# SKRIPSI

Oleh: SITI NAIRIL ISTIQOMAH NIM. 14630076



JURUSAN KIMIA FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG 2019

### SKRIPSI

Oleh: SITI NAIRIL ISTIQOMAH NIM. 14630076

Diajukan Kepada: Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

# JURUSAN KIMIA FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG 2019

SKRIPSI

Oleh: SITI NAIRIL ISTIQOMAH NIM. 14630076

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji Tanggal: 13 Juni 2019

**Pembimbing I** 

Nur Aini, M.Si NIP. 19840608 201903 2 009 **Pembimbing II** 

Ahmad Abtokhi, M.Pd NIP. 19710311 200312 1 002

Mengetahui, Ketua Jurusan

Elok Kancilah Hayati, M.Si NIP. 19790620 200604 2 002

#### SKRIPSI

Oleh: SITI NAIRIL ISTIQOMAH NIM. 14630076

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si) Tanggal: 13 Juni 2019

Penguji Utama	: Suci Amalia, M.Sc NIP. 19821101 200901 2 007
Ketua Penguji	: Susi <mark>Nurul Khalifah, M.</mark> Si NIP. 19851020 201903 2 012

Sekretaris Penguji : Nur Aini, M.Si NIP. 19840608 201903 2 009

Anggota Penguji : Ahmad Abtokhi, M.Pd NIP. 19710311 200312 1 002

Mengesahkan, Ketua Jurusan Elok Kamilah Hayati, M.Si NIP. 19790620 200604 2 002

### PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama	: Siti Nairil Istiqomah
NIM	: 14630076
Jurusan	: Kimia
Fakultas	: Sains dan Teknologi
Judul Penelitia	: Sintesis dan karakterisasi ZnO
	yang diembankan pada zeolit dengan variasi komposisi
	menggunakan metode sonikasi

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini adalah benar-benar hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan maka saya bersedia menerima sanksi perbuatan tersebut.

Yang membuat pernyataan

Malang, 17 Juni 2019

TERAI APEL 8AFF706032200

Siti Nairil Istiqomah NIM. 14630076

### HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, setelah melewati berbagai proses selama setahun ini dengan penuh rasa syukur kepada Allah SWT yang telah melimpahkan karunia dan kasih sayang-Nya. Serta shalawat dan salam yang tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW. Skripsi ini saya persembahkan kepada :

- Bapak Muhammad Sumarlan dan Ibu Siti Romlah, selaku orang tua tercinta yang telah memberikan dukungan moril dan materiil. Sehingga penulis selalu termotivasi menyelesaikan skripsi ini.
- Kedua kakak dan adik-adikku tersayang, Achmad Luqmanul Chakim, Pratiffi Insia, Achmad Sulthon Salafuddin, Silfiyatuz Za'idatul Khoiriyah yang memberikan dukungan, hiburan, dan semangat.
- Ibu Nur Aini selaku pembimbing yang selalu sabar dan memberikan ilmu yang luar biasa, serta ibu susi Nurul Khalifah selaku konsultan yang memberikan wawasan-wawasan pengetahuan.
- Seluruh teman-temanku, yang selalu mendukung disaat keadaan sedih maupun bahagia. Semoga usaha yang telah kita lakukan bersama akan berbuah manis dan bermanfaat kedepannya.

### **KATA PENGANTAR**

Segala puji kita curahkan kepada Allah SWT yang karena limpahan rahmat, taufik, dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul "Sintesis dan Karakterisasi ZnO yang Diembankan pada Zeolit dengan Variasi Komposisi Menggunakan Metode Sonikasi" dengan baik. Sholawat dan salam semoga tetap tercurah pada junjungan kita nabi Muhammad SAW, berserta sahabatnya, tabiin, dan orang-orang yang senantiasa mengikuti jalan mereka. Pada kesempatan ini, penulis mengucapkan terima kasih kepada :

- Prof H. Abdul Haris, M.Ag selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malink Ibrahim Malang.
- Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- 3. Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- 4. Nur Aini, M.Si selaku dosen pembimbing I dan Ahmad Abtokhi, M.Pd selaku dosen pembimbing II dengan penuh kesabaran memberikan bimbingan dan arahan kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
- Susi Nurul Khalifah, M.Si selaku dosen konsultan yang selalu memberikan bimbingan dan pengarahan sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan.
- Orang tua yang telah banyak memberikan perhatian, nasehat, doa, dan dukungan baik moril maupun materil sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan.

- Seluruh dosen jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu pengetahuan, pengalaman, wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
- 8. Teman-teman tim riset Anorganik 2018-2019 dan Kimia 2014.
- 9. Kepada semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung telah ikut memberikan bantuan dan motivasi selama penyusunan skripsi ini sampai selesai disusun, yang tidak bisa penulis sebutkan satu per satu.

Bersama do'a dan harapan semoga apa yang telah mereka berikan kepada penulis, mendapatkan balasan yang lebih baik dari Allah SWT. Semoga skripsi ini dapat memberikan hasanah ilmu pengetahuan kimia dan manfaat bagi kita semua. Amin.

Malang, 17 Juni 2019

Penulis

# **DAFTAR ISI**

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	X
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv

# **BAB I PENDAHULUAN**

1.2 Latar Belakang	1
1.3 Rumusan Masalah	4
1.4 Tujuan Penelitian	5
1.5 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian	5
	-

# **BAB II TINJAUAN PUSTAKA**

2.1 Material Fotokatalis dalam perspektif islam	6
2.2 Semikonduktor ZnO sebagai Material Fotokatalis	7
2.3 Pengembanan ZnO pada Zeolit	11
2.4 Sintesis ZnO/zeolit dengan Metode Sonikasi	16

# BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	24
3.2 Alat dan Bahan	24
3.2.1 Alat-alat	24
3.2.2 Bahan-bahan	24
3.3 Rancangan Penelitian	25
3.4 Tahapan Penelitian	25
3.5 Prosedur Penelitian	25
3.5.1 Aktivasi Zeolit	25
3.5.2Sintesis ZnO yang Diembankan pada Zeolit dengan Variasi	
Komposisi Zno/zeolit	26
3.5.3 Analisis Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X	27
3.5.4 Analisis Karakterisasi Komposisi Unsur dengan XRF	28
3.5.5 Analisis Karateristik dengan FTIR	28
3.5.6 Analisis Karakterisasi Daerah Serapa Sinar dan Energi Celah Pita	
(band gap) dengan DRS (/diffuse Reflectance Spectron)	28

# BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Karakteristik Zeolit Alam sebagai Material Penyangga ZnO	30
4.2 Sintesis Material Fotokatalis ZnO/zeolit Menggunakan Metode Sonikasi	34

4.3 Pengaruh Variasi Komposisi ZnO:zeolit terhadap Karakteristik ZnO yang	
Diembankan pada Zeolit	35
4.3.1 Karakterisasi Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)	35
4.3.2 Karakterisasi Menggunakan X-Ray Fluorosence (XRF)	38
4.3.3 Karakterisasi Menggunakan Spektroskopi Inframerah	39
4.3.4 Karakterisasi Menggunakan Diffuse Rflectance Spectroscopi (DRS)	43

## **BAB V PENUTUP**

5.1	Kesimpu	lan	48
5.2	Saran		48

DAFTAR PUSTAKA LAMPIRAN

# DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Data kristalografi zeolit mordenit hasil <i>refinement</i> menggunakan metode <i>Le Bail</i>	32
Tabel 4.2	Hasil karakterisasi FTIR pada zeolit alam	33
Tabel 4.3	Data kristalografi ZnO/zeolit variasi komposisi hasil refinement	
	menggunakan metode <i>Le Bail</i>	37
Tabel 4.4	Persen relatif komposisi unsur ZnO yang diembankan pada zeolit	
		38
Tabel 4.5	Persen relatif komposisi unsur ZnO yang diembankan pada zeolit*	20
		39
Tabel 4.6	Hasil karakterisasi gugus fungsi pada sampel ZnO dan	
	ZnO/Zeolit	42
Tabel 4.7	Pengaruh komposisi ZnO/zeolit terhadap nilai band gap	46
Tabel L.2	Perbandingan komposisi ZnO/zeolit	57



# DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Energi celah pita energi beberapa material	8
Gambar 2.2	Mekanisme reaksi fotokatalis pada semikonduktor ZnO	9
Gambar 2.3	Struktur Kristal ZnO	10
Gambar 2.4	Struktur zeolit alam mordenit	12
Gambar 2.5	Spektra XRD Zeolit dan ZnO/zeolit	12
Gambar 2.6	Spektra XRF dari zeolite dan ZnO/zeolit	13
Gambar 2.7	Spektra IR Zeolit dan ZnO / Zeolit	14
Gambar 2.8	Spektra DRS Zeolit dan ZnO/zeolit	15
Gambar 2.9	Proses Kavitasi	16
Gambar 2.10	Karakterisasi SEM pada morfologi ZnO dengan variasi	
	metode sintesis	17
Gambar 2.11	Efek penggunaan prekursor	18
Gambar 2.12	Hasil Analisa SEM ZnO pada waktu sonikasi	19
Gambar 2.13	Hubungan spektra UV-DRS dan persen reflektansi dan	
	panjang gelombang	20
Gambar 2.14	Struktur XRD sintesis ZnO sonikasi dengan variasi pelarut	
	alkohol	22
Gambar 4.1	Hasil Karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X pada	
	zeolit alam teraktivasi	30
Gambar 4.2	Hasil <i>refinement</i> terhadap zeolit teraktivasi	31
Gambar 4.3	Spektra IR zeolit alam teraktivasi sebelum dan sesudah	
	kalsinasi	32
Gambar 4.4	Serbuk sampel hasil sintesis	34
Gambar 4.5	Hasil karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD)	
	pada material fotokatalis ZnO yang diembankan pada zeolit	
	dengan variasi komposisi	35
Gambar 4.6	Pergeseran puncak difraksi sinar-X pada material fotokatalis	
11 . 19	ZnO yang diembankan pada zeolit dengan fariasi komposisi	36
Gambar 4.7	Spektra IR sebelum kalsinasi	40
Gambar 4.8	Spektra IR setelah kalsinasi	40
Gambar 4.9	Spektra DRS nilai %R Vs panjang gelombang	43
Gambar 4.10	Spektra DRS nilai F(R) Vs panjang gelombang	44
Gambar 4.11	Spektra DRS hubungan kubelka munk dengan band gap	1.0
G 1 1 0 1	variasi komposisi.	46
Gambar L.3.1	Difraktogram XRD ZnO	59
Gambar L.3.2	Difraktogram XRD Zeolit	60
Gambar L.3.3	Difraktogram XRD ZnO/zeolit (25:75)	61
Gambar L.3.4	Difraktogram XRD ZnO/zeolit (15:85)	62
Gambar L.3.5	Diffaktogram XRD ZnO/Zeolit (5:95)	64
Gambar L.3.6	Hasil refinement XRD ZnO	60 66
Gambar L.3./	Hasil refinement VDD 7pO/zoclit (25:75)	00 67
Gambar L.3.8	Hasil refinement AKD ZnO/zeolit (25:75)	0/
Gambar L.3.9	Hasil refinement AKD ZnO/zeolit (15:85)	08
Gambar L.3.10	Hash refinement AKD ZnO/Zeolit (5:95)	09
Gamoar L.4.1	miai vana gap ZiiO	70

Gambar L.4.2	Nilai <i>band gap</i> ZnO/zeolit (25:75)	71
Gambar L.4.3	Nilai band gap ZnO/zeolit (15:85)	72
Gambar L.4.4	Nilai band gap ZnO/zeolit (5:95)	73



# DAFTAR LAMPIRAN

Diagram Alir	53
Perhitungan	55
Hasil karakterisasi menggunakan XRD	58
Hasil karakterisasi menggunakan DRS	70
	Diagram Alir Perhitungan Hasil karakterisasi menggunakan XRD Hasil karakterisasi menggunakan DRS



### ABSTRAK

Istiqomah, S.N.2019. Sintesis dan Karakterisasi ZnO yang Diembankan pada Zeolit dengan Variasi Komposisi Menggunakan Metode Sonikasi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Nur Aini, M.Si, Pembimbing II: Ahmad Abtokhi, M.Pd, Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si

Kata kunci: Seng Oksida (ZnO), sonikasi, fotokatalis, zeolit

ZnO merupakan semikonduktor yang dapat digunakan sebagai material fotokatalis dengan energi celah pita sebesar 3,37 eV. Di sisi lain, ZnO masih memiliki keterbatasan dalam pemanfaatannya, salah satunya yakni memiliki luas permukaan yang kecil, sehingga kemampuan ZnO untuk mengadsopsi pada proses fotokatalitik relatif rendah. Upaya untuk meningkatkan efisiensi fotokatalitiknya yakni dilakukan modifikasi melalui pengembanan pada material penyangga. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis dan mengetahui perubahan karakter struktur, gugus fungsi, komposisi, serapan sinar material fotokatalis ZnO yang diembankan pada zeolit pada berbagai variasi komposisi antara ZnO dan zeolit.

ZnO yang diembankan pada zeolit alam teraktivasi ini disintesis menggunakan metode sonikasi dengan frekuensi 40 kHz, 100 W. Perbandingan persentase komposisi ZnO/Zeolit yang digunakan dalam penelitian ini yakni 100:0, 25:75, 15:85, 5:95, dan 0:100 dengan waktu sonikasi selama 30 menit. Sampel hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD, IR, XRF, DRS UV-Vis.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa pengembanan ZnO pada zeolit tidak mempengaruhi perubahan struktur baik ZnO yang mempunyai struktur *wurtzite* dengan grup ruang *P6<sub>3</sub>mc* maupun zeolit yang mempunyai struktur ortorombik dengan grup ruang *CmCm*. Spektra IR menunjukkan modus vibrasi khas Zn-O pada daerah bilangan sekitar 475 cm<sup>-1</sup> dan modus vibrasi khas zeolit pada daerah bilangan gelombang sekitar 1050 cm<sup>-1</sup>. Hasil karakterisasi DRS menunjukkan bahwa pengembanan ZnO pada zeolit dapat mempengaruhi karakter serapan sinar dan energi celah pita material pada daerah ultraviolet (UV) dan sinar tampak (*visible*). Pada variasi komposisi ZnO/zeolit, pola serapan sinar semakin mendekati karakter serapan zeolit murni yang merupakan komponen terbesar dari material ZnO/zeolit.

### ABSTRACT

### Istiqomah, S.N.2019. Synthesis and Characterizaztion ZnO Supported on Zeolite with Variation of Composition Using Sonication Method. Chemistry Departement Science and Technology Faculty Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Nur Aini, M.Si, Supervisor II: Ahmad Abtokhi, M.Pd, Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si

Keywords: Zinc Oxide (ZnO), sonication, photocatalyst, zeolite

ZnO is a semiconductor that can be used as a photocatalyst material with a band gap energy 3.37 eV. in the other hand, ZnO has limitations in utilization, one of which is having a small surface area, so that ability of ZnO to adsorb in the photocatalytic process is relatively low. Efforts to improve the photocatalytic efficiency is by modification of the supporting material. Aim of this research is to synthesize and determine the evolution of structure, functional groups, elemental composition, and light absorption of ZnO photocatalyst material which supported on zeolites in various compositions between ZnO and zeolite.

