil ekstrapolasi semua titik tersebut.

Nilai konstanta tersebut kemudian akan digunakan untuk menghitung besar kristalit menggunakan turunan Persamaan Scherrer yang ditunjukkan pada Persamaan 4.2.

$$t = k\lambda / c \quad (4.2)$$

dimana k adalah ketetapan Scherrer 0.89, λ adalah panjang gelombang sinar-X, yaitu 0.154056 nm, dan c adalah nilai konstanta hasil grafik pelebaran puncak difraksi. Berdasarkan persamaa 4.1, maka akan didapatkan ukuran kristalit dari hasil sintesis fotokatalis Fe^{2+} -ZnO berbasis zeolit alam. Pada Tabel 4.2 memperlihatkan ukuran kristalit dari setiap konsentrasi Fe yang berbeda.

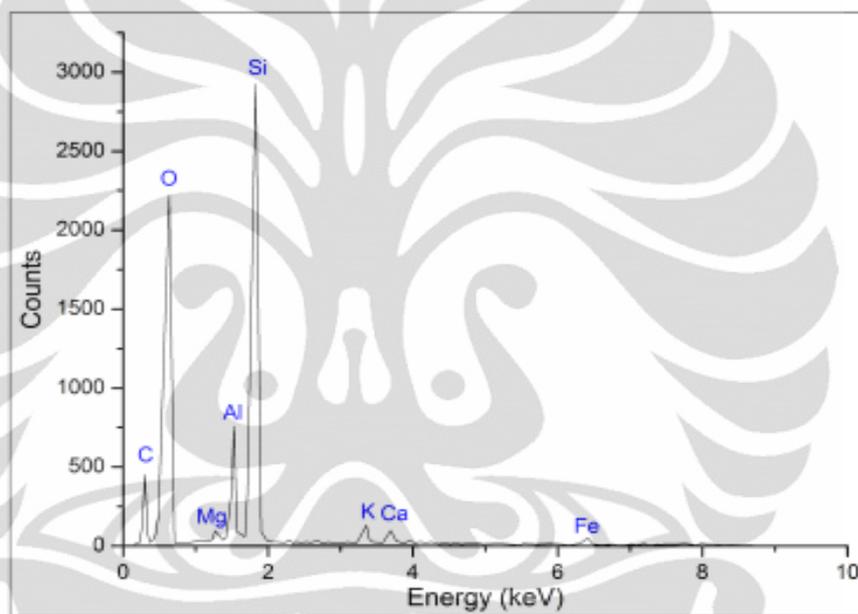
Tabel 4.2. Pengaruh konsentrasi Fe terhadap ukuran kristalit $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}/\text{Zeolit Alam}$

Kadar Fe	Ukuran Kristalit
0%	18.36
1%	14.28
3%	13.44
5%	13.06
7%	12.57

Berdasarkan Tabel 4.2 menunjukkan bahwa ukuran kristalit fotokatalis Fe^{2+} -ZnO berbasis zeolit alam mengalami penurunan dengan semakin bertambahnya konsentrasi Fe. Hal tersebut menunjukkan bahwa penyatuan ion Fe ke dalam sttruktur ZnO telah mengurangi ukuran pertumbuhan butir yang dapat menyebabkan penurunan terhadap rata-rata ukuran butir seperti yang dilaporkan oleh Qi Xiao et. al. [4] Penurunan ukuran kristal ini juga disebabkan oleh fotokatalis yang berbasis zeolit alam. Cheng Wang et. al., melaporkan bahwa zeolit alam dapat menghambat pertumbuhan ukuran kristalit dari material fotokatalis TiO_2 .

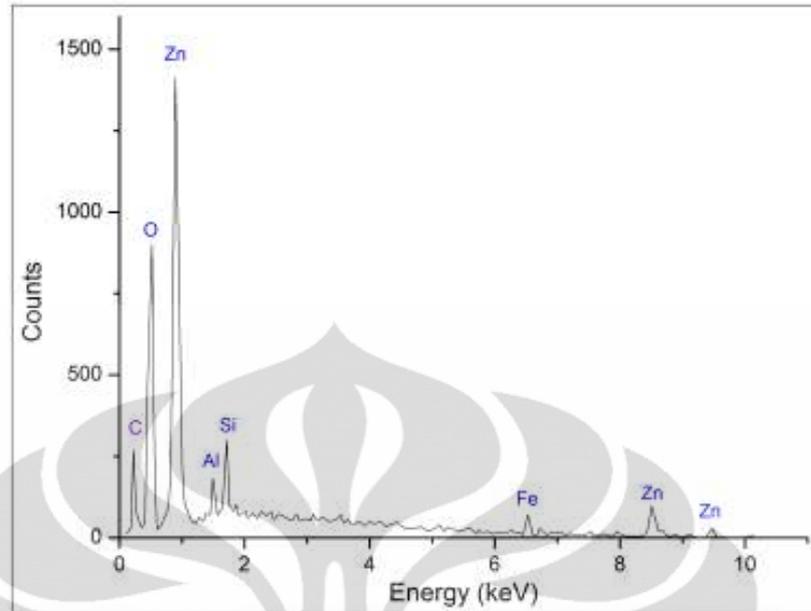
4.2.2. Analisis Energi Divergensi X-Ray (EDX) pada Fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ berbasis Zeolit Alam

Pengujian Energi *Dispersive X-Ray* (EDX) ini dilakukan di *Central of Material Processing and Failure Analysis*, Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Berdasarkan hasil dari pengujian ini akan dipelajari unsur atau elemen apa sajakah yang terdapat pada zeolit, FZA0, FZA1, FZA3, FZA5, dan FZA7. Zeolit alam mendemonstrasikan adanya unsur C, O, Al, Mg, Si, K, Ca, dan Fe seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.5. Grafik analisis zeolit alam dengan *Energy Dispersive X-Ray*

Komposisi pada sampel fotokatalis FZA7 menunjukkan bahwa menunjukkan bahwa adanya zeolit alam, ZnO, dan ion dopan Fe. Zeolit dikonfirmasi dengan adanya unsur Al dan Si. Elemen-elemen yang terdapat pada FZA7 lebih lengkap dapat dilihat pada Gambar 4.6. Dengan adanya atom Fe pada hasil pengujian ini, maka *pendopingan* Fe pada fotokatalis ZnO berbasis zeolit telah berhasil dilakukan Hal tersebut juga dibuktikan pada hasil pengujian XRD yang tidak menunjukkan adanya fasa Fe.



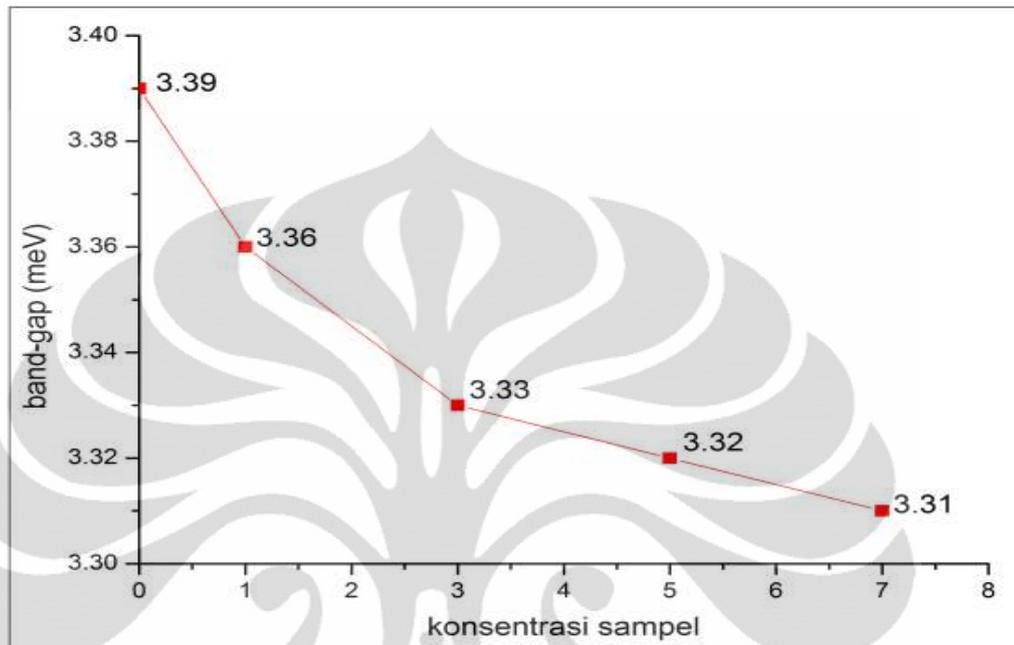
Gambar 4.6. Grafik analisis FZA7 alam dengan *Energy Dispersive X-Ray*

4.2.3. Analisis Ultraviolet-Visible (UV-vis) Spektroskopi pada Fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ berbasis Zeolit Alam

Pengujian UV-Vis dilakukan di Laboratorium Afiliasi Departemen Kimia Fakultas MIPA UI. Alat yang digunakan adalah UV-vis spectrometer seri UV-2450 yang diproduksi oleh Shimadzu. Pengujian ini dilakukan dengan panjang gelombang antara $200\text{-}800\text{ cm}^{-1}$. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui spektrum absorbansi dari sampel terhadap cahaya UV-vis dan digunakan untuk mengestimasi nilai celah pita dari fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ berbasis Zeolit Alam dengan variasi penambahan konsentrasi Fe.

Hasil dari pengujian ini menampilkan nilai *reflectan* sampel pada panjang gelombang tertentu. Berdasarkan persamaan Kubelka-Munk maka akan didapatkan nilai energi celah pita untuk masing-masing sampel. Nilai energi celah pita untuk material fotokatalis FZA0, FZA1, FZA3, FZA5, DAN FZA7 dapat dilihat pada Gambar 4.6. Berdasarkan Gambar 4.7 menunjukkan bahwa terjadi penurunan nilai celah pita dengan semakin meningkatnya konsentrasi ion dopan Fe^{2+} . Ion Fe akan berdifusi pada kisi ZnO sehingga menyebabkan celah pita antara ikatan valensi dan ikatan konduksi menjadi semakin kecil. Hal tersebut juga telah dilakukan oleh Cheng Wang et. al.^[3] yang melakukan sintesis dan karakterisasi

terhadap zeolit alam yang didukung oleh fotokatalisis Fe^{3+} - TiO_2 . Cheng Wang et. al. menunjukkan bahwa dengan penambahan konsentrasi Fe pada semikonduktor TiO_2 akan menurunkan nilai celah pita dari semikonduktor tersebut.

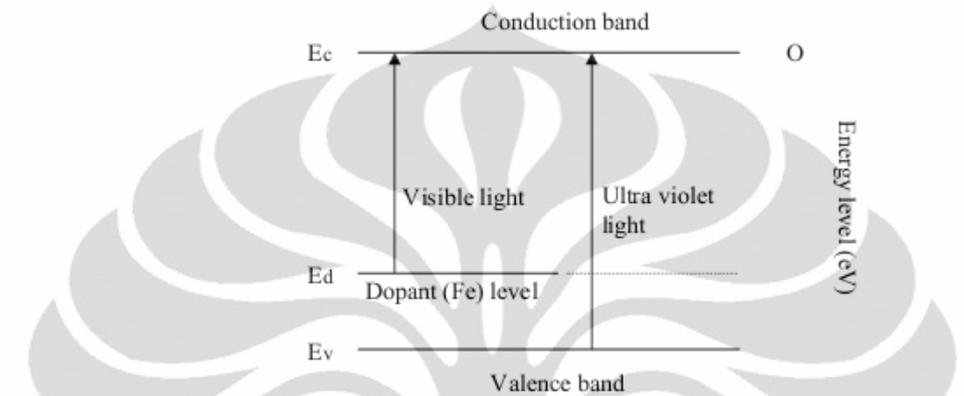


Gambar 4.7. Grafik Perbandingan Nilai Band-Gap Nanopartikel $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ /Zeolit Alam dengan variasi konsentrasi ion Fe^{2+}

Padikkaparambil Siliya et al.,^[44] melaporkan bahwa celah pita memiliki peranan yang penting dalam aktifitas fotokatalis. Dengan celah pita yang besar pada semikonduktor, maka untuk mengeksitasi elektron dari ikatan valensi menuju ikatan konduksi hanya bisa dilakukan dengan energi dari sinar UV. Hal tersebut sangat terbatas apabila digunakan pada cahaya matahari yang hanya mengandung 5% cahaya UV sedangkan sisanya adalah cahaya tampak. Proses rekombinasi pada cahaya UV sangatlah mudah terjadi. Hal tersebut tentunya akan mengurangi efisiensi dari foton. Oleh karena hal tersebut, diperlukan proses untuk menghambat terjadinya rekombinasi dengan cepat.

Dengan adanya penambahan ion Fe pada fotokatalis tersebut akan menyebabkan timbulnya energi baru yang terbentuk antara ikatan valensi dan ikatan konduksi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.8 di bawah ini. Gambar tersebut menunjukkan bahwa dengan adanya dopan (Fe) akan menyebabkan terbentuknya energi baru sehingga dapat menurunkan jarak celah pita antara

ikatan valensi dan ikatan konduksi. Dengan semakin menurunnya jarak celah pita tersebut maka energi yang dibutuhkan untuk terjadinya eksitasi elektron dari ikatan valensi menuju ikatan konduksi akan semakin menurun pula. Dengan demikian fotokatalis tersebut dapat digunakan untuk menyerap cahaya pada energi yang rendah seperti cahaya matahari.



