

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL FOTOKATALIS SENG
OKSIDA (ZnO) MENGGUNAKAN METODE SONIKASI UNTUK
DEGRADASI METILEN BIRU**

SKRIPSI

Oleh:
ROYYAN FARADIS
NIM. 13630100



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2017**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL FOTOKATALIS SENG
OKSIDA (ZnO) MENGGUNAKAN METODE SONIKASI UNTUK
DEGRADASI METILEN BIRU**

SKRIPSI

Oleh:
ROYYAN FARADIS
NIM. 13630100

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
2017**

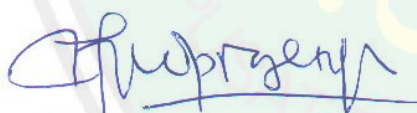
**SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL FOTOKATALIS SENG
OKSIDA (ZnO) MENGGUNAKAN METODE SONIKASI UNTUK
DEGRADASI METILEN BIRU**

SKRIPSI

Oleh:
ROYYAN FARADIS
NIM. 13630100

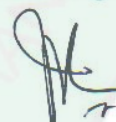
Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 03 Agustus 2017

Pembimbing I



Dr. Anton Prasetyo, M.Si
NIP. 19770925 200604 1 003

Pembimbing II



Umaiatus Svarifah, M.A
NIP. 19820925 200901 2 005



Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL FOTOKATALIS SENG
OKSIDA (ZnO) MENGGUNAKAN METODE SONIKASI UNTUK
DEGRADASI METILEN BIRU**

SKRIPSI

Oleh:
ROYYAN FARADIS
NIM. 13630100

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 03 Agustus 2017

Penguji Utama : Diana Candra Dewi, M.Si
NIP. 19770720 200312 2 001

(.....)

Ketua Penguji : Nur Aini, M.Si
NIDT. 19840608 20160801 2 070

(.....)

Sekretaris Penguji : Dr. Anton Prasetyo, M.Si
NIP. 19770925 200604 1 003

(.....)

Anggota Penguji : Umayiyatus Syarifah, M.A
NIP. 19820925 200901 2 005

(.....)

Mengesahkan,

Ketua Jurusan Kimia



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

PERSEMBAHAN

Untuk Muya,
Orang pertama yang selalu percaya bahwa aku bisa, kekuatan terbesar sepanjang perjalanan hidup aku sampai kelak terpanggil dihadapan-Nya

Untuk Buya,
Yang telah mengajarkan aku tentang bagaimana bekerja keras, tangan kanan segala harapan dan pemeluk erat segala kesedihan Adek, dan kakek nenek ku yang selalu menjadi cahaya dan doa setiap aku sampai di halaman rumah.

Untuk almamater,
Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim
Malang



MOTTO

A strong women knows that being strong is not an option for her, its
necessity. Iam a fighter not a quitter
Maka Maha Suci (Allah) yang ditangan-Nya kekuasaan atas segala
sesuatu dan Kepada-Nya lah kamu dikembalikan -Yasin(36): 83-



PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Royyan Faradis

Nim : 13630100

Jurusan : Kimia

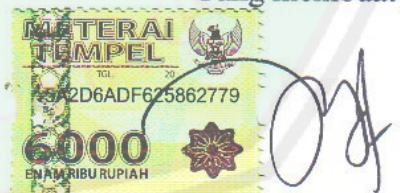
Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : “Sintesis dan Karakterisasi Material Fotokatalis Seng Oksida (ZnO) Menggunakan Metode Sonikasi untuk Degradasi Metilen Biru”

menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil 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 atas perbuatan tersebut.

Malang, 03 Agustus 2017

Yang membuat pernyataan,



Royyan Faradis

NIM. 13630100

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat, Taufiq dan Hidayah-NYA tiada henti dan tiada batas kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian ini. Sholawat dan salam semoga senantiasa mengalun indah dan tulus terucap kepada Nabi Muhammad SAW, keluarganya, sahabatnya dan para umat serta pengikutnya.

Skripsi ini dibuat untuk memenuhi salah satu kriteria kelulusan yang ada di jurusan kimia. Skripsi ini dapat disusun karena dukungan, motivasi serta bimbingan dari berbagai pihak. Tiada kata yang patut terucap untuk menguntai sedikit makna kebahagiaan ini.

Oleh karena itu, izinkanlah penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Kedua orang tua penulis, Bapak Mujib Edikara, M.Pdi dan Ibu Indah Mufidah, M.Pdi serta saudara-saudara penulis adek Irbah As-Shofwah, Fawwaz Al-Wafi yang telah memberikan semangat penuh, nasihat, doa dan dukungan moral dan materil sehingga penyusunan skripsi dapat terselesaikan.
2. Dosen Pembimbing Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si dan Ibu Nur Aini, M.Si, dan Ibu Umayyatus Syarifah, M.A, karena atas bimbingan, pengarahan, dan kesabarannya penulisan skripsi ini dapat terselesaikan.
3. Dosen Penguji Ibu Diana Candra Dewi, M.Si, karena atas masukan dan sarannya skripsi ini bisa menjadi lebih baik.
4. Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si.

5. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
6. Seluruh bapak ibu dosen Jurusan Kimia dan segenap Laboran dan Staf administrasi Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah banyak membantu dalam proses penelitian.
7. Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
8. Laboran dan Admin Jurusan Kimia serta keluarga tim riset anorganik 2017 yang membantu dalam menjalankan penelitian.
9. Teman-teman serta senior jurusan kimia angkatan 2011-2013, *my best roommate* PPAP Nurul Ummah, keluarga HIMMAH MAU. Akselerasi Amanatul Ummah, memofoution'13, keluarga IKAHIMKI, keluarga HIMASKA "Helium", keluarga MAIKA JDFI UIN Malang, yang saling memotivasi dan membantu terselesainya skripsi ini.
10. Semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu-persatu.

Penyusun menyadari atas terbatasnya ilmu yang penyusun miliki. Penyusun skripsi ini tentu masih jauh dari sempurna. Untuk itu penyusun dengan senang hati mengharapkan kritik dan saran untuk perbaikan dalam penyusunan selanjutnya. Terlepas dari segala kekurangan, semoga skripsi ini dapat memberikan informasi dan kontribusi positif serta bermanfaat bagi kita semua. Amin.

Malang, 03 Agustus 2017

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGANTAR	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERSEMBAHAN	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERNYATAAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK	xv
ABSTRACT	xvi
المخلص	xvii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	7
1.3 Tujuan Penelitian	7
1.4 Batasan Masalah	8
1.5 Manfaat Penelitian	8
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Semikonduktor Sebagai Fotokatalis	9
2.2 Fotokatalis Seng Oksida (ZnO)	11
2.3 Sintesis Semikonduktor ZnO Metode Sonikasi	16
2.4 Uji Aktivitas Material Fotokatalis ZnO pada Degradasi Zat Warna Metilen Biru	28
BAB III METODOLOGI	
3.1 Waktu dan Tempat	31
3.2 Alat dan Bahan	31
3.2.1 Alat	31
3.2.2 Bahan	31
3.3 Rancangan Penelitian	31
3.4 Tahap Penelitian	32
3.5 Prosedur Kerja	32
3.5.1 Sintesis ZnO tanpa Menggunakan Iradiasi Gelombang Ultrasonik Sebagai Kontrol	32
3.5.2 Sintesis Fotokatalis ZnO dengan Metode Sonikasi pada Variasi Waktu	33
3.5.3 Karakterisasi dan Analisis Data dengan Difraksi Sinar-X (XRD)	34
3.5.4 Karakterisasi dan Analisis Data Bentuk Morfologi dengan SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)	35

3.5.5 Karakterisasi dan Analisis Data dengan DRS (<i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i>)	35
3.5.6 Uji Aktivitas Material Fotokatalis Hasil Sintesis Terhadap Zat Warna Metilen Biru.....	35
3.5.6.1 Pembuatan Larutan Induk Metilen Biru.....	35
3.5.6.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru	36
3.5.6.3 Pembuatan Kurva Standar Metilen Biru	36
3.5.6.4 Pengujian Aktivitas Fotokatalis	36
3.6 Analisis Data	37
 BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Sintesis Material Fotokatalis ZnO dengan Metode Sonikasi	40
4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis Material Fotokatalis ZnO	41
4.2.1 Karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD).....	41
4.2.2 Karakterisasi menggunakan <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	46
4.2.3 Karakterisasi menggunakan <i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i> (DRS).....	48
4.3 Uji Aktivitas Material Fotokatalis ZnO pada Degradasi Zat Warna Metilen Biru	52
4.3.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru	52
4.3.2 Pembuatan Kurva Standar Metilen Biru	53
4.3.3 Uji Degradasi Metilen Biru dengan menggunakan Material Fotokatalis ZnO	54
4.4 Kajian Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam	56
 BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan.....	60
5.2 Saran.....	60
 DAFTAR PUSTAKA	61
LAMPIRAN	69

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur pita energi pada konduktor, semikonduktor dan Isolator.....	9
Gambar 2.2..	Ilustrasi suatu proses fotokonduksi pada permukaan fotokatalis semikonduktor.....	10
Gambar 2.3	Struktur kristal ZnO	12
Gambar 2.4	Bentuk struktur <i>hexagonal closepacked</i> (hcp) ZnO <i>wurtzite</i>	13
Gambar 2.5	Perbandingan aktivitas fotokatalis untuk degradasi fenol.....	15
Gambar 2.6	Efek waktu iradiasi pada persentase dekolerasi zat warna dengan ZnO dan TiO ₂	16
Gambar 2.7	Ilustrasi pengecilan ukuran partikel akibat kavitas akustik.....	18
Gambar 2.8	Karakterisasi SEM pada morfologi ZnO dengan variasi metode sintesis (a) sonikasi, (b) hidrotermal, (c) kopresipitasi	19
Gambar 2.9	Spektra serapan UV-Vis pada nanopartikel ZnO.....	21
Gambar 2.10	Pola XRD ZnO metode sonikasi (2 jam)	22
Gambar 2.11	Bentuk morfologi grain ZnO dengan bentuk <i>needle-shaped</i> hasil sintesis (a) 2 jam sonikasi (b) 4 jam sonikasi.....	22
Gambar 2.12	Spektra UV-Vis pada sintesis seng oksida (ZnO) NPs	23
Gambar 2.13	Pola difraksi sinar-X pada nanopartikel ZnO (a) sebelum kalsinasi, (b) setelah kalsinasi	24
Gambar 2.14	Spektra UV-Vis pada sintesis seng oksida (ZnO) nanostruktur dengan variasi kondisi pH (pH 6-12).....	25
Gambar 2.15	Hasil SEM pada morfologi ZnO dengan variasi prekursor (a) Zn(NO ₃) ₂ (b) Zn(CH ₃ COO) ₂ (c) ZnCl ₂	27
Gambar 2.16	Pola data XRD ZnO sampel 1, 2 dan 3	28
Gambar 2.17	Struktur molekul metilen biru	29
Gambar 4.1	(a) Campuran Zn-asetat dengan NaOH, (b) Hasil serbuk ZnO.....	40
Gambar 4.2	Pola difraksi sinar-X material fotokatalis ZnO dengan variasi waktu sonikasi.....	41
Gambar 4.3	Perbesaran tiga puncak tertinggi pada tiap variasi waktu sonikasi sintesis ZnO.....	43
Gambar 4.4	Hasil <i>refinement</i> difraktogram XRD ZnO sonikasi 30 menit	44
Gambar 4.5	Hasil analisis SEM ZnO (a) sonikasi 30 menit, (b) sonikasi 60 menit, (c) sonikasi 180 menit, (d) sonikasi 360 menit, dan (e) pengadukan 360 menit sebagai kontrol.....	47

Gambar 4.6	Hubungan spektra UV-DRS antara reflektansi (%) vs panjang gelombang.....	49
Gambar 4.7	Hubungan $(F(R) \times hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv)	50
Gambar 4.8	Panjang gelombang maksimum metilen biru pH 9	52
Gambar 4.9	Kurva standar metilen biru pH 9 pada konsentrasi 1-10 ppm.....	53
Gambar 4.10	(a) Metilen biru sebelum degradasi, (b) metilen biru sesudah degradasi dengan katalis ZnO pH 9	54
Gambar 4.11	Uji degradasi metilen biru dengan katalis ZnO pada pH 9	55
Gambar L.3.1	Difraktogram XRD ZnO 30 menit.....	77
Gambar L.3.2	Difraktogram XRD ZnO 60 menit.....	78
Gambar L.3.3	Difraktogram XRD ZnO 180 menit.....	79
Gambar L.3.4	Difraktogram XRD ZnO 360 menit.....	80
Gambar L.3.5	Difraktogram XRD ZnO 360 menit (kontrol).....	81
Gambar L.3.6	Data JCPDS ZnO <i>Wurtzite</i>	82
Gambar L.3.7	Hasil <i>refinement</i> XRD ZnO 30 menit.....	83
Gambar L.3.8	Hasil <i>refinement</i> XRD ZnO 60 menit.....	84
Gambar L.3.9	Hasil <i>refinement</i> XRD ZnO 180 menit.....	85
Gambar L.3.10	Hasil <i>refinement</i> XRD ZnO 360 menit.....	86
Gambar L.3.11	Hasil <i>refinement</i> XRD ZnO 360 menit (kontrol).....	87
Gambar L.5.1	Hasil SEM ZnO 30 menit	90
Gambar L.5.2	Hasil SEM ZnO 60 menit	90
Gambar L.5.3	Hasil SEM ZnO 180 menit	91
Gambar L.5.4	Hasil SEM ZnO 360 menit	91
Gambar L.5.5	Hasil SEM ZnO 360 menit (kontrol).....	92
Gambar L.6.1	Nilai <i>band gap</i> ZnO 30 menit.....	93
Gambar L.6.2	Nilai <i>band gap</i> ZnO 60 menit.....	94
Gambar L.6.3	Nilai <i>band gap</i> ZnO 180 menit.....	95
Gambar L.6.4	Nilai <i>band gap</i> ZnO 360 menit.....	96
Gambar L.6.5	Nilai <i>band gap</i> ZnO 360 menit (kontrol).....	97
Gambar L.7.1	Kurva larutan standar metilen biru	99

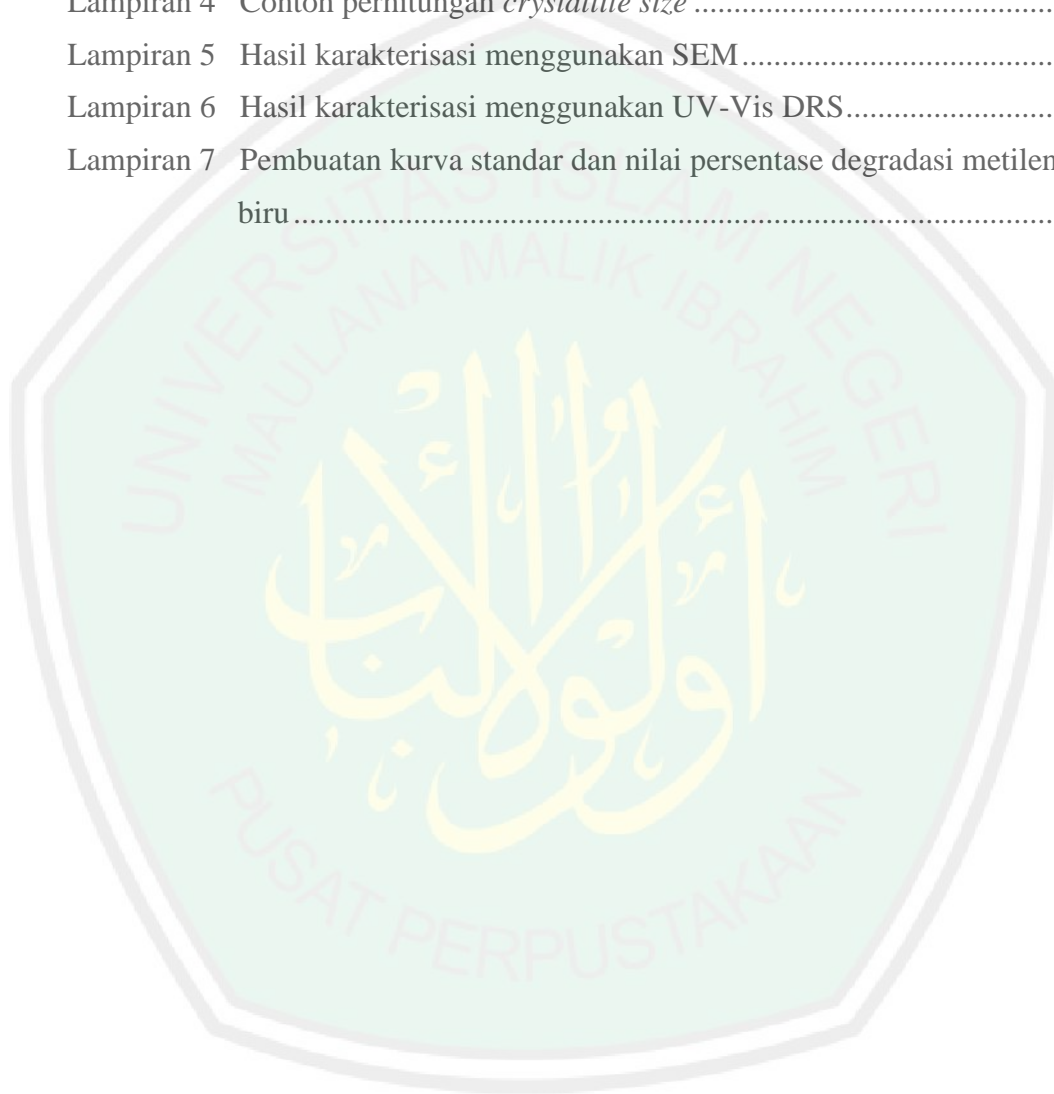
DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Nilai lebar celah dan ukuran partikel pada variasi waktu sonikasi nanopartikel ZnO	21
Tabel 4.1	Parameter sel satuan ZnO setelah proses <i>refinement</i> menggunakan metode Le Bail	45
Tabel 4.2	Hasil perhitungan ukuran kristal ZnO hasil sintesis	46
Tabel 4.3	Nilai energi celah pita dan nilai serapan panjang gelombang material ZnO hasil sintesis	51
Tabel 4.4	Nilai % degradasi metilen biru dengan katalis ZnO pH 9	54
Tabel L.4.1	Hasil perhitungan <i>crystallite size</i> ZnO hasil sintesis	89
Tabel L.7.1	Data kurva standar metilen biru	99



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram alir penelitian	69
Lampiran 2	Perhitungan dalam sintesis material dan pembuatan larutan metilen biru	73
Lampiran 3	Hasil karakterisasi menggunakan XRD.....	76
Lampiran 4	Contoh perhitungan <i>crystallite size</i>	89
Lampiran 5	Hasil karakterisasi menggunakan SEM.....	90
Lampiran 6	Hasil karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS.....	93
Lampiran 7	Pembuatan kurva standar dan nilai persentase degradasi metilen biru.....	99



ABSTRAK

Faradis, R. 2017. **Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Seng Oksida (ZnO) dengan Metode Sonikasi untuk Degradasi Metilen Biru. Skripsi.** Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si, Pembimbing II: Umaiyatus Syarifah, M.A, Konsultan: Nur Aini, M.Si.

Kata Kunci : Seng oksida (ZnO), metode sonikasi, struktur dan sifat optik, degradasi metilen biru

Fotokatalis merupakan suatu proses reaksi kimia yang telah banyak dikembangkan karena memiliki banyak manfaat, khususnya sebagai solusi untuk berbagai permasalahan lingkungan. ZnO adalah salah satu senyawa yang banyak digunakan sebagai material fotokatalis. Dalam penelitian ini, ZnO disintesis dengan menggunakan metode sonikasi pada variasi waktu 30, 60, 180, 360 menit, dan 360 menit tanpa sonikasi. Sintesis dilakukan dengan prekursor seng asetat dihidrat dan NaOH yang disonikasi menggunakan sonikator *bath* dengan frekuensi gelombang ultrasonik sebesar 42 kHz dan *power output* 100 W. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD), *diffuse reflectance spectroscopy* (DRS), *scanning electron microscopy* (SEM), dan dilakukan uji aktivitas pada degradasi metilen biru.

Senyawa hasil sintesis mempunyai struktur ZnO *wurtzite* dengan grup ruang $P6_3mc$. Distribusi morfologi ZnO hasil sintesis menggunakan metode sonikasi lebih baik dari pada tanpa sonikasi. Semakin lama waktu sonikasi menghasilkan aglomerasi pada morfologi ZnO. Waktu sonikasi terbaik diperoleh pada ZnO 30 menit yang menghasilkan morfologi ZnO yang terdistribusi merata. Besarnya nilai energi celah pita pada ZnO waktu sonikasi 30 menit adalah 2,79 eV yang setara dengan panjang gelombang 444,44 nm. Uji aktivitas fotokatalitik optimum pada metilen biru didapatkan pada ZnO hasil sonikasi 30 menit sebesar 77,93%.

ABSTRACT

Faradis, R. 2017. **Synthesis and Characterization Photocatalyst Material of Zinc Oxide (ZnO) Using Sonication Method for Methylene Blue Degradation.** Thesis. Chemistry Department Science and Technology Faculty, Islamic State University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si. Supervisor II: Umayyatus Syarifah, M.A. Consultant: Nur Aini, M.Si

Keywords : Zinc oxide (ZnO), sonication method, structure and optic characteristic, degradation methylene blue.