ZnO which is supported on activated zeolite is synthesized using the sonication method with a frequency of 40 kHz, 100 W. Comparison of the percentage of ZnO/zeolite composition that used in this research are 100: 0, 25:75, 15:85, 5:95, and 0 : 100 with 30 minutes sonication time. The synthesized samples were characterized using XRD, IR, XRF, DRS.

The results showed that the ZnO supported on zeolite did not affect the changes in the structure both ZnO which has a wurtzite structure with space group of P6<sub>3</sub>mc and zeolite which has an orthorhombic structure with space group of *CmCm*. The IR spectra shows the typical vibrational mode of Zn-O in the wavenumber area of about 475 cm-1 and typical vibrational mode of zeolite in the wavenumber area of about 1050 cm-1. The results of DRS characterization show that supporting ZnO on zeolite can affect the light absorption and band gap energy of material in the ultraviolet (UV) and visible range. In the variation of ZnO/zeolite compositions, the light absorption pattern is getting closer to the character of pure zeolite absorption which is the largest component of ZnO/zeolite material.

ملخص البحث إستقامة، س.ن. ٢٠١٩. توليف وتوصيف ZnO المصنوع على الزيوليت مع اختلاف التكوين باستخدام طريقة صوتنة (الموجات فوق الصوتية). شعبة الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا ، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف: نور عيني،الماجستير ، وأحمد أبطخي، الماجستير، المستشار: سوسي نور الخليفة ، الماجستير

الكلمات المفتاحية: أكسيد الزنك (ZnO)، صوتية، حفاز ضوئي، زيوليت

ZnO هي شبه الموصل الذي يمكن أن يستخدم كمواد حفاز ضوئي مع طاقة فجوة الفرقة بقدرة ٣,٣٧ إليكترون فولتز. من ناحية أخرى ، لا يزال لدى ZnO قيود في استخدامه ، واحدة منها لها مساحة سطحية صغيرة ، بحيث تكون قدرة ZnO على الامتصاص في عملية التحفيز الضوئي منخفضة نسبيًا. الجهود لتحسين كفاءة التحفيز الضوئي. يهدف هذا البحث إلى تجميع وتحديد طبيعة التركيب والمجموعة الوظيفية والتكوين عنصر والطاقة الفجوة في مادة المحفز الضوئي ZnO المصنوع على الزيوليت على الاختلافات التكوين بين ZnO والزيوليت.

يقوم توليف ZnO المصنوع على الزيوليت الطبيعي باستخدام طريقة صوتنة بتردد ٤٠ كيلو هرتز ، ١٠٠ واط. مقارنة النسبة المئوية لتكوين ZnO /الزيوليت هي ١٠٠: • ، ٢٥:٧٥ ، ٥٠٩٥ ، ٥٠٩٥ ، و ٠ : DRS ،XRF ،IR ، XRD مع وقت صوتنة بمدة ٣٠ دقيقات. تميزت العينات المركبة باستخدام UV-Vis، مع UV-Vis،

دلت النتائج البحث أن تصنيف ZnO في الزيوليت لم يؤثر على التغير في الهيكل سواء ZnO الذي كان له هيكل wurtzite مع نكش الفضاء *P6<sub>3</sub>mc أو* الزيوليت الذي كان له هيكل تقويم العظام مع نكش الفضاء *Cmcm.* ظهرت أطياف الأشعة تحت الحمراء الوضع الاهتزازي النموذجي O-Zn في منطقة حوالي 200 سم<sup>- (</sup> ووضع الاهتزاز النموذجي للزيوليت في منطقة حوالي ١٠٥٠ سم<sup>- (</sup>. دلت نتائج توصيف DRS أن تصنيع ZnO في الزيوليت يمكن أن يؤثر على شخصية امتصاص الضوء وطاقة فجوة الفجوة في مناطق الأشعة فوق البنفسجية (UV) والأشعة المرئية. في تباين تركيبة ZnO/زيوليت، يقترب نمط امتصاص الضوء شخصية امتصاص الزيوليت النقى التي تعد أكبر مكونات من مادة (ZnO/

#### BAB I

### PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Advanced Oxidation Processes (AOPs) merupakan salah satu metode yang dapat digunakan untuk memperbaiki lingkungan perairan yang tercemar akibat adanya limbah zat warna. Metode tersebut melibatkan proses pembentukan radikal bebas yang sangat aktif, terutama radikal hidroksil (OH•) (Ejhieh dan Khorsandi, 2014). Salah satu metode AOPs yakni Fotokatalisis. Fotokatalisis merupakan metode yang mampu mengurai senyawa toksik menjadi senyawa tidak berbahaya melalui bantuan cahaya matahari yang akan menghasilkan radikal anion superoksida dan radikal hidroksil. Radikal yang dihasilkan tersebut dapat mendegradasi senyawa organik, sehingga dapat menjadikan senyawa tersebut lebih ramah lingkungan (Palupi, 2006). Oleh karena itu, metode ini perlu dikembangkan agar manusia dapat menjalankan perintah dari Allah SWT untuk selalu menjaga lingkungan yang telah diciptakan untuk manusia itu sendiri seperti yang terkandung dalam surat Al-Baqarah ayat 30 berikut ini:

وَإِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلْبِكَةِ إِنِّى جَاعِلُ فِي ٱلْأَرْضِ خَلِيفَةً قَالُوٓا أَتَجْعَلُ فِيهَا مَن يُفْسِدُ فِيهَا وَيَسْفِكُ ٱلدِّمَاءَ وَنَحُنُ نُسَبِّحُ جِمَدِكَ وَنُقَدِّسُ لَكَ قَالَ إِنِّي أَعْلَمُ مَا لَا تَعْلَمُونَ ٣٠

Ingatlah ketika Tuhanmu berfirman kepada para malaikat, "Sesungguhnya Aku hendak menjadikan seorang khalifah di muka bumi." Mereka berkata, "Mengapa Engkau hendak menjadikan (khalifah) di bumi itu orang yang akan membuat kerusakan padanya dan menumpahkan darah, padahal kami senantiasa bertasbih dengan memuji Engkau dan menyucikan Engkau!" Tuhan berfirman, "Sesungguhnya Aku mengetahui apa yang tidak kalian ketahui." (Al-Baqarah:30). Maksud dari ayat di atas yakni Allah SWT menciptakan manusia di bumi ini sebagai khalifah. Khalifah yang dimaksud adalah seseorang yang mampu berbuat kebaikan pada lingkungan sekitar sehingga dapat merubah lingkungan tersebut menjadi lebih baik. Manusia mempunyai tanggung jawab baik terhadap alam semesta. Oleh karena itu, merenungkan amanah sebagai khalifah tersebut dengan mengadakan penelitian agar menemukan ilmu pengetahuan yang dapat dimanfaatkan alam untuk kesejahteraan hidup manusia.

Berdasarkan penjelasan ayat di atas, maka sudah selayaknya jika saat ini dikembangkan suatu metode untuk pemanfaatan lingkungan, seperti fotokatalisis. Fotokatalisis pada prinsipnya merupakan proses fotokimia yang melibatkan katalis dengan foton menggunakan energi tertentu. Dalam proses fotokatalisis, katalis yang bisa digunakan untuk menurunkan polutan organik dalam air adalah material semikonduktor seperti ZnO, TiO<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CdO dan CuO (Arief, 2011). Kelebihan seng oksida (ZnO) dibandingkan semikonduktor lainnya seperti TiO<sub>2</sub> yakni mempunyai sensitifitas lebih tinggi dalam penyerapan sinar UV-Vis (Sakthivel, dkk., 2003), *wide band-gap* (3,37 eV) (Peng, dkk., 2006), kapasitas degradasi polutan yang lebih baik dari TiO<sub>2</sub>, kestabilan kimiawi yang baik, dan tidak beracun (Susanto dan Wibowo., 2015).

Meskipun demikian, ZnO masih memiliki keterbatasan dalam pemanfaatannya, salah satunya yakni memiliki luas permukaan (*Surface Area*) yang kecil (17,42 m<sup>2</sup>/g) sehingga kapasitas untuk mengadsorpsi pada proses fotokatalis relatif rendah (Mohaghegh, dkk., 2014). Untuk meningkatkan kerja fotokatalisisnya perlu ditambahkan material penyangga seperti polimer, karbon aktif, dan zeolit. Zeolit merupakan salah satu material pengemban pada fotokatalis ZnO. Fungsi dari pengembanan adalah untuk memperbesar luas permukaan (*surface area*), memperkecil terjadinya laju rekombinasi, meningkatkan kemampuan degradasi polutan secara maksimal, meningkatkan regenerasi dan *reusability* dalam penggunaan material fotokatalis (Bahrami dan Ejhieh, 2015). Zeolit merupakan mineral alam alumino-silikat berhidrat membentuk struktur bermuatan negatif dan berpori. Rangkaian struktur zeolit pada umumnya berbentuk tetrahedron yang mengandung aluminium atau silika sebagai atom pusat dan atom oksigen yang terletak di sisi pojok struktur tetrahedron. Di Indonesia, kelimpahan zeolit cukup banyak dan harga komersial yang cukup murah serta dapat dimanfaatkan, salah satunya sebagai material penyangga semikonduktor ZnO.

Sintesis ZnO yang diembankan pada zeolit telah banyak dilaporkan menggunakan beberapa metode, seperti impregnasi (Khatamian, dkk., 2012 dan Padilha, dkk.,2013), *solid-state* (Homafar, dkk., 2010), sol-gel (Zhao, dkk., 2015), *mechanicaly method using planetarry ball mil* (Bahrami, dkk., 2015), presipitasi (Mohaghegh, dkk., 2014), dan hidrotermal (Delshade, dkk., 2011). Meskipun demikian, beberapa metode tersebut masih memiliki beberapa kelemahan antara lain yakni membutuhkan waktu sintesis yang cukup lama, produk sintesis tidak terdistribusi secara merata, ukuran partikel yang dihasilkan lebih besar, dan fasa yang dihasilkan terkadang tidak stabil (karena pada suhu 450°C sudah terdekomposisi). Metode alternatif yang belum banyak dilaporkan dalam hal sintesis pengembanan ZnO pada zeolit yakni metode sonikasi.

Metode sonikasi merupakan metode sintesis material anorganik dengan memanfaatkan teknologi ultrasonik yang sangat tinggi. Pada metode sonikasi terjadi fenomena kavitasi di dalam medium yang berasal dari tumbukan partikel yang menyebabkan suhu sangat tinggi hingga mencapai 5000 K dengan laju pendinginan 1011 K/s t. Menurut Suslick (1999) prinsip metode sonikasi yakni memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan frekuensi tinggi yang diiradiasikan ke dalam larutan bertekanan tinggi. Kelebihan metode sonikasi dibandingkan metode yang lain yakni metode sonikasi dapat memecah agregat kristal berukuran besar menjadi ukuran kecil berskala nano karena frekuensi gelombang ultrasonik yang digunakan pada metode tersebut cukup tinggi (di atas 20 kHz), tingkat keseragaman partikel yang tinggi, waktu sintesis dan pengembanan yang dibutuhkan lebih singkat.

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis ZnO/zeolit menggunakan metode sonikasi dengan perbandingan komposisi ZnO/zeolit. Pengaruh komposisi ZnO/zeolit dipelajari terhadap karakter struktur, komposisi unsur, gugus fungsi, serapan sinar menggunakan instrumen *Xray diffraction (XRD), X-ray Fluorescence (XRF), Infrared spectroscopy (IR spectroscopy),* dan *Diffuse Reflectance Spectroscopy UV-Vis (DRS UV-Vis).* 

### 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, diperoleh rumusan masalah sebagai berikut:

Bagaimana karakteristik struktur, komposisi unsur, gugus fungsi, dan serapan sinar fotokatalis ZnO yang diembankan pada zeolit yang disintesis menggunakan metode sonikasi dengan perbandingan komposisi ZnO/zeolite?

### **1.3 Tujuan Penelitian**

Berdasarkan rumusan masalah di atas, maka penelitian ini dilakukan dengan tujuan:

Untuk mengetahui karakteristik struktur, komposisi unsur, gugus fungsi, dan serapan sinar fotokatalis ZnO yang diembankan pada zeolit yang disintesis menggunakan metode sonikasi dengan perbandingan komposisi ZnO/zeolit.

## 1.4 Batasan Masalah

- Sintesis menggunakan metode sonikasi dengan prekursor Zn berupa seng asetat dihidrat.
- Variasi ZnO/zeolit dengan perbandingan komposisi (%) 100:0, 5:95, 15:85, 25:75, dan 0:100.
- 3. Karakterisasi menggunakan teknik X-ray diffraction (XRD), X-ray Fluorescence (XRF), Infrared spectroscopy (IR spectroscopy), dan Diffuse Reflectance Spectroscopy UV-Vis (DRS UV-Vis).

### **1.5 Manfaat Penelitian**

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi baru terhadap karakteristik struktur, komposisi unsur, gugus fungsi, dan serapan sinar fotokatalis ZnO yang diembankan pada zeolit menggunakan metode sonikasi.

#### BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

## 2.1 Material Fotokatalis dalam Perspektif Islam

Allah SWT telah berfirman dalam surat Al-Luqman ayat 20 mengenai nikmat yang diperuntukkan untuk manusia seperti berikut ini:

أَلَمْ تَرَوْا أَنَّ ٱللَّهَ سَخَّرَ لَكُم مَّا فِي ٱلسَّمَلَاتِ وَمَا فِي ٱلْأَرْضِ وَأَسْبَغَ عَلَيْكُمْ نِعَمَهُ و ظَنِهِرَةَ وَبَاطِنَةً وَمِنَ ٱلنَّاسِ مَن يُجَدِلُ فِي ٱللَّهِ بِغَيْرِ عِلْمِ وَلَا هُدَى وَلَا كِتَنبِ مُنِيرِ

"Tidakkah kamu perhatikan sesungguhnya Allah telah menundukkan untuk (kepentingan)mu apa yang di langit dan apa yang di bumi dan menyempurnakan untukmu nikmat-Nya lahir dan batin. Dan di antara manusia ada yang membantah tentang (keesaan) Allah tanpa ilmu pengetahuan atau petunjuk dan tanpa kitab yang memberi penerangan" (Al-Luqman: 20).

Maksud dari sepenggal ayat di atas, Allah SWT telah memberikan segala nikmat kepada manusia ciptaan-Nya. Nikmat itu dapat berupa kekayaan sumber daya alam seperti pepohonan, matahari, dan bahan tambang. Contoh bahan tambang yang banyak ditemukan adalah logam maupun mineral alam seperti zeolit. Selain itu, Allah SWT memberikan kenikmatan kepada manusia berupa akal pikiran agar manusia dapat mengambil manfaat dari zeolit dengan dijadikannya sebagai agen penyangga terhadap logam ZnO sebagai material fotokatalis. Fotokatalis merupakan material yang digunakan pada proses fotokatalitik, dimana pada proses tersebut memanfaatkan suatu material dalam pendegradasian zat warna melalui bantuan cahaya. Allah telah memerintahkan manusia untuk memanfaatkan cahaya matahari seperti yang dijelaskan dalam surat Al-Furqon ayat 61-62 berikut ini: "Mahasuci Allah yang menjadikan di langit gugusan-gugusan bintang dan Dia menjadikan juga padanya matahari dan bulan yang bercahaya. Dan Dia (pula) yang menjadikan malam dan siang silih berganti bagi orang yang ingin mengambil pelajaran atau orang yang ingin bersyukur" (QS Al-Furqon:61-62).