Gambar 4.8. Ilustrasi Pembentukan tingkat energi baru dari atom Fe dalam energi celah pita^[26]

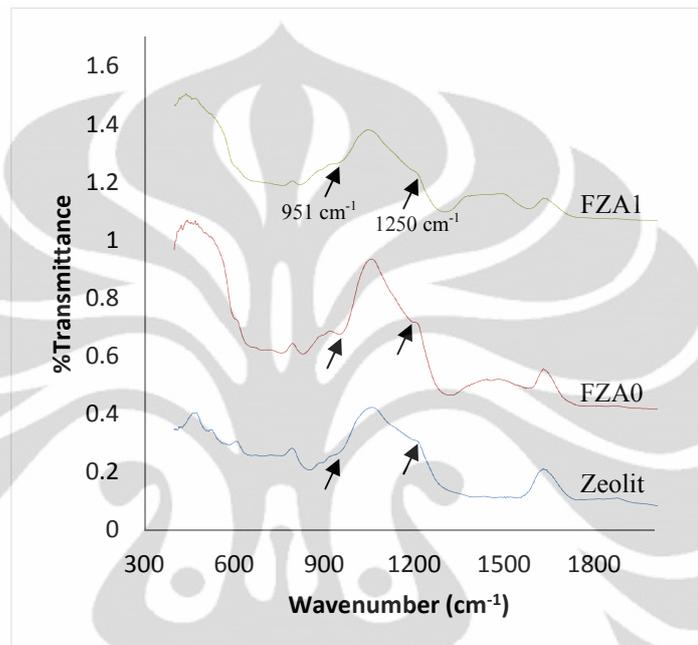
4.2.4. Analisis Fourier Transform Infrared (FT-IR) Spektroskopi pada Fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ berbasis Zeolit Alam

Pengujian *Fourier Transform Infrared* (FT-IR) dilakukan di Laboratorium Afiliasi Departemen Kimia Fakultas MIPA UI. Alat yang digunakan adalah IR Prestige 21 yang diproduksi oleh Shimadzu. Pengujian FT-IR ini dilakukan pada sampel zeolit, FZA0, dan FZA1. Hasil pengujian dari sampel ini dilakukan secara kualitatif sehingga pengujian hanya dilakukan untuk tiga sampel saja. Ketiga sampel tersebut akan mempresentasikan sampel-sampel lain yang tidak diuji.

Pengujian ini akan menghasilkan grafik antara %transmittance (%T) dengan wavenumber (cm^{-1}). Grafik tersebut akan memberikan informasi mengenai puncak-puncak absorpsi yang berhubungan dengan frekuensi vibrasi dari ikatan-ikatan atom penyusun material tersebut.

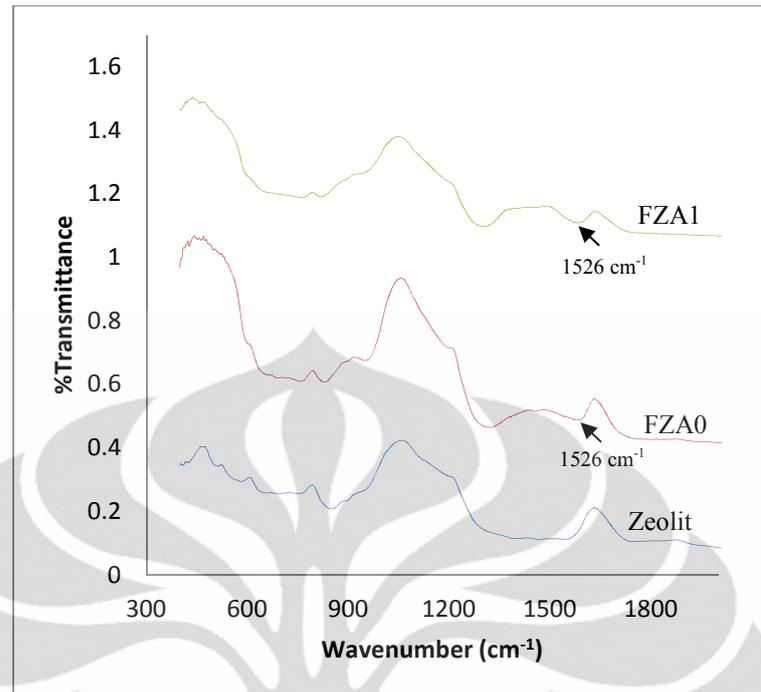
Hasil analisis dengan spektroskopi infra merah mengenai serapan gugus fungsional menunjukkan bahwa secara umum spektra zeolit alam, fotokatalis FZA0, dan fotokatalis FZA1 hampir sama. Pada Gambar 4.9. menunjukkan bahwa

serapan gugus fungsional memiliki kesamaan pada rentang 760 cm^{-1} - 953 cm^{-1} dan 1100 cm^{-1} - 1200 cm^{-1} . R.Y. Hong, et. al.,^[41] menunjukkan bahwa serapan gugus fungsional pada 951 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi dari ikatan simetris stretching Zn-O-Si. Ikatan antara Al, Si, -O berada pada rentang cm^{-1} 1200 - 900 dan Si-O-Si berada pada rentang 1250 cm^{-1} .



Gambar 4.9. Grafik Karakteristik Kandungan Zeolit dalam Fotokatalis FZA0 dan FZA1

Hasil spektroskopi infra-merah tersebut juga menunjukkan adanya pembentukan ZnO. Ruhh Ullah dkk^[2] melaporkan bahwa pada puncak 1526 cm^{-1} mengindikasikan adanya vibrasi dari ikatan seng oksida (ZnO). Pada Gambar 4.10. menunjukkan juga bahwa puncak 1526 cm^{-1} terdapat pada fotokatalis FZA0 dan FZA1. Apabila dibandingkan dengan spektra dari zeolit, terlihat bahwa puncak tersebut tidak terdapat pada zeolit sehingga dapat dikatakan bahwa puncak tersebut merupakan karakteristik dari ZnO.



Gambar 4.10. Grafik Karakteristik Kandungan ZnO dalam Fotokatalis FZA0 dan FZA1

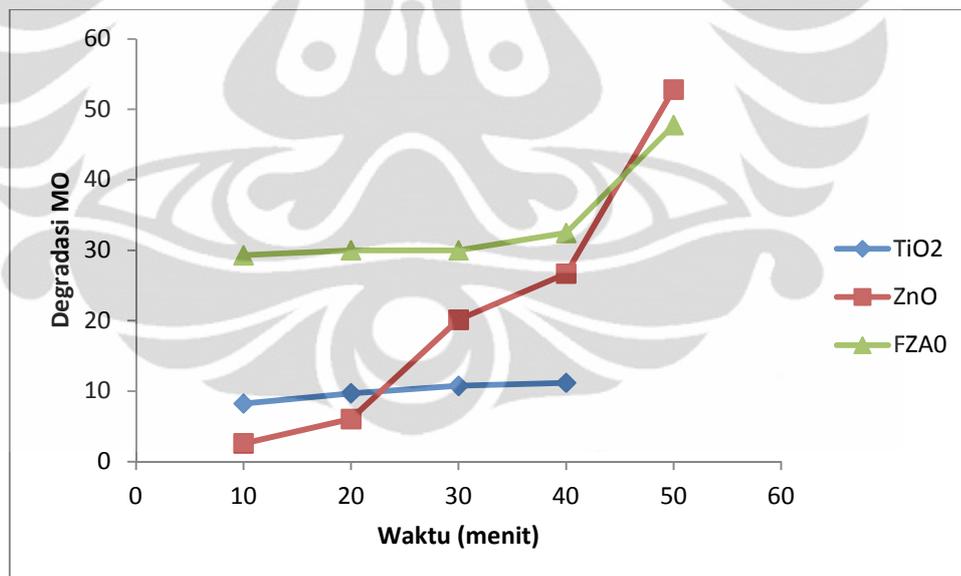
4.2.5. Analisis Aktifitas Fotokatalisis Nanopartikel $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ /Zeolit Alam pada Fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ berbasis Zeolit Alam

Pengujian fotokatalisis ini dilakukan di Laboratorium Kimia Industri Departemen Fisika Universitas Indonesia. Pengujian ini dilakukan dengan menggunakan reaktor fotokatalitik. Proses ini bertujuan untuk mengetahui aktifitas fotokatalisis dengan mengamati degradasi pada metal jingga yang disinari dengan sinar UV selama 10, 20, 30, 40, dan 50 menit. Setelah dilakukan proses penyinaran, kemudian dilakukan proses pengujian UV-vis untuk mengetahui nilai absorbansi dari metal jingga pada waktu 0, 10, 20, 30, 40, dan 50 menit. Konsentrasi dari larutan MO pada sampel-sampel hasil penyinaran UV tersebut dikontrol setiap interval waktu dengan cara mengukur absorbansi maksimum MO dengan menggunakan spektroskopi UV-vis. Berdasarkan pengujian UV-vis pada metal jingga didapatkan bahwa absorbansi maksimum didapatkan pada panjang gelombang 417 nm.

Pengujian aktifitas fotokatalisis Nanopartikel $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ /Zeolit Alam ini dilakukan dengan mendegradasi metal jingga. Sampel pada pengujian ini terdiri

dari 7 sampel yakni, TiO_2 , ZnO , FZA0, FZA1, FZA3, FZA5, FZA7. Efisiensi degradasi MO dilakukan perhitungan berdasarkan persamaan (3.1). Berdasarkan perhitungan yang telah dilakukan didapatkan grafik hubungan antara degradasi MO dengan waktu (menit).

Perbandingan antara fotokatalis TiO_2 , ZnO , dan FZA0 dapat dilihat pada Gambar 4.11. Gambar tersebut menunjukkan bahwa fotokatalis TiO_2 memiliki laju degradasi MO yang lebih rendah dibandingkan dengan fotokatalis ZnO . K. Gouvea et al.^[12] juga melaporkan bahwa ZnO memberikan efisiensi yang lebih baik dibandingkan dengan TiO_2 sebagai fotokatalisis dalam larutan air. Laju degradasi MO pada fotokatalis meningkat ketika ditambahkan dengan zeolit alam. Hal tersebut menunjukkan bahwa dengan penambahan zeolit alam ke dalam ZnO dapat meningkatkan laju degradasi MO. Zeolit alam mempunyai kemampuan adsorpsi yang tinggi sehingga dapat membantu reaksi fotokatalisis dalam menyerap cahaya.

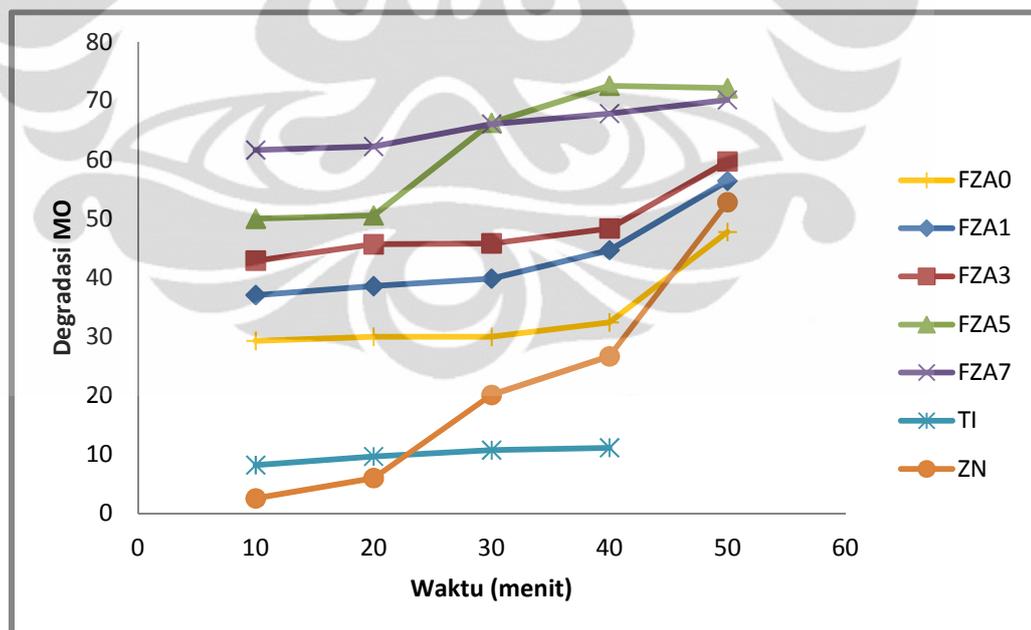


Gambar 4.11. Grafik Degradasi MO dengan fotokatalis TiO_2 , ZnO , dan Fe^{2+} - ZnO berbasis Zeolit Alam

Untuk melihat bagaimanakah pengaruh penambahan konsentrasi ion Fe terhadap fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ berbasis Zeolit Alam dapat dilihat pada Gambar 4.12. Pada Gambar tersebut didapatkan dua informasi. Informasi yang pertama adalah aktifitas fotokatalisis untuk setiap sampel mengalami peningkatan dengan

bertambahnya waktu. Informasi selanjutnya pengaruh peningkatan konsentrasi ion dopan terhadap aktifitas fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}$ berbasis Zeolit Alam. Berdasarkan Gambar tersebut terlihat bahwa aktifitas fotokatalis semakin meningkat dengan bertambahnya konsentrasi Fe. Hasil ini sama hampir sama dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Cheng Wang et. al^[3] yang menunjukkan bahwa aktifitas fotokatalis TiO_2 tergantung pada konsentrasi ion Fe.

Peningkatan konsentrasi ion Fe dapat meningkatkan pembentukan *hole* dan elektron, dan juga dapat menghambat rekombinasi pasangan *hole*-elektron tersebut. Pembentukan elektron-*hole* ini akan berpengaruh terhadap pembentukan radikal OH yang berfungsi sebagai oksidator kuat untuk dapat mendegradasi metal jingga. Dengan adanya penambahan *doping* ini juga diketahui bahwa dapat menghambat rekombinasi *hole* dan elektron dengan cara menjebak elektron sehingga dapat meningkatkan efisiensi dari aktifitas fotokatalisis. Penjebakan elektron tersebut terjadi karena adanya migrasi elektron dari ikatan konduksi menuju permukaan logam dopan.