Photocatalysis is a reaction of chemical process which has been developed. Photocatalysis has many advantages, particularly to solve various environment problems. ZnO is compound which commonly used as photocatalyst material. In this study, ZnO was synthesized using sonication method at time variation respectively 30, 60, 160, 360 minute and 360 minute without sonication. The synthesis using zinc acetate dihydrate and NaOH as precursor that uses bath sonicator with frequency of ultrasonic wave 42 kHz and power output 100 W. The result of the synthesis was characterized by X-ray Diffraction (XRD), diffuse reflectance spectroscopy (DRS), scanning electron microscopy (SEM), and activity test in methylene blue degradation.

The synthesis results have ZnO wurtzite structure with $P6_3mc$ space group. ZnO morphology which synthesized using sonication method has better distribution than without sonication method. The longer time of sonication produce agglomeration on ZnO morphology, while optimum distribution achieved at 30 minute of ultrasonic irradiation. The lowest band gap energy obtained at 30 minute sonication with value 2,79 eV which equivalent of wavelength 444,44 nm. The optimum activity of photocatalyst of methylene blue degradation was gained from ZnO synthesized at 30 minute at value 77,93 %.

الملخص

فرداس، ر. ٢٠١٧. تجميع وتوصيف حفاز ضوئي و الزنك أكسيد (ZnO) مع الصوتية لتدهور الميثيلين الأزرق. البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا في جامعة الاسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرف الاول: الدكتور انتون فراستيو، الماجستير، المشرفة الثانية: أمية الشريفة، الماجستير، المنتشرة: نور عيني، الماجستير

كلمات الرئيسية: الزنك أكسيد (ZnO)، وأساليب صوتية، هيكل وخصائص البصرية وتدهور الميثيلين الأزرق

الضوئي هو عملية التفاعل الكيميائي الذي يطرده لأنه لديه العديد من الفوائد، لحل المشاكل البيئية خاصة. الزنك أكسيد هي واحدة من المركبات التي تستخدم على نطاق واسع كمادة ضوئي. في هذه الدراسة تصنع باستخدام صوتية في الاختلاف في ٣٠، ٦٠، ١٨٠، ٣٦٠ دقائق، و ٣٦٠ دقائق من دون صوتية. أقام بمقدمة الزنك خلات ثنائي هيدرات وهيدروكسيد الصوديوم التي تجمع باستخدام توالف الحمام *bath* مع تردد الموجات فوق الصوتية من ٤٢ كيلوهرتز و *power output* هي ١٠٠ واط. تتميز نتيجة التجمع باستخدام تقنية حيود الأشعة السينية (XRD)، (*diffuse reflectance spectroscopy* (DRS)، (*scanning electron spectroscopy* (SEM)، وتختبر النشاط في تدهور الميثيلين الأزرق.

المركبات من نتائج التوليف لديها الزنك أكسيد *wurtzite* مع مجموعة الفضاء $P6_3mc$. مورفولوجي الزنك أكسيد من النتائج التوليف باستخدام طريقة صوتية خير من دونها. أنتج طويل زمان صوتية التكتل في مورفولوجي الزنك أكسيد. أفضل وقت الزنك أكسيد ينال في اختلاف الزنك أكسيد ٣٠ دقائق الذي ينتج مورفولوجي بالتساوي. قيمة فجوة الطاقة الفرقة والطول الموجي التي وجدت في الزنك أكسيد ٣٠ دقائق، يعني $2,79 \text{ eV}$ المعادل مع $444,44 \text{ nm}$. حصلت أفضل الاختبار النشاط الضوئي في الزنك أكسيد من النتائج الصوتية على ٣٠ دقائق مع مركب الاختبار الميثيلين الأزرق.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Industri tekstil yang semakin berkembang pesat dapat memberikan dampak positif terhadap perkembangan lapangan pekerjaan, namun memberikan dampak negatif bagi lingkungan berupa limbah zat warna yang dihasilkan. Pembuangan limbah zat warna ke lingkungan merupakan sumber pencemaran dan menimbulkan bahaya, toksik, serta mengurangi penetrasi cahaya di perairan yang tercemar (Prado, dkk., 2008). Salah satu zat warna yang banyak digunakan dalam industri tekstil adalah metilen biru.

Limbah zat warna metilen biru banyak dihasilkan oleh industri tekstil yang merupakan faktor penting dalam industri busana, kertas, percetakan, dan kain. Menurut Carneiro, dkk. (2004), konsumsi zat warna pada industri sekitar 700.000 ton dari 10.000 tipe zat warna yang berbeda yang diproduksi setiap tahun. Selama penggunaannya, 185 ton dari zat warna yang terbuang ke lingkungan per tahunnya. Sehingga limbah zat warna ini dapat menyebabkan kerusakan ekosistem akuatik dan pencemaran lingkungan karena tingginya konsentrasi senyawa organik yang terkandung di dalamnya, rendahnya kecepatan penguraiannya, dan memiliki karakteristik warna keruh, pekat, dan bau menyengat (Chakrabarti, dkk., 2004; Mohabansi, dkk., 2011).

Upaya penanganan limbah zat warna dapat dilakukan dengan metode klorinasi dan biodegradasi, namun metode tersebut membutuhkan biaya operasional yang cukup mahal, menghasilkan produk samping yang membutuhkan penanganan kembali, membutuhkan waktu yang lama dalam mendegradasi, serta

menghasilkan bau menyengat (Chakrabarti, dkk., 2004; Chekir, dkk., 2015; Fatimah, dkk., 2006). Salah satu metode yang relatif murah dan mudah diterapkan adalah fotodegradasi menggunakan bahan fotokatalis yang berasal dari material semikonduktor (Sakhtivel, dkk., 2003)

Fotokatalisis merupakan suatu proses reaksi kimia yang melibatkan material fotokatalis dan cahaya sebagai pemicu reaksi (Castellote, dkk., 2011). Sinar atau cahaya merupakan faktor yang sangat penting dalam proses fotokatalisis. Energi yang dimiliki oleh cahaya diperlukan untuk mengaktifkan material fotokatalis sehingga dapat mempercepat suatu reaksi kimia. Manusia telah diperintahkan Allah SWT untuk memanfaatkan cahaya dalam kehidupannya.

Allah SWT berfirman dalam QS. Yunus (12): 5:

هُوَ الَّذِي جَعَلَ الشَّمْسُ ضِيَاءً وَالْقَمَرَ نُورًا وَقَدَرَهُ مَنَازِلَ لِتَعْلَمُوا عَدَدَ السِّنِينَ وَالْحِسَابَ مَا خَلَقَ اللَّهُ ذَلِكَ إِلَّا بِالْحَقِّ يُفَصِّلُ الْآيَاتِ لِقَوْمٍ يَعْلَمُونَ ﴿٥﴾

Artinya : “Dialah yang menjadikan matahari bersinar dan bulan bercahaya dan ditetapkan-Nya manzilah-manzilah (tempat-tempat) bagi perjalanan bulan itu, supaya kamu mengetahui bilangan tahun dan perhitungan (waktu). Allah tidak menciptakan yang demikian itu melainkan dengan hak. Dia menjelaskan tanda-tanda (kebesaran-Nya) kepada orang-orang yang mengetahui”

Shihab (2003) menjelaskan bahwa Tuhan kalianlah yang menciptakan langit dan bumi, yang menjadikan matahari memancarkan sinar dan bulan mengirimkan cahaya untuk dapat digunakan sebagai perkiraan waktu dan bilangan tahun. Dalam tafsir al-aisar dikatakan bahwa lafadz ضِيَاءٌ yang berarti sumber cahaya berupa matahari. Kata “adh-dhiyaa’u” yang berasal dari kata ”adh-dhau’u” mempunyai makna cahaya yang sangat terang dan dapat dimanfaatkan. Salah satu kandungan cahaya matahari adalah radiasi sinar ultraviolet (UV) yang

memiliki panjang gelombang lebih kecil dari pada sinar tampak, hal tersebut sesuai dengan proses degradasi yang dapat memanfaatkan sinar UV dengan panjang gelombang 365 nm (di bawah panjang gelombang sinar tampak). Pada kalimat *مَا خَلَقَ اللَّهُ ذَلِكَ إِلَّا بِالْحَقِّ*, Allah SWT tidak menciptakan segala sesuatu dengan main-main, akan tetapi dalam penciptaan itu ada hikmah yang agung dan hujjah yang kuat (al-Jazairi, 2007). Selain dapat digunakan sebagai penentu perkiraan waktu dan bilangan tahun, sinar matahari juga dapat dimanfaatkan sebagai sumber cahaya untuk reaksi fotokatalisis.

Material yang sering digunakan sebagai fotokatalis adalah oksida logam yang bersifat semikonduktor, seperti ZnO, TiO₂, CuO, CdO dan Fe₂O₃ (Arief, 2011). Keuntungan ZnO dibanding semikonduktor pita lebar (*wide band semiconductor*) yang populer sebelumnya (TiO₂, SiC dan GaN) adalah aktivitas fotokatalitik yang tinggi, murah, struktur kimia yang stabil, dan tidak beracun (Astuti, 2007; Sakthivel, dkk., 2003). ZnO juga dilaporkan mempunyai efisiensi kuantum dan resistansi yang lebih tinggi untuk keadaan radiasi energi tinggi (Raharjo, 2009; Lee, 2005). Dibandingkan dengan semikonduktor TiO₂, ZnO mampu menyerap kuantum cahaya lebih banyak sehingga aktivitas fotokatalisnya lebih meningkat (Hutabarat, 2012).

Penelitian Alkaim, dkk. (2014) menunjukkan bahwa degradasi fotokatalis ZnO lebih efisien dibandingkan dengan TiO₂, CdS, dan Co₃O₄ dalam mendegradasi senyawa metilen biru. Urutan laju degradasi setelah 90 menit reaksi secara relatif untuk dekomposisi pada metilen biru adalah UV/ZnO > UV/TiO₂ > UV/CdS > UV/Co₃O₄ dengan jumlah persentase degradasi 100 % dengan ZnO

dan dibawah 75 % menggunakan katalis lainnya. Penelitian lain yang dilakukan oleh Chakrabarti dan Dutta (2004) menggunakan ZnO untuk mendegradasi metilen biru pada pH 5,5-9,7 serta berat katalis sebesar 0,4 gram dan konsentrasi metilen biru 50 ppm. Hasil yang diperoleh adalah meningkatnya degradasi dengan seiring meningkatnya nilai pH, dengan nilai degradasi 49 sampai 62 selama waktu penyinaran 2 jam. Jang, dkk. (2006) juga melakukan degradasi metilen biru menggunakan variasi berat katalis ZnO 0,5 sampai 1,5 gr yang dicampurkan kedalam 650 mL larutan metilen biru dengan konsentrasi 15 ppm. Dihilangkan persen degradasi setelah 1 jam meningkat dari 86 ke 99 % dan terdegradasi sempurna setelah 2 jam waktu penyinaran dengan lampu UV.

Fotokatalis ZnO pada umumnya dapat disintesis dengan metode reaksi kimia padatan (Pudukudy, dkk., 2014) atau melalui fasa cair seperti metode sol-gel (Benhebal, dkk., 2013; Nazir, dkk., 2015) dan kopresipitasi (Wahab, dkk., 2009). Sintesis dengan metode reaksi padatan memiliki keuntungan antara lain ZnO yang dihasilkan memiliki kemurnian dan kristalinitas baik. Akan tetapi, ZnO yang disintesis dengan metode tersebut menghasilkan partikel dengan ukuran besar dan morfologi tidak teratur serta membutuhkan suhu reaksi yang tinggi (Aneesh, dkk., 2007; Wang, dkk., 2011). Metode sol gel dan kopresipitasi dapat menghasilkan fasa tunggal ZnO pada suhu sintesis 500-650 °C (Wang, dkk., 2010; Mahato, dkk., 2008; Seetawan, dkk., 2011). Meskipun demikian, metode tersebut memiliki keterbatasan karena rute sintesis yang kompleks, dan memerlukan waktu yang lama. Selain itu, pada metode kopresipitasi sulit didapatkan partikel yang homogen, sebab reaksi berlangsung spontan sehingga tidak mudah untuk mengontrol proses kristalisasi (Muslimin, 2009; Kasuma, 2012). Oleh karena itu,

perlu adanya metode sintesis yang lebih efisien dan dapat menghasilkan fasa murni ZnO dengan ukuran kristal lebih kecil.

Metode sonikasi merupakan metode alternatif untuk mensintesis oksida logam dengan bantuan irradiasi ultrasonik sehingga dapat mempersingkat waktu reaksi dan mudah dilakukan. Sonikasi dapat memecah agregat kristal menjadi ukuran nano karena terdapat fenomena kavitasi (Alavi, 2011) dan dapat menaikkan luas permukaan partikel (Widiyadana, 2011; Sholeh, 2014). Sonikasi juga dapat dilakukan pada suhu rendah, menghasilkan partikel yang seragam (Li, 2009), dan meningkatkan kemurnian fasa (Suslick, 2010). Berdasarkan kelebihan tersebut, penggunaan gelombang ultrasonik telah menarik perhatian dan menjadi populer dalam membentuk reaksi kimia yang bersih, aman, dan murah.

Pinjari, dkk. (2016) mensintesis ZnO menggunakan metode konvensional dan sonikasi dengan prekursor zink nitrat heksadihidrat. Randemen yang dihasilkan menggunakan metode konvensional sebesar 48,12 % dengan ukuran kristal 32 nm dan luas permukaan spesifik sebesar 33,45 m²/g. Sedangkan dengan menggunakan metode sonikasi didapatkan randemen sebesar 73,22 % dengan ukuran partikel 23 nm dan luas permukaan spesifik sebesar 46,53 m²/g. Hal tersebut menunjukkan dengan menggunakan sonikasi dapat menghasilkan randemen yang lebih besar dan ukuran semakin kecil. Bordbar, dkk. (2016) melaporkan perbedaan metode sintesis dapat menghasilkan morfologi partikel yang berbeda. Penggunaan metode hidrotermal dan kopresipitasi dihasilkan morfologi dengan ukuran tidak teratur dan terdapat agregat, sedangkan menggunakan metode sonikasi dapat diperoleh bentuk morfologi yang lebih seragam dan berbentuk bulat dengan ukuran diameter 65-70 nm.

Sintesis ZnO dengan metode sonikasi tunggal telah dilaporkan oleh Kandjani, dkk. (2008). Prekursor ZnCl_2 dan KOH yang dicampurkan pada suhu ruang dengan gelombang ultrasonik *low intensity* menghasilkan partikel ZnO berbentuk sferik dengan ukuran sebesar 70 nm. Namun, pada kondisi sintesis suhu ruang selama 2,5 jam, masih didapatkan pengotor berupa *simonkolleite* ($\text{Zn}_5(\text{OH})_8\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$). Keberadaan pengotor dapat diminimalisasi dengan optimasi waktu sonikasi. Yadav, dkk. (2007) telah berhasil mensintesis ZnO fasa tunggal pada waktu radiasi ultrasonik *low intensity* selama 6 jam.

Selain berpengaruh terhadap ukuran partikel dan kemurnian fasa, waktu iradiasi gelombang ultrasonik juga berpengaruh terhadap serapan sinar dari nanopartikel ZnO. Serapan panjang gelombang pada variasi waktu sonikasi antara 15-360 menit mampu menggeser ke arah sinar tampak dengan nilai panjang gelombang yang semakin besar dan *band gap* energi yang semakin kecil (Yadav, dkk., 2007). Begitu pula dengan pengaturan pH dan penggunaan jenis prekursor yang berbeda dapat menghasilkan bentuk morfologi yang berbeda yang dapat mempengaruhi aktivitas fotokatalisnya. Wahab, dkk. (2009) melaporkan bahwa pada pH 12 mampu dihasilkan serapan panjang gelombang yang lebih mengarah ke arah sinar tampak sebesar 375 nm.

Penggunaan jenis prekursor dapat mempengaruhi hasil morfologi yang didapatkan, sehingga dapat menghasilkan aktivitas fotokatalik yang berbeda jika menggunakan jenis prekursor yang berbeda. Penelitian yang dilakukan Tang, dkk. (2013) menunjukkan penggunaan prekursor $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ menghasilkan bentuk *grain rice-like* yang mampu mendegradasi senyawa *methyl orange* sebesar 96%. Mayekar, dkk. (2014) juga melaporkan penggunaan prekursor $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ juga

menghasilkan pola difraksi sinar-X (XRD) pada ZnO murni dengan intensitas yang tinggi jika dibandingkan dengan jenis prekursor $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan ZnCl_2 .

Berdasarkan latar belakang diatas, maka dilakukan penelitian sintesis fotokatalis ZnO dengan prekursor $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ menggunakan metode sonikasi (*sonicator bath*, 42 KHz 100 W) dengan variasi waktu sonikasi 0, 30, 60, 180, dan 360 menit. Pengaruh waktu irradiasi gelombang ultrasonik dipelajari terhadap karakter struktur ZnO, serapan sinar dan morfologi fotokatalis ZnO. Serta Uji aktivitas material fotokatalis ZnO dalam mendegradasi zat warna metilen biru.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, diperoleh rumusan masalah sebagai berikut :

1. Bagaimana karakteristik struktur, serapan sinar dan morfologi fotokatalis ZnO yang disintesis menggunakan metode sonikasi pada variasi waktu sonikasi?
2. Bagaimana aktivitas fotokatalis ZnO variasi waktu sonikasi 0, 30, 60, 180, 360 menit, dan tanpa gelombang ultrasonik (pengadukan) 360 menit terhadap degradasi zat warna metilen biru?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah yang diajukan, maka penelitian ini bertujuan :

1. Untuk mengetahui karakteristik struktur, serapan sinar dan morfologi fotokatalis ZnO yang disintesis menggunakan metode sonikasi dengan variasi waktu sonikasi.

2. Untuk mengetahui aktivitas fotokatalis ZnO variasi waktu sonikasi 0, 30, 60, 180, 360 menit, dan dan tanpa gelombang ultrasonik (pengadukan) 360 menit terhadap degradasi zat warna metilen biru ?

1.4 Batasan Masalah

1. Sintesis menggunakan *ultrasonic water bath low intensity* dengan prekursor Zn berupa seng asetat dihidrat.
2. Variasi waktu sonikasi dilakukan selama 30, 60, 180, dan 360 menit pada suhu ruang dengan suhu pengeringan 110 °C.
3. Pengaruh irradiasi gelombang ultrasonik dipelajari pada waktu reaksi 360 menit tanpa adanya irradiasi gelombang ultrasonik.
4. Karakterisasi dengan menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD), *diffuse reflectance spectroscopy* (DRS) dan *scanning electron microscopy* (SEM).
5. Radiasi sinar UV yang digunakan degradasi adalah sinar UV tipe *blacklight* dengan panjang gelombang 365 nm.

1.5 Manfaat Penelitian

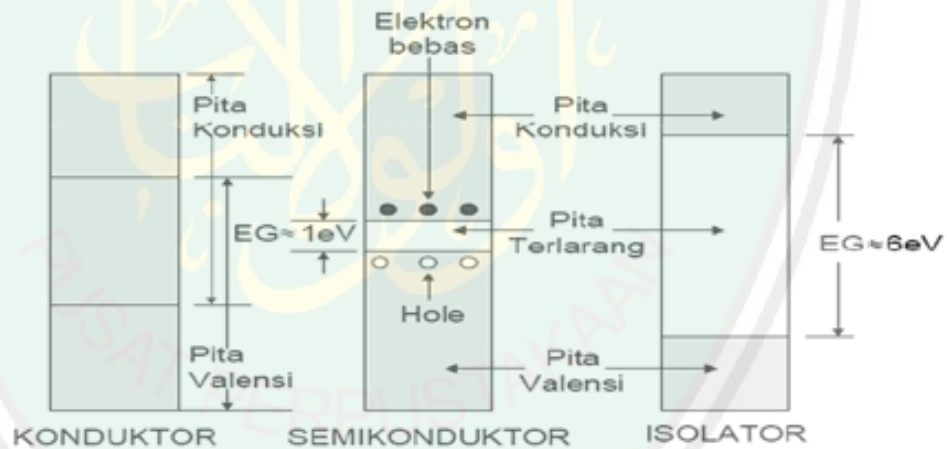
Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi baru mengenai karakteristik struktur, serapan sinar, dan morfologi seng oksida (ZnO) yang disintesis menggunakan metode sonikasi. Serta potensi fotokatalis yang dapat digunakan untuk mendegradasi limbah zat warna yang berbahaya menjadi tidak berbahaya dan aman bagi lingkungan.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Semikonduktor Sebagai Fotokatalis

Semikonduktor adalah sebuah bahan dengan konduktifitas listrik yang berada diantara insulator dan konduktor. Nilai konduktifitas dari sebuah semikonduktor dapat diatur dengan perubahan jumlah pengotor, suhu, dan eksitasi optik. Sebuah semikonduktor bersifat sebagai insulator pada suhu yang sangat rendah, namun pada temperatur ruangan bersifat sebagai konduktor (Sirenden, 2012). Struktur pita energi pada konduktor, semikonduktor dan isolator ditunjukkan pada Gambar 2.1.