Ayat di atas menjelaskan bahwa cahaya matahari memiliki banyak manfaat bagi manusia. Pada penelitian ini, cahaya matahari dapat digunakan sebagai sumber foton untuk proses eksitasi elektron pada mekanisme fotokatalitik. Material fotokatalis yang dihasilkan dapat digunakan sebagai material pendegradasi zat warna menjadi zat yang ramah lingkungan.

### 2.2 Semikonduktor ZnO Sebagai Material Fotokatalis

Semikonduktor merupakan material yang memiliki konduktivitas antara isolator dan konduktor. Material semikonduktor memiliki pita-pita yang disebut dengan pita valensi dan pita konduksi. Pita valensi terbentuk dari orbital molekul yang berikatan (*bonding*). Sedangkan pita konduksi terbentuk dari orbital molekul yang tidak berikatan (*non-bonding*). Diantara pita valensi dan pita konduksi terdapat suatu celah yang disebut dengan celah pita (*band-gap*). Proses eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi dibutuhkan suatu energi yang disebut energi celah pita (*band-gap energy*) (Sutanto dan Wibowo, 2015). Energi celah pita pada konduktor, semikonduktor, dan isolator dapat dilihat pada Gambar 2.1.





Pada semikonduktor, jarak antara pita valensi dan pita konduksi tidak terlalu jauh, dan memungkinkan terjadinya tumpang tindih jika dipengaruhi oleh energi dari luar seperti panas, medan magnet, dan tegangan yang cukup tinggi. Semikonduktor yang memiliki celah pita (*band gap*) yang besar akan membutuhkan energi eksitasi (foton) yang cukup besar. Proses eksitasi akan terjadi ketika energi yang dimiliki oleh foton lebih besar atau sama dengan energi celah pita yang dimiliki oleh material semikonduktor. Elektron ( $e^{-}$ ) dari pita valensi akan tereksitasi ke pita konduksi meninggalkan *hole* ( $h^+$ ) sehingga menghasilkan pasangan elektron-*hole.* Sebagian besar pasangan elektron-*hole* akan berekombinasi kembali, sebagian pasangan elektron-*hole* lainnya akan bertahan sampai pada permukaan semikonduktor dan dapat mengalami reaksi reduksi-oksidasi terhadap molekul yang teradsorbsi pada permukaan material fotokatalis. *Hole* akan menginisiasi reaksi oksidasi dan elektron akan menginisiasi reaksi reduksi senyawa organik yang ada pada permukaan semikonduktor (Sutanto dan Wibowo, 2015). Pada reaksi oksidasi, *hole* ( $h^+$ ) akan bereaksi dengan H<sub>2</sub>O atau OH<sup>-</sup> untuk dapat mengasilkan radikal hidroksil OH•. Sedangkan pada reaksi reduksi, elektron ( $e^-$ ) akan bereaksi dengan oksigen (O<sub>2</sub>) untuk menghasilkan anion radikal superoksida (O<sub>2</sub><sup>-</sup>). Radikal hidroksil tersebut memiliki potensial redoks yang cukup kuat (2,8 eV) sehingga mampu mengoksidasi sebagian besar senyawa organik menjadi air dan karbon dioksida. Ilustrasi proses fotokatalisis dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Mekanisme reaksi fotokatalisis pada semikonduktor ZnO (Sutanto dan Wibowo, 2015)

Seng oksida adalah semikonduktor yang mempunyai rumus umum ZnO dan salah satu oksida anorganik logam yang termasuk golongan *transitional metal oxides* (TMO). Senyawa ZnO ini umumnya berbentuk serbuk putih, hampir tidak larut dalam air tetapi larut dalam asam. ZnO berada dalam kerak bumi dalam bentuk mineral *zincite*. Struktur kristal ZnO terdiri ada 3 bentuk, yaitu: *hexagonal wurtzite, cubic zincblende,* dan *cubic rocksalt* (Gambar 2.3). Struktur *wurtzite* sangat stabil pada suhu ruang dibandingkan dengan *zinc blende* dan *rocksalt*. Struktur *hexagonal wurtzite* memiliki grup ruang  $P6_{3}mc$ , dapat terbentuk pada suhu ruang (Faradis,2017) dan dapat dikalsinasi pada suhu yang relatif rendah (350-400°C)

(Shang, 2013). *Cubic zincblende* memiliki grup ruang F43*m* dan merupakan struktur metastabil serta memerlukan suhu kalsinasi 800°C untuk dapat membentuknya (Ashraf dan Jagadish, 2007). *Cubic rocksalt* memiliki grup ruang F*m*3*m* dan membutuhkan tekanan tinggi (5-7 GPa) pada suhu 550K untuk dapat membentuknya (Solozhenko dkk, 2011).



ZnO merupakan semikonduktor tipe-n golongan IIB (untuk Zn) dan VIA (untuk O) (Sutanto dan Wibowo, 2015) yang memiliki nilai *band gap* sebesar 3,37 eV (Wong, dkk., 1999) sehingga semikonduktor ZnO dapat dimanfaatkan sebagai material fotokatalis. Selain ramah lingkungan, material ini juga mempunyai kestabilan kimiawi yang baik, serta dapat mendegradasi zat warna lebih besar (43,83%) dibandingkan TiO<sub>2</sub> (25,34%) (Sakthivel dkk., 2003). Meskipun demikian, ZnO memiliki *surface area* yang lebih kecil (17,42 m<sup>2</sup>/g) (Mohaghegh dkk., 2014) dari TiO<sub>2</sub> (52,41 m<sup>2</sup>/g) (Chantes dkk., 2015), sehingga untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya, perlu adanya material penyangga seperti zeolit.

### 2.3 Pengembanan ZnO Pada Zeolit

Zeolit merupakan mineral kristal alumina silika tetrahidrat berpori dengan rumus kimia  $M_8(Si_{40}Al_8O_{96})24H_2O$  dimana M adalah kation penyeimbang (alkali/alkali tanah) dalam rangka zeolit. Zeolit memiliki struktur kerangka tiga dimensi yang terbentuk dari tetrahedral  $[SiO_4]^{4-}$  dan  $[AlO_4]^{5-}$  yang saling terhubung oleh atom oksigen (Chetam, 1992).

Menurut proses pembentukannya, zeolit dibagi menjadi 2, yakni zeolit alam (*natural zeolite*) dan zeolit sintesis (*synthetic zeolite*). Zeolit alam yang ada di Indonesia diketahui 60-70 % adalah jenis mordenit dan sisanya adalah klinoptilolit, kabasit, pilipsit, skolesit dan analsit (Trisunaryanti, dkk., 2005). Zeolit alam jenis mordenit merupakan zeolit yang memiliki rasio Si/A1 = 5 (Pechar dan Rykl, 1987) dan ukuran pori 6-9 Å (Chica, 2013). Zeolit alam jenis mordenit (Gambar 2.4) merupakan material mikropori yang memiliki kemampuan penyerapan dan difusi reaktan serta dapat digunakan sebagai bahan pengemban logam. Selain itu, rongga dan saluran yang dimiliki zeolit mordenit mampu digunakan sebagai adsorben, penukar ion dan katalisator (Sutarti dan Rachmawati, 1994). Zeolit mordenit juga termasuk dalam zeolit yang berpori besar (terbentuk dari cincin oksigen beranggotakan 12) yang memiliki stabilitas tinggi terhadap asam serta mampu mempertahankan strukturnya hingga suhu 840°C (Pechar dan Rykl, 1987) sehingga zeolit berpotensi sebagai *supporting material*.



Gambar 2.4 Struktur zeolit alam mordernit (Utubira, 2006)

ZnO yang diembankan pada zeolit sering disintesis untuk memaksimalkan fungsi kerjanya terutama sebagai katalis di beberapa penelitian, salah satunya untuk mendegradasi limbah zat warna yang sulit diuraikan. Khatamian, dkk. (2011) telah melakukan sintesis ZnO diembankan pada zeolit dengan metode impregnasi. Sintesis tersebut menghasilkan spektra XRD yang ditunjukkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Spektra XRD (a)Zeolit, (b) ZnO(1%)/zeolit, (c) ZnO(3%)/zeolit, (d) ZnO(10%)/zeolit, (e) ZnO(20%)/zeolit. (Khatamian, dkk., 2011)

Gambar 2.5 menunjukkan bahwa kenaikan komposisi ZnO yang diembankan pada zeolit mempengaruhi *peak* yang terbentuk. Hal ini ditunjukkan pada *peak* (a) zeolit dan (b) ZnO(1%)/zeolit yang belum menunjukkan adanya *peak* ZnO. Namun pada spektra (c) ZnO(3%)/zeolit mulai menunjukkan adanya *peak* ZnO pada nilai  $2\theta$  (°) = 36,5 secara jelas dan sesuai dengan *peak* ZnO dengan struktur *wurtzite* (JCPDS No. 36-1451).

Hasil sintesis ZnO yang diembankan pada zeolit dapat dikarakterisasi menggunakan XRF dengan tujuan untuk mengetahui komposisi unsur apa saja yang terkandung pada zeolit dan produk hasil sintesis ZnO yang diembankan pada zeolit. Alswat dkk., (2016) telah mensintesis ZnO yang diembankan pada zeolit dengan metode kopresipitasi dan melakukan karakterisasi hasil sintesis tersebut menggunakan XRF yang dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Spektra XRF dari zeolit, ZnO (1%) / zeolit, ZnO (3%) / zeolit ZnO, (8%) / zeolit (Alswat, dkk., 2016)

Berdasarkan Gambar 2.6 menunjukkan bahwa terdapat ZnO pada kerangka zeolit yang dibuktikan dengan adanya *peak* baru pada nilai energi 7.0, 8.6, 9.5 dan 17.8 keV yang disebabkan oleh adanya unsur Zn. Pada Gambar 2.9 mengindikasikan bahwa naiknya intensitas *peak* Zn pada spektra XRF sebanding dengan bertambahnya komposisi ZnO yang diembakan pada Zeolit.

Selain karakteristik struktur dan komposisi unsur, pengembanan ZnO pada zeolit juga berpengaruh pada vibrasi gugus fungsi, karakter serapan sinar, serta *band gap energy* suatu material. Zhao, dkk. (2015) telah mensintesis ZnO diembankan pada zeolit dengan metode sol-gel. Pada penelitian tersebut menghasilkan spektra IR yang dapat dilihat pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Spektra IR (a) Zeolit, (b) ZnO / Zeolit (Zhao dkk, 2015)

Gambar 2.7 menunjukkan bahwa pada bilangan gelombang antara 3600 dan 3450 cm<sup>-1</sup> terdapat *stretching* H-O atau H-O-H pada senyawa H<sub>2</sub>O yang menandakan adanya ikatan hidrogen serta terdapat vibrasi dari molekul air pada bilangan gelombang 1750–1550 cm<sup>-1</sup>. Pada bilangan gelombang 950-850 cm<sup>-1</sup> terdapat vibrasi Zn-O-Si (Hong dkk., 2009), dan *strectching symetry* Si-O-Si pada bilangan gelombang 1450–1350 cm<sup>-1</sup>. Adapun pada bilangan gelombang 500–400 cm<sup>-1</sup> terdapat vibrasi *stretching* Zn-O (Zhao dkk, 2015).

Bahrami dan Ejhieh (2015) melaporkan bahwa ZnO diembankan pada zeolit dapat disintesis secara mekanik dengan penggilingan (*planetary ball mill*) menghasilkan spektra DRS yang dapat dilihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 menunjukkan bahwa penggunaan variasi komposisi ZnO yang diembankan pada zeolit menghasilkan serapan panjang gelombang yang semakin besar pada daerah sinar tampak. Spektra pada zeolit menghasilkan energi celah pita sebesar 3,03 eV pada daerah panjang gelombang 408 nm. Namun, seiring dengan bertambahnya komposisi ZnO yang diembankan pada zeolite dengan variasi

ENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

komposisi ZnO(4,5%)/zeolit, ZnO(5,2%)/zeolit, dan ZnO(5,8%)/zeolit menghasilkan energi celah pita yang lebih kecil (2,85, 2,67, dan 2,47 eV) daripada zeolit. Naiknya nilai absorbansi yang lebih mengarah ke daerah sinar tampak memberikan potensi penyerapan sinar tampak yang lebih besar. Hal tersebut mengindikasikan bahwa adanya pengembanan ZnO pada zeolit dapat meningkatkan kamampuan serapan sinar dengan menurunkan energi celah pita *(band gap energy)* yang dapat meningkatkan aktivitas fotokatalis yang lebih efektif.



Metode Sonikasi merupakan metode sintesis material anorganik dengan memanfaatkan teknologi ultrasonik yang sangat tinggi (diatas 20 kHz). Metode sonikasi memiliki banyak keuntungan diantaranya mudah digunakan, membutuhkan peralatan yang sedikit, waktu sintesis lebih singkat, menghasilkan distribusi ukuran partikel yang relatif seragam (*narrow*), serta dapat memecah agregat kristal berukuran besar menjadi ukuran kecil berskala nano (lestari, 2013).

2.4 Sintesis ZnO/zeolit dengan Metode Sonikasi

Menurut Suslick (1999) prinsip metode sonikasi adalah memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan frekuensi tinggi yang diiradiasikan ke dalam larutan yang bertekanan tinggi. Proses adanya tumbukan partikel menyebabkan suhu yang sangat tinggi dapat mencapai 5000 K dengan laju pendinginan 1011 K/s dan juga terjadi fenomena kavitasi (Gambar 2.9) di dalam medium tersebut.

Bordbar, dkk. (2016) membandingkan beberapa metode sintesis ZnO yang meliputi sonikasi, hidrotermal, dan kopresipitasi dengan menggunakan prekursor zink asetat. Hasil morfologi yang diperoleh ditunjukkan ada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 Karakterisasi SEM pada morfologi ZnO dengan variasi metode sintesis a) sonikasi, b) hidrotermal, c) kopresipitasi (Bordbar, dkk., 2016)

Gambar 2.10 menunjukkan bahwa hasil karakterisasi morfologi ZnO dengan metode hidrotermal dan kopresipitasi didapatkan hasil morfologi yang tidak teratur, sedangkan pada metode sonikasi bentuk morfologi ZnO relatif seragam dan memiliki bentuk bulat dengan ukuran diameter 65-70 nm. Hasil morfologi partikel mempengaruhi kemampuan material fotokatalis dalam mendegradasi zat warna metil *orange*. sintesis menggunakan metode hidrotermal dan kopresipitasi berturutturut mampu mendegradasi metil *orange* sebesar 58% dan 60%, sedangkan penggunaan metode sonikasi mampu mendegradasi metil *orang* sebesar 78%.

Penggunaan jenis prekursor yang berbeda dapat mempengaruhi morfologi hasil sintesis. Zhao, dkk. (2009) melakukan sintesis ZnO menggunakan metode hidrotermal dengan perbandingan prekursor Zn(C<sub>5</sub>H<sub>7</sub>O<sub>2</sub>)<sub>2</sub> dengan ZnCl<sub>2</sub>. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa penggunaan prekursor Zn(C<sub>5</sub>H<sub>7</sub>O<sub>2</sub>)<sub>2</sub> menghasilkan *crystalite size* lebih kecil (300 nm) dibandingkan prekursor ZnCl<sub>2</sub> yang menghasil *crystalite size* lebih besar (400 nm). Hal tersebut mengindikasikan bahwa semakin kecil *crystalite size*, maka *surface area* ZnO semakin besar sehingga aktivitas fotokatalis ZnO semakin meningkat saat menggunakan Zn(C<sub>5</sub>H<sub>7</sub>O<sub>2</sub>)<sub>2</sub> sebagai prekursor dibandingkan menggunakan ZnCl<sub>2</sub>. Hasil sintesis tersebut dibuktikan dengan hasil analisis SEM Gambar 2.11.