Gambar 4.12. Grafik Degradasi MO terhadap waktu (10, 20, 30, 40, 50 menit) untuk sampel TiO_2 , ZnO , FZA0, FZA1, FZA3, FZA5, dan FZA7

Peningkatan aktifitas fotokatalis ini juga berhubungan dengan jarak celah pita yang semakin kecil. Dengan demikian daerah absorpsi dari fotokatalis akan

semakin besar. Menurut Lettmann et al.,^[27] terdapat hubungan yang baik antara sifat absorpsi cahaya dengan aktifitas fotokatalitik. Untuk memperoleh aktifitas fotokatalis yang tinggi dapat dilakukan dengan meningkatkan daerah absorpsi. Absorpsi tersebut dapat ditingkatkan dengan meningkatkan konsentrasi dari *Doping Fe*.



BAB V

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dalam sintesis nanopartikel $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}/\text{Zeolit Alam}$ menggunakan metode presipitasi untuk mengetahui aktifitas fotokatalisis, maka dapat ditarik kesimpulan bahwa :

- 1) Sintesis fotokatalis $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}/\text{Zeolit Alam}$ telah berhasil dilakukan dengan menggunakan metode presipitasi pada suhu yang relative rendah dan dengan peralatan yang tersedia di Laboratorium Kimia Industri Departemen Fisika- Universitas Indonesia.
- 2) Aktifitas fotokatalisis dari $\text{Fe}_x\text{Zn}_{(1-x)}\text{O}/\text{Zeolit Alam}$ semakin meningkat dengan adanya zeolit (clinoptilolite) dan dengan adanya pengaruh penambahan konsentrasi *Doping* Fe. Hal tersebut berkaitan dengan rekayasa nilai celah pita yang dapat meningkatkan aktifitas fotokatalis. Dengan semakin menurunnya nilai celah pita, maka energi yang diperlukan untuk mengeksitasi elektron dari ikatan valensi menuju ikatan konduksi semakin kecil. Selain itu, efek penambahan ion *doping* juga dikaitkan dengan pembentukan rekombinasi *hole* dan elektron dan penghambatan terhadap rekombinasi *hole* dan elektron sehingga aktifitas fotokatalis pun semakin meningkat. Hal tersebut juga didukung oleh zeolit yang bersifat adsorben yang baik sehingga efisiensi penyerapan energi matahari pun semakin meningkat.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Sakthivel, S., Neppolian, B., Shankar, V., Arabindoo, B., Palanichamy, M., & Murugesan, V. (2003). Solar photocatalytic degradation of azo dye comparison of photocatalytic efficiency of ZnO and TiO₂: *Sol. Energi Mater. Sol. C*, Vol. 77, pp. 65-82.
- [2] Ullah, Ruh, & Dutta, Joydeep. (2006). Photocatalytic activities of ZnO nanoparticles synthesized by wet chemical techniques. *2nd International Conference on Emerging Technologies*, pp. 353-357
- [3] Wang Cheng, Shi, Huisheng, Li Yan. 2011. Synthesis and characteristic of natural zeolit supported Fe³⁺-TiO₂ photocatalyst. *Applied Surface Science*, 6873-6877.
- [4] Xiao Qi, Yao Chi. (2010). Preparation and visible light photocatalytic activity of Zn_{1-x}Fe_xO nanocrystalline. *School of Resources Processing and Bioengineering, Central South University, Changsa 410083, China*.
- [5] Fujishima, A, and Honda, K. (1972). Electrochemical photolysis of water at a semiconductor electrode. *Nature* 238, 37.
- [6] Subramani, A.K., Byrappa, K., Ananda, S., Ray, K.M.L., Ranganathaniah, C., and Yoshimura, M. (2007). Photocatalytic Degradation of Indigo Carmine Dye Using TiO₂ Impregnated Activated Carbon. *Bull.Mater. Sci*, vol 31, *Indian Academy of Sciences*, p 37-41.
- [7] Andreozzi, R., Caprio, V., Insola, A., Marotta, R. and Sanchirici, (200). Advanced Oxidation Processes for the Treatment of Mineral Oil-Contaminated Wastewater. *Water Res.* 34, 620-628.
- [8] Bauer, M., Herrmann, R., Martin, A. and Zellmann, H. (1998). Chemodynamics, Transport Behaviour and Treatment of Phthalic Acid Esters in Municipal Landfill Leachates. *Wat. Sci. Tech.* 38, 185-192.
- [9] Parekh Bipin, et. al. (2007). Advance Photocatalytic Oxidation Techjiques for Purification of Immersion Lithography Water. *The Materials integrity management company*.
- [10] <http://www.vwander.com/technology/?tech=nano-technology&dt=3> yang diakses pada tanggal 20 Desember pukul 04:45.

- [11] Bismo Setijo. 2006. Teknologi Radiasi Sinar Ultra-Ungu (UV) dalam Rancang Bangun Proses Oksidasi Lanjut untuk Pencegahan Pencemaran Air dan Fasa Gas: Departemen Teknik Kimia FTUI.
- [12] C. Chen, J. Liu, P. Liu, B. Yu. Investigation of Photocatalytic Degradation of Methyl Orange by Using Nano-Sized ZnO Catalyst. *Advance in Chemical Engineering and Science*, 2011, 1, 9-14.
- [13] K. Gouvea, F. Wypych, S. G. Moraes, N. Duran, N. Nagata and P. Peralta-Zamora, "Semiconductor-Assisted Photocatalytic Degradation of Reactive Dyes in Aqueous Solution", *Chemosphere*, Vol. 40, 2000, pp. 433-440. doi: 10.1016/S0045-6535(99)00313-6.
- [14] Arif M.. (2011). Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Zink Oksida (ZnO) dengan Metode Proses Pengendapan Kimia Basah dan Hidrotermal untuk Aplikasi Fotokatalisis. Depok,
- [15] Bunn, C.W. (1935). The lattice-dimensions of zinc oxide. *Proc. Phys. Soc. London.*, 47., 5., 835-842, ISSN 0959-5309
- [16] Sing, shubra, (2009). Electrical transport and optical studies of transition metal ion doped ZnO and synthesis of ZnO based nanostructures by chemical route, thermal evaporation and pulsed laser deposition: *Department Of Physics Indian Institute Of Technology Madras*.
- [17] http://en.wikipedia.org/wiki/Zinc_oxide yang diakses pada tanggal 23 Desember 2011 pada pukul 19:15
- [18] a b c Özgür, Ü.; Alivov, Ya. I.; Liu, C.; Teke, A.; Reshchikov, M. A.; Doğan, S.; Avrutin, V.; Cho, S.-J. *et al.* (2005). "A comprehensive review of ZnO materials and devices". *Journal of Applied Physics* 98: 041301. doi:10.1063/1.1992666
- [19] Haslinda. (2009). Fabrication, Structural and Electrical Characteristic of Zinc Oxide (ZnO) Thin Films by Direct Current Sputtering: *Universiti Sains Malaysia*.
- [20] Hongxia, Zhang, et al. (2007). Preparation of ZnO Nanorods Through Wet Chemical Method. *Elsevier: Herbin Engineering University*.

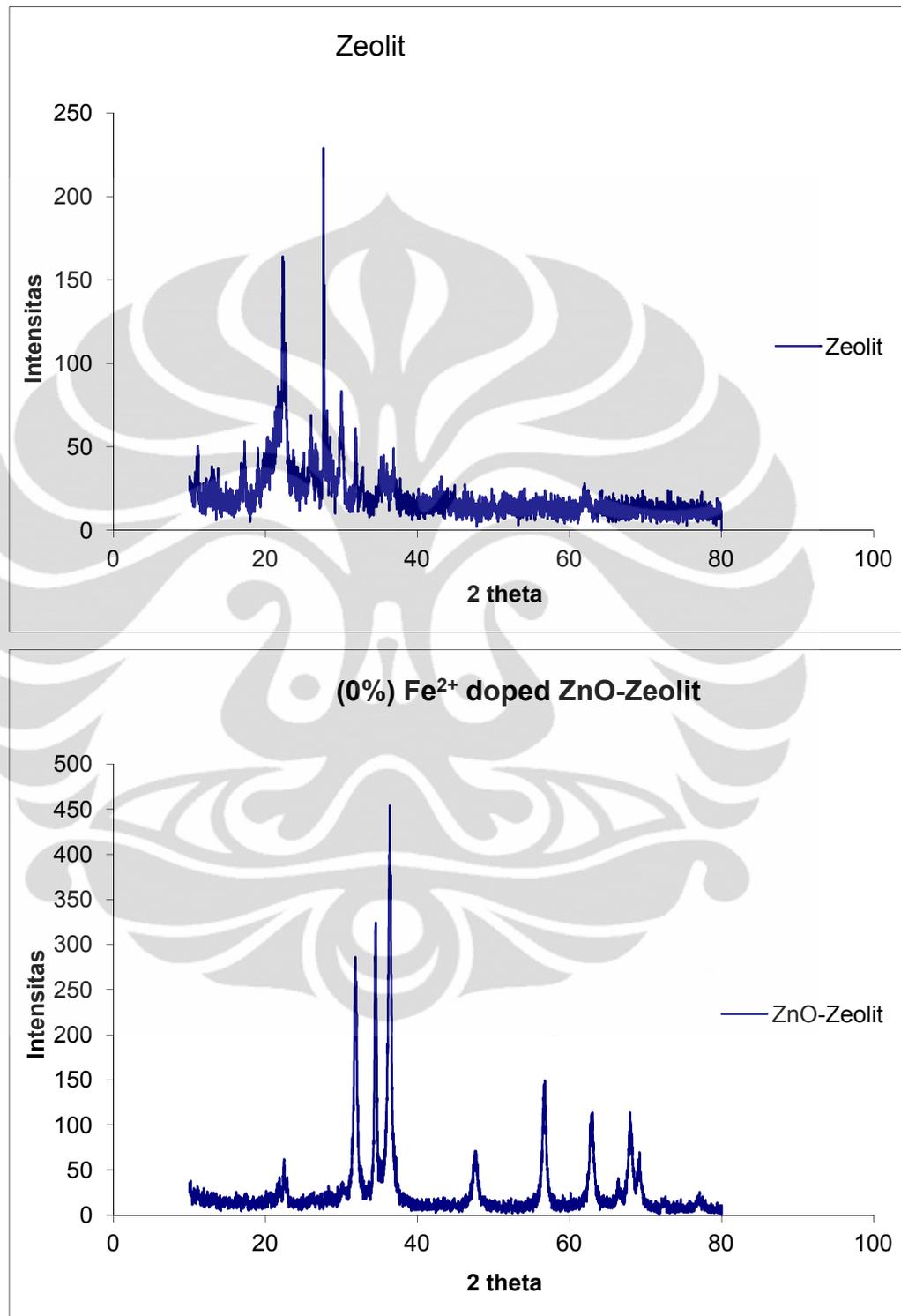
- [21] Sayed-Dorraji, M.S., Daneshvar, N., & Aber, S. (2009). Influence of Organik Oxidants and Metal Ions on Photocatalytic Activity of Prepared Zinc Oxide Nanocrystals. *Global NEST Journal Vol. 11, 4*, 535-545.
- [22] Behnajady, M. A., Modirshahla, N., & Ghazalian, E. (2011). Synthesis of ZnO Nanoparticles at Different Conditions: A Comparasion of Photocatalytic Activity. *Digest Journal of Nanomaterials And Biostructure Vol. 6, 1*, 467-474.
- [23] Sima, M., Enculescu, I., Sima, M., Enache, M., Vasile, E., & Ansermet, J.P. *Phys. Status Solido*, B 244, 1522 (2007).
- [24] Ryo baba, Seiichiro Nakabayashi, Akira Fujishima. (1985). Investigation of the Mechanism of Hydrogen Evolution during Photocatalytic water decomposition on metal loaded semiconductor Powders. *J. Phys Chem.* Volume 89, 1902-1905.
- [25] Campet, G., Jakani, M., Doumerc, J.P., Claverie, J., & Hagenmuller, P. (1982). Photoconduction Mechanisms in Titanium and Rare Earth n-type Semiconducting Electrodes with Pyrochlore and Perovskite Structures. *Solid State Communications*, 42 (2), 93-96.
- [26] Choi, W., Termin, A., & Hoffmann, M. (1994). The Role of Metal Ion Dopants in Quantum-sized TiO₂: Correlation Between Photoreactivity and Charge Carrier Recombination Dynamics. *The Journal of Physical Chemistry*, 98 (51), 13669-13679.
- [27] C. Lettmann, K. Hildenbrand, H. Kissch, W. Macyk, W.F. Maier, *Appl. Catal. B.* 32 (2001) 215-227.
- [28] Dong Hyun Kim et al. Photocatalytic behaviours and structural characteristic of nanocrystalline Fe-doped TiO₂ synthesized by mechanical alloying. *Journal of alloys and components* 375 (2004) 259-264
- [29] N. Rajic, V. Kaucic, in: I.T. Horvath (Ed.), *Encyclopedia of Catalysis*, John Wiley, Hoboken, 2002, pp. 189–236.
- [30] Hay, R. L., 1966, *Zeolits and zeolitic reaction in sedimentary rocks*, Dept. *Geology and Geophysics*, University of Caloifornia, Berkeley, California.