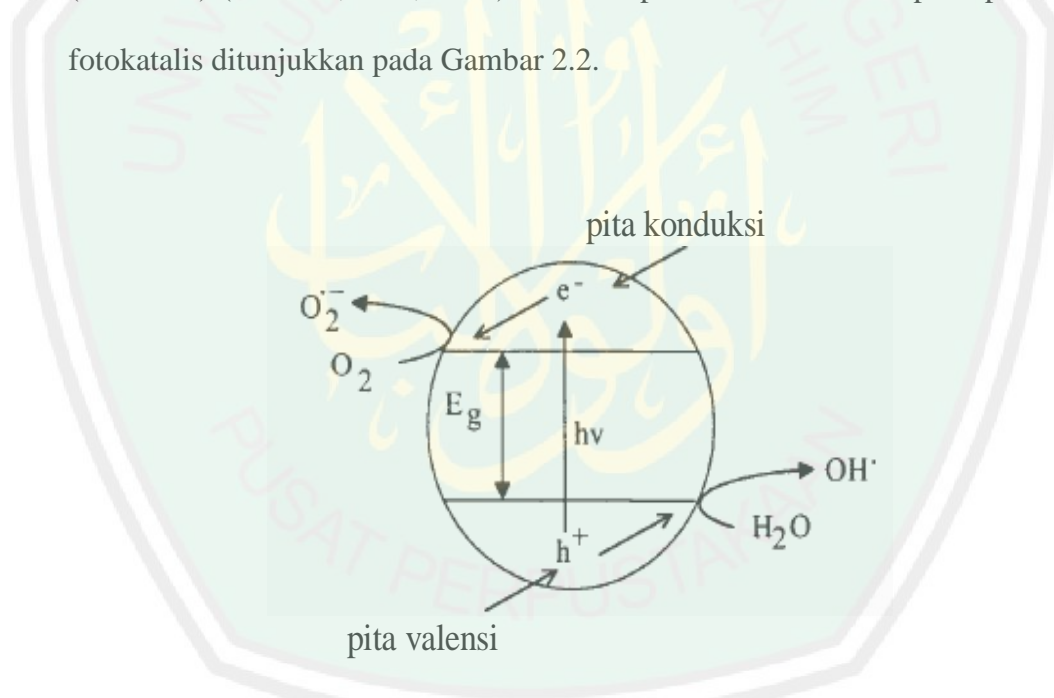


Gambar 2.1 Struktur pita energi pada konduktor, semikonduktor dan isolator (Ariswan, 2010)

Semikonduktor dapat berperan sebagai fotokatalis dalam reaksi oksidasi dan reduksi bergantung pada besarnya energi *band gap* dan jenis senyawa kimia yang akan dioksidasi dan direduksi (Ismunandar, 2006). Semikonduktor yang

biasa digunakan adalah semikonduktor tipe khalkogenida yaitu unsur kimia dari golongan 16/VIA yang biasanya terdiri dari unsur oksida (TiO_2 , ZnO , ZrO , CeO_2) atau sulfida (ZnS dan CdZ) (liao, dkk., 2012). Bahan semikonduktor yang sering digunakan sebagai fotokatalis adalah ZnO .

Fotokatalisis secara umum didefinisikan sebagai suatu proses reaksi kimia yang dibantu oleh adanya cahaya dan material fotokatalis padat. Pencahayaan sinar UV yang digunakan pada panjang gelombang kurang dari 405 nm, maka permukaan material oksida seperti ZnO mempunyai kemampuan menginisiasi reaksi kimiawi. Langkah reaksi fotokatalisis melibatkan pasangan *electron-hole* (e^- dan h^+) (Arutanti, dkk., 2009). Ilustrasi proses fotokonduksi pada permukaan fotokatalis ditunjukkan pada Gambar 2.2.

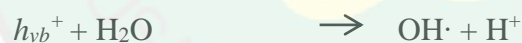


Gambar 2.2. Ilustrasi suatu proses fotokonduksi pada permukaan fotokatalis semikonduktor menghasilkan radikal hidroksil (Poulios, dkk., 1999)

Gambar 2.2 menunjukkan secara umum fenomena fotokatalisis pada permukaan bahan semikonduktor. Jika suatu semikonduktor dikenai cahaya ($h\nu$)

dengan energi yang sesuai, maka elektron (e^-) pada pita valensi akan pindah ke pita konduksi, dan meninggalkan lubang positif (*hole*) pada pita valensi. Sebagian besar pasangan *electron-hole* (e^- dan h^+) akan berekombinasi kembali, baik dipermukaan ataupun didalam bulk partikel, sedangkan sebagian lain dari pasangan e^- dan h^+ dapat bertahan sampai pada permukaan semikonduktor dimana pada akhirnya h^+ dapat menginisiasi reaksi oksidasi dan dilain pihak e^- akan menginisiasi reaksi reduksi zat kimia yang ada disekitar permukaan semikonduktor (Arutanti, dkk., 2009).

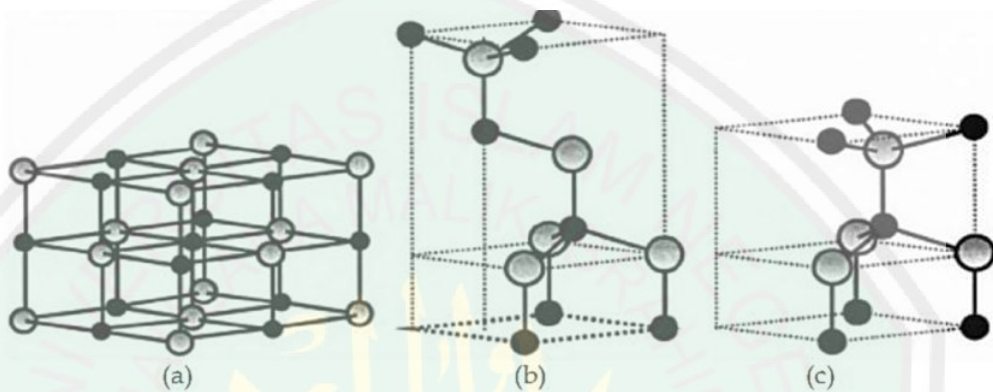
Berikut adalah gambaran reaksi kimia yang terjadi pada fotokatalis ZnO yang akan menghasilkan radikal oksigen dan radikal hidroksil yang akan digunakan untuk mendegradasi senyawa-senyawa organik (Arief, 2011) :



2.2 Fotokatalis Seng Oksida (ZnO)

Seng oksida (ZnO) merupakan bahan semikonduktor paduan golongan II–VI antara oksida logam. Selain sebagai bahan semikonduktor, ZnO juga merupakan bahan piezoelektrik, fotokonduktif, dan bahan pemandu gelombang

optik (Gao, dkk., 2004). ZnO dengan lebar *band gap* 3,20-3,37 eV merupakan semikonduktor yang cocok pada rentang panjang gelombang pendek untuk aplikasi fotokatalis. Panjang gelombang cahaya yang dibutuhkan oleh *band gap* ZnO tersebut sebesar 375 nm (Gunlazuardi, 2009).

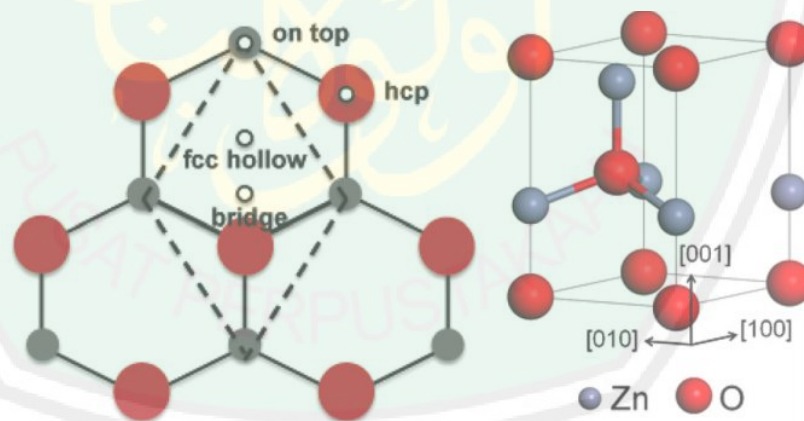


Gambar 2.3 Struktur kristal ZnO: (a) *rocksalt*, (b) *zinc blend*, (c) *wurtzite*. Bulatan abu abu dan hitam berturut-turut merupakan atom Zn dan O (Morcoc, dkk., 2009)

Struktur kristal ZnO terdiri atas tiga bentuk yaitu *rocksalt*, *zinc blend*, dan *wurtzite* yang dapat ditunjukkan pada Gambar 2.3. Struktur *wurtzite* terbentuk pada kondisi tekanan normal dan fase termodinamika yang stabil (Sutanto, dkk., 2015), sedangkan struktur ZnO *zinc blend* stabil hanya jika terbentuk pada substrat kubik dan merupakan struktur yang metastabil yang hanya dapat distabilkan dengan penumbuhan heteroepitaksial pada substrat kubik, seperti ZnS dan GaAs. Struktur *rocksalt* terbentuk pada kondisi dengan tekanan tinggi lebih dari 9 GPa (Morkoc, dkk., 2009), dan fase kubik tekanan tinggi ditemukan metastabil untuk waktu yang lama (Bates, dkk., 1992).

Zink oksida (ZnO) dengan struktur *wurtzite* termasuk dalam semikonduktor *direct-band* (*band gap* 3,37 eV, $k = 0$) pada suhu ruang dengan energi eksitasi 60 meV dan ikatan ionik yang lebih dominan (Yang, 2008). Sedangkan ZnO dengan struktur *rocksalt* termasuk dalam semikonduktor *indirect-band* (*band gap* 2,7 eV) pada tekanan 11 Gpa (Sokolov, dkk., 2010).

Sutanto, dkk. (2015) menjelaskan struktur *wurtzite* memiliki sel satuan heksagonal dengan dua parameter kisi a dan c dalam rasio $c/a = 8/3 = 1,633$ (dalam struktur *wurtzite* ideal) dan memiliki grup ruang $P6_3mc$. Struktur ZnO *wurtzite* terdiri dari dua *hexagonal closepacked* (*hcp*) sub kisi yang saling meresap, masing–masing terdiri dari satu tipe atom transisi dan bergabung ke masing–masing atom sepanjang tiga kali lipat sumbu c oleh jumlah $u = 3/8 = 0,375$ (dalam struktur *wurtzite* ideal) dalam koordinat bagian.



Gambar 2.4 Bentuk struktur unit sel *hcp* ZnO *wurtzite* (Blackwell, dkk., 2013)

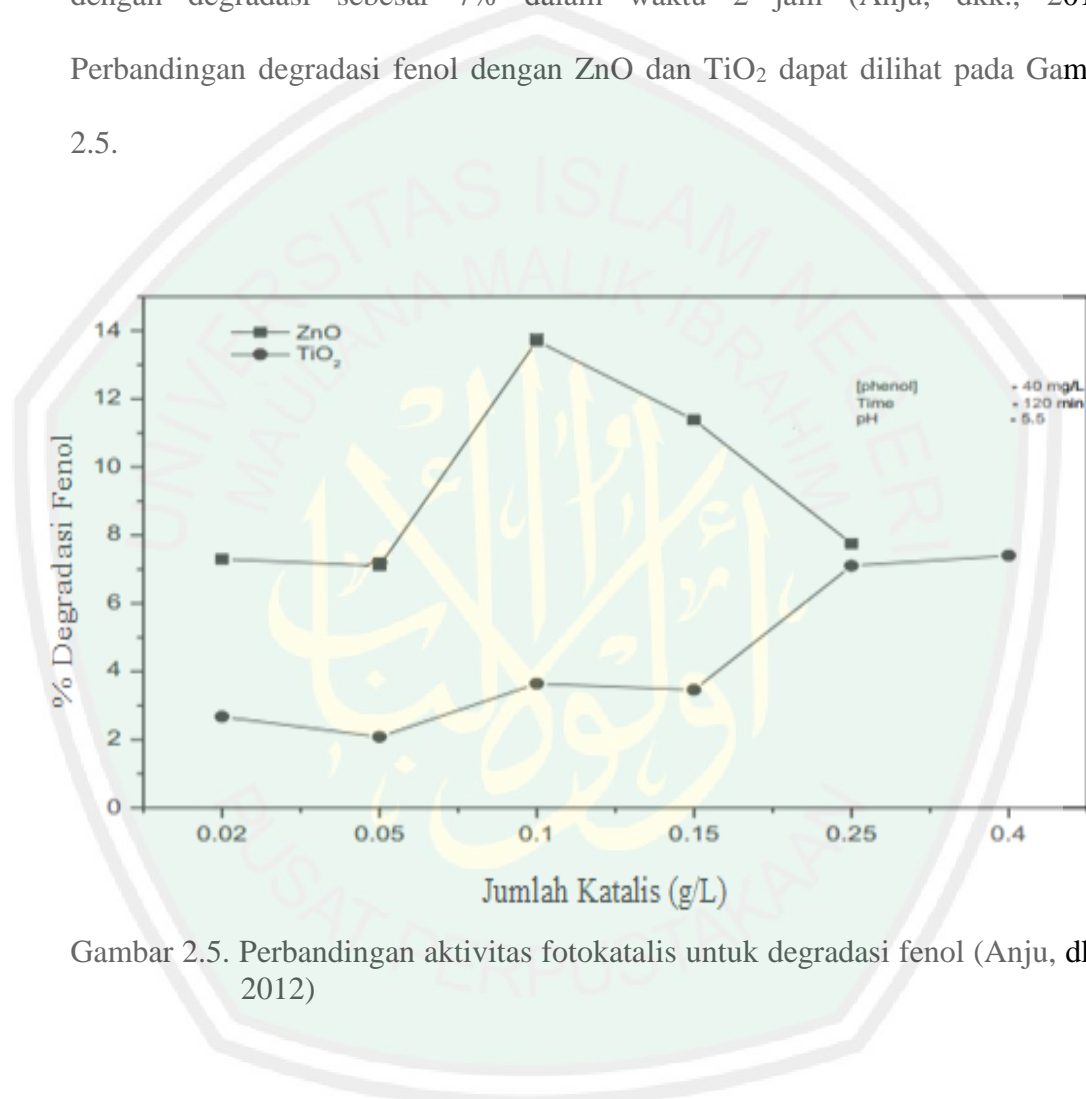
Gambar 2.4 menunjukkan gambar struktur ZnO *wurtzite*. Struktur ini dapat digambarkan sebagai kombinasi bergantian subkisi *hcp*, dimana tiap subkisi terdiri dari satu jenis atom (misal atom Zn^{2+}) bergantian dengan atom jenis lain

(atom O^{2-}) sepanjang sumbu c . Tiap subkisi meliputi empat atom per unit sel, setiap atom Zn dikelilingi oleh empat atom O dan sebaliknya. Struktur kristal *wurtzite* yang simetrinya *hexagonal*, dikarenakan ada 12 ion oksigen (O^{2-}) yang berada di tiap sudut atas dan bawah yang membentuk suatu prisma hexagonal. Setiap ion Zn^{2+} maupun O^{2-} merupakan pusat *tetrahedral* dari keempat ion tetangganya (Shakti, 2010). Parameter kisi ZnO untuk struktur *wurtzite* pada suhu 300 K adalah $a = 3,2495 \text{ \AA}$, $c = 5,2069 \text{ \AA}$ dan $Z = 2$ (Xie, dkk., 2012).

ZnO memiliki beberapa kelebihan diantaranya adalah memiliki celah pita energi yang besar, sifat optik yang menarik, struktur kimia yang stabil, tidak beracun dan harganya murah (Kanade, dkk., 2006; Muthirulan, dkk., 2013). Selain itu, ZnO jauh lebih tahan terhadap kerusakan radiasi dari pada bahan semikonduktor lainnya yang umum seperti Si, GaAs dan CdZ (Lee, dkk., 2005). ZnO juga dapat dimanfaatkan sebagai fotokatalis untuk degradasi limbah atau pengotor dalam perairan, hal ini dikarenakan aktifitas ZnO sebagai fotokatalis yang baik, dan ramah lingkungan (Marsalek, 2014). Dibandingkan dengan TiO_2 , ZnO mampu menyerap kuantum cahaya lebih banyak (Hutabarat, 2012) dan juga luas permukaan ZnO yang lebih besar membuat lebih banyak molekul target yang teradsorpsi sehingga akan meningkatkan efisiensi reaksi fotokatalitik (Sutanto, dkk., 2015).

Sakhtivel, dkk. (2003) melaporkan efisiensi fotodegradasi pada zat warna *acid brown 14* menggunakan ZnO dan TiO_2 . Tingkat degradasi dan dekolorisasi pada zat warna *acid brown 14* meningkat dengan meningkatnya waktu iradiasi. Pada penelitian tersebut, mampu mendekolorisasi zat warna *acid brown 14* dengan sempurna selama 120 menit menggunakan ZnO dan 300 menit

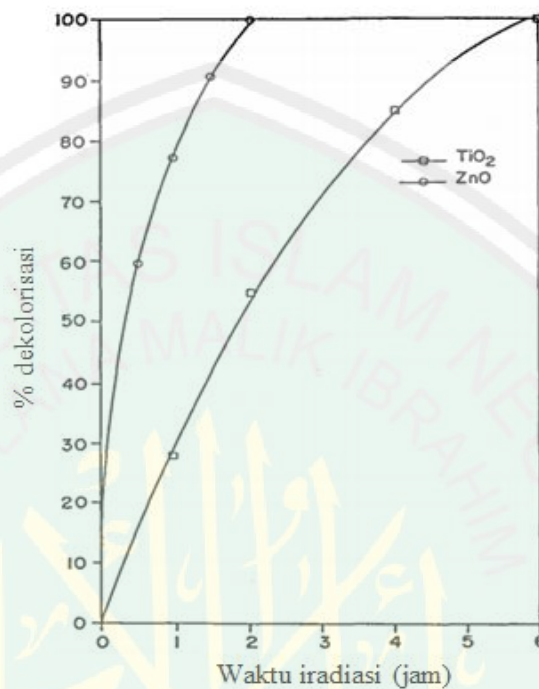
menggunakan TiO_2 . Waktu yang diperlukan untuk mendegradasi sempurna zat warna *acid brown 14* menggunakan ZnO selama 360 menit dan menggunakan TiO_2 dibutuhkan waktu selama 420 menit. Pada kasus lain, degradasi fenol juga membuktikan bahwa ZnO mampu mendegradasi 14% lebih efisien dari pada TiO_2 dengan degradasi sebesar 7% dalam waktu 2 jam (Anju, dkk., 2012). Perbandingan degradasi fenol dengan ZnO dan TiO_2 dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5. Perbandingan aktivitas fotokatalis untuk degradasi fenol (Anju, dkk., 2012)

Neppolian, dkk. (1999) juga menunjukkan bahwa ZnO lebih efektif pada dekolourisasi warna tekstil dari pada TiO_2 . Hal ini dikarenakan ukuran partikel ZnO lebih kecil dari pada TiO_2 yang menyebabkan penyerapan cahaya lebih besar oleh ZnO . Sehingga hasil efisiensi dekolourisasi juga tinggi. Hal tersebut dapat

ditunjukkan pada Gambar 2.6. Berdasarkan penelitian yang telah diuraikan, semikonduktor ZnO sangat berpotensi untuk dikembangkan sebagai fotokatalis.



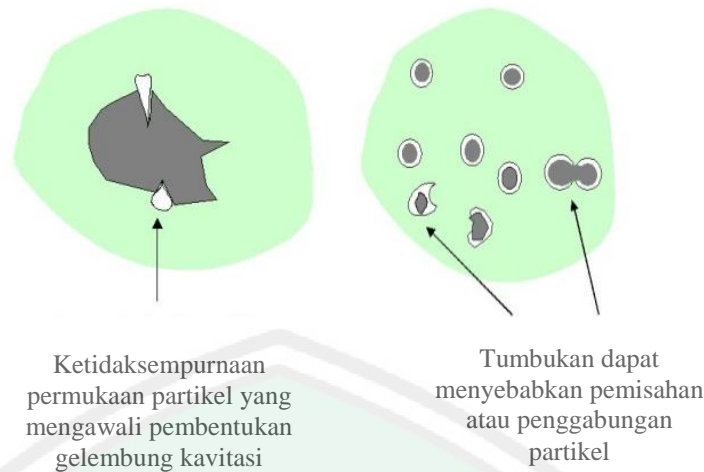
Gambar 2.6. Efek waktu iradiasi pada persentase dekolourisasi zat warna dengan ZnO dan TiO₂ (Neppolian, dkk., 1999).

2.3 Sintesis Semikonduktor ZnO Metode Sonikasi

Material oksida logam pada umumnya disintesis dengan metode reaksi kimia padatan atau melalui fasa cair seperti metode sol-gel dan kopresipitasi (Kusuma, 2012). Zhu, dkk. (2008) melakukan sintesis ZnO dengan metode padatan pada variasi lama penggerusan selama 1-6 jam dan dikalsinasi 600 °C selama 2 jam dengan hasil diperoleh fasa sekunder yang berupa Zn(OH)₂ paling sedikit pada waktu penggerusan 6 jam. Hal tersebut menunjukkan pada metode padatan membutuhkan waktu penggerusan yang lama untuk memperoleh fasa murni pada padatan dan suhu yang tinggi pada kalsinasi.