Gambar 2.11 Efek penggunaan prekursor (a) Zn(C<sub>5</sub>H<sub>7</sub>O<sub>2</sub>)<sub>2</sub>, (b) ZnCl<sub>2</sub> (**Zhao**, dkk., 2009)

Lama waktu sonikasi yang digunakan juga dapat mempengaruhi morfologi partikel, serapan sinar dan energi *band-gap* yang dihasilkan. Faradis, (2017) melakukan sintesis ZnO dengan variasi waktu sonikasi 30, 60, 180 dan 360 menit. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa distribusi ukuran partikel lebih merata ditunjukkan saat menggunakan waktu sonikasi 30 menit dibandingkan menggunakan waktu sonikasi 60, 180, dan 360 menit. Pada waktu sonikasi 60, 180, dan 360 menit terbentuk agregat yang ditunjukkan pada Gambar 2.12 (*inset*). Hasil penelitian tersebut juga menunjukkan bahwa semakin lama waktu sonikasi yang digunakan, maka ukuran partikel yang dihasilkan juga semakin besar.



Gambar 2.12 Hasil Analisa SEM ZnO pada waktu sonikasi a) 30 menit, b) 60 menit, c) 180 menit, d) 360 menit, dan e) pengadukan 360 menit sebagai kontrol (Gambar *inset* : agregat partikel yang terbentuk) (Faradis, 2017)
Hasil analisa SEM di atas diperkuat dengan hasil analisa UV-DRS yang bertujuan untuk mengetahui karakter serapan sinar yang dihasilkan dari produk sintesis yang dapat dilihat pada Gambar 2.13.



Gambar 2.13 Hubungan spektra UV-DRS dan persen reflektansi dan panjang gelombang (*inset : nilai* persen absorbansi vs panjang gelombang) (Faradis, 2017)

Gambar 2.13 menunjukkan bahwa penurunan nilai reflektansi dapat teramati pada daerah sinar tampak untuk ZnO dengan waktu sonikasi 30 menit yang menunjukkan puncak absorbsi yang paling besar jika dibandingkan dengan waktu sonikasi 60, 180, 360 menit dan juga 360 menit kontrol. Naiknya nilai absorbansi sinar pada rentang daerah sinar tampak memberikan potensi penyerapan sinar tampak lebih besar dan memiliki aktivitas fotokatalis yang lebih efektif. Pada waktu sonikasi 30 menit juga menghasikan energi *band-gap* yang lebih kecil (2,79 eV) dari energi *band-gap* pada penggunaan waktu sonikasi 60 menit (3,18 eV), 180 menit (3,10 eV), 360 menit (3,16 eV), 360 menit sebagai kontrol (3,15 eV). Hal tersebut menunjukkan bahwa semakin kecil energi *band-gap*, maka aktivitas

fotokatalis akan semakin meningkat, karena hanya dibutuhkan energi yang lebih kecil untuk elektron mengalami eksitasi dan menghasilkan *hole* ( $h^+$ ). Berdasarkan karakter serapan sinar dan energi *band-gap* mengindikasikan bahwa ZnO 30 menit memiliki potensi lebih efektif dibandingkan variasi waktu sonikasi yang lain untuk dimanfaatkan sebagai material fotokatalis.

Penggunaan suhu kalsinasi pada juga berpengaruh pada *particle size* yang diihasilkan. Alavi, dkk. (2011) mensintesis ZnO menggunakan metode sonikasi dengan perlakuan kalsinasi dan tanpa kalsinasi. Pada penelitian tersebut menunjukkan bahwa penggunaan suhu kalsinasi dapat menghasilkan *particle size* berukuran 57,5 nm. Sedangkan *particle size* yang dihasilkan dari perlakuan tanpa kalsinasi berukuran 25,4 nm. Seetawan, dkk. (2011) mensintesis ZnO menggunakan metode presipitasi dengan variasi suhu kalsinasi pada *range* 400-650°C. Pada penelitian tersebut menunjukkan bahwa bertambahnya suhu kalsinasi yang digunakan dapat menghasilkan *particle size* dari yang berukuran 73,5 nm menjadi 79,5 nm. Hal tersebut mengindikasikan bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi yang digunakan (pada *range* 400-650°C), maka *particle size* yang dihasilkan akan semakin besar (ukuran dibawah 100 nm) dan *surface area* akan semakin kecil. Sehingga aktivitas ZnO sebagai material fotokatalis semakin kecil.

Penggunaan jenis pelarut juga dapat mempengaruhi tingkat kristalinitas dan *particle size* suatu material. Banerjee, dkk. (2012) melakukan sintesis ZnO menggunakan metode sonikasi dengan variasi pelarut berupa metanol, etanol, dan isopropanol. Pada penelitian tersebut melaporkan bahwa saat menggunakan isopropanol sebagai pelarut dapat menghasilkan *particle size* yang lebih kecil (21 nm) dari etanol (25 nm) dan metanol (28 nm). Selain itu penggunaan isopropanol

sebagai pelarut juga dapat menghasikan tingkat kristalinitas paling tinggi yang diketahui dari puncak XRD intensitas bidang (101) mengalami peningkatan. Struktur XRD dilihat pada Gambar 2.14.



Gambar 2.14 Struktur XRD sintesis ZnO sonikasi dengan variasi pelarut alkohol (Banerjee, dkk., 2012)

Metode Sonikasi dalam sintesis ZnO yang diembankan pada zeolit belum banyak dilaporkan. ZnO yang diembankan pada zeolit telah banyak dilaporkan menggunakan metode sol-gel (Liu dkk, 2013), *solid-state* (homafar dkk, 2010), dan impregnasi (Khatamian dkk, 2012). Pada beberapa metode sintesis tersebut masih memilki beberapa kelemahan, diantaranya yakni membutuhkan waktu sintesis yang cukup lama, produk sintesis tidak terdistribusi secara merata, ukuran partikel yang dihasilkan lebih besar, dan fasa yang dihasilkan terkadang tidak stabil (karena mudah terdekomposisi pada suhu tinggi). Oleh karena itu, penggunaan metode sonikasi dalam sintesis ZnO yang diembankan pada zeolit perlu dilakukan pada penelitian ini. Karena selain waktu sintesis yang digunakan relatif singkat, penggunaan suhu kalsinasi pada metode ini relatif rendah (350-400°C) untuk menghasikan struktur kristal ZnO *wurtzite*.

#### **BAB III**

#### **METODE PENELITIAN**

#### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juni 2018 hingga maret 2019 di Laboratorium Kimia Anorganik Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pengambilan data XRD di Laboratorium Energi Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya dan pengambilan data XRF di Laboratorium Mineral dan Material Maju (Laboratorium Sentral) Universitas Negeri Malang.

### 3.2 Alat dan Bahan 3.2.1 Alat-alat

Gelas arloji, spatula, neraca analitik, krusibel alumina, *Furnace Thermo Scienctific, mortar agate, hotplate*, magnetik stirer, alumunium foil, oven, gelas ukur 100 mL, corong gelas, erlenmeyer 250 mL, statif, *ultrasonic cleaner* (Branson *Ultrasonics* model B3510-MT), seperangkat alat XRD, XRF *PANalytical Minipal* 4, spektrofotometer IR, dan DRS UV-Vis.

### 3.2.2 Bahan-bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah zeolit alam, Zink asetat dihidrat, NaCl 2M, *Zinc Asetate dihidrat* (Zn(CH<sub>3</sub>COOH)<sub>2</sub>. 2H<sub>2</sub>O), padatan NaOH, isopropanol , pH *universal* (Merck), dan aquades.

# 25

#### **3.3 Rancangan Penelitian**

Penelitian yang akan dilakukan adalah untuk mensintesis ZnO yang diembankan pada zeolit alam teraktivasi dengan variasi perbandingan komposisi ZnO/zeolit menggunakan metode sonikasi. Sintesis ZnO/zeolit menggunakan metode sonikasi dengan perbandingan komposisi ZnO/zeolit 5:95 15:85, 25:75, 100:0, dan 0:100. Lama waktu sonikasi yang digunakan pada penelitian ini yakni 30 menit, kemudian dikalsinasi pada suhu 400 °C selama 2 jam. ZnO/zeolit yang dihasilkan selanjutnya dikarakterisasi struktur, komposisi unsur, gugus fungsi, dan serapan sinarnya dengan instrumen XRD, XRF, IR, DRS UV-Vis.

#### **3.4 Tahapan Penelitian**

- 1. Aktivasi zeolit
- 2. Sintesis ZnO/zeolit metode sonikasi dengan variasi komposisi
- 3. Analisis karakterisasi:
  - a. XRD
  - b. XRF
  - c. FTIR
  - d. DRS UV-Vis

## 3.5 Prosedur Penelitian 3.5.1 Aktivasi Zeolit

Zeolit alam 20 gram dicampur dengan 400 ml NaCl 2 M dan di*stiring* selama 24 jam pada suhu 70 °C. Kemudian endapannya disaring dan dicuci dengan akuades sampai pH netral. Sampel zeolit dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 24 jam. Lalu dikalsinasi pada suhu 400°C selama 2 jam.

# 3.5.2 Sintesis ZnO Yang Diembankan pada Zeolit dengan Variasi Komposisi ZnO/zeolit

Sintesis ZnO/zeolit dilakukan dengan menggunakan prekursor Zinc Asetate dehidrate (Zn(CH<sub>3</sub>COOH)<sub>2</sub>. 2H<sub>2</sub>O) sebanyak 6,775 gram yang ditambahkan dengan 60 mL larutan isopropanol pada 5 erlenmeyer yang berbeda, kemudian distirer sampai larut (Larutan A) dan diukur nilai pH larutan. Pengembanan ZnO pada zeolit dilakukan dengan cara melarutkan zeolit teraktivasi sebanyak 2,5; 47,5; 14,16; 7,5 dan 0 gram (perhitungan stoikiometeri dapat dilihat pada lampiran 2) dengan 50 mL akuades ke dalam 5 *beaker glass* yang berbeda. Kemudian diaduk dengan magnetik stirer selama 30 menit pada suhu ruang (Larutan B). Larutan A dicampurkan dengan Larutan B secara perlahan dan diukur nilai pH. Setelah itu, dilakukan pengaturan pH dengan penambahan NaOH 1M secara perlahan sampai pH 12 sambil diaduk menggunakan magnetik stirer selama 15 menit hingga homogen. Campuran tersebut kemudian disonikasi dengan ultrasonic cleaning bath dengan gelombang ultrasonik 42 kHz 100 W selama 30 menit pada suhu ruang. Hasil dari sonikasi didiamkan selama 24 jam untuk memaksimalkan proses kristalisasi material, kemudian dicuci dengan isopropanol untuk menghilangkan pengotor yang masih terdapat pada endapan hasil sintesis. Selanjutnya dilakukan penyaringan dan endapan yang diperoleh dipanaskan dalam oven pada temperatur 110°C selama 2 jam. Setelah kering, padatan digerus dengan mortar agate dan dibuat pelet. Kemudian sampel hasil sintesis dikalsinasi pada suhu 400 °C selama 2 jam. Setelah itu, dilakukan karakterisasi menggunakan XRD, XRF, IR, dan DRS.

#### 3.5.3 Analisis Karakteristik Struktur dengan Difraksi Sinar-X

Difraksi sinar-X digunakan untuk mempelajari karakter struktur yang meliputi identifikasi fasa dan kristalinitas sampel. Difraktometer yang digunakan adalah XRD, merk Philip, tipe: X'pert Pro. Pengukuran dilakukan dengan Cu sebagai logam target, terisi generator 40 kV dan arus 30 mA, sehingga dihasilkan puncak difraksi sebagai fungsi dari sudut  $2\theta$  pada rentang 10-90°.

Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD adalah difaktogram yang akan dibandingkan dengan standar ICSD-ZnO *hexagonal wurtzite* (ICSD 34477) dan standar zeolit jenis mordenit (R070524.9) untuk mengetahui karakteristik dari ZnO setelah diembankan pada zeolit. Proses *refinement* juga akan dilakukan terhadap data XRD menggunakan program Rietica dengan metode *Le Bail* untuk mendapatkan data kristalografi dari material baru yang dihasilkan. Berdasarkan difaktogram yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X, maka ukuran partikel rata-rata ZnO hasil sintesis dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer yang dinyatakan pada persamaan 3.1* 

 $D = (K \lambda) / (\beta \cos \theta) \dots (3.1)$ 

Keterangan:

- D = ukuran partikel (nm)
- $\lambda =$  panjang gelombang radiasi
- K = konstanta (0,9)
- $\beta$  = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian)
- $\theta$  = sudut puncak (dalam satuan derajat)

#### 3.5.4 Analisis Karakterisasi Komposisi Unsur dengan XRF

Karakterisasi ZnO/zeolit dengan menggunakan XRF bertujuan untuk mengetahui kandungan unsur-unsur di dalam material hasil sintesis ZnO/zeolit. ZnO/zeolit diletakkan dalam *sample holder* menggunakan radiasi foton 20 kV dan untuk analisa Na dialiri gas He dengan radiasi foton 7 kV, arus 128 µA selama 60 detik dan dianalisa menggunakan XRF. Hasil karakterisai ZnO/zeolit disajikan dalam bentuk tabel persentase kandungan unsur pada ZnO/zeolit hasil sintesis.

### 3.5.5 Analisis Karakteristik Modus Vibrasi dengan FTIR

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan terhadap ZnO/zeolit hasil sintesis dan senyawa. Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus menggunakan *mortar agate* dengan dicampurkan padatan KBr, kemudian ditempatkan pada preparat dan ditekan dengan alat *pressing* untuk membentuk pelet. Selanjutnya ditempatkan pada *sample holder* dan dianalisa menggunakan FTIR. Karakter ZnO akan ditunjukkan pada bilangan gelombang 400-500 cm<sup>-1</sup> yang ditandai dengan adanya vibrasi *stretching* Zn-O, sedangkan karakter zeolit akan ditunjukkan pada bilangan gelombang 1350-1450 cm<sup>-1</sup> yang ditandai dengan adanya vibrasi *stretching* Si-O-Si (Zhao dkk, 2015).

# 3.5.6 Analisis Karakterisasi Daerah Serapan Sinar dan Energi Celah Pita (band gap) dengan DRS (Diffuse Reflectance Spectron).

Analisis karakterisasi dengan *Diffuse Reflectance Spectron* (DRS) dilakukan untuk mengetahui lebar celah pita material hasil sintesis. Sampel yang akan dikarakterisasi dalam bentuk serbuk halus ditempatkan pada *sample holder* kemudian diukur persentase reflektansinya pada panjang gelombang 195-800 nm. Analisis data dilakukan dengan mengubah persentase reflektansi (%R) yang diperoleh menjadi reflektansi (R) kemudian dihitung nilai (FR) sesuai persamaan Kubelka Munk. Pendekatan teori Kubelka Munk dapat dilihat pada persamaan 3.2.