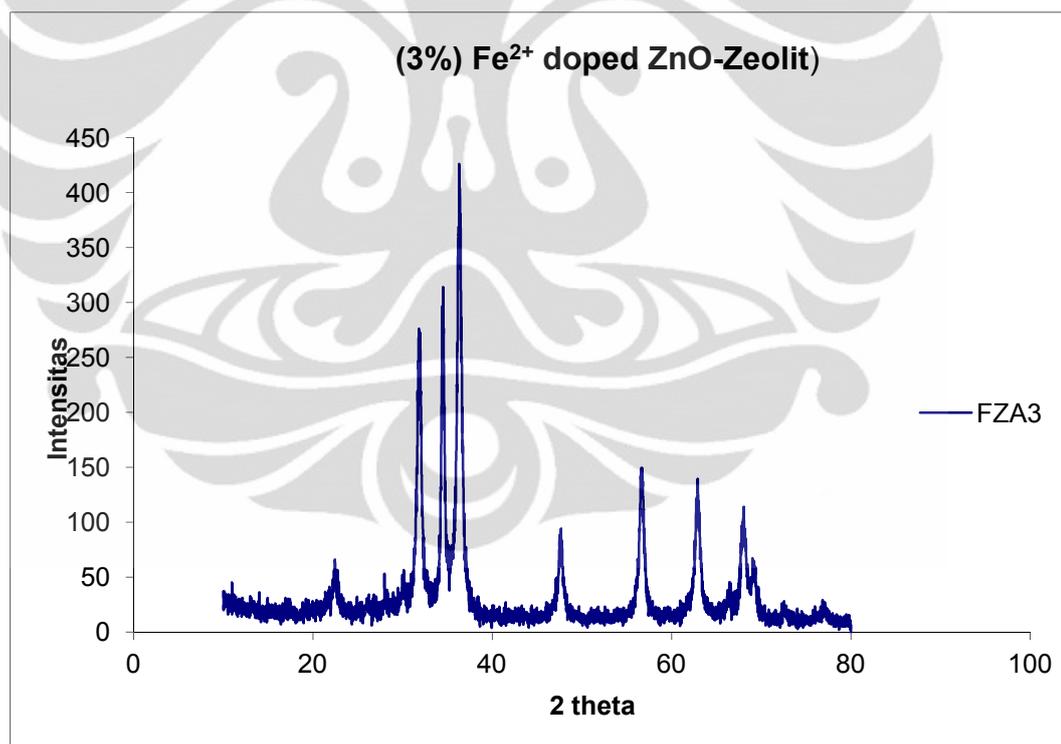
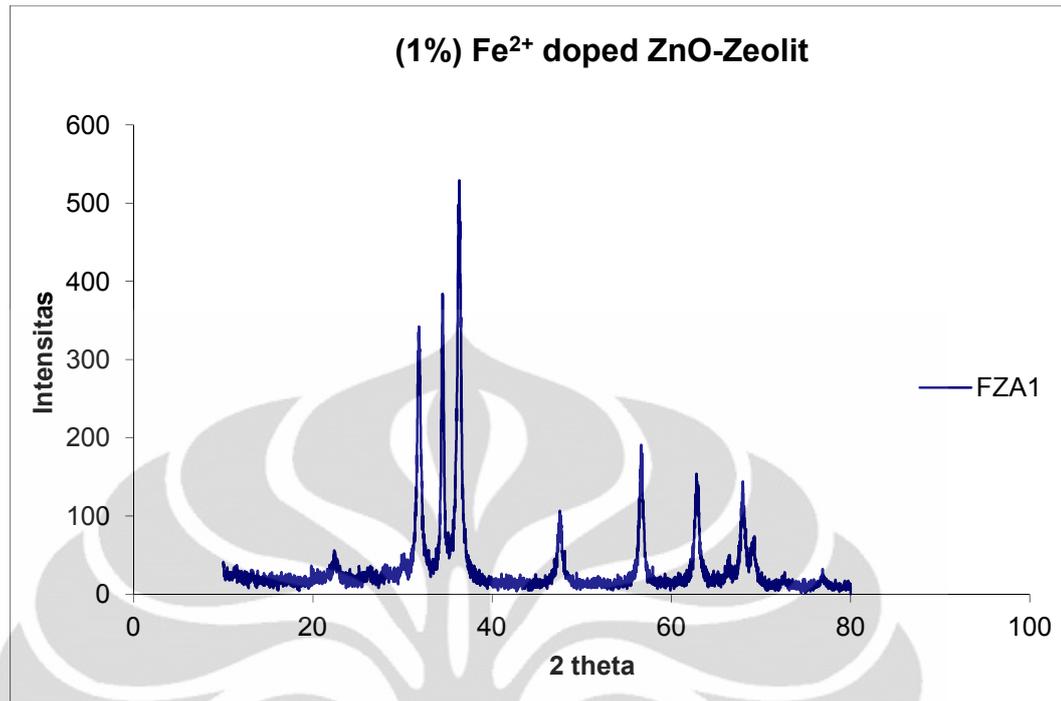
- [31] Bell, R. G., 2001.. (2001). What are zeolits?. URL; <http://www.bza.org/zeolits.html>.
- [32] Harben, P.W. & Kuzvart, M. (1996). Industrial Mineral: A global geology, Industrial Minerals Information Ltd, Metal Bulletin PLC, London, p. 445-450.
- [33] T. Torimoto, S. Ito, S. Kuwabata, and H. Yoneyama, *Effects of Adsorbent Used as Supports for Titanium Dioxide Loading on Photocatalytic degradation of Propyzamide*, Environ. Sci. Technol., 30 (1996) 1275-1281.
- [34] Garcia, Andreina, & Matos, Juan. 2010. Photocatalytic Activity of TiO₂ on Activated Carbon Under Visible Light iin The Photodegradation of Phenol. *The Open Materials Science Journal*, 4, 2-4.
- [35] Y. Li, X, Li, J. Li, and J. Yin. (2005). Photocatalytic degradation of methyl orange in a sparged tube reactor with TiO₂-coated activated carbon compositer, *Catal. Commun.*, 6, 650-655.
- [36] Fanghei Li et al. (2005). *Surface Defect of natural zeolit (clinoptilolite) on the photocatalytic activity of TiO₂*. *Applied Surface Science*, 252, 1410-1416.
- [37] <http://www.crystallography.net/search.html> yang diakses pada bulan desember 2011.
- [38] Free Software yang diunduh dari <http://mac.softpedia.com/get/Math-Scientific/Maud.shtml>
- [39] S. Senthilkumaar, Rajendran, K., Banerjee, S., Chini, T. Kt., Sengodan, V. (2008). Influence of Mn Doping on The Microstructure and Optical Property of ZnO. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 11, 6-12.
- [40] www.thermonicolet.com yang diakses pada tanggal 22 Desember 2011 pada pukul 9:52.
- [41] Fatimah, I., Wijaya, Karna. (2005). Sintesis TiO₂/Zeolit Sebagai Fotokatalis Pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka Secara Adsorpsi-Fotodegradasi. *TEKNOIN Vol. 10*, 4, 257-267.

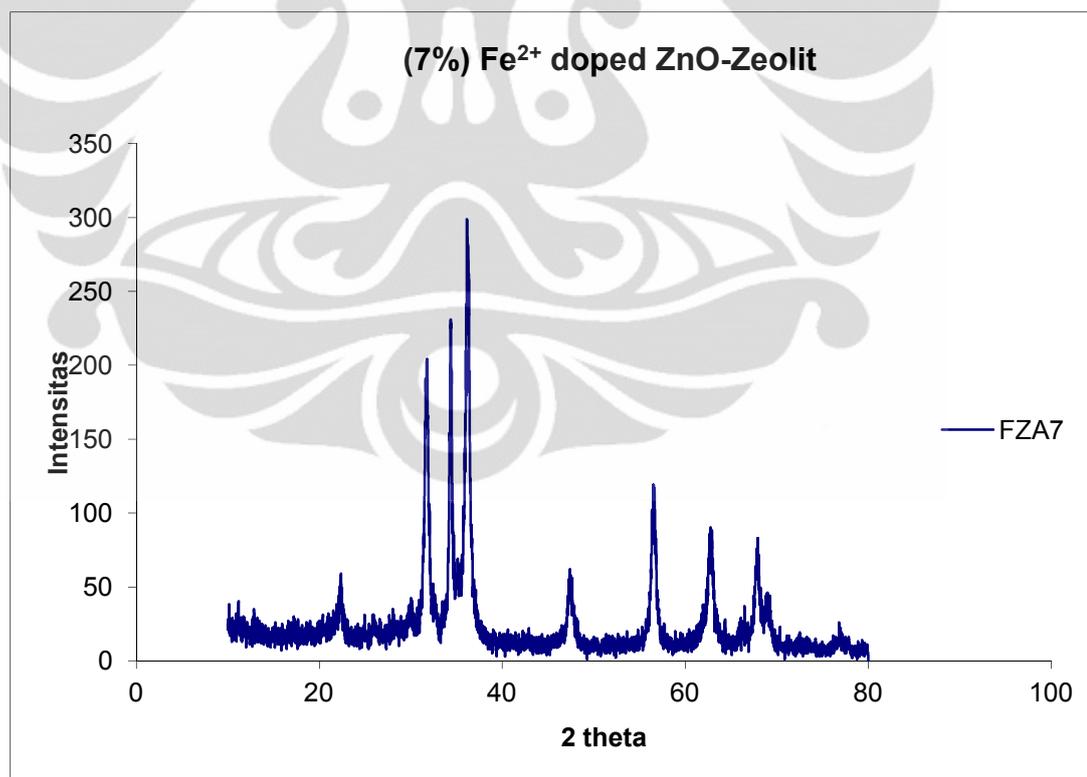
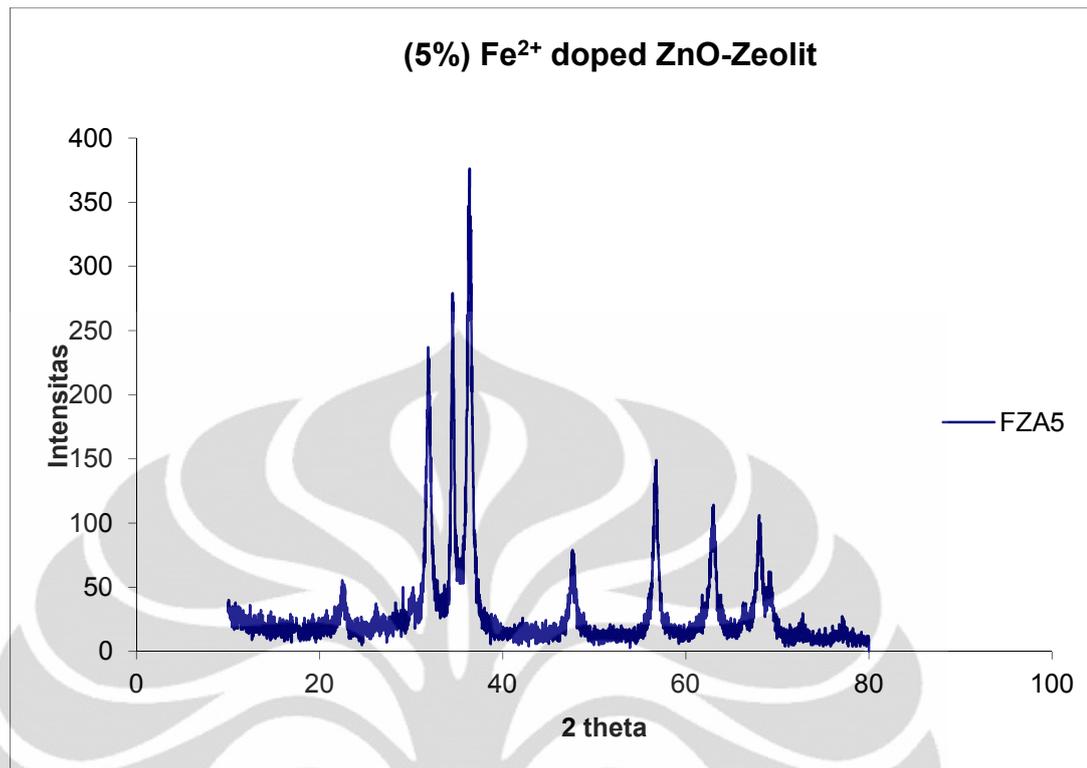
- [42] Fatimah Is, Wijaya Karna. 2005. Sintesis TiO₂/zeolith sebagai fotokatalis pada pengolahan limbah cair industri tapioca secara adsorpsi-fotodegradasi.
- [43] Free software yang diunduh dari <http://peak-fit-software.fyxm.net/>
- [44] Siliya, P., Yaakob, Z., Suraja, V., Binitha, N.N., Akmal, Z.S. (2011). An Enthusiastic Glance in to the Visible Responsive Photocatalysts for Energi Production and Pollutant Removal, with Special Emphasis on Titania. *International Journal of Photoenergy*, Vol. 2012, pp. 1-19.