Penggunaan metode sol-gel telah dilaporkan untuk mensintesis ZnO. Benhebal, dkk. (2013) mensintesis ZnO menggunakan metode sol gel dengan reaksi selama 60 menit pada suhu 50 °C. Pengeringan gel membutuhkan waktu selama 20 jam pada suhu 80 °C dan dibutuhkan suhu kalsinasi 650 °C selama 4 jam untuk menghasilkan struktur heksagonal *wurtzite* fasa tunggal dengan ukuran partikel 20 nm. Pada metode sol-gel tersebut dibutuhkan waktu *aging* yang cukup lama dan suhu kalsinasi yang tinggi. Metode lain yang dikembangkan untuk mensintesis material ZnO adalah metode sonikasi.

Metode sonikasi adalah proses kimia dengan menggunakan teknologi sonik atau suara pada frekuensi sangat tinggi (diatas 16 kHz) yang disebut ultrasonik. Menurut Suslick (1999) prinsip metode sonikasi adalah memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan frekuensi sangat tinggi yang diiradiasikan ke dalam larutan dan terjadi tumbukan antar partikel penyusun larutan yang bertekanan tinggi. Proses adanya tumbukan pada partikel menyebabkan suhu yang sangat tinggi bisa mencapai 5000 K dengan laju pendinginan 10¹¹ K/s dan juga terjadi fenomena kavitasi didalam medium tersebut. Proses kavitasi dapat dilihat pada Gambar 2.7.



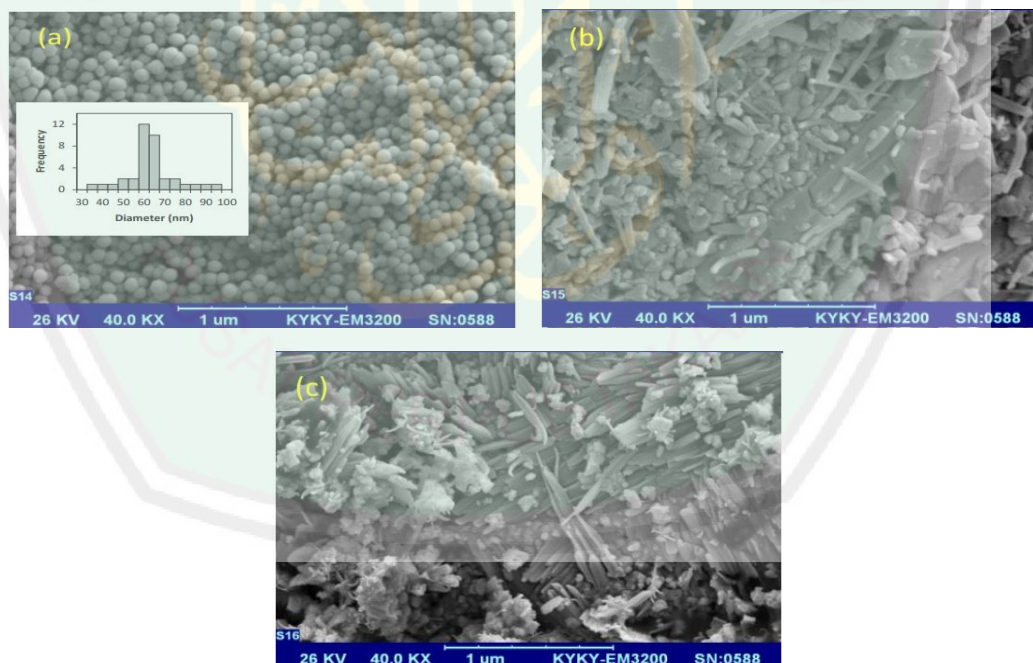
Gambar 2.7 Ilustrasi pengecilan ukuran partikel akibat kavitasi akustik (Sonochemistry centre, 2007)

Gambar 2.7 mengilustrasikan fenomena kavitasi yang menyebabkan terjadinya pembentukan, pertumbuhan, dan pecahnya gelembung kecil gas (Suslick, dkk., 1998). Ketidaksempurnaan permukaan partikel atau gas yang terperangkap dapat bertindak sebagai awal pembentukan gelembung kavitasi pada permukaan partikel. Apabila gelembung ini pecah akibat tekanan dan suhu tinggi maka akan dihasilkan energi kinetik luar biasa besar yang berubah menjadi energi panas. Energi kinetik yang besar inilah yang kemudian menyebabkan partikel terpecah menjadi berukuran kecil atau nano.

Selain metodenya lebih mudah dan waktu sintesis yang lebih singkat, metode sonikasi juga menghasilkan kristal pada suhu yang lebih rendah (Kalandragh, dkk., 2009), serta memecah agregat kristal berukuran besar menjadi berukuran kecil berskala nano (Lestari, 2012). Metode sonikasi juga dapat menghasilkan material dengan distribusi ukuran yang seragam, menghasilkan

ukuran partikel yang lebih kecil dengan luas permukaan yang tinggi dan meningkatkan kemurnian fasa (Widiyana, 2011 dan Suslick, 2010).

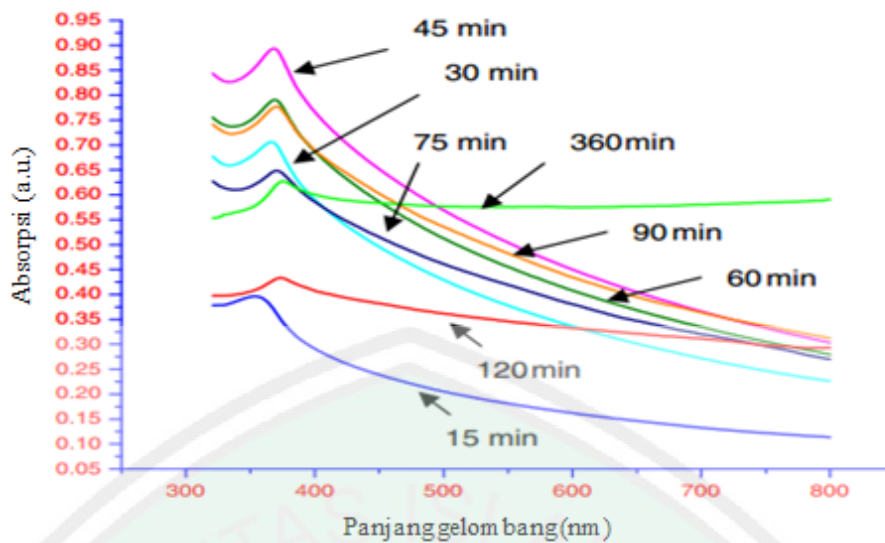
Bordbar, dkk. (2016) membandingkan metode sintesis ZnO menggunakan metode kopresipitasi, hidrotermal dan sonikasi dengan prekursor zink asetat. Pada penggunaan metode kopresipitasi, zink asetat hasil sintesis dikalsinasi pada suhu 300 °C. Dengan menggunakan metode hidrotermal, zink asetat ditambahkan dengan NaOH kemudian dimasukkan kedalam *autoclave* dengan suhu 95 °C selama 2 jam. Penambahan gelombang ultrasonik pada metode ketiga zink asetat ditambahkan dengan NaOH dan disintesis menggunakan sonikator *bath* selama 50 menit. Hasil morfologi yang diperoleh ditunjukkan pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8. Karakterisasi SEM pada morfologi ZnO dengan variasi metode sintesis (a) sonikasi, (b) hidrotermal, (c) kopresipitasi (Bordbar, dkk., 2016).

Gambar 2.8 menunjukkan bahwa hasil karakterisasi morfologi ZnO dengan metode hidrotermal dan kopresipitasi didapatkan hasil permukaan yang masih terdapat agregat dengan ukuran tidak teratur dan terdapat aglomerasi partikel dalam skala nano/mikro, sedangkan menggunakan metode sonikasi pada sintesis ZnO dihasilkan bentuk morfologi partikel ZnO yang seragam dan memiliki bentuk bulat dengan diameter berukuran 65-70 nm. Hasil morfologi partikel dapat mempengaruhi besarnya kemampuan degradasi fotokatalik yang ditunjukkan pada degradasi metil *orange*. Sintesis menggunakan metode sonikasi dapat mendegradasi sebesar 78%, sedangkan penggunaan metode presipitasi dan hidrotermal berturut-turut mampu mendegradasi 58% dan 60%. Hal tersebut menunjukkan bahwa penggunaan metode sonikasi sangat baik digunakan untuk mensintesis ZnO dengan hasil ukuran partikel yang seragam.

Menurut penelitian yang dilakukan oleh Yadav, dkk. (2007) lama waktu sonikasi juga mempengaruhi ukuran serta serapan panjang gelombang hasil sintesis. Hal tersebut dilaporkan pada penelitiannya dalam sintesis ZnO dengan prekursor zink nitrat pada variasi waktu sonikasi (*low intensity*) selama 1-6 jam pada suhu ruang. Semakin lama waktu sonikasi dihasilkan ukuran partikel yang semakin besar (<10 nm) dan nilai *band gap* yang semakin kecil dengan serapan panjang gelombang yang mampu menggeser ke arah sinar tampak. Penurunan nilai *band gap* atau energi celah pita dan serapan panjang gelombang pada hasil sintesis dapat ditunjukkan pada hasil spektra UV-Vis pada Gambar 2.9 dan Tabel 2.1.



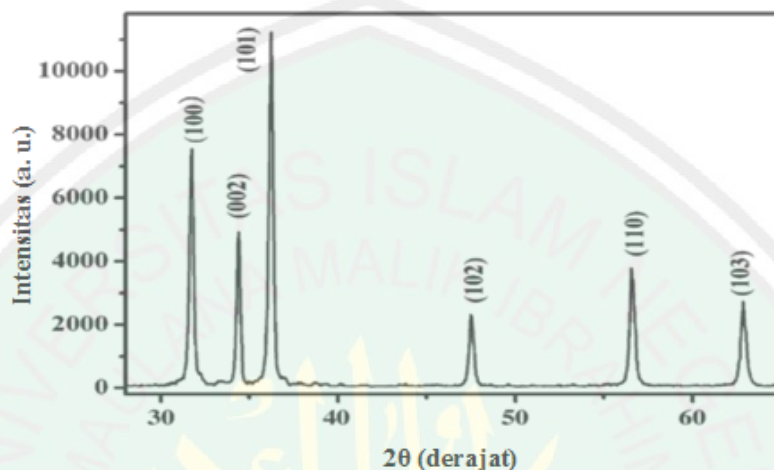
Gambar 2.9. Spektra serapan UV-Vis pada nanopartikel ZnO (Yadav, dkk., 2008)

Tabel 2.1. Nilai lebar celah dan ukuran partikel pada variasi waktu sonikasi nanopartikel ZnO (Yadav, dkk., 2008)

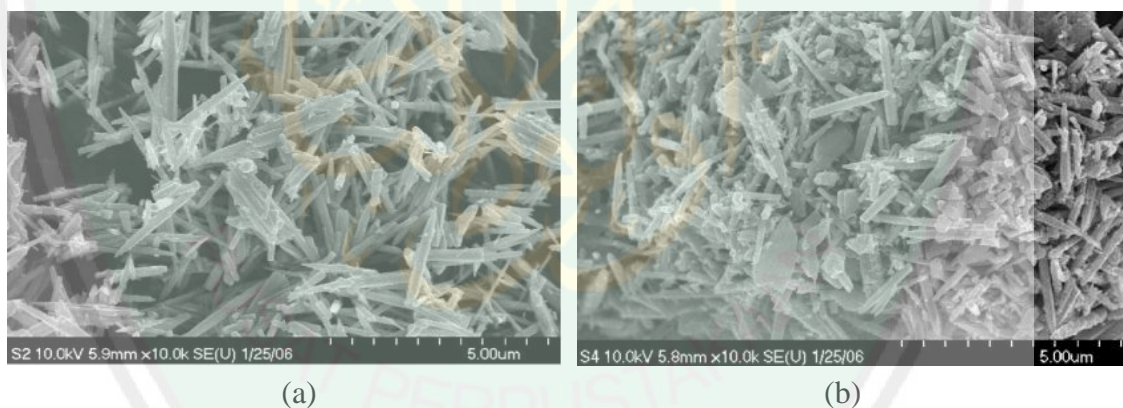
Waktu reaksi (menit)	Panjang gelombang (nm)	Lebar celah (eV)	Ukuran partikel (nm)
15	354	3,50	4,60
30	367	3,38	5,96
45	369	3,36	6,30
60	370	3,35	6,40
75	371	3,34	6,68
90	372	3,33	6,83
120	373	3,327	6,98
360	376	3,301	7,76

Lama waktu sonikasi juga dapat mempengaruhi bentuk morfologi suatu partikel. Wahab (2007) melaporkan bahwa sintesis ZnO menggunakan metode sonikasi (*low intensity*) dengan prekursor zink asetat dihidrat selama 2 dan 4 jam pada suhu ruang menghasilkan pola data XRD dengan fasa murni ZnO. Hasil morfologi partikel ZnO berbentuk *needle-shaped* dengan diameter ujung sebesar

80-100 nm. Serapan panjang gelombang pada hasil sintesis ZnO sebesar 370 dengan nilai *band gap* 3,35 eV. Pola data XRD dan bentuk morfologi hasil sintesis ZnO ditunjukkan pada Gambar 2.10 dan 2.11.



Gambar 2.10 Pola data XRD ZnO metode sonikasi selama 2 jam.

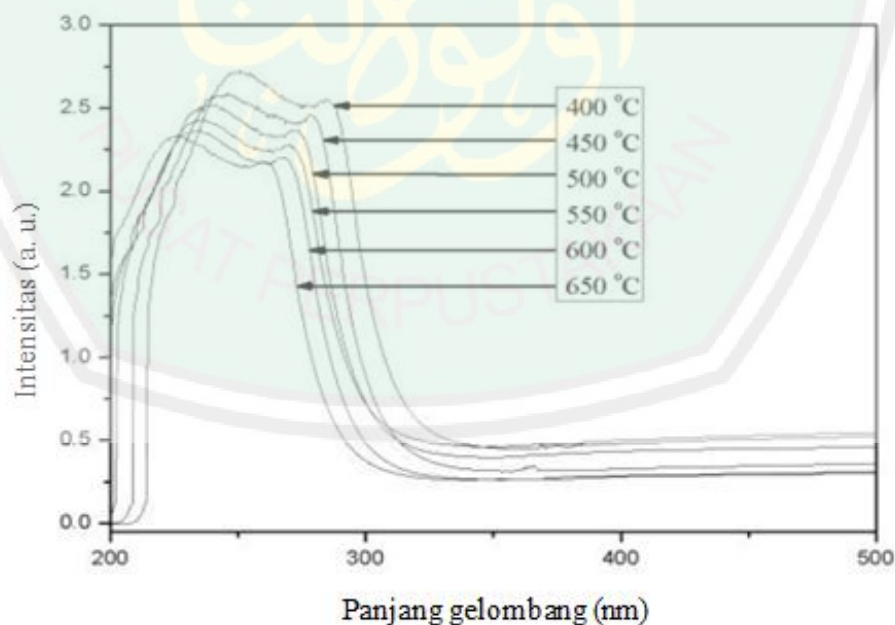


Gambar 2.11 Bentuk morfologi grain ZnO dengan bentuk *needle-shaped* hasil sintesis (a) 2 jam sonikasi (b) 4 jam sonikasi (Wahab, dkk., 2007)

Gambar 2.10 menjelaskan bahwa hasil pola data XRD dengan sonikasi selama 2 jam didapatkan struktur heksagonal *wurtzite* sesuai pada standart JCPDS (*Joint commite on powder diffraction standart*) no. 36-1451. Tidak ada puncak

fasa sekunder dan bentuk permukaan *needles* pada sintesis selama 2 jam lebih halus jika dibandingkan dengan waktu sonikasi selama 4 jam yang ditunjukkan pada Gambar 2.11. Pada waktu sonikasi selama 4 jam pada data XRD diketahui bahwa intensitas bidang (100) dan (101) mengalami penurunan yang mengindikasikan adanya pengurangan kristalinitas.

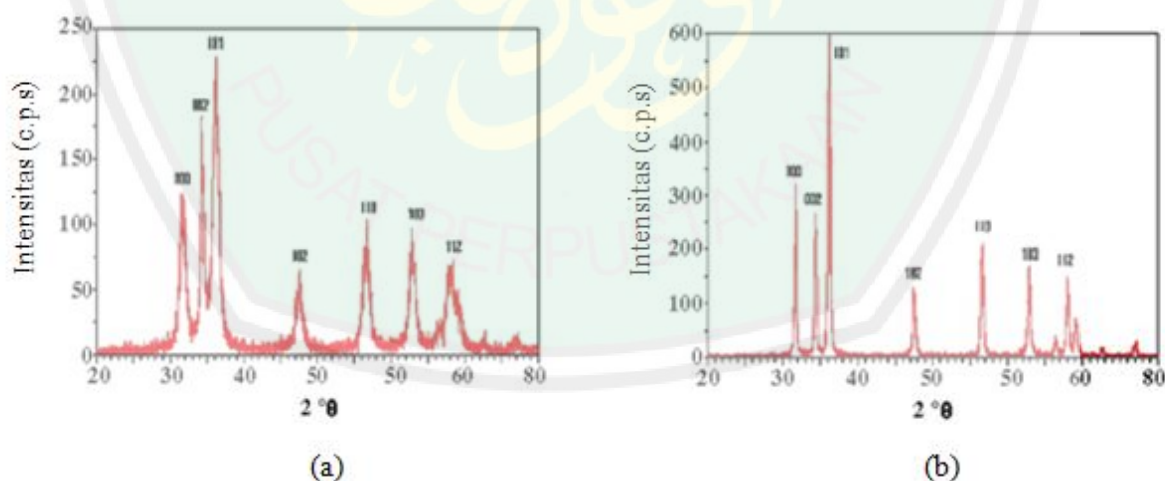
Mornani, dkk. (2016) pada penelitian pengaruh efek suhu kalsinasi terhadap sifat optik sintesis ZnO nanopartikel dengan metode reduksi kimia dengan suhu kalsinasi pada rentang 400-650 °C selama 8 jam menggunakan prekursor zink nitrat heksadehidrat, etilen glikol sebagai *capping agent*, dan hidrazin sebagai *reduction agent*. Sifat optik dan energi celah pita yang dihasilkan dikarakterisasi dengan menggunakan UV-Vis DRS yang ditunjukkan pada Gambar 2.12.



Gambar 2.12. Spektra UV-Vis pada ZnO NPs (Mornani, dkk., 2016)

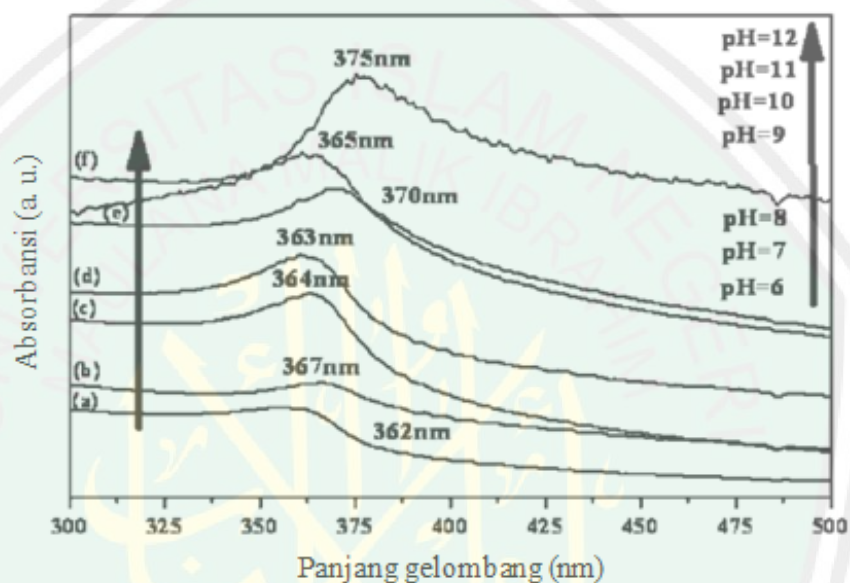
Gambar 2.12 menunjukkan bahwa sampel dari sintesis dengan suhu kalsinasi 400 °C mempunyai intensitas paling besar dan dengan serapan panjang gelombang yang bergeser ke arah sinar tampak. Nilai energi celah pita yang diperoleh dari suhu 400-650 °C sebesar 4,08-4,45 eV. Selain itu, pada suhu kalsinasi rendah didapatkan intensitas serapan yang tinggi.

Alavi (2011) juga melakukan penelitian sintesis nanopartikel ZnO menggunakan metode sonikasi dan karakterisasi menggunakan teknik XRD. Pada Gambar 2.13 (a) menunjukkan hasil pengukuran XRD sebelum kalsinasi dengan ukuran 25,4 nm, dan Gambar 2.13 (b) sesudah kalsinasi pada suhu 400 °C selama 4 jam, dengan ukuran partikel 57,5 nm. Setelah kalsinasi diperoleh nilai intensitas yang lebih tinggi dan menyebabkan ukuran partikel semakin besar karena aglomerasi. Sintesis ZnO pada suhu rendah diharapkan dapat menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil.