 $F(R) = \frac{(1-R)^2}{2R} = \frac{k}{s}....(3.2)$ 

Dengan F(R): Faktor kubelka-munk

k: koefisien absorbsi molar

s: koefisien scattering

R: nilai reflektan yang diukur

Energi *band gap* sampel ditentukan dari spektra tersebut dengan membuat plot antara  $(F(R).hv)^{1/2}$  (sebagai sumbu y) vs energi foton (hv) (sebagai sumbu x). Energi foton (hv) bisa dihitung dari data panjang gelombang yang terukur, dimana E (eV) =  $hc/\lambda$ . Energi celah pita ditentukan dengan cara menarik garis linier yang melewati daerah tersebut. Kemiringan kurva hingga diperoleh nilai hv saat nilai y ((F(R).hv)<sup>1/2</sup>) = 0.

#### **BAB IV**

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Analisis Karakteristik Zeolit Alam sebagai Material Penyangga ZnO

Zeolit alam, pada umumnya masih banyak mengandung ion pengotor, sehingga diperlukan adanya aktivasi untuk mengurangi jumlah pengotor tersebut. Selain itu, proses aktivasi juga dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi dari zeolit alam. Zeolit alam yang digunakan pada penelitian ini diaktivasi secara kimia dengan menggunakan larutan NaCl 2M dan secara fisika dengan pemanasan 400°C.



Gambar 4.1 Hasil karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X pada zeolit alam teraktivasi

Hasil karakterisasi XRD pada Gambar 4.1 menunjukkan bahwa zeolit alam teraktivasi memiliki puncak khas pada nilai  $2\theta$  (°) = 31,7; 25,59; 27,8; 45,6; 21,9; 22,3; dan 13,4. Nilai tersebut memiliki kesesuaian dengan data standar mordenit R070524.9 dengan  $2\theta$  (°) = 31,08; 25,6; 27,75; 45,57; 21,52; 22,33; dan 13,4. Pada proses selanjutnya, dilakukan *refinement* dengan program *rietica* 



Gambar 4.2 Hasil refinement terhadap zeolit teraktivasi

Pada Gambar 4.2, garis merah merupakan puncak perhitungan dari data standar zeolit mordenit yang digunakan, garis hitam merupakan puncak dari sampel, sedangkan garis biru merupakan puncak-puncak yang harus muncul berdasarkan *input* standar dan garis hijau menunjukkan kecocokan antara sampel dengan data standar mordenit. Namun pada  $2\theta$  (°) = 26,0; 32,0; dan 45,5 terdapat ketidak cocokan puncak antara sampel dengan standar mordenit yang ditampilkan dengan garis hijau. Hal tersebut dikarenakan terdapat puncak dari senyawa lain berupa NaCl akibat dari proses aktivasi zeolit alam. Keberhasilan proses *refinement* ditentukan dengan parameter nilai % Rp dan % Rwp ( < 20% ) (Andrieux, dkk., 2018). Hasil *refinement* mengindikasikan bahwa zeolit alam yang teraktivasi merupakan jenis mordenit dan SBU dari zeolit mordenit yakni 5-1 (Chica, 2013). Adapun data kristalografi zeolit dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Parameter	Zeolit (mordenit)
Grup Ruang	Стст
Kisi Kristal	Ortorombik
Unit Asimetrik $(Z)$	1
<i>a</i> (Å)	18,04
<i>b</i> (Å)	20,40
<i>c</i> (Å)	7,50
A	90
В	90
γ	90
% Rp	10,93
% Rwp	14,78
GoE	0.55

Tabel 4.1 Data kristalografi zeolit mordenit hasil *refinement* menggunakan metode Le Bail



Gambar 4.3 Spektra IR zeolit alam teraktivasi sebelum dan sesudah kalsinasi

Karakterisasi selanjutnya menggunakan spektroskopi inframerah (IR), yang berfungsi untuk mendeteksi modus vibrasi dari zeolit. Hasil karakterisasi IR dapat dilihat pada Gambar 4.3. Berdasarkan analisa yang telah dilakukan, didapatkan modus vibrasi zeolit alam teraktivasi teramati pada daerah bilangan gelombang sekitar 420 cm<sup>-1</sup> yang merupakan modus vibrasi ulur TO<sub>4</sub> (T=Si atau Al) simetrik,

**NTRAL LIBRARY** OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

33

795 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi ulur O-T-O simetrik, dan 1070 cm<sup>-1</sup> merupakan modus vibrasi ulur Si-O asimetrik. Data hasil karakterisasi spektroskopi IR zeolit dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Bilangan	Gugus fungsi	Referensi
Gelombang (cm <sup>-1</sup> )		
420	Vibrasi ulur T-O	(Byrappa, dan Kumar., 2007)
795	Vibrasi ulur simetrik Si-O-Si/ O-Si-O dan vibrasi ulur simetrik Si-O-Al	(Hlavay, dkk., 1985)
1070	Vibrasi ulur Si-O asimetrik	(Hlavay, dkk., 1985)
1220	Vibrasi ulur asimetrik sambungan eksternal zeolit	(Hlavay, dkk., 1985)
1640	Vibrasi tekuk H-O-H	(Byrappa, dan Kumar., 2007)
3749	Vibrasi ulur simetrik dan asimetrik silanol terminal dan gugus OH dari framework Si- OH-Al	(Pirajan, dkk., 2010)

Berdasarkan Gambar 4.3 secara umum, karakter gugus fungsi zeolit sebelum dan sesudah kalsinasi adalah sama. Perubahan yang teramati yakni adanya penurunan nilai transmitan pada daerah bilangan gelombang 1650 cm<sup>-1</sup> vang menunjukkan vibrasi tekuk H-O-H. Menurut Chasanah, (2017) penurunan nilai transmitan disebabkan oleh pengurangan jumlah air akibat dari pemanasan pada suhu tinggi (dehidroksilasi). Spektra yang muncul pada bilangan gelombang sekitar 3745 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi O-H. Gugus O-H yang dimiliki oleh zeolit dapat dimungkinkan dalam bentuk Si-OH maupun Al-OH (Kunkeler, dkk., 2002).

#### 4.2 Sintesis Material Fotokatalis ZnO/zeolit Menggunakan metode Sonikasi

Material fotokatalis ZnO yang diembankan pada zeolit disintesis menggunakan metode sonikasi. Prekursor yang digunakan pada penelitian ini adalah seng asetat dihidrat, isopropanol, NaOH serta zeolit alam teraktivasi sebagai material penyangga. Sintesis ZnO yang diembankan pada zeolit alam teraktivasi dilakukan menggunakan variasi komposisi ZnO:zeolit (100:0, 25:75, 15:85, 5:95, 0:100). Penambahan NaOH saat proses sintesis menghasilkan Zn(OH)<sub>2</sub> yang merupakan unit pembentukan ZnO yang terbentuk pada proses pemanasan. Reaksi yang terjadi pada proses ini dapat dilihat pada Persamaan 4.1 dan 4.2.

$$Zn(CH_{3}COO)_{2.2H_{2}O(s)} + 2NaOH(s) \xrightarrow{} Zn(OH)_{2(s)} + 2CH_{3}COONa(l) + 2H_{2}O(l)$$
(4.1)

$$Zn(OH)_{2(s)} \xrightarrow{\Delta} ZnO_{(s)}$$
 (4.2)

Berdasarkan pengamatan secara fisik, hasil sintesis mengalami perubahan warna seiring bertambahnya komposisi zeolit yang ditambahkan. Adanya zeolit memberikan perubahan yang signifikan pada material. Hal tersebut dikarenakan zeolit sendiri berwarna kecoklatan setelah mengalami proses kalsinasi. Perubahan warna pada sampel hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Serbuk sampel hasil sintesis (a) ZnO, (b) ZnO/zeolit (25:75)%, (c) ZnO/zeolit (15:85)%, (d) ZnO/zeolit (5:95)%, (e) Zeolit

# 4.3 Pengaruh Variasi Komposisi ZnO:Zeolit terhadap Karakteristik ZnO yang Diembankan pada Zeolit

#### 4.3.1 Karakterisasi Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi senyawa hasil XRD dilakukan untuk menganalisa struktur senyawa hasil sintesis. Hasil karakterisasi difraksi sinar-X bubuk ZnO yang diembankan pada zeolit dapat dilihat pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Hasil karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD) pada material fotokatalis ZnO yang diembankan pada zeolit dengan variasi komposisi

Gambar 4.5 menunjukkan karakter khas dari puncak-puncak XRD untuk zeolit mordenit dan ZnO. Pada ZnO yang diembankan zeolit dengan variasi komposisi ZnO:Zeolit (100: 0), (25:75), (15:85), (5:95) dan (0:100), puncak-puncak khas untuk mordenit dan ZnO masih teramati meskipun dengan intensitas yang berbeda. Nilai  $2\theta$  (°) = 36-69° menunjukkan puncak khas ZnO, sedangkan untuk puncak khas zeolit ditunjukkan pada nilai  $2\theta$  (°) = 13-83°. Ketajaman *peak* zeolit semakin bertambah seiring dengan bertambahnya komposisi zeolit yang ditambahkan. Sehingga, *peak* ZnO yang dihasilkan akan menurun seiring dengan berkurangnya komposisi ZnO yang diembankan pada zeolit. Terdeteksinya karakter khas ZnO/zeolit tersebut mengindikasikan bahwa ZnO telah berhasil diembankan pada zeolit.



Gambar 4.6 Pergeseran puncak difraksi sinar-X pada material fotokatalis ZnO yang diembankan pada zeolit dengan variasi komposisi

Hasil yang diperoleh dapat dianalisis bahwa difraktogram hasil sintesis ZnO memiliki grup ruang P6<sub>3</sub>mc (ICSD 34477) dan sel satuan *hexagonal wurtzite* dengan parameter kisi *a,b*, dan *c* dengan nilai a=b=3,25100 (Å), c = 5,20930 (Å) dan nilai Z = 2. Pada posisi  $2\theta$  sekitar 36° memiliki intensitas paling tinggi yang merupakan ciri khas pola difraksi ZnO pada bidang *hkl* 101 (Alves., dkk., 2017). Hasil difraktogram tersebut selanjutnya diperbesar dan diambil dua puncak tertinggi dari ZnO yang dapat dilihat pada Gambar 4.6. Pada Gambar 4.6 menunjukkan bahwa semakin besar komposisi zeolit yang teremban oleh ZnO, maka puncak ZnO yang dihasilkan akan semakin menurun. Hasil analisis tersebut diperkuat dengan data hasil *refinement* yang dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Parameter	Fasa	ZnO	ZnO/zeolit	ZnO/zeolit	ZnO/zeolit
			(25:75)	(15:85)	(5:95)
Grup	ZnO	P6 <sub>3</sub> mc	P6 <sub>3</sub> mc	P6 <sub>3</sub> mc	P6 <sub>3</sub> mc
Ruang	Zeolit	-	Cmcm	Cmcm	Cmcm
Kisi	ZnO	Heksagonal	Heksagonal	Heksagonal	Heksagonal
Kristal	Zeolit	-151	Ortorombik	Ortorombik	Ortorombik
Unit	ZnO	2	2	2	2
Asimetrik					
(Z)	Zaalit		LIK IS	1	1
	Zeom	2.0	1	1	1
a (Å)	ZnO	3,2510	3,2279	3,2388	3,249900
	Zeolit	-	17,9188	17,8747	18,0499
<i>b</i> (Å)	ZnO	3,2510	3,2279	3,2388	3,2499
	Zeolit	- 10	20,3999	20,3999	20,4000
<i>c</i> (Å)	ZnO	5,2093	5,17028	5,1769	5,2066
	Zeolit		7,4485	7,4536	7,5020
Volume	ZnO	47,6808	46,6547	47,0304	47,6239
Sel (Å <sup>3</sup> )	Zeolit	- 1	2722,7654	2717,9126	2762,3862
<i>Rp</i> (	%)	4,64	5,82	6,44	7,43
Rwp	(%)	5,42	7,85	8,53	10,57
GoF	$(\chi^2)$	0,659	0,705	0,6410	0,500

Tabel 4.3 Data Kristalografi ZnO/zeolit variasi komposisi hasil *refinement* menggunakan metode *Le Bail* 

Pada Tabel 4.3 menunjukkan bahwa nilai a,b,c pada ZnO/zeolit dengan variasi komposisi relatif sama. Hal tersebut mengindikasikan bahwa variasi komposisi ZnO/zeolit tidak menyebabkan perubahan struktur ZnO maupun zeolit. Pada penelitian ini, perbandingan komposisi zeolit yang digunakan lebih banyak dari komposisi ZnO. Berdasarkan hasil *refinement* yang disajikan pada Tabel 4.3, dapat dikatakan bahwa fasa yang dihasilkan lebih mengarah pada fasa zeolit. hal tersebut dapat dilihat dari adanya puncak ZnO dan zeolit yang masih teramati meskipun dengan komposisi yang berbeda-beda. Untuk memastikan bahwa ZnO

berhasil diembankan pada zeolit, dapat dijelaskan dari hasil analisis menggunakan XRF pada sub bab selanjutnya.

## 4.3.2 Karakterisasi Menggunakan X-Ray Fluorosence (XRF)

Tabel 4.4	Persen relatif kom	posisi unsur Z	nO yang	diembanka	n pada zeo	lit
Persentase ZnO:Zeolit (%)						
Unsur	Zeolit sebelum teraktivasi	Zeolit teraktivasi	ZnO	(25:75)	(15:85)	(5:95)
Al		9,1	-	3,2	-	-
Si	75,9	66,5		20,9	31,9	50,3
Zn	0,02	0,06	94,48	68,24	56,88	34,6
K	5,83	8,64	V - "	1,75	2,82	5,4
Ca	7,18	2,85	0,13	0,58	0,88	1,57
Ti	0,88	0,94	- 20,	0,19	0,29	0,54
Mn	0,26	0,40		0,08	0,13	0,25
Zr	0,4		3,2	2,4	1,7	-
Cr	· · · ·	-))((	0,07	0,06	0,06	0,05
Fe	8,64	10,9	0,12	2,33	3,5	6,72
Eu	0,1	0,1	11-10	0,04	0,03	0,05
Cu	0,064	0,11	17-7	0,08	0,07	0,09
Ni			0,05	0,1	0,04	0,02
Р		/	0,2	1.64	0,2	-
V	0,02	0,02	- 1	-	0,01	0,02
Y			- I	-	1	
Ba	0,04	U/A A	1-9-	-	0,01	
Yb	-	0,09	0,54	-	0,41	0,36
Та		1 4 12	1,2	-	-///	-
Sr	0,53	- / (	4		/	-
Re	0,09	0,10	-		- /-	-
Br	- C-	0,14	-	10-5		-

Analisis XRF dilakukan untuk mengetahui persentase unsur yang terkandung dalam sampel hasil sintesis. Untuk memastikan bahwa ZnO sudah berhasil diembankan pada zeolit yakni dengan dilihatnya hasil analisis XRF yang disajikan pada Tabel 4.4. Keberadaan ZnO yang diembankan pada zeolit ditandai dengan adanya persen relatif Zn pada sampel ZnO dan ZnO/zeolit dengan perbandingan komposisi 25:75, 15:85, dan 5:95. Berdasarkan Tabel 4.4 dapat

dikatakan bahwa semakin banyak komposisi zeolit yang digunakan, maka persen relatif Zn yang dihasilkan akan berkurang. Persen relatif komposisi unsur ZnO yang diembankan pada zeolit juga disajikan pada Tabel 4.5 yang menunjukkan bahwa tidak terdapat kandungan unsur Na pada zeolit sebelum teraktivasi.