LAMPIRAN 1
Hasil Pengujian Data X-Ray Diffraction (XRD)







Lampiran 2

Pengolahan Data Estimasi Besar Kristalit Sampel

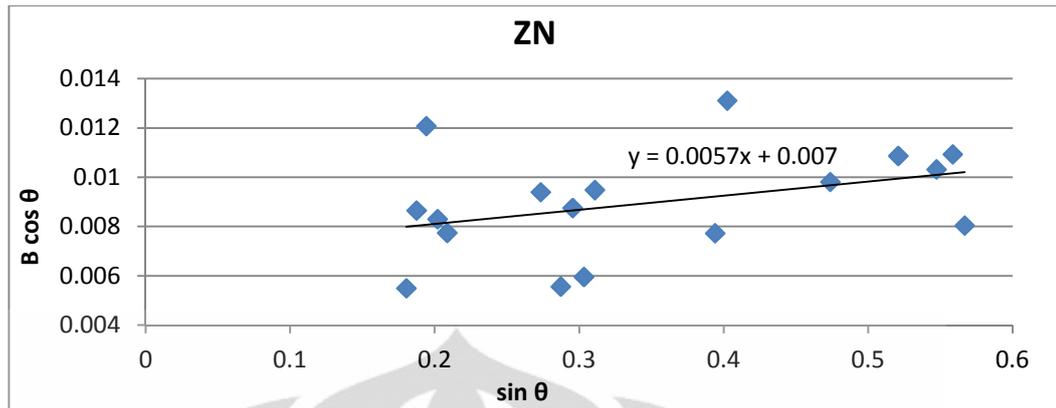
Besar kristalit dari material fotokatalis yang disintesis pada penelitian ini dapat diestimasi dengan menggunakan turunan persamaan Scherrer, yaitu sebagai berikut.

$$t = k\lambda / c$$

dimana t adalah ukuran kristalit yang terbentuk, k adalah tetapan Scherrer (0.89), λ adalah panjang gelombang sinar-X, yaitu 0.154056 nm, dan c adalah nilai konstanta hasil grafik pelebaran puncak difraksi. Nilai pelebaran (B /broadening) dari sampel setelah ditembakkan sinar X diestimasi dengan menggunakan program *Peakfit*. Perhitungan estimasi ukuran kristalit sampel ini dilakuakn dengan bantuan program Microsoft Excel. Berikut pengolahan data untuk estimasi ukuran kristalit dari tiap sampel.

a. Sampel ZnO

2θ	B	θ	$\cos \theta$	B (radians)	$\sin \theta$	$B \cdot \cos \theta$
32,2008	0,4723	16,1004	0,960777218	0,0082432	0,2773214	0,00792
34,8355	0,3149	17,41775	0,954147641	0,005496	0,2993364	0,005244
36,7021	0,4723	18,35105	0,949145337	0,0082432	0,3148383	0,007824
48,0727	0,4723	24,03635	0,913287229	0,0082432	0,4073161	0,007528
57,0384	0,551	28,5192	0,878657166	0,0096168	0,4774532	0,00845
63,2668	0,7085	31,6334	0,851421337	0,0123657	0,5244823	0,010528
66,8993	0,4723	33,44965	0,834370527	0,0082432	0,551204	0,006878
68,316	0,551	34,158	0,827492381	0,0096168	0,5614769	0,007958
69,5252	0,3149	34,7626	0,821521569	0,005496	0,5701774	0,004515
72,9036	0,6298	36,4518	0,80435697	0,0109921	0,5941463	0,008842
77,4508	0,768	38,7254	0,780153152	0,0134041	0,6255886	0,010457



$$y = 0,004x + 0,005$$

$$c = 0,005$$

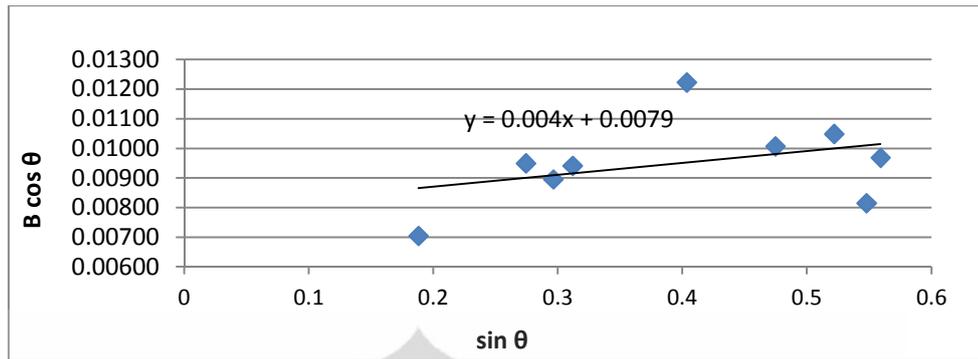
$$t = k\lambda / c$$

$$t = (0,89 \times 0,1540598) / 0,005$$

$$t = 27,4226222 \text{ nm}$$

b. Sampel FZA0

2θ	B	θ	$\cos \theta$	B (radians)	$\sin \theta$	B. $\cos\theta$
21,6641	0,410863	10,832049	0,98218228	0,00717091	0,18793074	0,007043
31,8384	0,565657	15,9192081	0,96164941	0,00987259	0,27428162	0,009494
34,4728	0,536984	17,2364056	0,95509028	0,00937215	0,29631497	0,008951
36,3357	0,567550	18,1678542	0,95014714	0,00990561	0,31180189	0,009412
47,5811	0,765647	23,7905688	0,91502608	0,01336306	0,40339468	0,012228
56,6695	0,655426	28,3347434	0,88018971	0,01143935	0,47462203	0,010069
62,8981	0,704267	31,4490663	0,85310431	0,01229178	0,52174039	0,010486
66,4296	0,558049	33,2148064	0,83662278	0,0097398	0,54777944	0,008149
67,9863	0,669193	33,9931643	0,82910428	0,01167963	0,55909399	0,009684



$$y = 0,004x + 0,007$$

$$c = 0,007$$

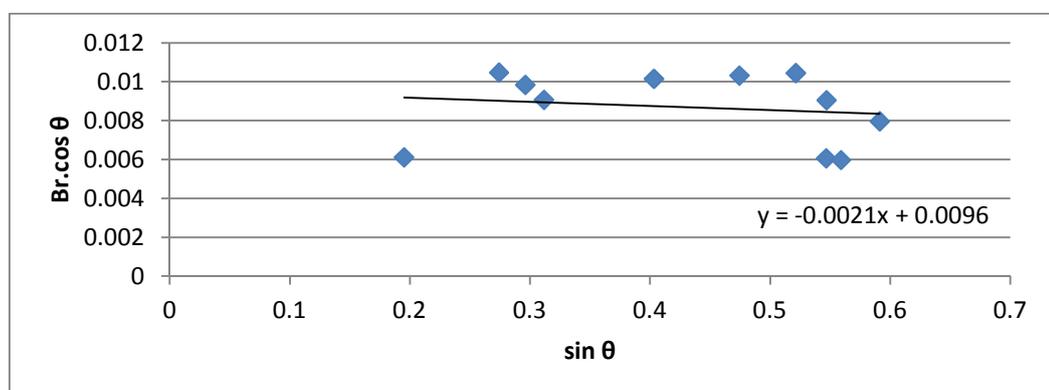
$$t = k\lambda / c$$

$$t = (0,89 \times 0,1540598) / 0,007$$

$$t = 19,5876031 \text{ nm}$$

c. Sampel FZA1

2θ	B (deg)	B (rad)	θ	$\cos \theta$	$\sin \theta$	$B \cos \theta$
22.5085807	0.35768298	0.00624275	11.2542904	0.98077067	0.19516376	0.0061227
31.8307331	0.62442015	0.01089819	15.9153666	0.9616678	0.27421714	0.01048044
34.4559397	0.59072203	0.01031004	17.2279699	0.95513389	0.29617435	0.00984747
36.3222138	0.54743619	0.00955456	18.1611069	0.95018385	0.31168999	0.00907859
47.5547343	0.63585757	0.01109781	23.7773672	0.915119	0.40318384	0.01015582
56.6411771	0.67208947	0.01173017	28.3205886	0.88030694	0.47440457	0.01032615
62.8477654	0.70206012	0.01225326	31.4238827	0.85333355	0.52136537	0.01045612
66.2708171	0.41531469	0.00724861	33.1354086	0.83738107	0.54661956	0.00606985
66.3195858	0.62015091	0.01082368	33.1597929	0.83714836	0.54697589	0.00906102
67.9743884	0.41332193	0.00721383	33.9871942	0.82916253	0.5590076	0.00598144
72.4915022	0.56614793	0.00988115	36.2457511	0.80648845	0.59124984	0.00796903



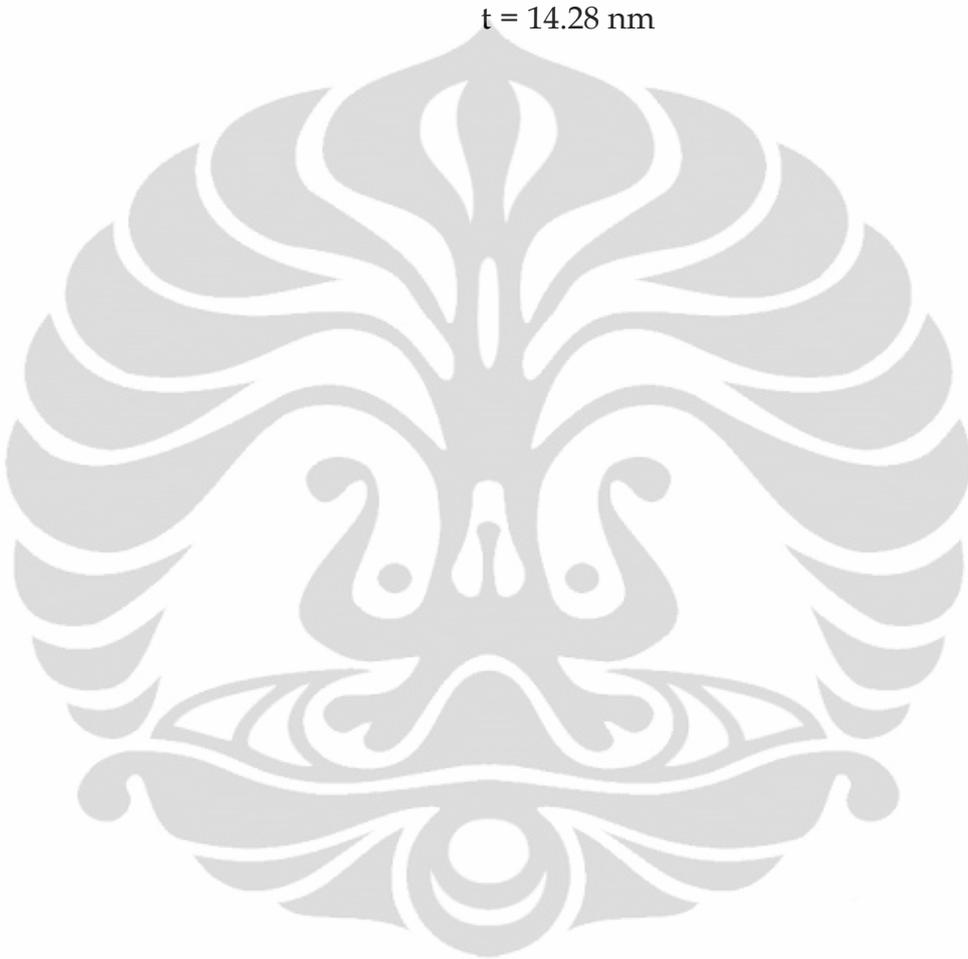
$$y = 0.0021x + 0.0096$$

$$c = 0,0096$$

$$t = k\lambda / c$$

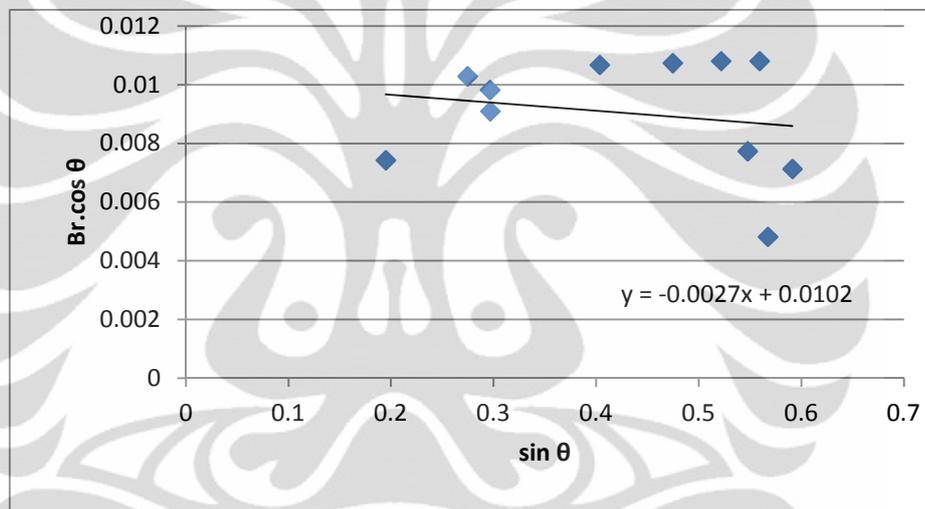
$$t = (0,89 \times 0,1540598) / 0,0096$$

$$t = 14.28 \text{ nm}$$



d. Sampel FZA 3

2θ	B (deg)	B (rad)	θ	$\cos \theta$	$\sin \theta$	$\text{Brcos } \theta$
22.4705191	0.43386745	0.007572416	11.2352596	0.98083544	0.19483799	0.00742729
31.8661488	0.61310057	0.010700624	15.9330744	0.961583	0.27451435	0.01028954
34.5047791	0.58906059	0.010281047	17.2523896	0.95500758	0.2965814	0.00981848
34.5251019	0.54564926	0.009523376	17.262551	0.95495496	0.29675077	0.0090944
47.5969544	0.66842008	0.011666131	23.7984772	0.91497039	0.40352098	0.01067416
56.6717169	0.69886095	0.012197425	28.3358585	0.88018047	0.47463916	0.01073593
62.9067788	0.72564191	0.012664841	31.4533894	0.85306494	0.52180476	0.01080393
66.4197626	0.5293481	0.009238867	33.2098813	0.83666987	0.54770752	0.00772988
68.0245421	0.74680677	0.013034237	34.0122711	0.82891779	0.55937045	0.01080431
69.1416883	0.33504312	0.005847606	34.5708442	0.82342522	0.56742481	0.00481507
72.5090166	0.50655268	0.008841012	36.2545083	0.80639807	0.5913731	0.00712938