Gambar 2.13. Pola difraksi sinar-X pada nanopartikel ZnO (a) sebelum kalsinasi, (b) setelah kalsinasi (Alavi, 2011)

Wahab, dkk. (2009) melaporkan sintesis ZnO dengan efek variasi pH menghasilkan serapan panjang gelombang ke arah sinar tampak dengan semakin meningkatnya nilai pH yang digunakan. Hal tersebut dapat ditunjukkan pada Gambar 2.14.

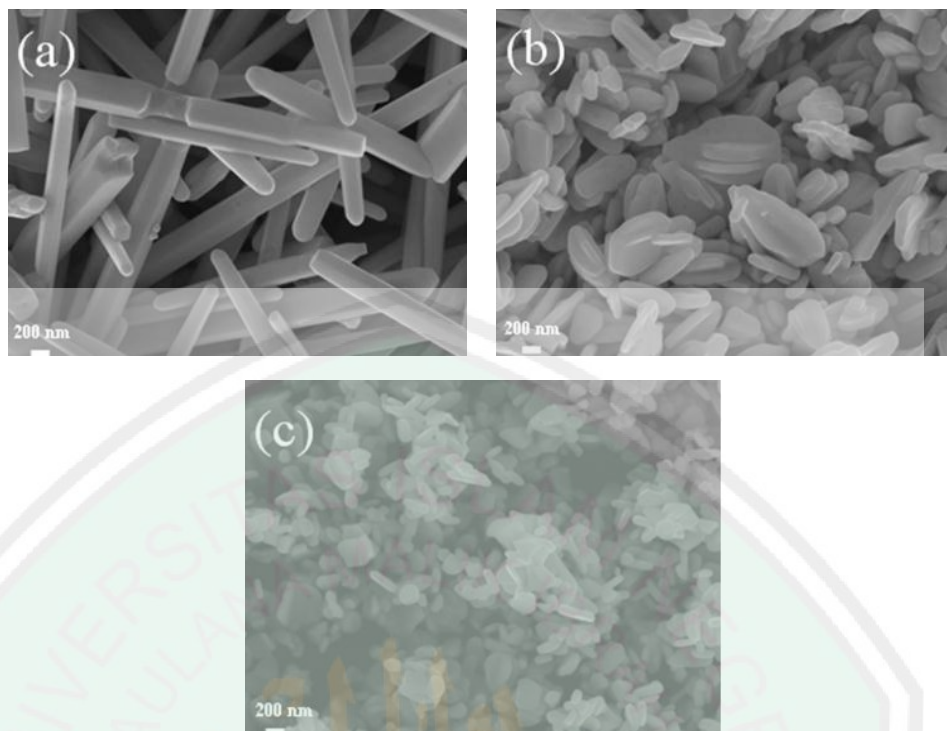


Gambar 2.14. Spektra UV-Vis pada sintesis seng oksida (ZnO) nanostruktur dengan variasi kondisi pH (pH 6-12) (Wahab, dkk., 2009)

Gambar 2.14 menjelaskan bahwa penggunaan variasi pH 6-12 yang disintesis pada suhu kamar menghasilkan serapan panjang gelombang yang semakin besar dan mengarah ke arah sinar tampak serta bentuk morfologi yang semakin seragam. Spektra yang dihasilkan pada hasil karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS dengan panjang gelombang sebesar 362-375 nm dengan nilai energi celah pita yang diperoleh sebesar 3,42 eV.

Xiao, dkk. (2008) melakukan sintesis ZnO dengan perbedaan prekursor dan kondisi pH 9,5–12,5. Sintesis dilakukan pada suhu ruang dengan metode sonikasi *high intensity*. Semakin meningkat pH yang digunakan, dapat mempercepat pembentukan intermediet ion Zn(II) hidroksil seperti Zn(OH)_4^{2-} . Sehingga pembentukan ZnO pada pH lebih dari 9 semakin meningkat. Hasil morfologi yang didapatkan menggunakan prekursor zink asetat pada pH 12,5 berbentuk elips dengan distribusi partikel yang seragam.

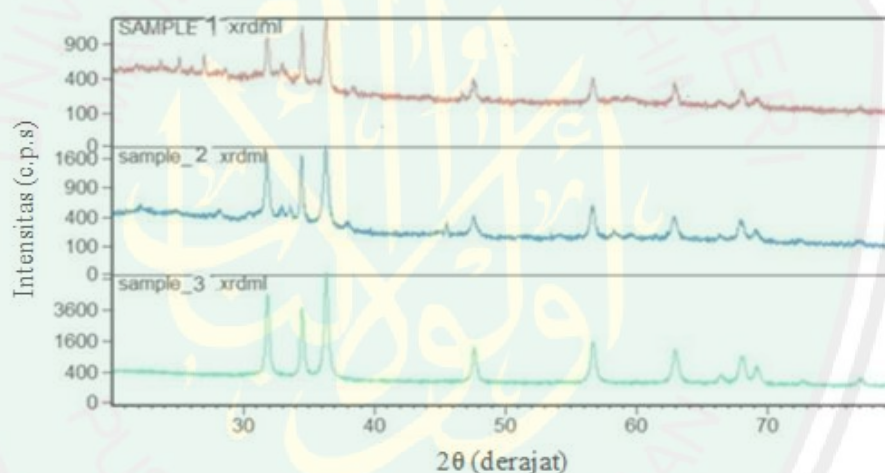
Penggunaan jenis prekursor yang berbeda juga dapat mempengaruhi hasil sintesis ZnO. Hal tersebut dapat dilaporkan pada penelitian Tang, dkk. (2013) yang menunjukkan perbedaan prekursor sintesis ZnO menghasilkan permukaan morfologi dan aktivitas fotokatalik yang berbeda. Variasi prekursor yang digunakan adalah $\text{Zn(NO}_3)_2$, $\text{Zn(CH}_3\text{COO)}_2$ dan ZnCl_2 . Sintesis yang dilakukan menggunakan metode hidrotermal dengan suhu kalsinasi 550 °C. Hal tersebut dapat ditunjukkan pada Gambar 2.15 yang menunjukkan perbedaan hasil morfologi struktur ZnO.



Gambar 2.15. Hasil SEM pada morfologi ZnO dengan variasi prekursor : (a) $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$, (b) $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, dan (c) ZnCl_2 (Tang, dkk., 2013)

Gambar 2.15 menjelaskan bahwa hasil morfologi ZnO dengan jenis prekursor $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dihasilkan bentuk butiran (*grain*) *rod-like*. Sedangkan untuk prekursor $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ dihasilkan bentuk *grain rice-like*, dan hasil morfologi menggunakan prekursor ZnCl_2 dihasilkan bentuk *grain granular-like*. Perbedaan prekursor tersebut dapat mempengaruhi hasil morfologi sintesis ZnO yang dapat mempengaruhi aktivitas fotokataliknya dalam mendegradasi senyawa metil oren. Hasil degradasi senyawa metil oren menggunakan prekursor $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ sebesar 40%, $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ sebesar 96% dan ZnCl_2 sebesar 99% dengan waktu degradasi 60 menit. Hal tersebut melaporkan bahwa bentuk morfologi *grain rice-like* dan *grain granular-like* mempunyai aktivitas fotokatalik yang lebih bagus.

Mayekar, dkk. (2014) juga menggunakan variasi prekursor dalam mensintesis nanopartikel ZnO. Prekursor yang digunakan adalah $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ (sampel 1), ZnCl_2 (sampel 2) dan $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ (sampel 3). Sintesis menggunakan prekursor zink asetat dilakukan kalsinasi pada suhu $400\text{ }^\circ\text{C}$ selama 12 jam. Hasil pola XRD menunjukkan ukuran kristal pada sampel 1, 2 dan 3 berturut-turut sebesar 36,06, 38,90, dan 39,91 nm. Namun hasil XRD pada sampel 1 dan 2 menunjukkan adanya pengotor berupa tembaga dan klorida. Sedangkan pada sampel 3 menunjukkan peak ZnO murni dengan intensitas yang lebih tinggi. Pola hasil XRD ditunjukkan pada Gambar 2.16.

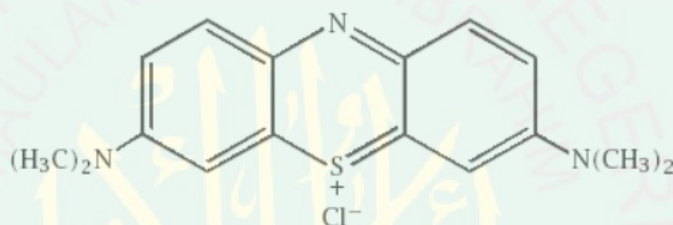


Gambar 2.16. Pola data XRD ZnO sampel 1, 2 dan 3 (Mayekar, dkk., 2014)

2.4 Uji Aktivitas Material Fotokatalis ZnO pada Degradasi Zat Warna Metilen Biru

Metilen biru adalah senyawa organik berwarna yang mempunyai warna biru kehitaman yang banyak digunakan dibidang industri sebagai pewarna kain wool, kertas, kosmetik, sutra dan lainnya. Nama lain dari senyawa metilen biru adalah 3,7-bis(dimetilamino)-pherothiazineklorida (Stretcher, 1986).

Rumus kimia dari metilen biru adalah $C_{16}H_{18}ClN_3S$. Metilen biru merupakan senyawa hidrokarbon aromatik yang beracun dan merupakan jenis zat warna kationik dengan daya serap yang sangat kuat. Senyawa ini berupa kristal berwarna hijau gelap, namun saat dilarutkan dengan air akan menghasilkan larutan berwarna biru tua. Metilen biru memiliki berat molekul 319, 86 gr/mol, dengan titik lebur $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan daya larut sebesar $4,36 \times 10^4$ mg/L (Palupi, dkk., 2006). Struktur dari metilen biru dapat ditunjukkan pada Gambar 2.17.



Gambar 2.17. Struktur molekul metilen biru (Palupi, dkk., 2006)

Metilen biru banyak digunakan dalam industri tekstil karena harganya ekonomis dan mudah diperoleh, namun juga dapat menimbulkan efek seperti iritasi saluran pencernaan jika tertelan, menimbulkan sianosis jika terhirup, dan iritasi pada kulit jika tersentuh oleh kulit (Hamdaoui, O dan Chiha, M., 2006). Dalam proses pewarnaan, senyawa metilen biru hanya digunakan sekitar 5%, sedangkan sisanya yaitu 95% akan dibuang sebagai limbah (Riyanto dan Julianto, T. S., 2009).

Penelitian yang dilakukan oleh Chakrabarti, dkk. (2004) dalam degradasi metilen biru menggunakan material fotokatalis ZnO pada kondisi pH dari 5,5 sampai 9,7 dengan berat katalis ZnO sebesar 0,4 gram dan konsentrasi metilen

biru 50 ppm. Hasil yang diperoleh adalah semakin bertambahnya pH dapat menyebabkan bertambahnya persen degradasi dari 49 sampai 62 selama 2 jam waktu penyinaran. Hal tersebut dikarenakan pada pH tinggi terjadi kelebihan anion OH^- yang banyak menyumbangkan radikal hidroksil dalam proses fotodegradasi. Marquez, dkk. (2012) juga melakukan penelitian degradasi pada metilen biru menggunakan material fotokatalis ZnO, dan di dapatkan hasil konsentrasi optimum metilen biru pada 10 mg/L dengan kondisi pH sebesar 8,8.

Berdasarkan uraian diatas dapat dilakukan sintesis zink oksida menggunakan metode sonikasi dengan variasi lama waktu sonikasi. Metode sonikasi akan menghasilkan ukuran material yang lebih kecil dibandingkan dengan metode lainnya. Semakin kecil ukuran partikel semikonduktor akan menyebabkan luas permukaan dari partikel tersebut semakin besar, sehingga dapat meningkatkan aktivitas fotokatalik dalam mendegradasi senyawa-senyawa organik. Dilakukan variasi lama sonikasi karena dapat menyebabkan ukuran partikel semakin kecil dan area permukaan yang semakin besar yang dapat dilihat dari hasil morfologi ZnO dengan karakterisasi SEM. Lama waktu sonikasi juga berpengaruh pada nilai *band gap* dan serapan panjang gelombangnya yang ditunjukkan pada penelitian Yadav, dkk. (2007) dalam karakterisasi menggunakan DRS. Prekursor yang digunakan adalah zink asetat dihidrat yang dapat menghasilkan pola XRD tanpa adanya peak fasa sekunder (Mayekar, dkk., 2014) dan menurut Tang, dkk. (2013) aktivitas fotokatalik menggunakan prekursor zink asetat lebih baik dibandingkan dengan prekursor yang lain seperti zink klorida dan zink nitrat. Uji degradasi dilakukan pada zat warna metilen biru dengan material fotokatalis ZnO hasil sintesis.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari-Mei 2017 di Laboratorium Kimia Anorganik Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi XRD di Laboratorium Terpadu Universitas Diponegoro, karakterisasi DRS di Laboratorium UI-CHEM Departemen Kimia Universitas Indonesia, karakterisasi SEM di Laboratorium Energi Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: gelas arloji, spatula, neraca analitik, *mortar agate*, *hotplate*, magnetik stirer, aluminium foil, oven, gelas ukur 50 mL, corong gelas, erlenmeyer 250 mL, statif, *ultrasonic cleaner* (Branson *Ultrasonics* model B3510-MT), seperangkat alat XRD, spektrofotometer UV-Vis tipe *varian carry*, UV-Vis DRS dan SEM.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian adalah seng asetat dihidrat ($\text{Zn}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (Merck)), etanol (EtOH, p.a), natrium hidroksida (NaOH), aseton p.a, akuabides, akuades, serbuk metilen biru.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan ini adalah sintesis ZnO menggunakan metode sonikasi dengan prekursor seng asetat dihidrat dan NaOH, dan

menggunakan variasi lama sonikasi 30, 60, 180, dan 360 menit pada suhu ruang. Pengaruh irradiasi gelombang ultrasonik dipelajari pada waktu reaksi 360 menit tanpa menggunakan metode sonikasi. Hasil sintesis akan dikarakterisasi struktur serapan sinar dan morfologi fotokatalis ZnO menggunakan XRD, DRS dan SEM. Pengujian aktivitas material fotokatalis hasil sintesis dilakukan pada degradasi zat warna metilen biru dibawah sinar UV.

3.4 Tahap Penelitian

1. Sintesis ZnO tanpa menggunakan iradiasi gelombang ultrasonik sebagai kontrol.
2. Sintesis ZnO menggunakan metode sonikasi dengan variasi waktu sonikasi selama 30, 60, 180, dan 360 menit.
3. Uji karakterisasi struktur material fotokatalis ZnO menggunakan XRD.
4. Uji karakterisasi untuk mengetahui lebar celah pita material hasil sintesis menggunakan DRS.
5. Uji karakterisasi bentuk morfologi material hasil sintesis ZnO menggunakan SEM.
6. Uji aktivitas material fotokatalis hasil sintesis terhadap zat warna metilen biru dibawah sinar UV.
7. Analisis data

3.5 Prosedur Kerja

3.5.1 Sintesis ZnO tanpa Menggunakan Irradiasi Gelombang Ultasonik sebagai Kontrol.

Seng asetat dihidrat $Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O$ sebanyak 6,775 gram dicampur dengan akuabides dan NaOH 1M (perhitungan stoikiometris pada lampiran 2)

pada suhu ruang dan diaduk menggunakan pengaduk magnet sampai tercampur sempurna. Kemudian diatur pH pada larutan dengan penambahan NaOH 1M perlahan sampai pH 12. Kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnet pada suhu ruangan selama 360 menit. Hasil dari sonikasi didiamkan selama 24 jam untuk memaksimalkan proses kristalisasi material. Selanjutnya disaring dan dicuci dengan etanol dan akuades yang berfungsi untuk menghilangkan pengotor yang masih terdapat pada endapan hasil sintesis. Perlakuan yang dilakukan untuk mengidentifikasi sisa natrium asetat yang belum tercuci sempurna dengan meneteskan tetesan pencucian larutan yang paling akhir kedalam tabung reaksi yang berisikan perak nitrat. Jika padatan yang dicuci masih membentuk endapan putih maka dapat diidentifikasi masih ada kandungan asetat dari prekursor. Namun pada proses pencucian menggunakan etanol 20 mL dan akuades 20 mL sudah tidak menghasilkan endapan putih jika direaksikan dengan perak nitrat, sehingga pencucian dapat dihentikan. Kemudian dioven pada suhu 110 °C selama 2 jam untuk menguapkan kadar air yang masih terkandung didalam endapan. Setelah kering, padatan ditimbang dan digerus dengan mortar agate. Kemudian dilakukan karakterisasi menggunakan XRD, DRS dan SEM (Wahab, dkk., 2006 ; Xiao, dkk., 2008).

3.5.2 Sintesis ZnO dengan Metode Sonikasi pada Variasi Waktu Sonikasi.

Seng asetat dihidrat $Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O$ sebanyak 6,775 gram dicampur dengan akuabides dan NaOH 1M (perhitungan stoikiometris pada lampiran 2) pada suhu ruang dan diaduk menggunakan magnetik stirer sampai tercampur sempurna. Kemudian diatur pH pada larutan dengan penambahan NaOH 1M perlahan sampai pH 12. Kemudian diaduk menggunakan magnetik stirrer pada

suhu ruangan selama 15 menit dan disonikasi dengan *ultrasonic cleaning bath* dengan gelombang ultrasonik 42 kHz 100 W pada suhu ruang selama 30, 60, 180, dan 360 menit. Hasil dari sonikasi didiamkan selama 24 jam untuk memaksimalkan proses kristalisasi material. Selanjutnya disaring dan dicuci dengan etanol dan akuades yang berfungsi untuk menghilangkan pengotor yang masih terdapat pada endapan hasil sintesis. Perlakuan yang dilakukan untuk mengidentifikasi sisa natrium asetat yang belum tercuci sempurna dengan meneteskan tetesan pencucian larutan yang paling akhir kedalam tabung reaksi yang berisikan perak nitrat. Jika padatan yang dicuci masih membentuk endapan putih maka dapat diidentifikasi masih ada kandungan asetat dari prekursor. Namun pada proses pencucian menggunakan etanol 20 mL dan akuades 20 mL sudah tidak menghasilkan endapan putih jika direaksikan dengan perak nitrat, sehingga pencucian dapat dihentikan. Kemudian dioven pada suhu 110 °C selama 2 jam untuk menguapkan kadar air yang masih terkandung didalam endapan. Setelah kering, padatan ditimbang dan digerus dengan mortar agate. Kemudian dilakukan karakterisasi menggunakan XRD, DRS dan SEM (Wahab, dkk., 2006 ; Xiao, dkk., 2008). Langkah kerja tersebut juga dicantumkan pada Lampiran 1.

3.5.3 Karakterisasi Perubahan Struktur dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Material hasil sintesis dengan metode sonikasi akan dikarakterisasi dengan teknik XRD untuk identifikasi fasa, struktur, dan derajat kristanilitas sampel. Instrumen XRD menggunakan sumber radiasi monokromator Cu K- α ($\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$) pada 30 kV dan 30 mA dengan rentang pengukuran $2\theta(^{\circ}) = 10-90^{\circ}$: Mula-mula sampel dihaluskan hingga menjadi serbuk yang sangat halus, dan kemudian

ditempatkan pada sampel *holder* dan disinari dengan sinar-X. Hasil karakterisasi XRD dan *crystallite size* ditunjukkan pada Lampiran 3 dan 4.

3.5.4 Karakterisasi Bentuk Morfologi dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

Karakterisasi menggunakan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi dan ukuran partikel ZnO hasil sintesis. Karakterisasi menggunakan SEM dilakukan dengan menempatkan 50 mg sampel dalam bentuk serbuk halus pada sampel *holder*. Pengamatan dilakukan dengan menggunakan rentang perbesaran 3000-20.000 kali hingga terlihat ukuran dan bentuk partikel dengan jelas. Hasil karakterisasi menggunakan SEM ditunjukkan pada Lampiran 5.

3.5.5 Karakterisasi daerah Serapan Sinar dan Energi Celah Pita (*band gap*) dengan *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS).

Karakterisasi dengan 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 rentang panjang gelombang 195–800 nm. Hasil karakterisasi menggunakan DRS ditunjukkan pada Lampiran 6.

3.5.6 Uji Aktivitas Material Fotokatalis Hasil Sintesis Terhadap Zat Warna Metilen Biru

3.5.6.1 Pembuatan Larutan Induk Metilen Biru

50 mg metilen biru dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL, ditambahkan akuades sampai tepat pada tanda batas. Kemudian dikocok dan dihomogenkan. Selanjutnya diperoleh larutan induk metilen biru 100 ppm. Untuk mengurangi biodegradasi larutan induk metilen biru, larutan disimpan didalam lemari es. Langkah kerja dan perhitungan ditampilkan pada Lampiran 1 dan 2.

3.5.6.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru

Penentuan panjang gelombang maksimum pada larutan metilen biru 10 ppm dilakukan pada rentang panjang gelombang UV-Vis mulai 400 sampai 800 nm. Panjang gelombang maksimum ditentukan dengan melihat absorbansi terbesar atau panjang gelombang yang paling banyak diserap oleh metilen biru. Data panjang gelombang maksimum kemudian digunakan untuk membentuk kurva standar.