Unsur	Peresentase ZnO: Zeolit (%)					
	Zeolit sebelum teraktivasi	Zeolit teraktivasi	(25:75)	(15:85)	(5:95)	
Al	7,8		6,46	7,04	7,3	
Si	68,4	55,9	52,3	53,6	61,4	
Na	- All	5,1	8	5,3	3,8	
K	6,53	9,22	8,19	7,12	9,27	
Ca	8,12	3,25	2,87	2,3	2,86	
Ti	0,84	0,99	0,49	0,65	0,76	
Mn	4,5	8,5	13	6,8	7,8	
Zr		1 -1 -1 //	0,5	-	0,4	
Cr	0,83	4 1 277	-	1,3	-	
Mg	( I ) - I I	0,3	) /-	-	-	
Br	0,7	1 - 1	19	-	0,9	
Р			1	-	0,71	
V	0,29	0,43	0,93	0,41	0,49	
Y			1/ -	-		
Ba	1,9	3,6	6,6	3	4,3	
Nd	6 6	13		12	<u></u>	

Tabel 4.5 Persen relatif komposisi unsur ZnO yang diembankan pada zeolit\*

\*Analisis XRF menggunakan gas Helium untuk mengetahui persentase relatif unsur Na

#### 4.3.3 Karakterisasi Menggunakan Spektroskopi Inframerah

Karakter gugus fungsi ZnO yang diembankan pada zeolit juga dipelajari gugus fungsinya menggunakan spektroskopi IR. Spektra inframerah dari ZnO/zeolit dengan variasi komposisi dapat dilihat pada Gambar 4.7, 4.8, dan Tabel 4.6. Berdasarkan Gambar 4.7 dan Gambar 4.8, terdeteksi spektra pada daerah bilangan gelombang sekitar 1650 (cm<sup>-1</sup>) merupakan vibrasi tekuk O-H dari molekul

40

air atau silanol yang ditemukan pada sampel sebelum dan sesudah kalsinasi. Spektra pada daerah bilangan gelombang sekitar 1450 (cm<sup>-1</sup>) merupakan modus vibrasi gugus C=O (karboksil) yang dihasilkan dari sisa prekursor seng asetat (Palomino, 2006).







Gambar 4.8 Spektra IR setelah kalsinasi (a) ZnO, (b) ZnO/zeolit (25:75)%, (c) ZnO/zeolit (15:85)%, (d) ZnO/zeolit (5:95)%, (e) Zeolit

Gambar 4.7 dan Gambar 4.8 memperlihatkan bahwa pada komposisi ZnO/zeolit (25:75)% hingga zeolit (tanpa ZnO) dapat diamati karakter khas zeolit pada bilangan gelombang 1045 cm<sup>-1</sup> yang mengalami pergeseran bilangan gelombang ke daerah yang lebih besar (1050 cm<sup>-1</sup>) setelah mengalami proses kalsinasi. Selain itu, pada bilangan gelombang tersebut terlihat perubahan pada komposisi ZnO/zeolit (5:95)% yakni ditandai dengan adanya penurunan intensitas. Penurunan intesitas tersebut dapat mengindikasikan adanya gangguan vibrasi ulur T-O yang yang dapat disebabkan oleh adanya interaksi secara fisika antara zeolit dengan ZnO. Interaksi fisika yang terjadi dapat berupa interaksi antar molekul seperti gaya van der walls, dipol-dipol, atau ikatan hidrogen ketika ZnO terperangkap ke permukaan zeolit (Chasanah, 2017). Pada daerah bilangan gelombang 400-500 cm<sup>-1</sup> terdapat puncak khas ZnO (tanpa zeolit) yang mengindikasikan bahwa terdapat vibrasi ulur Zn-O pada sampel ZnO. Pada daerah bilangan gelombang sekitar 420-470 cm<sup>-1</sup> terdapat vibrasi ulur Si-O-Si yang dimiliki zeolit dan pada sampel ZnO/zeolit untuk semua variasi komposisi (25:75, 15:85, dan 5:95).

Gambar 4.7 dan 4.8 juga memperlihatkan bahwa banyaknya komposisi ZnO yang diembankan pada zeolit juga berpengaruh pada puncak yang dihasilkan. Pada daerah bilangan gelombang sekitar 400-500 cm<sup>-1</sup> terjadi penyusutan puncak seiring dengan berkurangnya komposisi ZnO yang diembankan pada zeolit. Hal tersebut diduga karena adanya tumpang tindih antara vibrasi ulur Zn-O dan Si-O-Si yang menandakan bahwa ZnO telah berhasil diembankan pada zeolit. Hasil karakterisasi gugus fungsi sampel ZnO yang diembankan pada zeolit dapat dilihat pada Tabel 4.6.

SampelSebelum kalsinasiSetelah kalsinasiModus vibrasi16421658Vibrasi tekuk H-O-H15411552Vibrasi ulur asimetrik C=OZnO13871458Vibrasi ulur simetrik C=O-847Vibrasi ulur C-C660678Vibrasi ulur Zn-O-H459475Vibrasi ulur Zn-O	0
kalsinasi         kalsinasi           1642         1658         Vibrasi tekuk H-O-H           1541         1552         Vibrasi ulur asimetrik C=O           ZnO         1387         1458         Vibrasi ulur simetrik C=O           -         847         Vibrasi ulur C-C         660         678         Vibrasi ulur Zn-O-H           459         475         Vibrasi ulur Zn-O         100         100         100	0
1642         1658         Vibrasi tekuk H-O-H           1541         1552         Vibrasi ulur asimetrik C=O           ZnO         1387         1458         Vibrasi ulur simetrik C=O           -         847         Vibrasi ulur C-C         660           660         678         Vibrasi ulur Zn-O-H           459         475         Vibrasi ulur Zn-O	0
1541         1552         Vibrasi ulur asimetrik C=0           ZnO         1387         1458         Vibrasi ulur simetrik C=0           -         847         Vibrasi ulur C-C           660         678         Vibrasi ulur Zn-O-H           459         475         Vibrasi ulur Zn-O	0 )
ZnO         1387         1458         Vibrasi ulur simetrik C=O           -         847         Vibrasi ulur C-C           660         678         Vibrasi ulur Zn-O-H           459         475         Vibrasi ulur Zn-O	)
-847Vibrasi ulur C-C660678Vibrasi ulur Zn-O-H459475Vibrasi ulur Zn-O	
660678Vibrasi ulur Zn-O-H459475Vibrasi ulur Zn-O	
459 475 Vibrasi ulur Zn-O	
1647 1652 Vibrasi tekuk H-O-H	
1547 1547 Vibrasi ulur asimetrik C=0	0
1387 1389 Vibrasi ulur simetrik C=O	)
ZnO/zeolit (25:75) 797 dan 1047 795 dan 1056 Vibrasi ulur T-O-T dan T- (T=Si,Al)	-0
668 671 Vibrasi ulur Zn-O-H	
Vibrasi ulur Zn-O ataupun	n
446 465 Zn-O-Si (ZnO/zeolit)	
1630 1652 Vibrasi tekuk H-O-H	
1523 1536 Vibrasi ulur asimetrik C=0	0
1393 1384 Vibrasi ulur simetrik C=O	)
ZnO/zeolit 704 1 1044 702 1 1050 Vibrasi ulur T-O-T dan T-	-0
(15:85) $^{794} dan 1044 792 dan 1050 (T=Si,Al)$	
664 671 Vibrasi ulur Zn-O-H	
442 461 Vibrasi ulur Zn-O ataupun	n
Zn-O-Si (ZnO/zeolit)	
1636 1648 Vibrasi tekuk H-O-H	
1523 1526 Vibrasi ulur asimetrik C=0	0
1399 1383 Vibrasi ulur simetrik C=O	)
ZnO/zeolit (5:95) 790 dan 1041 786 dan 1048 Vibrasi ulur T-O-T dan T- (T=Si,Al)	-0
664 668 Vibrasi ulur Zn-O-H	
438 456 Vibrasi ulur Zn-O ataupun Zn-O-Si (ZnO/zeolit)	n
1641 1643 Vibrasi tekuk H-O-H	
Zeolit 794 dan 1041 792 dan 1044 Vibrasi ulur T-O-T dan T- (T=Si,Al)	-0
420 451 Vibrasi ulur T-O	

Tabel 4.6 Hasil karakterisasi gugus fungsi pada sampel ZnO dan ZnO/zeolit

# 4.3.4 Karakterisasi Menggunakan *Diffuse Reflectance Spectroscopi* (DRS) UV-Vis

Karakter serapan sinar ZnO yang diembankan pada zeolit alam teraktivasi diukur menggunakan DRS dan analisis data dengan pendekatan Kubelka Munk. Serapan sinar dari masing-masing variasi komposisi diukur terhadap nilai reflektansi yang disajikan pada Gambar 4.9 dan nilai F(R) yang setara dengan nilai koefisien absorpsi per *scattering* yang dapat dilihat pada Gambar 4.10 pada daerah panjang gelombang UV-Vis (200-800 nm).



Gambar 4.9 Spektra DRS nilai %R vs panjang gelombang terhadap ZnO yang diembankan pada zeolit alam dengan variasi komposisi

Gambar 4.9 menunjukkan pengaruh komposisi ZnO/zeolit terhadap reflektansi yang dihasilkan. Komposisi ZnO/zeolit dengan persentase 25:75, 15:85, 5:95 dan zeolit murni mengalami sedikit kenaikan nilai reflektansi dari ZnO tanpa adanya material pengemban di daerah UV. Pada daerah sinar tampak (*visible*) (400-640 nm) ZnO/zeolit dengan persentase komposisi 25:75, 15:85, 95:5, dan zeolit murni mengalami penurunan nilai reflektansi dibandingkan ZnO tanpa material pengemban. ZnO/zeolit dengan persentase komposisi 25:75 dan 15:85 mengalami penurunan nilai reflektansi lebih tinggi dari ZnO/zeolit dengan persentase 5:95 dan zeolit murni pada daerah sinar tampak. Pada daerah sekitar panjang gelombang 410-489 nm spektra ZnO/zeolit dengan persentase komposisi 15:85 memiliki nilai reflektansi yang lebih rendah dari ZnO/zeolit dengan persentase komposisi 25:75. Sedangkan pada daerah sekitar panjang gelombang 500-800 nm ZnO/zeolit dengan persentase komposisi 25:75 memiliki nilai reflektansi yang lebih rendah dari ZnO/zeolit dengan persentase komposisi 25:75 memiliki nilai reflektansi yang lebih rendah dari ZnO/zeolit dengan persentase komposisi 25:75 memiliki nilai reflektansi yang lebih rendah dari ZnO/zeolit dengan persentase komposisi 15:85. Hal ini menunjukkan bahwa ZnO/zeolit dengan persentase komposisi 15:85 lebih efektif pada panjang gelombang 410-489 nm, namun kurang efektif pada panjang gelombang 489-800 nm. Penurunan nilai reflektansi tertinggi diperoleh pada ZnO/zeolit dengan persentase komposisi 25:75.



Gambar 4.10 Spektra DRS nilai F(R) vs panjang gelombang terhadap ZnO yang diembankan pada zeolit alam dengan variasi komposisi

Gambar 4.10 menunjukkan pengaruh komposisi ZnO/zeolit terhadap nilai F(R) yang setara dengan koefisien absorpsi per koefisien *scattering*. Komposisi zeolit yang digunakan sebagai material penyangga lebih besar daripada komposisi ZnO sehingga karakter ZnO/zeolit pada semua variasi komposisi lebih mengarah ke karakter zeolit murni. Meskipun demikian, terdapat perbedaan tingginya absorbansi pada setiap sampel. Hal tersebut dibuktikan pada spektra di daerah panjang gelombang sekitar 425-447 nm yang terlihat bahwa pita serapan material campuran ZnO/zeolit berdekatan satu sama lain. Absorbansi tertinggi yakni dimiliki oleh ZnO/zeolit dengan persentase perbandingan komposisi 25:75.

ZnO/zeolit dengan persentase komposisi 25:75 memiliki nilai F(R) yang lebih tinggi pada panjang gelombang 516-800 nm. Hal ini menunjukkan bahwa ZnO/zeolit dengan persentase komposisi 15:85 dan 25:75 memiliki efektifitas absorpsi pada daerah sinar tampak yang lebih baik dari ZnO/zeolit dengan persentase komposisi 5:95, Zeolit dan ZnO tanpa adanya material pengemban. Efektifitas absorbsi sinar tampak tertinggi diperoleh pada ZnO/zeolit dengan persentase komposisi 25:75.

Pengaruh komposisi ZnO yang diembankan pada zeolit juga dihitung terhadap nilai energi celah pita yang disajikan pada Gambar 4.11 dan Tabel 4.7. Nilai energi celah pita didapat dari kemiringan grafik antara sumbu x (hv) dengan sumbu y ((F(R).hv)<sup>1/2</sup>) ketika sumbu y=0. Penentuan nilai energi celah pita diperinci pada Lampiran 4. Nilai energi celah diperoleh pada Tabel 4.7.

46



Gambar 4.11 Spektra UV DRS hubungan Kubelka Munk dengan band gap ZnO yang diembankan pada zeolit alam dengan variasi komposisi

Persentase Sampel (%)	Panjang Gelombang (nm)	Energi Celah Pita (eV)
ZnO	416	2,98
ZnO:Zeolit (25: 75)	451	2,75
ZnO:Zeolit (15: 85)	485	2,56
ZnO:Zeolit (5: 95)	650	1,9
Zeolit		

Tabel 4.7 Pengaruh komposisi ZnO/zeolit terhadap nilai band gap

Berdasarkan Tabel 4.7 diketahui bahwa pada komposisi 25, 15, dan 5 % mengalami penurunan nilai energi celah pita dari ZnO murni. Hal tersebut berkorelasi dengan analisis data reflektansi dan nilai absorbansi dimana ZnO/zeolit dengan komposisi 25:75 % memiliki reflektansi yang lebih rendah dan absorpsi yang lebih tinggi pada panjang gelombang daerah sinar tampak. Pada ZnO/zeolit dengan persentase komposisi 5:95 mengalami penurunan nilai celah pita yang cukup signifikan. Penurunan tersebut dapat disebabkan oleh karakter DRS zeolit yang lebih dominan daripada ZnO, sehingga kemiringan grafik yang dihasilkan lebih besar dan *bandgap* yang dihasilkan lebih kecil dari ZnO/zeolit dengan perbandingan persentase komposisi 25:75, 15:85 dan ZnO tanpa adanya material penyangga (ZnO murni).

Berdasarkan analisis data DRS dengan pendekatan Kubelka Munk, dapat dikatakan bahwa fotokatalis dengan komposisi 25:75 % dan 15:85 % lebih berpotensi diaplikasikan pada daerah UV-Vis jika dibandingkan dengan ZnO dan zeolit murni. Hasil penelitian ini berkorelasi dengan firman Allah yang menjelaskan tentang segala sesuatu yang Allah ciptakan di muka bumi ini sesuai dengan ukuran dan fungsinya, hal tersebut dijelaskan dalam surat Al-Hijr ayat 19 berikut ini:

وَٱلْأَرْضَ مَدَدُنَهَا وَأَلْقَيْنَا فِيهَا رَوَٰسِيَ وَأَنْبَتْنَا فِيهَا مِن كُلِّ شَيْءٍ مَّوْزُونِ ١٩

Dan Kami telah menghamparkan bumi dan menjadikan padanya gununggunung dan Kami tumbuhkan padanya segala sesuatu menurut ukuran (Al-Hijr:19).