$$y = -0.0027x + 0.0102$$

$$c = 0,0102$$

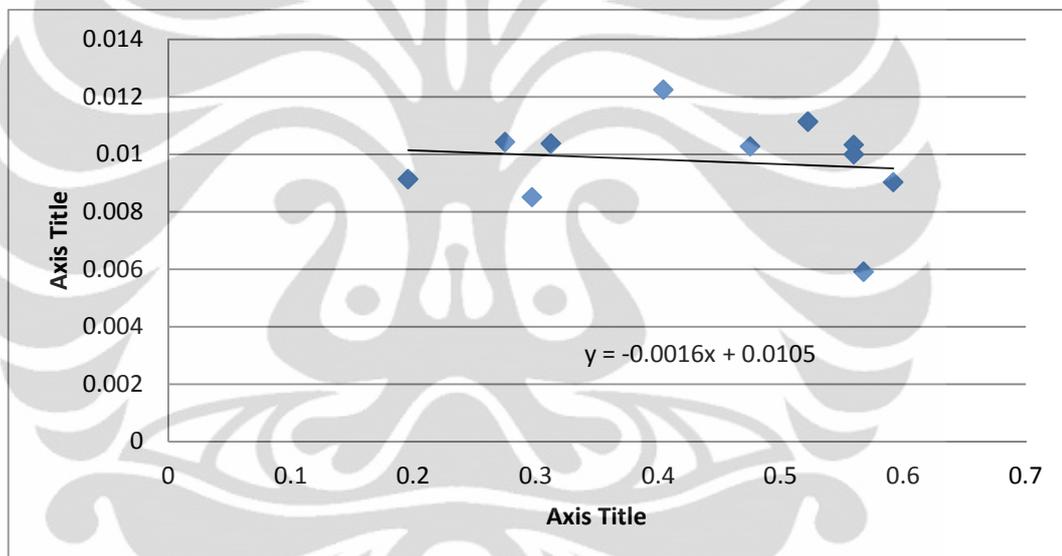
$$t = k\lambda / c$$

$$t = (0,89 \times 0,1540598) / 0,0102$$

$$t = 13.44 \text{ nm}$$

e. Sampel FZA 5

2θ	B (deg)	B (rad)	θ	$\cos \theta$	$\sin \theta$	$B\cos \theta$
22.5548506	0.5339545	0.00931926	11.2774253	0.98069179	0.19555976	0.009139326
31.8944545	0.6214916	0.01084707	15.9472273	0.96151517	0.27475186	0.010429626
34.5264426	0.5106982	0.00891336	17.2632213	0.95495149	0.29676194	0.008511831
36.3853574	0.6256594	0.01091982	18.1926787	0.95001195	0.31221353	0.010373955
47.6607581	0.7672289	0.01339067	23.8303791	0.91474557	0.40403036	0.012249056
56.7037121	0.6690185	0.01167657	28.3518561	0.88004792	0.4748849	0.010275945
62.9484055	0.7481620	0.01305789	31.4742028	0.85287533	0.52211461	0.011136752
68.0488959	0.7141957	0.01246507	34.024448	0.82879889	0.5595466	0.010331033
68.0537239	0.6913588	0.01206649	34.026862	0.82877532	0.55958152	0.010000407
69.1558400	0.4115755	0.00718335	34.57792	0.82335514	0.56752649	0.005914447
72.5680595	0.6420925	0.01120663	36.2840298	0.80609326	0.59178852	0.009033588



$$y = 0.0043x + 0.0105$$

$$c = 0,0105$$

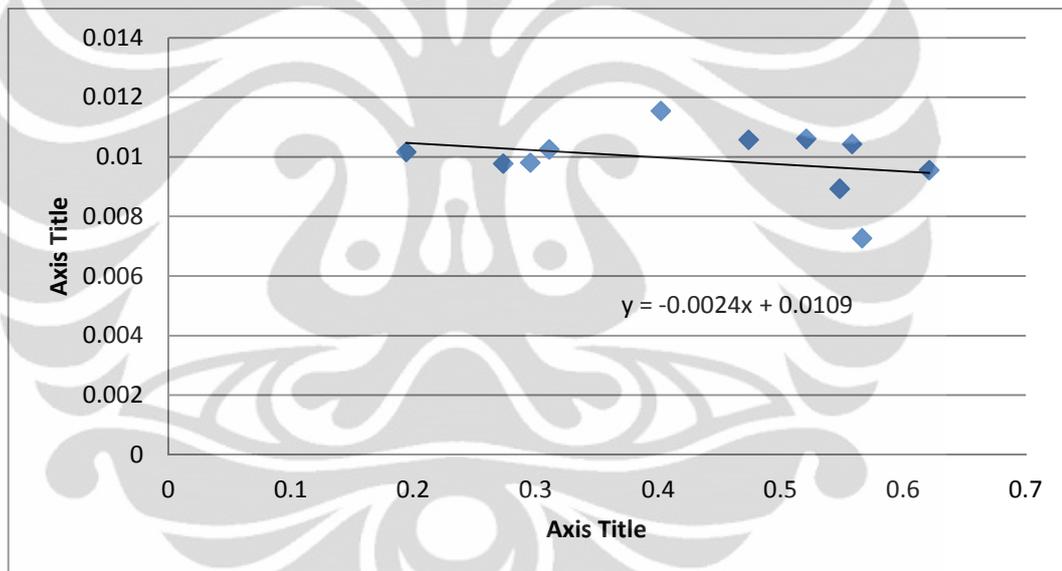
$$t = k\lambda / c$$

$$t = (0,89 \times 0,1540598) / 0,0105$$

$$t = 13.05 \text{ nm}$$

f. Sampel FZA 7

2θ	B (deg)	B (rad)	θ	$\cos \theta$	$\sin \theta$	Brcos θ
22.3834332	0.59410459	0.010369081	11.1917166	0.98098323	0.19409253	0.01017189
31.7204657	0.58248048	0.010166202	15.8602329	0.96193122	0.27329164	0.00977919
34.3697240	0.58831524	0.010268038	17.184862	0.95535646	0.29545565	0.00980964
36.2209370	0.61825193	0.010790532	18.1104685	0.95045895	0.31085009	0.01025596
47.4153484	0.72254317	0.012610757	23.7076742	0.91560875	0.40207042	0.01154652
56.5457918	0.68827413	0.01201265	28.2728959	0.88070153	0.47367164	0.01057956
62.7694627	0.71222697	0.012430706	31.3847314	0.85368961	0.52078215	0.01061196
66.4770613	0.61204075	0.010682126	33.2385307	0.8363959	0.54812581	0.00893449
67.8662788	0.72062378	0.012577258	33.9331394	0.82968955	0.55822509	0.01043522
68.9969783	0.50564126	0.008825105	34.4984892	0.82414112	0.56638451	0.00727313
76.8097384	0.69893201	0.012198665	38.4048692	0.78364067	0.62121438	0.00955937



$$y = 0.0021x + 0.0096$$

$$c = 0,0109$$

$$t = k\lambda / c$$

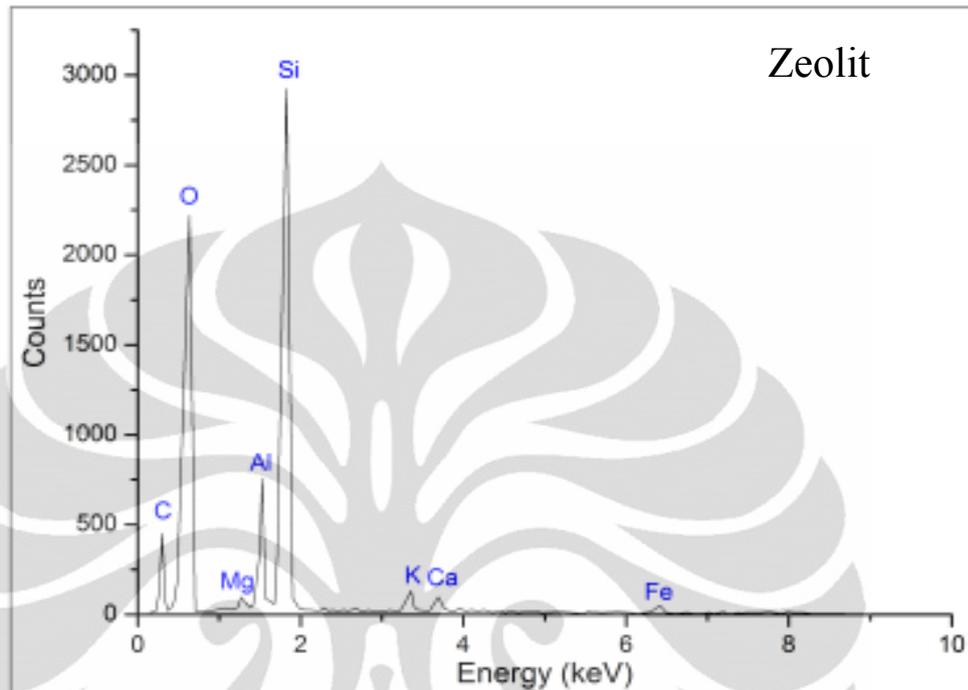
$$t = (0,89 \times 0,1540598) / 0,0109$$

$$t = 12.57 \text{ nm}$$

Lampiran 3

Hasil Pengujian Energy Dispersive X-Ray (EDX)

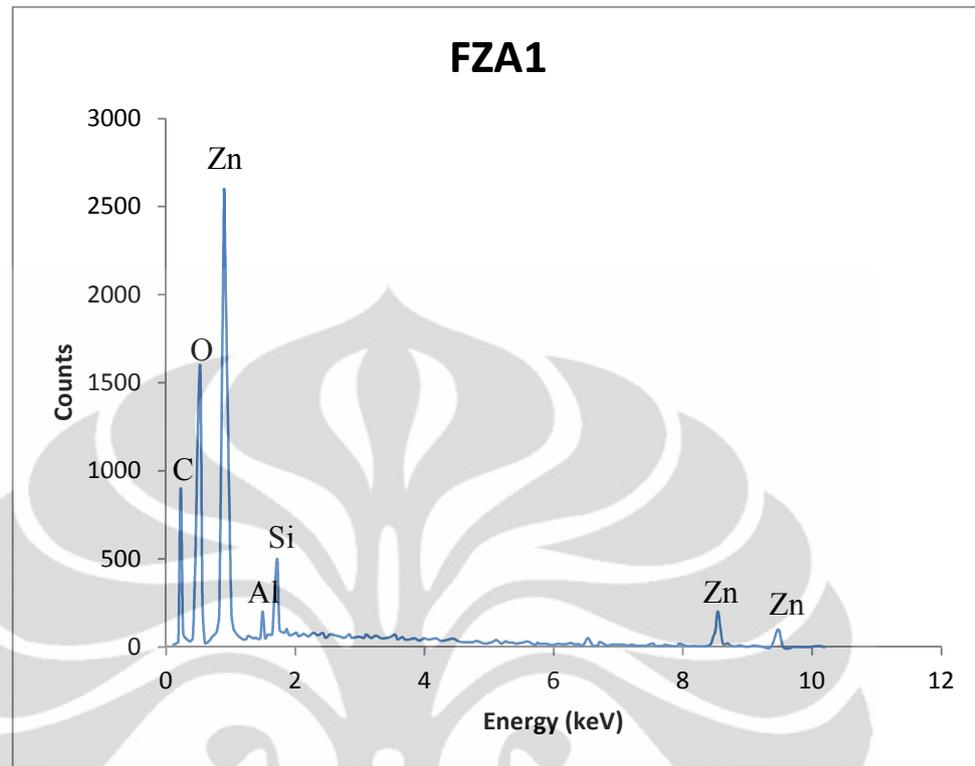
a. Zeolit Alam



Perhitungan elemen dan unsur pada Zeolit Alam :

Element	% Elemen	% Atomic
O (K)	50.07	64.59
Mg (K)	0.30	0.25
Al (K)	11.85	9.00
Si (K)	32.77	23.93
K (K)	2.37	1.24
Ca (K)	0.91	0.46
Fe (K)	1.40	0.51

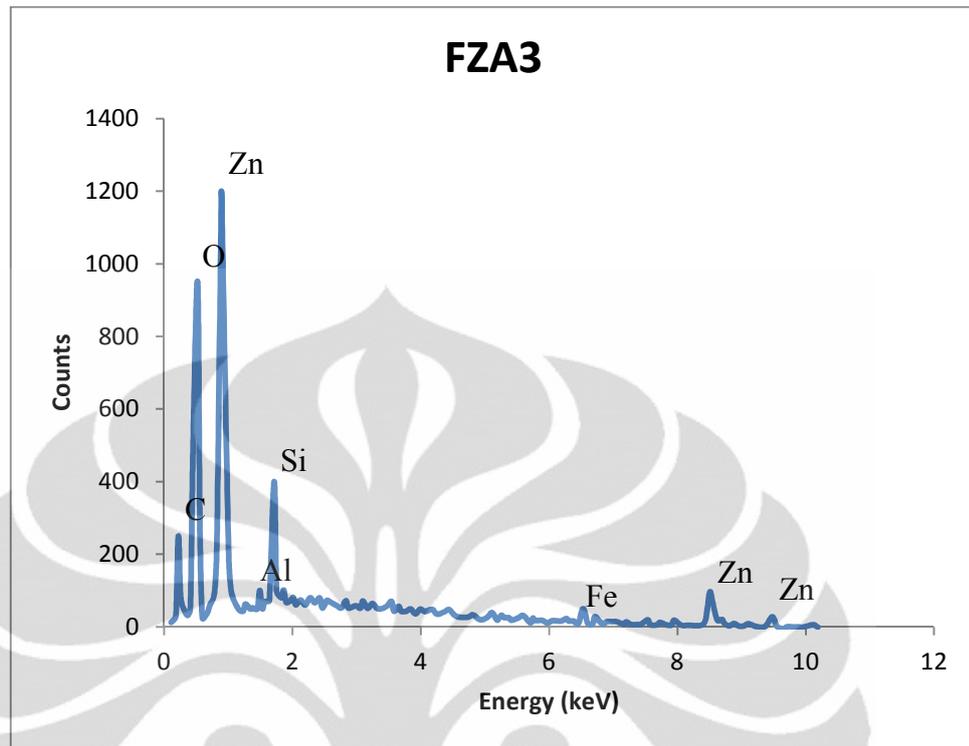
b. FZA1



Perhitungan elemen dan unsur pada FZA1 :

Element	% Elemen	% Atomic
O (K)	35.97	66.03
Al (K)	2.54	2.78
Si (K)	5.60	5.89
Fe (K)	0.00	0.00
Zn (L)	55.89	25.27
TOTAL	100	100