3.5.6.3 Pembuatan Kurva Standar Metilen Biru

Larutan metilen biru digunakan pada variasi 1-10 ppm dengan rentang 1 ppm (dari pengenceran larutan induk 100 ppm metilen biru dengan akuades) sebanyak 10 mL (perhitungan ditunjukkan pada Lampiran 2). Kemudian larutan yang telah dibuat tersebut ukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimumnya. Hasil pembuatan kurva standart yang sudah dilakukan diperoleh hubungan antara absorbansi (A) dengan konsentrasi (c) yang disajikan pada Lampiran 7. Hasil pengukuran kurva standar akan diperoleh persamaan regresi liniernya sehingga bisa ditentukan A_0 yang merupakan konsentrasi terukur dari larutan induk.

3.5.6.4 Pengujian Aktivitas Fotokatalis

Larutan metilen biru 10 ppm diambil sebanyak 100 mL dan dimasukkan ke dalam gelas beker. Kemudian ditambahkan katalis ZnO sebanyak 0,1 gram. Pengaturan pH pada reaksi diatur dengan penambahan NaOH sampai pH 9. Menurut Kansal, dkk. (2006) pada kondisi pH 9 dapat menyebabkan permukaan katalis lebih bermuatan negatif, sehingga semakin mudah menyerap zat warna

yang bersifat kationik seperti metilen biru. Selain itu, pada pH basa terdapat kelebihan OH^- yang dapat memfasilitasi pembentukan $\text{OH}\cdot$ dalam proses fotodegradasi (Chakrabarti, dkk., 2004). Selanjutnya campuran tersebut dimasukkan ke dalam reaktor fotokatalis dengan lama waktu penyinaran 60 menit. Setelah dilakukan penyinaran, disentrifuge selama 5 menit untuk memisahkan larutan dengan katalis. Kemudian diukur serapan larutan hasil degradasi metilen biru menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 665,1 nm untuk mengetahui banyaknya senyawa metilen biru yang terdegradasi. Pengulangan dilakukan sebanyak 3 kali dengan pengukuran dilakukan pada menit ke 0, 15, 30, 45 dan 60 menit. Aktivitas fotodegradasi dilakukan dengan membandingkan absorbansi awal dengan absorbansi setelah terdegradasi dan diukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Tabel hasil pengukuran degradasi metilen biru oleh material fotokatalis ZnO pada variasi waktu sonikasi 30, 60, 180, 360 menit dan tanpa sonikasi (pengadukan) 360 menit disajikan pada Lampiran 7.

Hasil data pengukuran degradasi akan diperoleh hubungan antara komposisi katalis, % degradasi dan waktu rata-rata hasil degradasi dari tiga kali pengukuran. Hubungan antara variasi katalis dengan kemampuan degradasi metilen biru disajikan pada Lampiran 7.

3.6 Analisis Data

1. Hasil yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan XRD (difraktogram) akan dibandingkan dengan standar JCPDS ZnO (JCPDS no. 36-1451). Data XRD akan direfinement dengan program Rietica. Proses *refinement* dilakukan dengan metode *Le Bail* untuk mendapatkan

data kristalografi dari material yang dihasilkan. Ukuran kristal ditentukan dengan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* yang ditunjukkan pada Persamaan 3.1.

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

dengan D adalah ukuran partikel (nm), λ adalah panjang gelombang radiasi, K adalah konstanta (0,9), β adalah integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian).

Keberhasilan sintesis dilihat dari hasil karakterisasi XRD yaitu berupa kecocokan dengan standart JCPDS dan ICSD (*Inorganic crystal structure database*) struktur ZnO yang diharapkan. Difraktogram yang mempunyai intensitas tinggi dan tanpa adanya puncak fasa sekunder menunjukkan bahwa kristalinitas struktur yang baik. Ukuran partikel yang diharapkan yaitu kurang dari 100 nm.

2. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi menggunakan UV DRS selanjutnya akan dihitung melalui pendekatan persamaan teori *Kubelka Munk* yang ditunjukkan pada Persamaan 3.2.

$$F(R'_{\infty}) = \frac{(1-R'_{\infty})^2}{2R'_{\infty}} = \frac{K}{s} \dots \dots \dots (3.2)$$

dengan $F(R'_{\infty})$ sebanding dengan K-M (transformasi *Kubelka-Munk*), K adalah koefisien absorptansi molar, s adalah koefisien *scattering*, dan R'_{∞} adalah nilai reflektan yang diukur terhadap standar.

Data presentase reflektansi (% R) yang diperoleh di ubah menjadi reflektansi (R) yang selanjutnya digunakan pada perhitungan nilai ($F(R'_{\infty})$) pada tiap sampel. Energi celah pita diperoleh dengan membuat grafik hubungan antara energi foton ($h\nu$) sebagai sumbu x dan

$(F(R'_{\infty}).h\nu)^{n/2}$ sebagai sumbu y. Energi foton ($h\nu$) dapat dihitung dari data panjang gelombang yang terukur, dimana E (eV) = hc/λ . Energi celah pita ditentukan dengan cara menarik garis linier yang melewati daerah tersebut. Energi celah pita adalah besarnya $h\nu$ pada saat $(F(R'_{\infty}).h\nu)^{n/2} = 0$. Identifikasi serapan sinar menggunakan DRS dengan hasil energi *band gap* sebesar 3,2-3,37 eV dan panjang gelombang mendekati sinar tampak menunjukkan hasil sintesis sudah sesuai dengan standard yang diharapkan.

3. Data yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan SEM adalah mikrograf. Untuk menghitung diameter butir akan digunakan *software image-J*. Perhitungan dilakukan pada beberapa titik dan dihitung nilai rata-ratanya. Hasil morfologi yang homogen dengan distribusi partikel yang seragam menunjukkan hasil sintesis yang baik.
4. Persen degradasi metilen biru ditentukan dengan memasukkan nilai absorbansi ke dalam persamaan regresi linier dari larutan metilen biru. Selanjutnya presentase degradasi diperoleh dengan memasukkan konsentrasi dari metilen biru ke dalam rumus pada Persamaan 3.3.

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\% \dots \dots \dots (3.3)$$

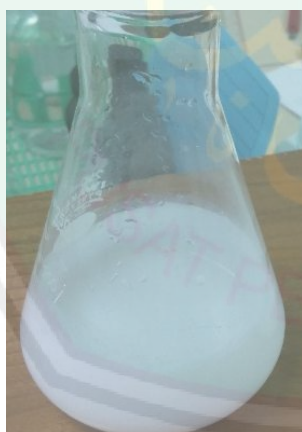
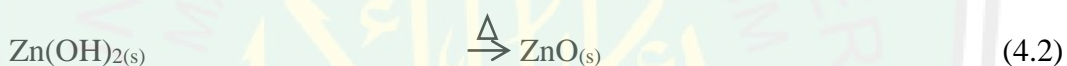
dengan C_0 adalah konsentrasi awal metilen biru dan C_t adalah konsentrasi akhir setelah degradasi metilen biru.

BAB IV

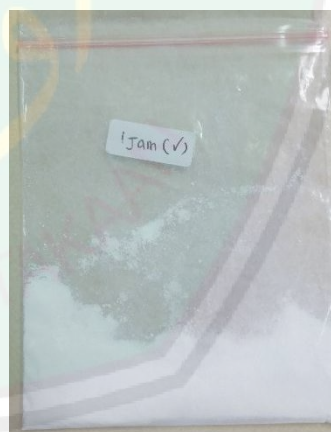
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Material Fotokatalis ZnO dengan Metode Sonikasi

Sintesis ZnO dengan metode sonikasi menghasilkan padatan putih yang diperlihatkan pada Gambar 4.1. Penambahan NaOH pada Zn-asetat proses sintesis menghasilkan endapan putih Zn(OH)_2 yang merupakan unit pembangun pada pembentukan inti ZnO pada proses sonikasi. Tahap pembentukan ZnO dapat terjadi pada proses pemanasan Zn(OH)_2 . Persamaan reaksi proses pembentukan material fotokatalis ZnO pada persamaan 4.1 dan 4.2.



(a)



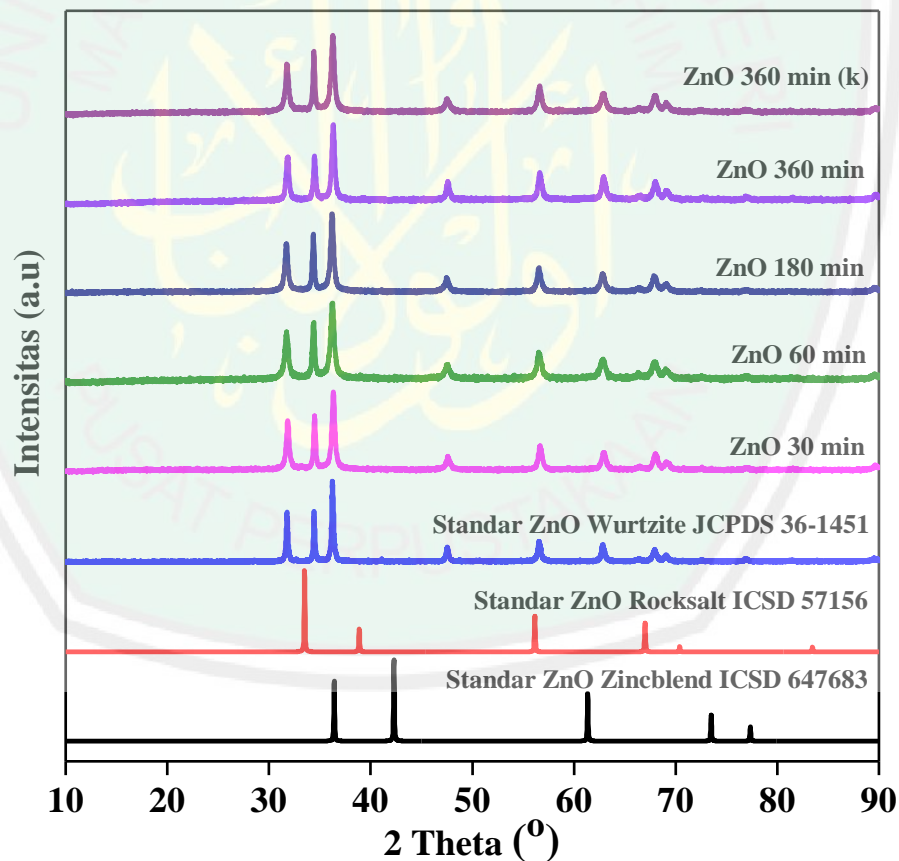
(b)

Gambar 4.1 (a) Campuran Zn-asetat dengan NaOH menghasilkan endapan putih, (b) hasil serbuk ZnO

4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis Material Fotokatalis ZnO

4.2.1 Karakterisasi menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD)

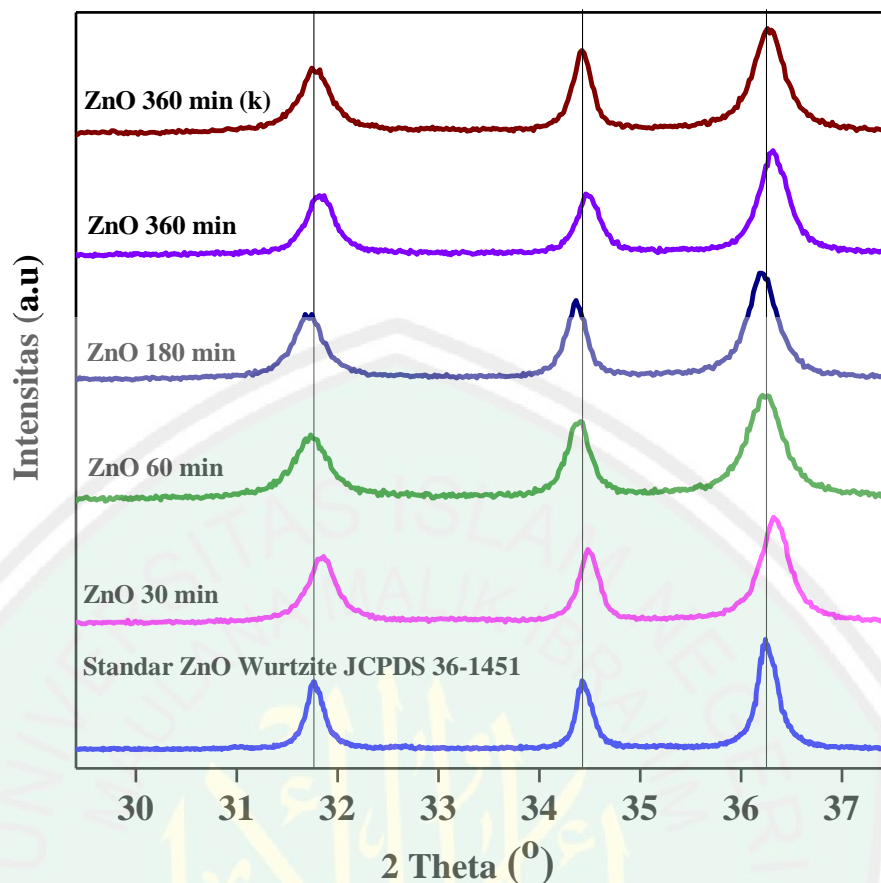
Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan untuk mengidentifikasi struktur senyawa hasil sintesis. Hasil difraktogram XRD yang diperoleh, selanjutnya dianalisis lebih lanjut dengan membandingkan pola difraksinya dengan data standar JCPDS dan ICSD ZnO untuk *wurtzite*, *rocksalt*, dan *zincblend*. Difraktogram hasil analisis XRD untuk sampel ZnO pada berbagai variasi waktu sonikasi ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Pola difraksi sinar-X material fotokatalis ZnO dengan variasi waktu sonikasi

Hasil yang diperoleh dapat diidentifikasi bahwa difraktogram hasil sintesis ZnO mempunyai kesesuaian dengan struktur ZnO *wurtzite* dan kemurnian yang tinggi karena tidak adanya puncak lain selain karakter *wurtzite*. Berdasarkan data JCPDS ZnO No. 36-1451 posisi 2 theta sekitar $36,29^\circ$ memiliki intensitas paling tinggi yang merupakan ciri khas dari pola difraksi pada ZnO pada bidang hkl 101. Berdasarkan hasil difraktogram XRD yang ditunjukkan, diketahui pula bahwa variasi lama waktu sonikasi tidak menyebabkan perubahan transformasi fasa struktur ZnO. Perbandingan data pola 2θ difraksi hasil sintesis dengan standar ditampilkan pada Lampiran 3.

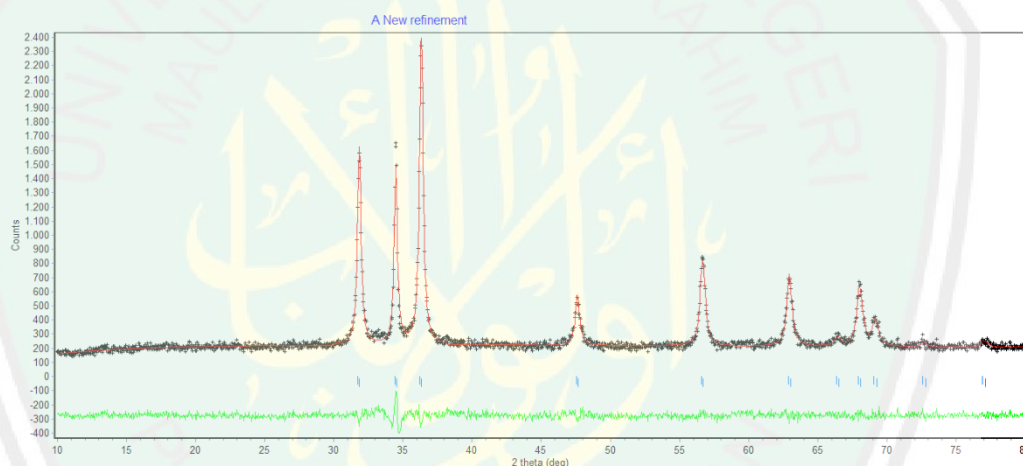
Hasil difraktogram yang diperoleh diperbesar pada posisi tiga puncak tertinggi maka dapat terlihat adanya pergeseran posisi puncak ke arah 2θ yang lebih besar pada variasi waktu sonikasi 30 dan 360 menit. Pergeseran 2θ tersebut dimungkinkan berkaitan dengan regangan kisi dan beberapa jenis cacat dalam kisi kristal ZnO (Shidpour, dkk., 2014). Beberapa cacat kisi kristal ZnO disebabkan karena adanya kekosongan oksigen pada kisi kristal dan dapat mempengaruhi aktivitas fotokatalis. Pergeseran posisi puncak pada 2θ : 30-40 ($^\circ$) ditampilkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Perbesaran tiga puncak tertinggi pada tiap variasi sintesis waktu sintesis ZnO

Tahap selanjutnya dilakukan *refinement* pada data difraktogram yang diperoleh dengan menggunakan program *Rietica* dengan metode Le Bail untuk mengetahui kesesuaian struktur dan informasi parameter sel satuan dari material fotokatalis yang disintesis dengan sonikasi. Informasi yang dapat diperoleh dari hasil *refinement* antara lain indeks kecocokan (*figure of merit*) dari pola difraksi terhitung (garis merah terhubung) dengan pola difraksi terukur (garis '+' warna biru) yang ditunjukkan dengan nilai R_p (faktor profil), R_{wp} (faktor profil terbobot), dan indeks *goodness-of-fit* (GoF) yang biasanya dilambangkan dengan χ .

Data awal yang digunakan pada proses refinement hasil sintesis adalah ZnO dengan grup ruang $P6_3mc$ (JCPDS 36-1451 Lampiran 3) dan memiliki sel satuan heksagonal dengan parameter kisi a , b , dan c dengan nilai $a = b = 3,2495$ (Å), $c = 5,2069$ (Å) dan nilai $Z = 2$ (Xie, dkk., 2012). Gambar hasil *refinement* dan data yang dihasilkan setelah dilakukan proses *refinement* ditunjukkan pada Gambar 4.4 untuk waktu sonikasi 30 menit dan Lampiran 3 untuk variasi waktu sonikasi lainnya. Parameter sel satuan yang dihasilkan dari proses *refinement* diperlihatkan pada Tabel 4.1.