Ayat di atas menjelaskan bahwa Allah SWT menciptakan segala sesuatu yang ada di muka bumi ini sudah sesuai kadarnya agar manusia dapat mengambil hikmah dari setiap apa yang telah diciptakan. Salah satu contohnya yakni penciptaan gunung-gunung. Allah SWT menciptakan gunung-gunung yang mengandung mineral alam di dalamnya. Mineral alam tersebut salah satunya adalah zeolit. Zeolit dapat digunakan sebagai katalis maupun adsorben dengan melalui modifikasi zeolit. Di sisi lain, zeolit dapat digunakan sebagai material pengemban ZnO untuk material fotokatalis. Modifikasi zeolit dengan ZnO tersebut bertujuan untuk meningkatkan serapan sinar pada daerah sinar tampak dengan menurunkan energi celah pita, sehingga dapat diaplikasikan di bawah sinar matahari.

## BAB V

### PENUTUP

## 5.1 Kesimpulan

Sintesis ZnO yang diembankan pada zeolit alam teraktivasi telah berhasil dilakukan. Pengembanan ZnO pada zeolit tidak mempengaruhi perubahan struktur *wurtzite* dari ZnO dan *ortorombik* dari zeolit. Hasil XRF menunjukkan bahwa ZnO berhasil teremban pada zeolit yang ditandai dengan adanya komposisi unsur Zn, Si, dan Al pada sampel. Berdasarkan data FTIR, didapat karakter spektra khas ZnO pada daerah bilangan gelombang 400-500 cm<sup>-1</sup> dan zeolit pada daerah bilangan gelombang sekitar 420-470, 790 cm<sup>-1</sup>, dan 1050 cm<sup>-1</sup>. Pada daerah bilangan gelombang 400-500 cm<sup>-1</sup> terjadi penyusutan puncak seiring berkurangnya komposisi ZnO yang diembankan pada zeolit yang diduga karena adanya tumpang tindih antara vibrasi ulur Zn-O dan Si-O-Si. Hasil DRS menunjukkan bahwa pengembanan ZnO pada zeolit juga dapat mempengaruhi karakter serapan sinar dan energi celah pita material pada daerah UV dan *visible*. Pada variasi komposisi ZnO/zeolit, pola serapan sinar semakin mendekati karakter serapan zeolit murni yang merupakan komponen terbesar ZnO/zeolit.

## 1.2 Saran

- 1. Perlu dilakukan analisis BET untuk mengetahui pengaruh ZnO yang diembankan pada zeolit terhadap besarnya luas permukaan yang dihasilkan.
- Perlu dilakukan analisis SEM untuk mengetahui morfologi ZnO yang diembankan pada zeolit.

### **DAFTAR PUSTAKA**

- Alavi, A. M., Morsali, A. 2011. Sonochemically Assisted Synthesis of ZnO Nanoparticles : A Novel Direct Method. *Journal Chemistry Engineering*, 30(3): 75–81.
- Alswat, A. A., Ahmad, M. Bin, Saleh, T. A., Hussein, M. Z. Bin, dan Ibrahim, N. A. 2016. Effect of zinc oxide amounts on the properties and antibacterial activities of zeolite/zinc oxide nanocomposite. *Materials Science and Engineering C*, (68), 505–511.
- Alves, E., Nobre, F. X., dan Sousa, S. 2017. RSC Advances and catalytic activity of ZnO microcrystals obtained via hydrothermal processing, 24263–24281.
- Andrieux, J., Gardiola, B., dan Dezellus, O. 2018. Synthesis of Ti matrix composite reinforced with TiC particles: in situ syntchrotron X-Ray diffraction and modeling. Journal of Materials Science.
- Arief, M. 2011. Sintesis dan Karakterisasi Seng Oksida (ZnO) dengan Metode Proses Pengendapan Kimia Basah dan Hidrotermal untuk Aplikasi Fotokatalisis. Skripsi. Depok: Program Studi Metalurgi dan Material Universitas Indonesia.
- Ashrafi, A., dan Jagadish, C. 2007. Review of zincblende ZnO: Stability of metastable ZnO phases. *Journal of Applied Physics*, 102(7).
- Bahrami, M., dan Nezamzadeh-Ejhieh, A. 2015. Effect of the supported ZnO on clinoptilolite nano-particles in the photodecolorization of semi-real sample bromothymol blue aqueous solution. *Materials Science in Semiconductor Processing*, *30*, 275–284.
- Banerjee, P., Chakrabarti, S., Maitra, S., dan Dutta, B. K. 2012. Zinc oxide nanoparticles - Sonochemical synthesis, characterization and application for photoremediation of heavy metal. *Ultrasonics Sonochemistry*, 19(1), 85–93.
- Bordbar, M., Forghani-Pilerood, S., Yeganeh-Faal, A., dan Khodadadi, B. 2016. Effect of Morphology on the Photocatalytic Behavior of ZnO Nanostructures : Low Temperature Sonochemical Synthesis of Ni Doped ZnO Nanoparticles. *Journal Nanostructure*, 6(3): 190–198.
- Byrappa K. Dan Kumar B.V.S. 2007. Characterization of Zeolite by Infrared Spectroscopy. *Asian Journal of Chemistry*, 19(6): 4933-4935.
- Chantes, P., Jarusutthirak, C., & Danwittayakul, S. 2015. A Comparison Study of Photocatalytic Activity of TiO2 and ZnO on the Degradation of Real Batik Wastewater. *Internation Conference on Biological. Environmental and Food Engineering*, 8–12.

Chetam. A, 1992. Solid State Chemistry. London: Oxford University Press.

- Chasanah, S.N. 2017. Sintesis Dan Karakterisasi Tio2-Vanadium (0,3%) Diembankan Pada Zeolit Alam Teraktivasi Menggunakan Metode Sonikasi Dengan Variasi Komposisi TiO<sub>2</sub>-V:Zeolit. Skripsi. Malang : Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Chica, A. 2013. Zeolites : Promised Materials for the Sustainable Production of Hydrogen. *ISRN Chemical Engineering*, 2013(1), 19.
- Delshade, S.E., Yangjeh, H.A., dan Moghaddam, K.M. 2011. Hydrothermal lowtemperature preparation and characterization of ZnO nanoparticles supported on natural zeolite as a highly efficient photocatalyst. *Monatshefte Fur Chemie*, *142*(2), 119–129.
- Ejhieh, N.A., & Khorsandi, S. 2014. Photocatalytic degradation of 4-nitrophenol with ZnO supported nano-clinoptilolite zeolite. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 20(3), 937–946.
- Farradis, R. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Material Fotokatalis Seng Oksida (ZnO) Metode Sonikasi Untuk Degradasi Metilen Biru. *Skripsi*. Malang : Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Hlavay J., Vassanyi I. dan Incezedy J. 1985. Quantitative Determination of The Mordenite Content of Natural Zeolite Rocks by Infrared Spectroscopy. *Spectrochimica*, 4(1A): 1457-1458.
- Homafar, A; Maleki, F dan Abbasi, Z. 2013. Using ZnO Supported on Clipnotilolite as a Catalyst for Photocatalytic Degradation of Methyl Orange dye in Water. Environmental Science. Volume 8. 10.
- Hong, R. Y., Li, J. H., Chen, L. L., Liu, D. Q., Li, H. Z., Zheng, Y., dan Ding, J. 2009. Synthesis, surface modification and photocatalytic property of ZnO nanoparticles. *Powder Technology*, 189(3), 426–432.
- Khatamian, M., Alaji, Z., dan Khandar, A. A. 2011. Iranian Chemical Society Synthesis and Characterization of Polycrystalline ZnO/HZSM-5 Nanocomposites, 8(3).
- Khatamian, M., & Alaji, Z. 2012. Efficient adsorption-photodegradation of 4nitrophenol in aqueous solution by using ZnO / HZSM-5 nanocomposites. *DES*, 286, 248–253.
- Kunkeler, P. J., Koningsberger, D. C., Zuurdeeg, B. J., van Bokhoven, J. A., van der Waal, J. C., dan van Bekkum, H. 2002. Zeolite Beta: The Relationship between Calcination Procedure, Aluminum Configuration, and Lewis Acidity. *Journal of Catalysis*, 180(2), 234–244.

- Lestari, M. W., Hadi S., dan Wahyuni, S. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Nanokatalis CuO/TiO<sub>2</sub> yang Diaplikasikan pada Proses Degradasi Limbah Fenol. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 2(2): 154-159.
- Liu, X., Li, Y., Ban, Y., Peng, Y., Jin, H., Bux, H., dan Yang, W. 2013. Improvement of hydrothermal stability of zeolitic imidazolate frameworks. *Chemical Communications*.
- Mohaghegh, N., Tasviri, M., Rahimi, E., & Gholami, M. R. 2014. Nano sized ZnO composites: Preparation, characterization and application as photocatalysts for degradation of AB92 azo dye. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 21(1), 167–179.
- Padilha, R. S., Ferrari-lima, A. M., Seixas, F. L., Vagner, R., Fávaro, S. L., Hioka, N., & Fernandes-machado, N. R. C. 2013. Evaluation of ZnO Catalyst Supported on Zeolite NaA in the Photocatalytic Degradation of Vinasse Pretreated by Coagulation / Flocculation, 32(August), 823–828.
- Palupi, E. 2006. FOTOKATALISIS DAN FOTOELEKTROKATALISIS MENGGUNAKAN FILM TiO2. Skripsi Institut Pertanian Bogor.
- Pechar, F., dan Rykl, D. 1987. Thermal decomposition of natural mordenite. *Indian Academy of Sciences*, *41*(February 1985), 339–344.
- Peng, W., Qu, S., Cong, G., & Wang, Z. 2006. Synthesis and structures of morphology-controlled ZnO nano- and microcrystals. *Crystal Growth and Design*, 6(6), 1518–1522.
- Pirajan, J.C.M., Vanessa S., Garcia C. dan Liliana G. 2010. Synthesis of HMOR and HZSM-5 and Their Behaviour in the Catalytic Conversion of Methanol to Propylene (MTP). *Journal Thermodyn Catalyst*, 1: 101.
- Sakthivel, S., Neppolian, B., Shankar, M. V, Arabindoo, B., Palanichamy, M., & Murugesan, V. 2003. Solar photocatalytic degradation of azo dye: comparison of photocatalytic efficiency of ZnO and TiO\_2. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 77(1), 65–82.
- Seetawan, U., Jugsujinda, S., Seetawan, T., Ratchasin, A., Euvananont, C., Junin, C., Chainaronk, P. 2011. Effect of Calcinations Temperature on Crystallography and Nanoparticles in ZnO Disk. *Materials Sciences and Applications*, 02(09), 1302–1306.
- Shang, C., dan Barnabé, A. 2013. Structural study and phase transition investigation in a simple synthesis of porous architected-ZnO nanopowder. *Materials Characterization*, 86, 206–211.

- Sutanto, H., Wibowo, S. 2015. Semikonduktor Fotokatalis Seng Oksida dan Titania (Sintesis, Deposisi dan Aplikasi). Semarang: Universitas Diponegoro.
- Sutarti, M., dan Rachmawati, M., 1994. Zeolit: Tinjauan Literatur. Jakarta: Pusat Dokumentasi dan Informasi Ilmiah LIPI.
- Suslick, K. S., Fang, M. M., Hyeon, T., & Mdleleni, M. M. 1999. Applications of Sonochemistry to Materials Synthesis. *Sonochemistry and Sonoluminescence*, 291–320.
- Trisunaryanti, W., Triwahyuni, E., & Sudiono, S. 2005. Preparasi, Modifikasi Dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam Dan Mo-Ni/Zeolit Alam. Jurnal Teknoin, 10(4), 269–282.
- Utubira, Y., Wijayab, K., Triyono dan Sugiharto, E. 2006. Preparasi dan Karakterisasi TiO2-Zeolit Serta Pengujiannya pada Degradasi Limbah Industri Tekstil secara Fotokatalitik. Indo. J. Chem., 2006, 6 (3), 231 237.
- Zhao, W., Song, X., Chen, G., & Sun, S. 2009. Hydrothermal synthesis of hollow twinning ZnO microstructures. *Crystal Research and Technology*, 44(4), 373– 378.
- Zhao, L., Liu, Z. C., & Liu, Z. F. 2015. Synthetic zeolite supported ZnO nanoparticle materials for photocatalytic applications. *Materials Technology*, *30*(1), 60–64.

# LAMPIRAN

### Lampiran 1. Diagram Alir

## L.1.1 Aktivasi Zeolit

## Zeolit Alam

-dicampur dengan 2M NaCl 400 ml dan distiring selama 24 jam pada suhu 70°C -disaring -dicuci kembali dengan akuades hingga pH netral -dikeringkan dalam oven selama 24 jam pada suhu 100 °C -dikalsinasi pada suhu 400°C selama 2 jam Zeolit teraktivasi

# L.1.2 Sintesis ZnO yang Diembankan pada Zeolit dengan Variasi Komposisi ZnO/zeolit

66,775	5 gram zink asetat dihidrat Zn(C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O
	<ul> <li>-ditambahkan dengan larutan isopropanol pada 5 erlenmeyer yang berbeda</li> <li>- distirer sampai larut (Larutan A) dan diukur nilai pH</li> <li>- ditambahkan zeolit (2,5; 47,5; 14,16; 7,5 dan 0 gram dalam 50 mL akuades pada 5 beaker glass yang berbeda), distirer selama 30 menit pada suhu ruang (Larutan B)</li> <li>- dicampurkan Larutan A ke dalam Larutan B secara perlahan dan diukur nilai pH</li> <li>- diatur nilai pH dengan peambahan NaOH 1M secara perlahan sampai pH 12 sambil diaduk dengan magnetik stirer selama 15 menit</li> <li>- disonikasi selama 30 menit</li> <li>- didiamkan selama 24 jam</li> <li>- dipanaskan endapan dalam oven pada suhu 110°C selama 2 jam</li> <li>- padatan digerus dengan mortar agate dan dibuat pelet</li> <li>- sampel dikalsinasi pada suhu 400°C selama 2 jam</li> </ul>
erbuk ZnC	D/zeolit

Se ZnO/zeolit rbu

## L.1.3 Karakterisasi Fotokatalis



55

#### Lampiran 2. Perhitungan

## L.2.1 Perhitungan Kadar ZnO/zeolit

Diketahui :

$Mr \ Zn(CH_3COOH)_2 \ . \ 2H_2O$	: 219,51 gr/mol
Mr ZnO	: 81 gr/mol
Ar Zn	: 65 gr/mol
ρ	: 1,74 gr/cm <sup>3</sup>
Target Sintesis	: 2,5 gr