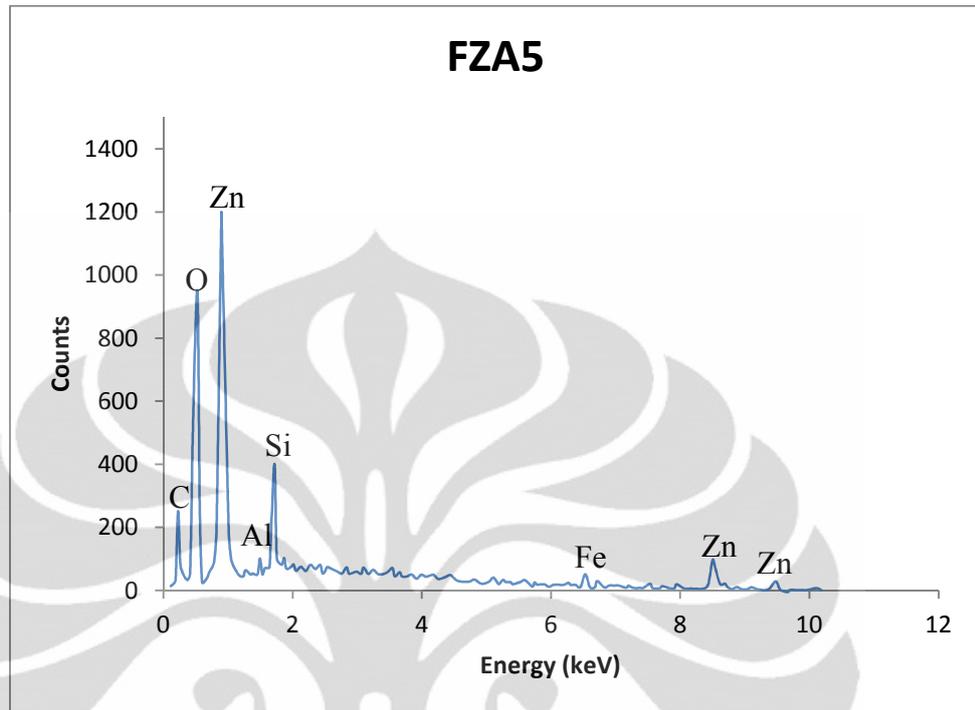
c. FZA3



Perhitungan elemen dan unsur pada FZA3 :

Element	% Elemen	% Atomic
O (K)	32.19	61.1467
Al (K)	3.44333	3.86667
Si (K)	7.89667	8.54333
Fe (K)	1.19667	0.85667
Zn (L)	54.83	25.5033
TOTAL	99.5567	99.9167

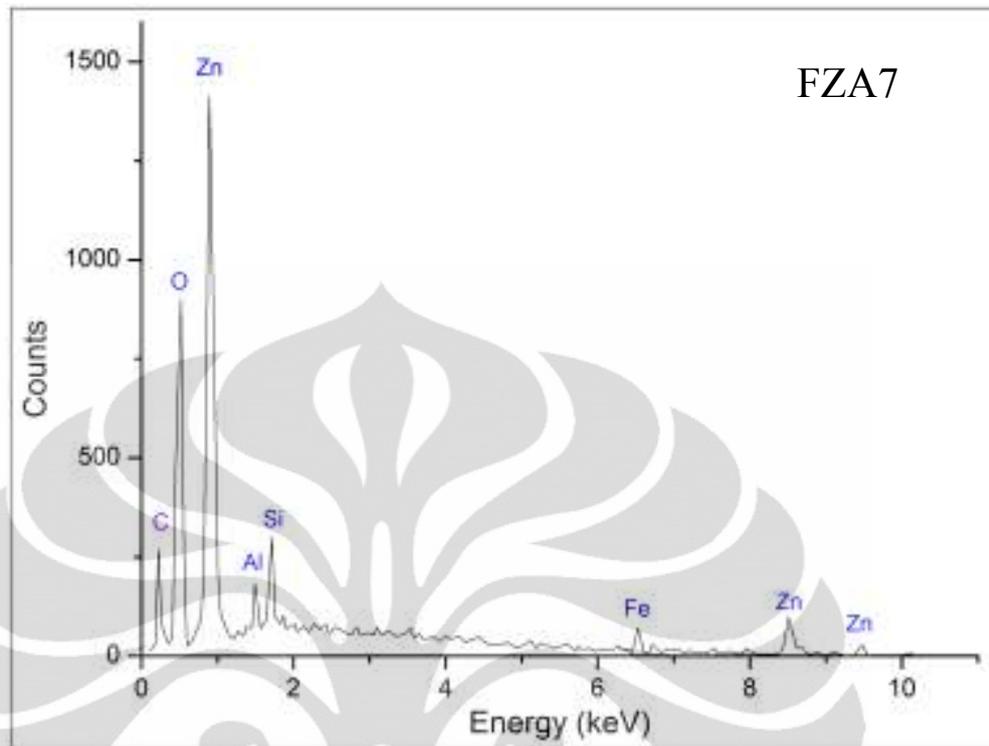
d. FZA5



Perhitungan elemen dan unsur pada FZA5 :

Element	% Elemen	% Atomic
O (K)	31.25	60.5333
Al (K)	3.12667	3.58333
Si (K)	7.28667	8.01667
Fe (K)	1.98333	1.10333
Zn (L)	56.35	26.7633
TOTAL	99.9967	100

e. FZA7



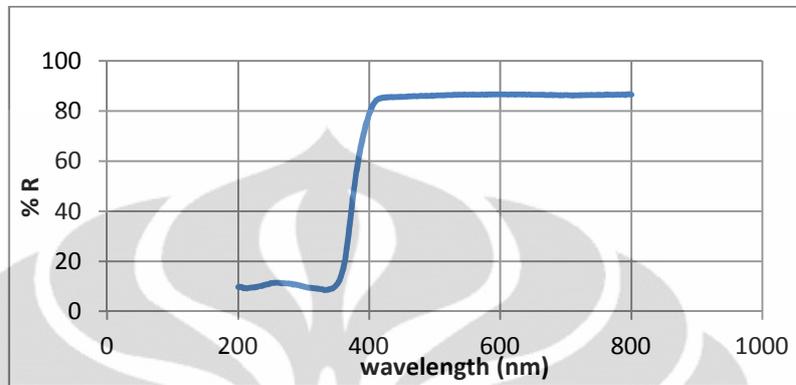
Perhitungan elemen dan unsur pada FZA7 :

Element	% Elemen	% Atomic
O (K)	33.3	62.5033
Al (K)	3.29	3.66
Si (K)	7.41	7.91333
Fe (K)	2.20667	1.18333
Zn (L)	53.8	24.7467
TOTAL	100.007	100.007

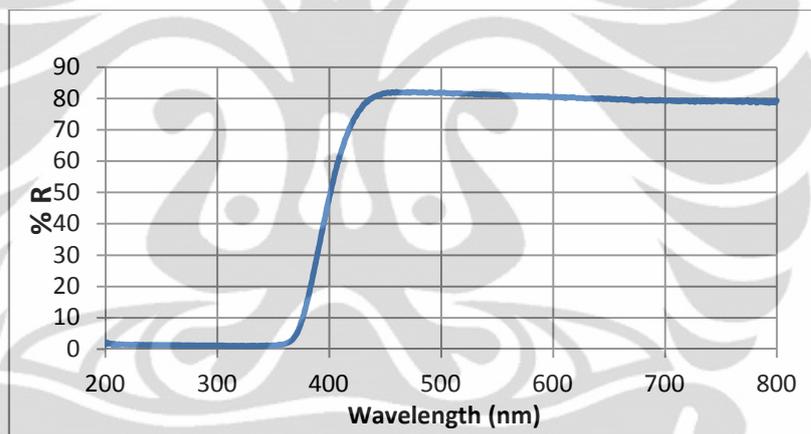
Lampiran 4

Hasil Pengujian UV-Vis

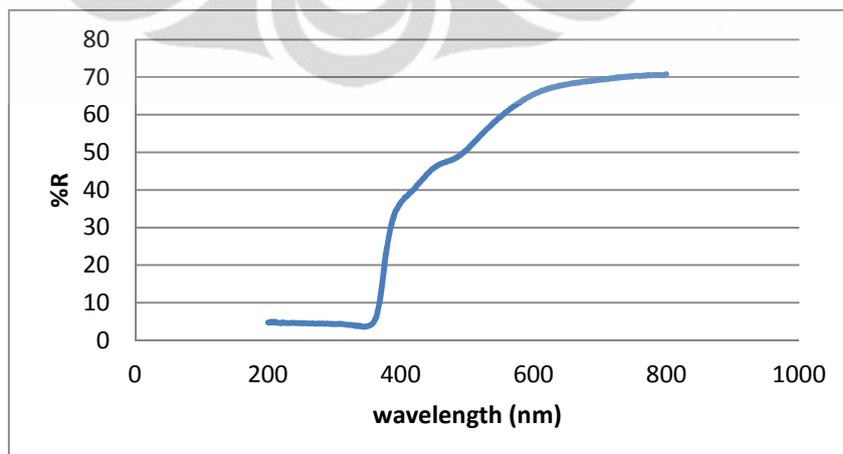
1. Sampel TiO₂



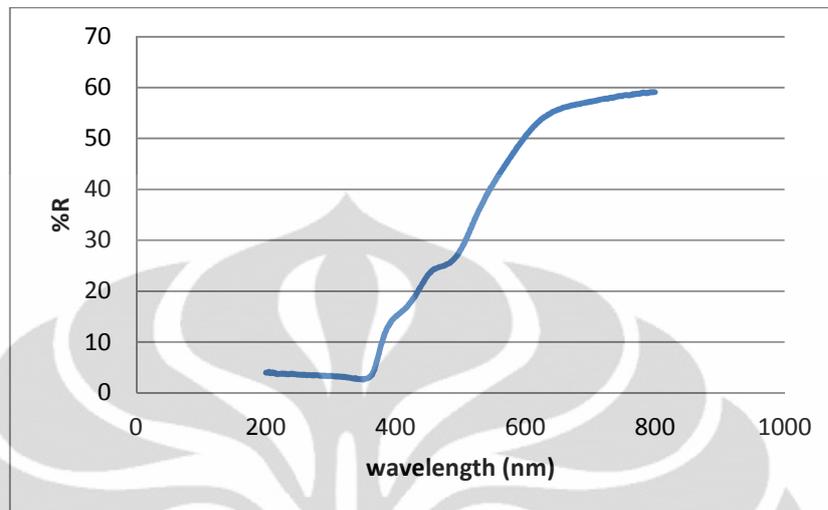
2. Sampel ZnO



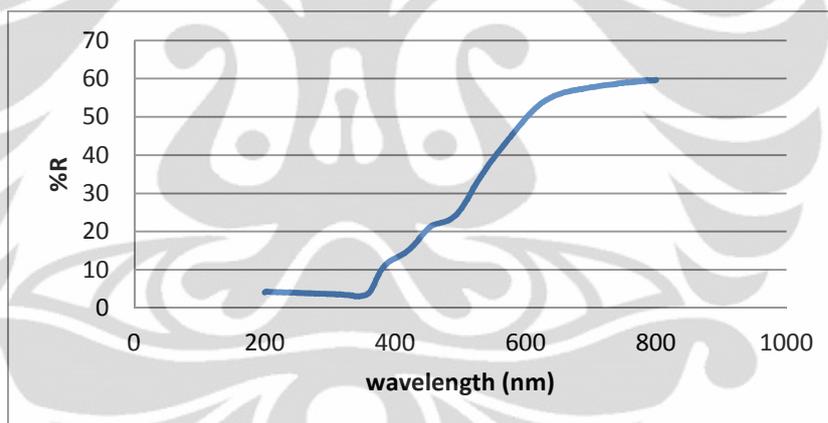
3. Sampel FZA1



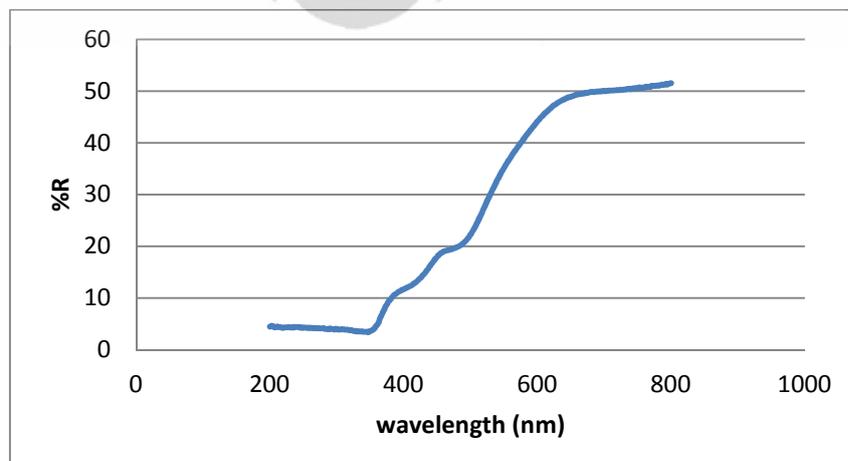
4. Sampel FZA3



5. Sampel FZA5



6. Sampel FZA7



Lampiran 5

Pengolahan Data Estimasi Nilai Energi Celah Pita Sampel

Estimasi tersebut dilakukan dengan menggunakan grafik hubungan nilai $(Fr)^2$ terhadap nilai $h\nu$. Nilai Fr tersebut didapatkan dengan mengolah data reflektansi sampel dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk, yaitu sebagai berikut.

$$(F_r)^2 = \left(\frac{1 - R}{2R}\right)^2$$

Dimana $(Fr)^2$ adalah hasil kalkulasi nilai reflektansi dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk; R adalah nilai reflektansi dari sampel. Hasil tersebut di-plot ke dalam grafik hubungan antara nilai $(Fr)^2$ terhadap nilai energi celah pita ($h\nu$). Nilai $h\nu$ tersebut didapatkan dengan mengolah data panjang gelombang (λ) menggunakan persamaan energi celah pita sebagai berikut.