Gambar 4.4 Hasil *refinement* difraktogram XRD ZnO sonikasi 30 menit

Tabel 4.1 Parameter sel satuan ZnO setelah proses *refinement* menggunakan metode Le Bail

Parameter	ZnO 30 menit	ZnO 60 menit	ZnO 180 menit	ZnO 360 menit	ZnO 360 (kontrol)
Grup Ruang	$P6_3mc$	$P6_3mc$	$P6_3mc$	$P6_3mc$	$P6_3mc$
Kisi Kristal	Heksagonal	Heksagonal	Heksagonal	Heksagonal	Heksagonal
Unit Asimetrik (Z)	2	2	2	2	2
$a = b$ (Å)	3,2523 (0)	3,25620 (1)	3,25190 (0)	3,25800 (2)	3,25244 (0)
c (Å)	5,2094 (0)	5,21103 (3)	5,20460 (0)	5,21084 (3)	5,20690 (0)
Volume Sel (Å ³)	47,7669 (0)	47,8518 (2)	47,6633 (3)	47,9006 (2)	47,7012 (2)
R_p (%)	5,65	5,35	5,48	4,82	5,86
R_{wp} (%)	6,90	6,26	6,74	5,80	7,73
GoF (χ^2)	0,4370	0,7917	0,3898	0,6191	0,4845

Tabel 4.1 dapat diketahui bahwa ZnO yang disintesis pada variasi lama waktu sonikasi pada penelitian ini memiliki grup ruang $P6_3mc$ dengan kisi kristal heksagonal dan satuan asimetrik (Z) 2. Hal ini dapat menunjukkan bahwa lama waktu sonikasi tidak berpengaruh terhadap struktur kristal dan grup ruang ZnO. Nilai parameter kisi a dan c juga tidak mengalami perubahan yang signifikan. Nilai kesesuaian parameter R_p (faktor profil) hasil *refinement* dibawah 10 dan R_{wp} memiliki nilai kurang 20% (Raharjo, 2011). Hal tersebut mengindikasikan kecocokan ZnO hasil sintesis dengan standar ZnO *wurtzite*. Dari data difraktogram XRD juga dapat ditentukan *crystallite size* hasil sintesis. *Crystallite size* dapat ditentukan dari hasil lebar puncak difraktogram XRD dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer. Perhitungan *crystallite size* dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer ditampilkan pada Lampiran 4. Hasil *crystallite size* sampel ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Table 4.2 Hasil perhitungan ukuran kristal ZnO hasil sintesis

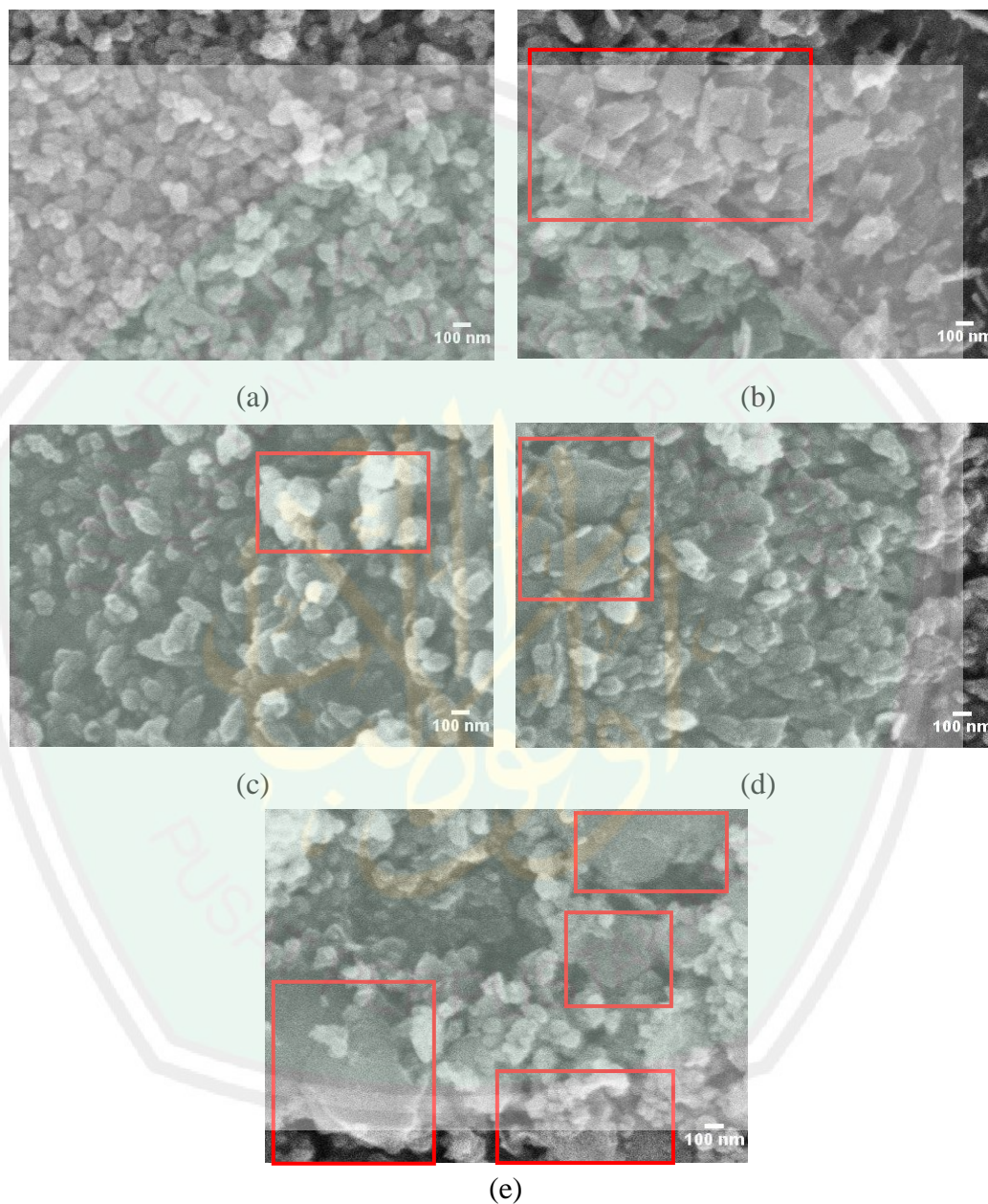
Material	<i>Crystallite Size</i> (nm)
ZnO 30 menit	22,48269
ZnO 60 menit	22,57622
ZnO 180 menit	21,26869
ZnO 360 menit	50,15041
ZnO 360 menit (kontrol)	20,12064

Tabel 4.2 menunjukkan bahwa *crystallite size* yang diperoleh dari hasil pengukuran Debye-Scherrer menunjukkan bahwa material ZnO yang diperoleh memiliki ukuran dibawah 100 nm. Naimah dan Ernawati (2011) melaporkan bahwa fotokatalis yang berukuran nano, yaitu 1-100 nm akan memberikan aktivitas katalitik yang baik. Iradiasi gelombang ultrasonik umumnya memberikan ukuran partikel yang lebih kecil akibat adanya proses kavitasi. Namun, pada data yang diperoleh, iradiasi gelombang ultrasonik selama 360 menit menghasilkan *crystallite size* ZnO yang lebih besar. Nilai *crystallite size* tersebut juga lebih besar dibandingkan dengan ZnO tanpa sonikasi (kontrol). Radiasi gelombang ultrasonik yang semakin lama diduga dapat menaikkan energi permukaan dari material ZnO, sehingga terjadi proses agregasi atau aglomerasi menghasilkan *crystallite size* yang lebih besar. informasi lebih lanjut tentang ukuran morfologi dan distribusi kristal ZnO didapatkan dari hasil analisis data SEM

4.2.2 Karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Morfologi permukaan ZnO hasil sintesis dapat dilihat dari foto mikrograf hasil SEM. Analisis ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik morfologi dari hasil sintesis, distribusi pertumbuhan partikel, dan ukuran partikel ZnO. Hasil

SEM pada ZnO dapat dilihat dari data asli pada Lampiran 5 dan hasil pengolahan pada Gambar 4.5.

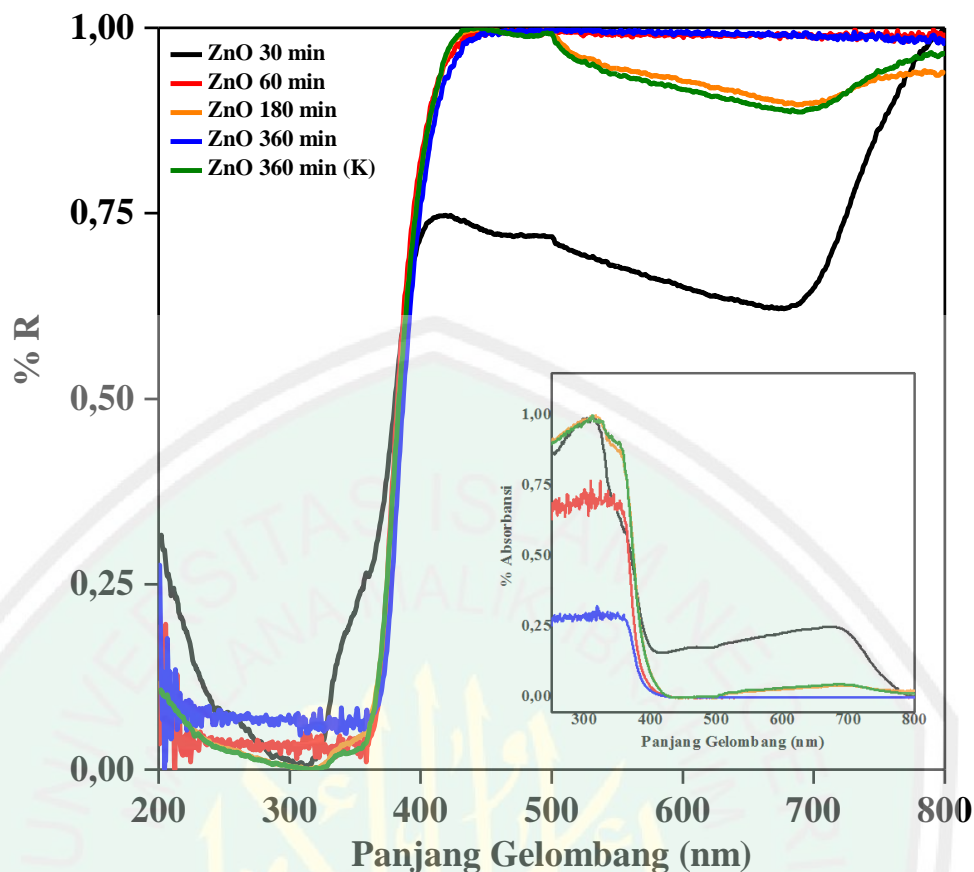


Gambar 4.5 Hasil analisis SEM ZnO (a) sonikasi 30 menit, (b) sonikasi 60 menit, (c) sonikasi 180 menit, (d) sonikasi 360 menit, dan (e) pengadukan 360 menit sebagai kontrol (Gambar *inset* : agregat partikel yang terbentuk)

Hasil gambar yang diperoleh diolah menggunakan *software Image-J* dengan garis skala 100 nm agar terlihat perbedaan distribusi partikel pada permukaan ZnO hasil sintesis. Ukuran partikel yang lebih kecil dan distribusi bentuk partikel pada permukaan ZnO yang lebih merata didapatkan pada variasi waktu sonikasi selama 30 menit jika dibandingkan dengan waktu sonikasi selama 60, 180 dan 360 menit. Pada waktu sonikasi 60, 180, dan 360 menit terbentuk agregat yang ditunjukkan pada Gambar 4.5 (*inset*). Ukuran partikel yang dihasilkan dengan metode sonikasi memperlihatkan kecenderungan bahwa semakin lama variasi waktu sonikasi maka ukuran semakin besar. Hal tersebut dimungkinkan semakin lama radiasi gelombang ultrasonik, maka energi total permukaan semakin besar. Agar dapat menurunkan energi total permukaan, partikel akan mulai bergabung sehingga terdapat agregat atau penggumpalan. Meskipun demikian, hasil morfologi ZnO yang disintesis dengan menggunakan sonikasi lebih baik dibandingkan tanpa sonikasi. Hasil sintesis tanpa sonikasi didapatkan permukaan yang tidak merata dengan terbentuknya banyak gumpalan besar pada permukaan ZnO. Hal tersebut menunjukkan bahwa pada waktu sonikasi yang cukup singkat sudah dihasilkan butiran pada permukaan material yang lebih merata.

4.2.3 Karakterisasi menggunakan *Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS)*

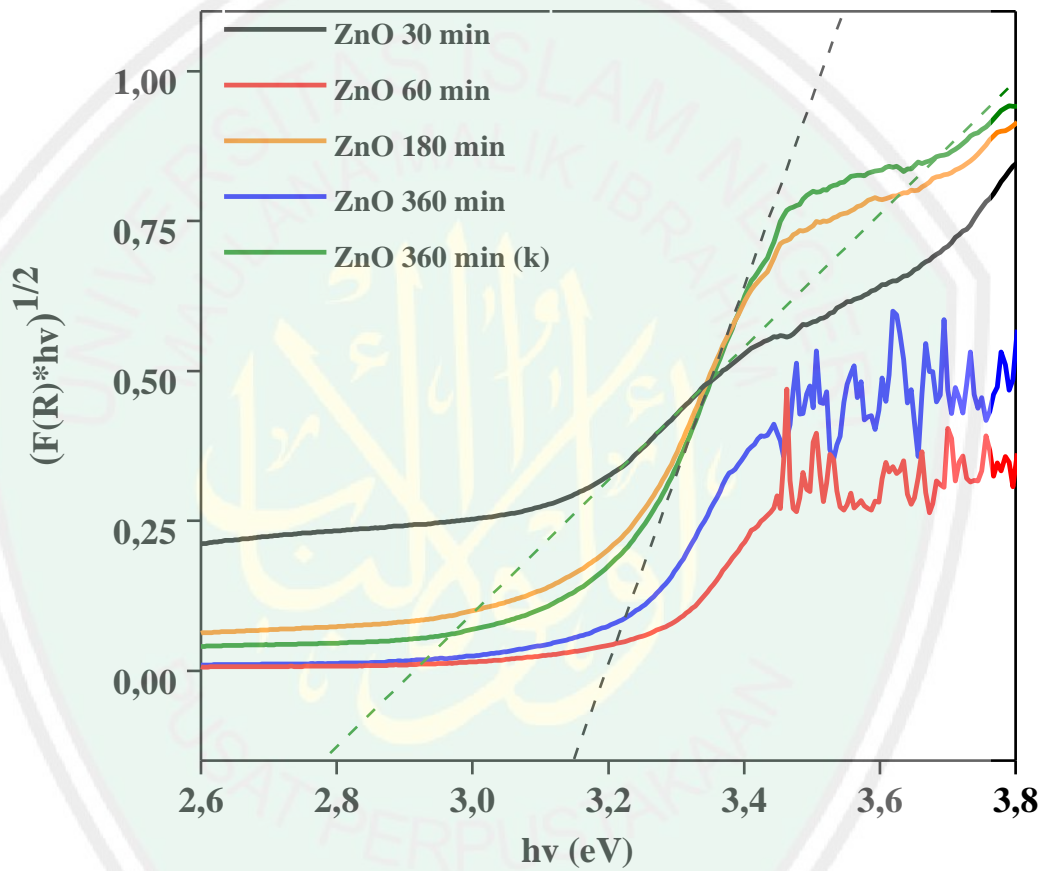
Pengukuran menggunakan DRS bertujuan untuk mengetahui karakter serapan sinar dan nilai energi celah pita produk hasil sintesis. Serapan sinar UV dan cahaya tampak serta nilai energi celah pita sangat penting karena dapat mempengaruhi kinerja dari semikonduktor dalam mengeksitasi elektron. Data pengukuran menggunakan DRS dapat ditunjukkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Hubungan spektra UV-DRS antara reflektansi (%) vs panjang gelombang (*inset* : nilai absorbansi (%) vs panjang gelombang)

Berdasarkan Gambar 4.6 dapat diketahui bahwa adanya perubahan nilai persen reflektansi pada hasil analisis menggunakan UV-DRS yang dilakukan pada rentang panjang gelombang 200-800 nm. Penurunan nilai reflektansi dapat teramati pada daerah sinar tampak untuk ZnO waktu sonikasi 30 menit yang menunjukkan puncak absorpsi paling besar jika dibandingkan dengan variasi 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 yang lebih besar, sehingga diharapkan memiliki aktivitas fotokatalis yang lebih efektif.

Nilai energi celah pita didapatkan dari perhitungan data persen reflektansi DRS dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk (persamaan 3.2). Dari perhitungan persamaan 3.2 didapatkan hubungan antara $(FR*hv)^{1/2}$ dengan energi foton (hv) yang ditampilkan pada Gambar 4.7. Perhitungan nilai energi celah pita secara rinci terdapat pada Lampiran 6 dan Tabel 4.4.



Gambar 4.7 Hubungan $(F(R) \times hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv)

Tabel 4.3 Nilai energi celah pita dan nilai serapan panjang gelombang material ZnO hasil sintesis

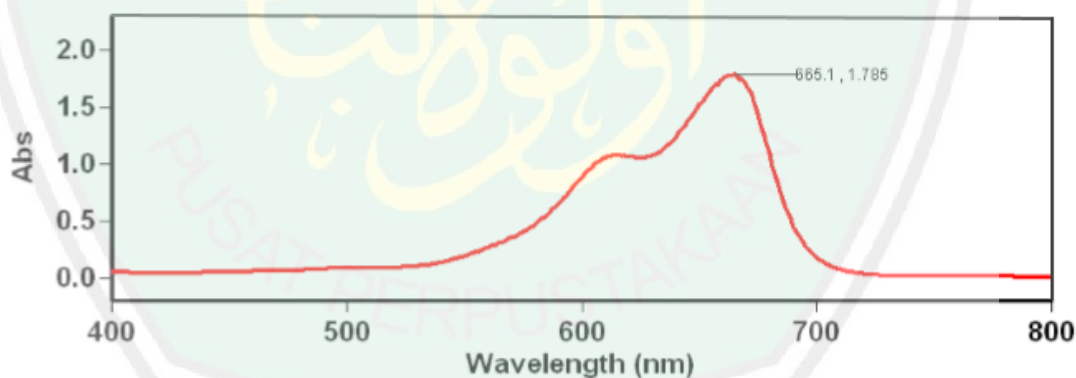
Material	Energi Celah Pita (eV)	Panjang Gelombang (nm)
ZnO Sonikasi 30 Menit	2,79	444,44
ZnO Sonikasi 60 Menit	3,18	389,93
ZnO Sonikasi 180 Menit	3,10	400,00
ZnO Sonikasi 360 Menit	3,16	392,40
ZnO Kontrol 360 Menit	3,15	393,65

Nilai energi celah pita ZnO pada umumnya sebesar 3,20 eV dengan panjang gelombang cahaya yang dibutuhkan oleh energi celah pita ZnO tersebut sebesar 375 nm (Gunlazuardi, 2009). Dari Tabel 4.3 memiliki energi celah pita paling rendah yakni 2,79 eV yang sebanding dengan sinar tampak pada panjang gelombang 444,44 nm. Hal ini menunjukkan bahwa ZnO hasil sonikasi dapat bekerja pada range sinar yang lebih lebar yaitu pada range UV hingga sinar tampak. Energi celah pita yang semakin kecil dapat meningkatkan aktifitas fotokatalisnya, karena hanya dibutuhkan energi yang lebih kecil untuk elektron mengalami eksitasi dan menghasilkan *hole*. Berdasarkan karakter serapan sinar dan energi celah pita menunjukkan bahwa ZnO 30 menit memiliki potensi lebih efektif dibanding variasi waktu yang lain untuk dimanfaatkan sebagai material fotokatalis. Hasil uji aktivitas fotokatalis dijelaskan lebih lanjut pada sub bab 4.3.

4.3 Uji Aktivitas Material Fotokatalis ZnO pada Degradasi Zat Warna Metilen Biru

4.3.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru

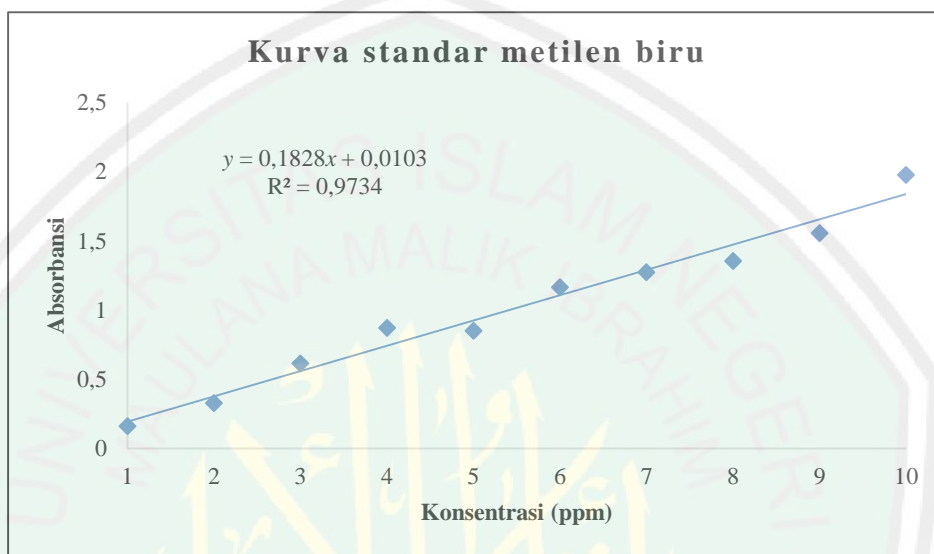
Perlakuan awal sebelum dilakukan proses degradasi metilen biru yaitu menentukan panjang gelombang maksimum pada metilen biru. Tujuan penentuan panjang gelombang maksimum untuk mengetahui absorbansi maksimum metilen biru pada panjang gelombang yang dihasilkan. Hasil pengukuran pada spektrofotometer UV-Vis menentukan panjang gelombang maksimum ditampilkan pada Gambar 4.7 dengan hasil sebesar 665,1 nm. Senyawa metilen biru mempunyai gugus yang memiliki pasangan elektron π yang terkonjugasi. Sehingga transisi elektronik yang terjadi adalah $\pi-\pi^*$. Konjugasi yang dimiliki senyawa metilen biru cukup panjang, maka didapatkan panjang gelombang yang semakin besar (pergeseran batokromik). Hasil pengukuran panjang gelombang maksimum akan digunakan pada perlakuan selanjutnya.



Gambar 4.8 Panjang gelombang metilen biru pH 9

4.3.2 Pembuatan Kurva Standar Metilen Biru

Pembuatan kurva standar metilen biru dilakukan pada konsentrasi 1-10 ppm pada panjang gelombang 665,1 nm. Hasil pembuatan kurva standar dapat ditunjukkan pada Lampiran 7 dan Gambar 4.9.

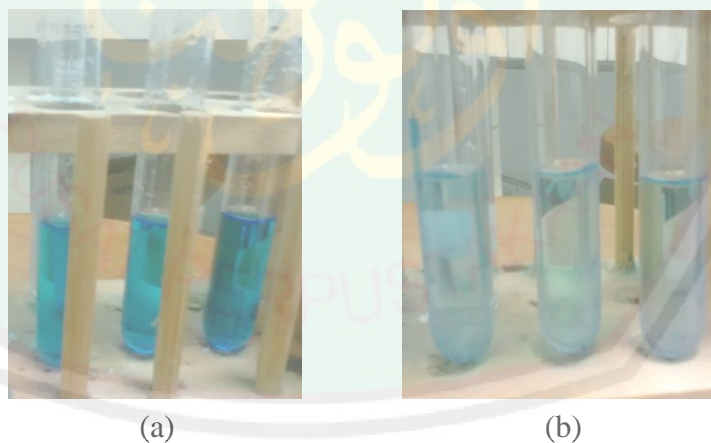


Gambar 4.9 Kurva Standar metilen biru pH 9 pada konsentrasi 1-10 ppm

Gambar 4.9 hasil konsentrasi yang diperoleh sesuai dengan hukum Lambert-Beer yang menyatakan bahwa besar nilai absorbansi akan berbanding lurus dengan konsentrasi larutan. Hasil koefisien korelasi (R) sebesar 0,9734 yang menunjukkan kelinieran tinggi hubungan antara absorbansi dan konsentrasi. Untuk menentukan nilai konsentrasi metilen biru dapat dihitung dengan menggunakan persamaan yang telah diperoleh yaitu $y = 0,1828x + 0,0103$, dimana nilai y adalah absorbansi dan nilai x adalah konsentrasi metilen biru. Konsentrasi akan didapatkan pada saat sudah memasukkan nilai absorbansi kedalam persamaan tersebut.