## L.2.1.1 Menghitung % massa Zn 100%

Massa Zn(CH <sub>3</sub> COOH) <sub>2</sub> . 2H <sub>2</sub> O	A	$= \frac{\operatorname{Ar Zn}}{\operatorname{Mr ZnO}} \times \frac{\operatorname{Mr Zn}(\operatorname{CH3COOH})2.2\operatorname{H2O}}{\operatorname{Ar Zn}} \times 2,5 \text{ gr}$
	_ =	$=\frac{65}{81} \times \frac{219,51}{65} \times 2,5 \text{ gr}$
	=	<mark>- 6,775</mark> gram
Mo	ol =	$= \frac{\text{gram}}{\text{Mr}} = \frac{6,775 \text{ gram}}{219,52 \text{ gram/mol}} = 0,03 \text{ mol}$
M	-	$=\frac{\text{mol}}{\text{V}(\text{L})}$
0,5	M =	$= \frac{0.03 \text{ mol}}{\text{V(L)}}$
V(I	L) =	= 0,06 L = 60 mL

# L.2.1.2 Massa atom Zn dalam Zn(CH<sub>3</sub>COOH)<sub>2</sub>. 2H<sub>2</sub>O

 $Zn (gr) = massa Zn(CH_3COOH)_2 \cdot 2H_2O (gr) \times \frac{Ar (Zn)}{Mr ZnO}$  $Zn (gr) = 6.775 gr \times \frac{65 g/mol}{81 g/mol}$ Zn (gr) = 5.436 gr

#### L.2.1.3 Menghitung % massa zeolit 95%

95 % 
$$= 100 \% \times \frac{\text{zeolit}}{\text{zeolit} + (\text{ZnO})}$$

95 % = 
$$100 \% \times \frac{\text{zeolit}}{\text{zeolit} + (2.5 \text{ gr})}$$

95 zeolit + 237,5 gram = 100 zeolit
(100 – 95) zeolit	= 237,5 gram
5 zeolit	= 237,5 gram
Zeolit (gram)	$=\frac{237,5\mathrm{gram}}{5}$
	= 47,5 gram

#### L.2.1.4 Menghitung % massa zeolit 85%

85 %	$= 100 \% \times \frac{\text{zeolit}}{\text{zeolit+(ZnO)}}$
85 %	$= 100 \% \times \frac{\text{zeolit}}{\text{zeolit}+(2.5 \text{ gr})}$
85 zeolit + 212,5 gram	n = 100 zeolit
(100 – 85) zeolit	= 212,5 gram
15 zeolit	= 212,5 gram
Zeolit (gram)	$=\frac{212,5 \text{ gram}}{15}$
	= 14,16 gram

L.2.1.5 Menghitung % massa zeolit 75%

75 %	$= 100 \% \times \frac{\text{zeolit}}{\text{zeolit+(ZnO)}}$
75 %	$= 100 \% \times \frac{\text{zeolit}}{\text{zeolit} + (2.5 \text{ gr})}$
75 zeolit + 237,5 gram	= 100 zeolit
(100 – 75) zeolit	= 187,5 gram
25 zeolit	= 187,5 gram
Zeolit (gram)	$=\frac{187,5 \text{ gram}}{25}$
	= 7,5 gram

Perhitungan massa zeolit pada perbandingan komposisi ZnO/zeolit (%)

0:100, 5:95, 15:85, 25:75, dan 100:0 dapat dirangkum pada tabel L.2.

Tabel L.2 perbandingan komposisi ZnO/zeolit

Perbandingan	Massa	(gr)
ZnO : zeolit	ZnO	Zeolit
0%:100%	-	2.5
5%:95%		47,5
15% : 85%	25	14,16
25%:75%	2,5	7,5
100% : 0%		-

NaOH

•	1 M NaOH	$=\frac{mol}{Volume}$
	1 M NaOH	$=\frac{\text{mol}}{\text{Volume}}$
	1 M NaOH	$=\frac{\text{mol}}{0,1 \text{ L}}$
	0,1 mol	= mol NaOH
•	Mol NaOH 0,1 mol	= gram Mr gram
	- / -	40 gram/mol

= 4 gram

Gram

#### Lampiran 3. Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD

XRD dilakukan menggunakan alat merk philip di jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknik Industri Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya dengan spesifikasi :

Diffractometer Type	: XPert MPD
Diffractometer Number	:1
Anode Material	: Cu
K-Alphal (Å)	: 1.54060
K-Alpha2 (Å)	: 1.54443
K-Beta (Å)	: 1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	: 0.50000
Generator Settings	: 30 mA, 40 kV
Start Position ( <sup>°</sup> 2Th.)	: 5.0084
End Position (°2Th.)	: 89.9744

### L.3.1 Pola Difraksi Material L.3.1.1 Hasil Karakterisasi Sampel ZnO



# Daftar puncak yang muncul :

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left	d-spacing	Rel. Int. [%]
		[°2Th.]	[Å]	-
5.8086	30.18	0.9368	15.21553	0.79
20.4278	29.30	0.3346	4.34763	0.77
22.1750	26.75	0.2676	4.00886	0.70
23.0681	24.76	0.4684	3.85565	0.65
23.9227	30.28	0.4015	3.71980	0.79
24.8474	23.56	0.3346	3.58343	0.62
29.9722	32.32	0.4015	2.98137	0.85
31.7183	2358.77	0.2175	2.82112	61.81
33.3862	107.85	0.2676	2.68390	2.83
34.3331	1764.25	0.1224	2.60986	46.23
34.4337	1652.62	0.0816	2.60892	43.31
36.1817	3815.98	0.1836	2.48063	100.00
37.7663	85.04	0.3264	2.38011	2.23
40.1752	38.81	0.4896	2.24279	1.02
46.3345	15.70	0.4896	1.95798	0.41
47.4905	686.20	0.1428	1.91298	17.98
56.5644	1287.93	0.0612	1.62574	33.75
56.6865	1031.52	0.1224	1.62253	27.03
62.7765	871.71	0.3672	1.47897	22.84
66.3915	143.00	0.3264	1.40694	3.75
67.9193	809.84	0.3264	1.37896	21.22
69.0024	359.69	0.1632	1.35994	9.43
69.2179	327.91	0.1224	1.35960	8.59
72.5551	50.89	0.4896	1.30185	1.33

76.9612	105.46	0.5712	1.23793	2.76
81.4833	41.25	0.4896	1.18026	1.08
89.5613	215.02	0.2856	1.09356	5.63

# L.3.1.2 Hasil Karakterisasi Sampel Zeolit



Daftar puncak yang muncul :

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left	d-spacing	Rel. Int. [%]
		[°2Th.]	[Å]	
6.5007	39.15	0.5353	13.59698	9.93
9.7693	63.97	0.2676	9.05383	16.23
13.4480	92.17	0.2676	6.58430	23.39
15.3816	31.78	0.4015	5.76070	8.06
19.6421	121.85	0.3011	4.51973	30.92
21.9549	228.63	0.2676	4.04856	58.01
22.3001	217.44	0.2007	3.98666	55.17
23.6520	81.34	0.2676	3.76177	20.64
25.5978	339.11	0.2342	3.48007	86.05
26.2823	182.35	0.1338	3.39095	46.27
27.8733	274.48	0.3346	3.20091	69.65
30.8855	113.93	0.1338	2.89526	28.91
31.7074	394.10	0.1171	2.82206	100.00
35.0471	54.85	0.4015	2.56042	13.92
35.6673	82.69	0.1338	2.51731	20.98
44.1265	28.01	0.5353	2.05238	7.11
45.6082	215.85	0.0836	1.98910	54.77
46.5595	46.79	0.2676	1.95065	11.87

48.4429	55.08	0.3346	1.87912	13.98
50.9323	43.62	0.2676	1.79297	11.07
56.5282	65.30	0.2676	1.62804	16.57
57.7777	7.77	0.4015	1.59577	1.97
61.9692	18.00	0.4015	1.49753	4.57
64.4774	19.53	0.5353	1.44520	4.95
66.2667	38.07	0.2676	1.41045	9.66
68.2449	16.62	0.4015	1.37431	4.22
72.7019	22.91	0.6691	1.30066	5.81
75.2619	76.28	0.1004	1.26265	19.36
76.6816	18.11	0.5353	1.24277	4.60
83.9647	40.59	0.2676	1.15254	10.30
86.2162	12.00	0.4015	1.12813	3.05

L.3.1.3 Hasil Karakterisasi Sampel ZnO/zeolit (25:75)



Gambar L.3.3 Difraktogram XRD ZnO/zeolit (25:75)

Daftar puncak yang muncul :

	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left	d-spacing	Rel. Int. [%]
			[°2Th.]	[Å]	
	6.3982	44.95	0.4015	13.81463	5.22
	9.6957	152.43	0.1338	9.12239	17.72
	13.3270	105.96	0.1673	6.64381	12.31
	18.2556	29.87	0.2676	4.85976	3.47
	19.5115	100.57	0.2342	4.54968	11.69
	21.8772	273.13	0.1004	4.06275	31.74
_	23.5778	98.45	0.1673	3.77343	11.44

61

24.4379	53.74	0.2676	3.64254	6.25
25.5457	370.90	0.2007	3.48704	43.11
26.2306	203.45	0.1673	3.39753	23.64
27.7267	352.90	0.1338	3.21751	41.01
30.7966	93.76	0.2342	2.90342	10.90
31.7015	478.73	0.2342	2.82258	55.64
34.3829	508.20	0.2342	2.60835	59.06
36.2169	860.43	0.3346	2.48036	100.00
44.0898	37.58	0.2676	2.05401	4.37
47.6151	122.93	0.3346	1.90984	14.29
48.4006	60.57	0.2676	1.88067	7.04
50.7039	23.37	0.8029	1.80051	2.72
56.5897	227.47	0.4015	1.62642	26.44
62.8838	167.76	0.3346	1.47793	19.50
66.4818	46.52	0.4015	1.40641	5.41
68.0778	173.64	0.4684	1.37727	20.18
68.9678	82.67	0.4015	1.36166	9.61
72.6402	39.66	0.3346	1.30161	4.61
76.9746	28.93	0.4015	1.23877	3.36

L.3.1.4 Hasil Karakterisasi Sampel ZnO/zeolit (15:85)



Gambar L.3.4 Difraktogram XRD ZnO/zeolit (15:85)

[%]
3.17
7.28
5.05

Daftar puncak yang muncul :

				63
13.3971	120.93	0.2007	6.60922	25.08
15.2108	64.70	0.2007	5.82499	13.42
19.5961	137.39	0.2007	4.53022	28.50
21.8243	294.54	0.2342	4.07248	61.09
22.1354	275.58	0.1004	4.01595	57.16
23.6309	128.56	0.2007	3.76507	26.66
24.3090	46.35	0.4015	3.66156	9.61
25.6255	440.28	0.1673	3.47636	91.32
26.2176	230.16	0.2342	3.39918	47.74
27.5895	357.78	0.2676	3.23319	74.20
30.2670	53.39	0.2007	2.95300	11.07
30.8796	149.07	0.1338	2.89580	30.92
31.7271	249.13	0.2007	2.82035	51.67
34.3690	288.03	0.2007	2.60937	59.74
35.5187	139.83	0.2007	2.52750	29.00
36.2319	482.15	0.2007	2.47937	100.00
44.1556	43.19	0.3346	2.05110	8.96
44.9820	22.94	0.3346	2.01532	4.76
47.5587	85.60	0.2676	1.91197	17.75
48.3545	69.70	0.2676	1.88235	14.46
50.8864	45.37	0.2676	1.79448	9.41
56.6177	126.35	0.4015	1.62568	26.21
60.5636	19.92	0.4015	1.52887	4.13
62.9789	94.48	0.3346	1.47592	19.60
64.4839	10.31	0.8029	1.44507	2.14
67.9164	96.32	0.4684	1.38015	19.98
69.1301	49.26	0.4015	1.35886	10.22
72.6522	20.42	0.4015	1.30142	4.23

## L.3.1.5 Hasil Karakterisasi Sampel ZnO/zeolit (5:95)



Gambar L.3.5 Difraktogram XRD ZnO/zeolit (5:95)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left	d-spacing	Rel. Int. [%]
	1 20	[°2Th.]	[Å]	
6.4557	32.85	0.4015	13.69179	7.25
9.7283	137.41	0.2007	9.09195	30.32
13.4011	131.27	0.1338	6.60726	28.97
15.2104	66.61	0.2007	5.82515	14.70
16.7938	13.15	0.3346	5.27933	2.90
19.5810	132.70	0.1673	4.53368	29.29
21.8269	260.57	0.1338	4.07202	57.51
22.2395	215.78	0.1338	3.99739	47.62
23.6479	102.70	0.2676	3.76241	22.66
24.5636	48.27	0.2676	3.62419	10.65
25.6075	453.13	0.0502	3.47876	100.00
26.2230	210.57	0.2007	3.39850	46.47
27.6116	346.26	0.1673	3.23065	76.42
30.8326	122.33	0.0502	2.90010	27.00
33.1040	15.15	0.4015	2.70613	3.34
34.8805	77.65	0.2007	2.57227	17.14
35.6300	111.19	0.2007	2.51986	24.54
36.3099	85.25	0.5353	2.47422	18.81
42.4918	12.97	0.4015	2.12748	2.86
44.2509	26.79	0.4015	2.04690	5.91
46.3971	24.08	0.5353	1.95710	5.31
48.4692	40.42	0.2676	1.87816	8.92
50.9365	34.72	0.4015	1.79283	7.66
56.6207	21.90	0.5353	1.62560	4.83

6	5
~	-

64.4306	15.35	0.5353	1.44613	3.39
67.6594	18.79	0.4015	1.38477	4.15

# L.3.2 Penentuan Parameter Kisi dengan Metode *Le Bail* Program Rietica L.3.2.1 ZnO





CELL PARAMETERS	=	3.250300 0.000000 0.000000	
		3.250300 0.000000 0.000000	
		5.208399 0.000000 0.000000	
RECIPROCAL CELL	=	0.355 0.355 0.192 90.000 90.000 60.000	
CELL VOLUME	=	47.652081 0.000000	
+		+	
Hist   Rp   Rwp	)	GOF	
1   4.64   5.37   0.6842E+00			
+			











## **Lampiran 4. Hasil Karakterisasi Menggunakan UV-DRS** L.4.1 ZnO



Gambar L.4.1 Nilai band gap ZnO

Diketahui

Eg = 2,98 eV

h = 
$$\frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ js}}{1,602 \times 10^{-19}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV}.\text{ S}$$

$$\lambda = \frac{h c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s } \times 3 \times 10^{17} \text{ nmps}}{2,98 \text{ eV}} = 416 \text{ nm}$$



Diketahui

$$Eg = 2,75 \text{ eV}$$
$$h = \frac{6,626 \text{ x } 10^{-34} \text{ js}}{1,602 \text{ x } 10^{-19}} \text{ x } 1 \text{ eV} = 4,13608 \text{ x } 10^{-15} \text{ eV}.5$$

$$\lambda = \frac{h c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s } \times 3 \times 10^{17} \text{ nmps}}{2,75 \text{ eV}} = 450 \text{ nm}$$



Gambar L.4.3 Nilai band gap ZnO/zeolit (15:85)

Diketahui

Eg = 2,56 eV

h = 
$$\frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ js}}{1,602 \times 10^{-19}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV}.\text{ S}$$

$$\lambda = \frac{h c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s } \times 3 \times 10^{17} \text{ nmps}}{2,56 \text{ eV}} = 485 \text{ nm}$$



Diketahui

Eg = 1,9 eV

h = 
$$\frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ js}}{1,602 \times 10^{-19}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV}.\text{ S}$$

$$\lambda = \frac{h c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s x } 3 \times 10^{17} \text{ nmps}}{1,9 \text{ eV}} = 652 \text{ nm}$$