$$E_g = h \cdot \nu$$

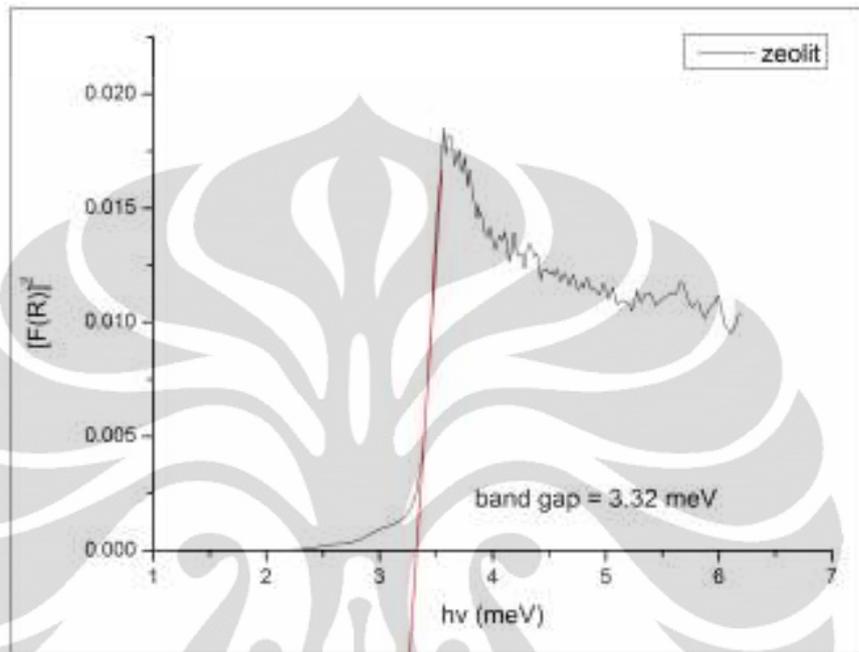
$$\nu = \frac{c}{\lambda}$$

Dimana E_g adalah nilai energi celah pita; h adalah tetapan Plank ($6,6261 \times 10^{-34}$ Js); ν adalah frekuensi foton; c adalah kecepatan rambat cahaya di udara (3×10^8 m/s); dan λ adalah panjang gelombang (nm) penyinaran. Nilai energi celah pita sampel tersebut didapatkan dengan melakukan ekstrapolasi dari bagian grafik yang membentuk garis lurus menuju sumbu x ($y=0$). Titik perpotongan garis pada sumbu x tersebut adalah nilai estimasi energi celah pita dari sampel tersebut.

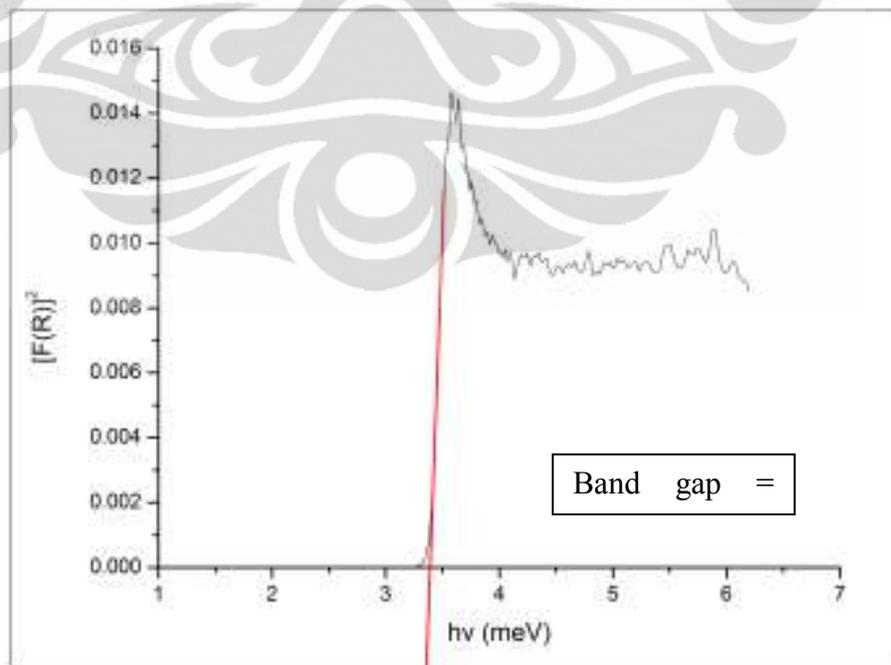
Lampiran 6

Energi Celah Pita Sampel

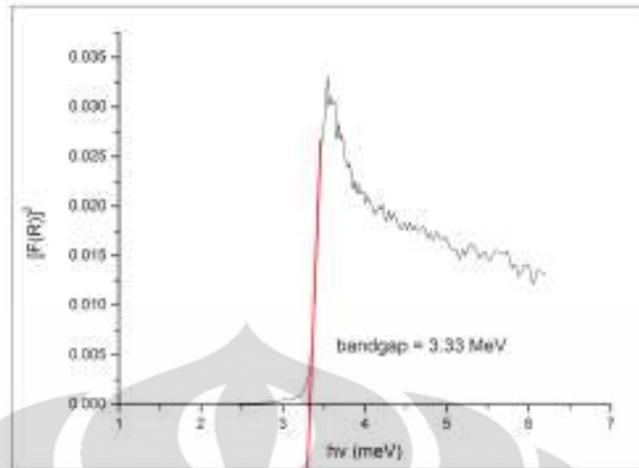
a. Zeolit Alam



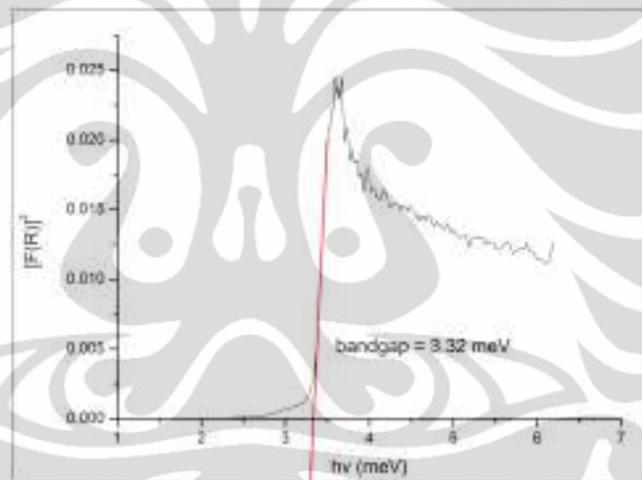
b. FZA1



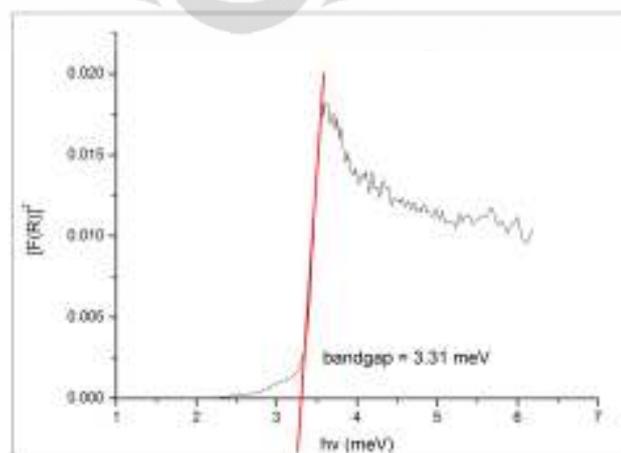
c. FZA3



d. FZA5

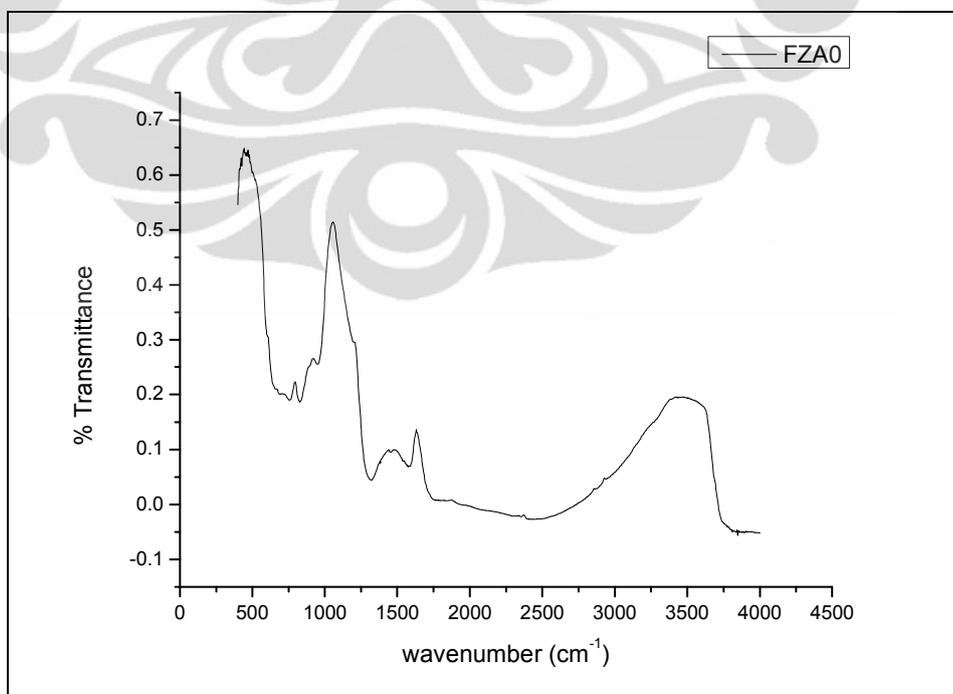
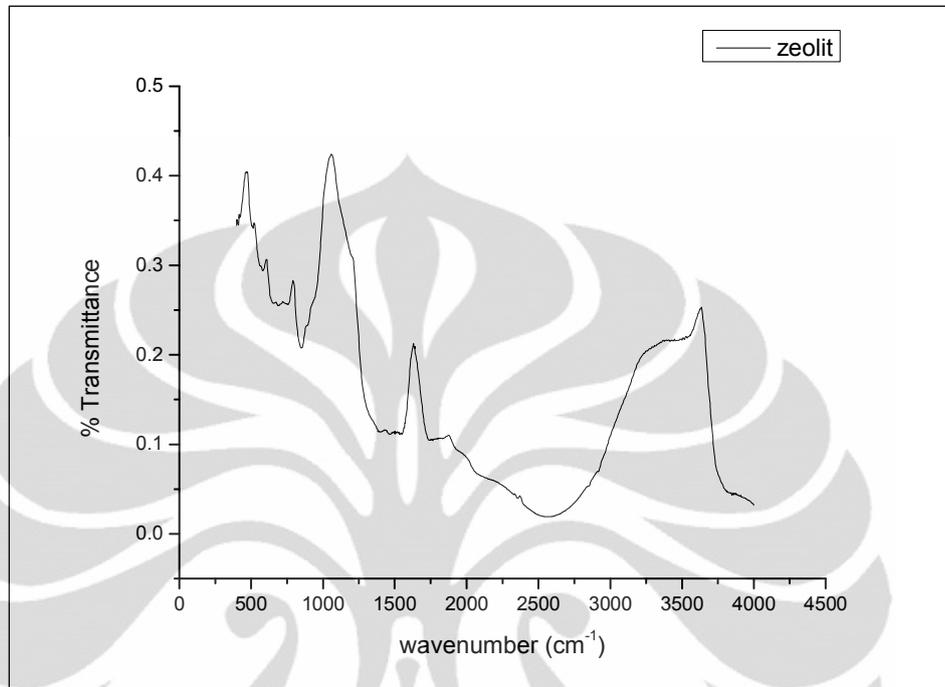


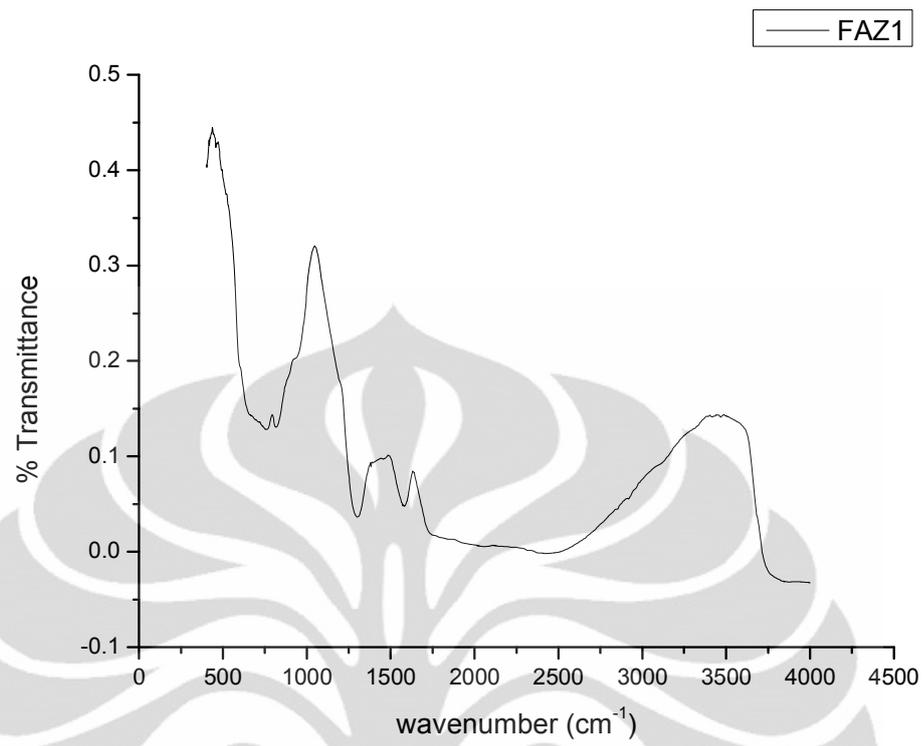
e. FZA7



Lampiran 7

Hasil Pengujian FT-IR





Lampiran 4

Hasil Pengujian Aktifitas Fotokatalisis