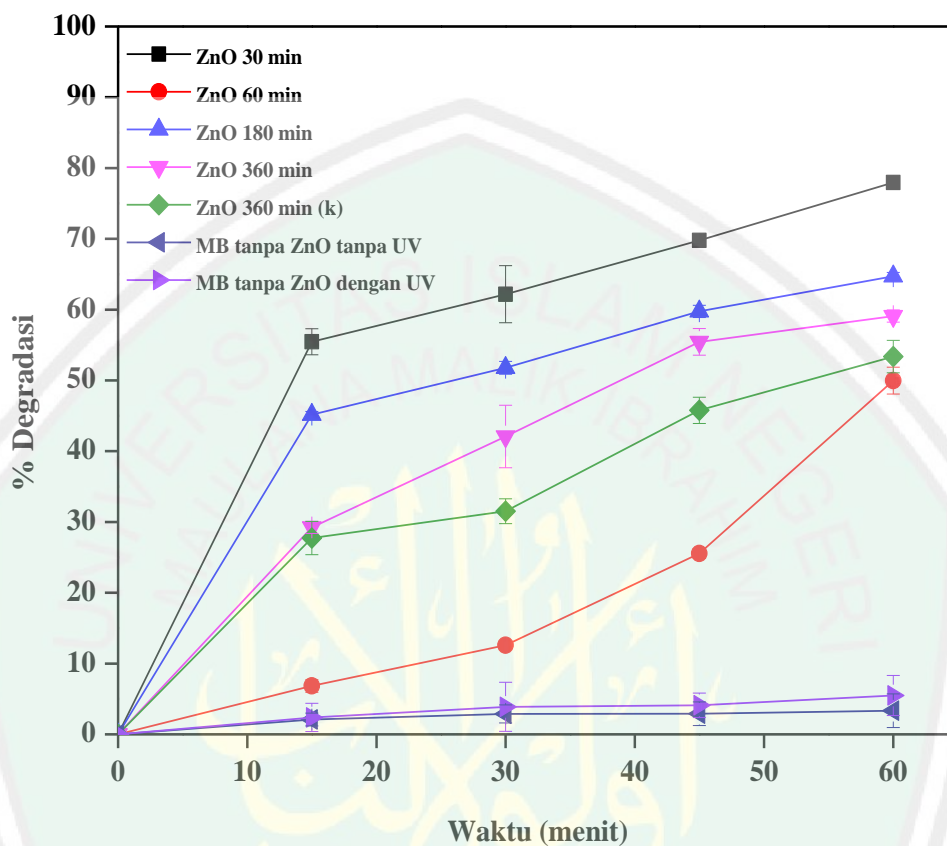
4.3.3 Uji Degradasi Metilen Biru dengan Menggunakan Material Fotokatalis ZnO

Uji degradasi metilen biru dengan menggunakan ZnO sebagai katalis dilakukan dengan bantuan sinar UV dengan panjang gelombang 365 nm. Hasil uji degradasi selanjutnya dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum sebesar 665,1 nm. Untuk menguji kestabilan metilen biru terhadap waktu dan cahaya, maka dilakukan pengukuran konsentrasi metilen biru dalam keadaan gelap dan diterangi cahaya pada rentang waktu penyinaran selama 60 menit. Proses degradasi dapat diamati melalui perubahan intensitas pada zat warna metilen biru. Perubahan warna yang terjadi dapat diindikasikan adanya pemutusan rantai pada kompleks zat warna metilen biru menjadi struktur yang lebih sederhana. Hal tersebut dapat ditunjukkan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 (a) Metilen biru sebelum degradasi, (b) metilen biru sesudah degradasi dengan katalis ZnO pH 9.

Hasil uji degradasi metilen biru pada pH 9 dapat ditunjukkan pada Gambar 4.11 dan Tabel 4.4.



Gambar 4.11 Uji degradasi metilen biru dengan katalis ZnO pada pH 9

Tabel 4.4 Nilai % degradasi metilen biru dengan katalis ZnO pH 9

Waktu Sonikasi ZnO (menit)	% degradasi			
	15 menit	30 menit	45 menit	60 menit
30	55,45	62,17	69,77	77,94
60	6,83	12,59	25,55	49,97
180	45,15	51,77	59,75	64,71
360	29,23	42,07	55,43	59,09
360 (kontrol)	27,23	31,52	45,77	53,36

Gambar 4.11 dapat menunjukkan degradasi metilen biru meningkat seiring peningkatan waktu reaksi hingga 60 menit. Persen degradasi metilen biru tanpa

katalis dan tanpa penyinaran lampu UV masih dibawah 4% sedangkan degradasi metilen biru tanpa katalis dengan penyinaran lampu UV sebesar 5%. Nilai % degradasi yang diperoleh pada metilen biru dengan katalis ZnO sonikasi selama 360 menit lebih tinggi dibandingkan menggunakan katalis ZnO 360 menit tanpa sonikasi. Selisih nilai % degradasi menggunakan ZnO 360 menit sonikasi dengan ZnO 360 menit tanpa sonikasi hanya sedikit, hal tersebut sesuai pada hasil SEM yang menunjukkan morfologi ZnO 360 menit sonikasi juga terdapat agregat, namun tidak sebesar agregat pada permukaan ZnO 360 menit tanpa sonikasi.

Nilai % degradasi metilen biru yang paling optimum hingga 77,94 % diperoleh dengan katalis ZnO waktu sonikasi 30 menit. Hasil nilai % degradasi yang diperoleh sesuai dengan data SEM yang menunjukkan permukaan morfologi ZnO waktu sonikasi 30 menit yang paling terdistribusi merata, serta data DRS yang menunjukkan nilai energi celah pita yang paling kecil yakni 2,79 eV yang sebanding dengan sinar tampak pada panjang gelombang 444,44 nm.

4.4 Manfaat ZnO Sebagai Fotokatalis dalam Perspektif Islam

Sintesis material fotokatalis berupa ZnO dapat diaplikasikan untuk penanganan limbah zat warna berupa metilen biru. Pembuangan limbah berwarna ke lingkungan merupakan sumber pencemaran lingkungan dan dapat menjadi permasalahan serius bagi kesehatan dan lingkungan (Prado, dkk., 2008). Oleh karena itu, salah satu upaya dalam menata tatanan kehidupan di alam dengan menjaga keseimbangan kehidupan lingkungan hidup dan selalu merawatnya. Usaha memikirkan segala ciptaan Allah SWT dalam keadaan apapun menjadi pondasi dasar yang disebut *Ulul Albab* yang telah Allah SWT jelaskan dalam QS. Ali Imran (3)190-191. Tafsir QS. Ali Imran (3)190-191 menjelaskan bahwa apa

yang diciptakan oleh Allah SWT yang berada di langit dan di bumi adalah untuk kehidupan, kebutuhan dan rizki manusia dan hanya orang yang berilmu dan yang mendapatkan berkah dari Allah yang mampu membaca tentang ciptaan Allah SWT (Thabari, 2008). Hal tersebut merupakan bukti bahwa ilmu pengetahuan memiliki kedudukan penting dalam kehidupan manusia. Sesuai dengan firman Allah SWT dalam surat Al-Mujadilah (58)11:

يَأْتِيهَا الَّذِينَ ءَامَنُوا إِذَا قِيلَ لَكُمْ تَفَسَّحُوا فِي الْمَجَالِسِ فَافْسَحُوا يَفْسَحِ اللَّهُ لَكُمْ ۗ وَإِذَا قِيلَ أَدْشُرُوا فَأَدْشُرُوا يَرْفَعِ اللَّهُ الَّذِينَ ءَامَنُوا مِنْكُمْ وَالَّذِينَ أُوتُوا الْعِلْمَ دَرَجَاتٍ ۗ وَاللَّهُ بِمَا تَعْمَلُونَ خَبِيرٌ ﴿١١﴾

Artinya : *“Hai orang-orang beriman apabila dikatakan kepadamu: "Berlapang-lapanglah dalam majlis", maka lapangkanlah niscaya Allah akan memberi kelapangan untukmu. Dan apabila dikatakan: "Berdirilah kamu", maka berdirilah, niscaya Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman di antaramu dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat. Dan Allah Maha Mengetahui apa yang kamu kerjakan”*

Shihab (2003) menafsirkan ayat di atas bahwa Allah SWT akan meninggikan derajat orang-orang mukmin yang ikhlas dan orang-orang yang berilmu menjadi beberapa derajat dan Allah SWT Maha Mengetahui segala sesuatu yang manusia perbuat. Dalam tafsir Qurthubi (2009) juga menyebutkan bahwa orang-orang yang berilmu adalah mereka yang dapat mengambil manfaat dari ilmunya dan mengamalkannya. Orang yang tidak mengamalkannya dan tidak bisa mengambil manfaat dari ilmunya sama dengan orang yang tidak berilmu.

Kita sebagai umat manusia dianjurkan untuk mencari ilmu Allah SWT. Usaha dalam mencari ilmu Allah SWT antara lain dengan melihat, memahami, dan berfikir akan semua ciptaan Allah SWT yang berada di langit dan bumi. Allah SWT menciptakan segala sesuatu yang ada di langit dan bumi ini tidaklah sia-sia,

melainkan mengandung hikmah bagi umat manusia. Hal tersebut dapat ditunjukkan dalam firman Allah SWT QS. Shaad (38)27:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا

Artinya: “ Dan kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah ”

Kegunaan material hasil sintesis ini yang berupa padatan ZnO dapat digunakan sebagai absorben, ilmu biomedis, sel surya, feromagnetik dan lainnya. Proses berfikir tentang ZnO ini dapat dilakukan dengan mensintesis material ini agar dapat digunakan dalam mendegradasi limbah zat warna yang berbahaya bagi lingkungan serta dapat mengganggu aktifitas manusia. Hal tersebut dapat menjadi hikmah dari hasil sintesis yang dilakukan. Limbah zat warna pada penelitian ini berupa metilen biru yang kebanyakan dihasilkan dari pabrik tekstil. Adanya manfaat yang cukup luas dari ZnO ini menjadikan kita untuk berfikir dan memahami tentang sifat dan karakteristik ZnO. Sesuai dalam firman Allah SWT dalam QS. Al-Jaatsiyah (45)13 menjelaskan bahwa segala sesuatu yang Allah SWT ciptakan tidaklah sia-sia.

وَسَخَّرَ لَكُمْ مَّا فِي السَّمَوَاتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا مِّنْهُ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ
يَتَفَكَّرُونَ ﴿١٣﴾

Artinya: “ Dan dia telah menundukkan untukmu apa yang di langit dan apa yang di bumi semuanya, (sebagai rahmat) daripada-Nya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berfikir”

Tafsir Al-Maraghi memberikan penjelasan bahwa tidak ada segala sesuatu yang Allah SWT ciptakan yang tidak berarti dan sia-sia, bahkan semua ciptaanNya adalah hak, yang mengandung hikmah-hikmah yang agung dan maslahat yang besar (Sitanggal, 1993). Tafsir Ibnu Katsir menjelaskan bahwa

Allah SWT menceritakan berbagai nikmat-Nya yang diberikan kepada hamba-hamba-Nya. Dia berfirman, *جَمِيعًا مِّنْهُ* “*Semuanya dari-Nya*”. Yaitu, dari sisi-Nya

semata, tidak ada sekutu bagi-Nya dalam hal itu. *إِنَّ فِي ذَٰلِكَ لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ*

“Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berfikir.” (Al-Sheikh, 1994). Segala nikmat ini merupakan bukti kekuasaan Allah SWT bagi kaum yang memikirkan ayat-ayat, mengkajinya dan melakukan penelitian ilmiah. Itulah bentuk dari bagaimana manusia dapat mengoptimalkan daya fikir yang telah diberikan oleh Allah SWT (Mahran, 2006).



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang dilakukan dapat diperoleh berbagai kesimpulan yaitu :

1. Material fotokatalis ZnO hasil sintesis didapatkan struktur *wurtzite* dengan grup ruang $P6_3mc$. ZnO pada waktu sonikasi 30 menit dihasilkan energi celah pita paling kecil sebesar 2,79 eV dengan serapan panjang gelombang 444,44 nm. Distribusi morfologi partikel yang paling merata didapatkan pada ZnO waktu sonikasi 30 menit.
2. Presentasi hasil fotodegradasi material hasil sintesis terhadap zat warna metilen biru pada sinar UV untuk ZnO 30, 60, 180, 360, dan 360 (kontrol) selama 60 menit berturut-turut sebesar 77,94; 49,97; 64,71; 59,09 dan 53,36 %.

5.2 Saran

1. Dapat dilakukan pengukuran luas permukaan untuk mengetahui luas area spesifik pada material hasil sintesis.
2. Perlu dilakukan penentuan kondisi optimum pada variasi lain seperti variasi pH, berat katalis, lama penyinaran, jenis penyinaran, dan konsentrasi zat warna metilen biru untuk mengetahui efektifitas material fotokatalis.
3. Dapat dilakukan penambahan *doping* dalam sintesis agar dapat mengetahui perubahan ukuran partikel, morfologi partikel, energi celah pita, dan meningkatkan aktifitas material fotokatalis pada rentang sinar tampak.

DAFTAR PUSTAKA

- Afrozi, A.S. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Katalis Nanokomposit Berbasis Titania untuk Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air. *Tesis*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Alammar, T., dan Mudring, A. V. 2009. Facile Ultrasound-Assisted Synthesis of ZnO Nanorods in an Ionic Liquid. *Materials Letters*, 63(10): 732–735.
- Alavi, A. M., Morsali, A. 2011. Sonochemically Assisted Synthesis of ZnO Nanoparticles : A Novel Direct Method. *Journal Chemistry Engineering*, 30(3): 75–81.
- Alkaim, A. F., Aljebore, A. M., Alrazaq, N. A., Baqir, S. J., Hussein, F. H., dan Lilo, A. J. 2014. Effect of pH on Adsorption and Photocatalytic Degradation Efficiency of Different Catalyst on Removal of Methylene Blue. *Asian Journal of Chemistry*, 24(26): 8445-8448.
- Aneesh, P. M., Vanaja, K. A., dan Jayaraj, M. K. 2007. Synthesis of ZnO Nanoparticles by Hydrothermal Method. *Nanophotonic Material IV*. 6639(15): 1-9.
- Anju, S. G., Jyothi, K. P., Joseph, S., Suguna, Y., dan Yesodharan, E. P. 2012. Ultrasound Assisted Semiconductor Mediated Catalytic Degradation of Organic Pollutants in Water : Comparative Efficacy of ZnO, TiO₂, and ZnO-TiO₂. *Research Journal of Recent Sciences*, 1(ISC-2011): 191–201.
- Arief. 2011. Degradasi Fotokatalik Fenol Menggunakan Fotokatalis ZnO dan Sinar UV. Di dalam : Permata, Dessy. *Skripsi*. Bali: FMIPA, Universitas Udayana.
- Arutanti, O., Abdullah, M., Khairurrijal., dan Mahfudz, H. 2009. Penjernihan Air dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalis pada Permukaan Titanium Dioksida (TiO₂). *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*, ISSN 1979-088V.
- Astuti, Z.H. 2007. *Kebergantungan Ukuran Nanopartikel Terhadap Warna yang dipancarkan pada Proses Deeksitasi*. Bandung: Institut Teknologi Bandung.
- Benhebal, H., Chaib, M., Salmon, T., Lambert, D., Crine, M., dan Heinrichs, B. 2013. Photocatalytic Degradation of Phenol and Benzoic Acid using Zinc Oxide Powders Prepared by the Sol–gel Process. *Alexandria Engineering journal*, 52(3): 517–523.
- Blackwell, S., Smith, R., Kenny, S. D., Walls, J. M., dan Sanz-navarro, C. F.

2013. Modelling the Growth of ZnO Thin Films by PVD Methods and the Effects of Post-annealing. *Journal of Physics:Condensed Matter*, 25(13): 1-12.
- 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.
- Carneiro, P. A., Osugi, M. E., Sene, J. J., Anderson, Marc. A., dan Zanoni, Maria. V. B. 2004. Evaluation of Color Removal and Degradation of a Reactive Textile Azo Dye on Nanoporous TiO₂ Thin-film Electrodes. *Electrochimica Acta*, 49(22): 3807-3820.
- Castellote, M., Bengtsson., N-Y.Ohama., D.V. Gemert. 2011. *Application of Titanium Dioxide Photocatalysis to Construction Mateials*. Oca Roton: CRC Press.
- Chakrabarti, S., dan Dutta, B. K., 2004. Photocatalytic Degradation of Model Textile Dyes in Wastewater using ZnO as Semiconductor Catalyst. *Journal of Hazardous Materials*, 112(3): 269-278.
- Chekir, N., Benhabiles, O., Tassalit, D., Laoufi, N. A., dan Bentahar, F. 2015. Photocatalytic Degradation of Methylene Blue in Aqueous Suspensions Using TiO₂ and ZnO. *Journal of Desalination and Water Treatment*, 13(57): 1-7.
- Chen, S., Kumar, R. V., Gedanken, A., dan Zaban, A. 2001. Sonochemical Syntesis of Crystalline Nanoporous Zinc Oxide Spheres and their Application in Dye-Sensitized Solar Cell. *Israel Journal Chemistry*, 41(1): 51-54.
- Fatimah, I., Sugiharto, E., Wijaya, K., Tahir, I., dan Kamalia. 2006. Titanium Oxide Dispered on Natural Zeolite (TiO₂/Zeolite) and Its Application for Congo Red Photodegradation. *Indonesian Journal of Chemistry*, 6(1): 8-42.
- Gao.W., Li. Z.W. 2004. ZnO Thin Film Produced by Magnetron Sputtering. *Ceramics International*, 30(7): 1155-1159.
- Gunlazuardi, J. 2001. Fotokatalisis pada Permukaan TiO₂: Aspek Fundamental dan Aplikasinya. *Seminar Nasional Kimia Fisika II*. Depok: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Indonesia.
- Hamdaoui, O dan Chiha, M. 2006. Removal of Methylene Blue from Aqueous Solution by Wheat Bran. *Journal Acta Chemistry*, 54(15): 407-418.

- Heshmat, M., Abdizadeh, H., dan Golobostanfard, M. R. 2015. Sonochemical Assisted Synthesis of ZnO Nanostructured Thin Films Prepared by Sol-gel Method. *Procedia Materials Science*, 11: 486–490.
- Hu, X., Zhu, Y., dan Wang, S. W. 2004. Sonochemical and Microwave-Assisted Synthesis of Linked Single-Crystalline ZnO Rods, *Mater. Materials Chemistry and Physics*, 88(2-3): 421-426.
- Hutabarat, R. Synthesis and Characteristic of Photocatalyst Fe²⁺-ZnO on Natural Zeolite Based. *Skripsi*. Depok: Universitas Indonesia.
- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam Struktur, Sintesis dan Sifat-sifatnya*. Bandung: ITB.
- Jang, Y. J., Simer, C., Ohm, T. 2006. Comparison of Zinc Oxide Nanoparticles and its Nano-Crystalline Particles on the Photocatalytic Degradation of Methylene Blue. *Journal Materials Research Bulletin*, 41(11): 67-77.
- Jazairi, Syaikh Abu Bakar Jabir. 2007. *Tafsir Al-Qur'an Al-Aisar (jilid 3)*. Jakarta: Darus Sunnah Press.
- Kanade, K.G., Kale, B.B., Aiyer, R.C., dan Das, B.K. 2006. Effect of Solvents on the Synthesis of Nano-size Seng Oxide and its Properties. *Materials Research Bulletin*, 41(3): 590– 600.
- Kripal, R., Gupta, A. K., Srivastava, R. K., dan Mishra, S. K. 2011. Spectrochimica Acta Part A : Molecular and Biomolecular Spectroscopy Photoconductivity and Photoluminescence of ZnO Nanoparticles Synthesized Via Co-Precipitation Method. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 79(5): 1605–1612.
- Lee, K. J. 2005. Study of Stability of ZnO Nanoparticles and Growth Mechanisms of Colloidal ZnO Nanorods. *Thesis Mechanical Engineering*. Korea University.
- Lestari, M. W., Hadi, S., dan Wahyuni, S. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Nanokatalis CuO/TiO₂ yang Diaplikasikan pada Proses Degradasi Limbah Fenol. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 2(2): 154-159.
- Li, H., Ni, Y., dan J, Hong. 2009. Ultrasound-assisted Preparation, Characterization and Properties of Flower-like ZnO Microstructures. *Journal of Scripta Material*, 60(7): 524-572.
- Liao, C.H., C.W. Huang, dan Wu, J. C. S. 2012. Hydrogen Production from Semiconductor Based Photocatalysis Via Water Splitting. *Journal Catalysis*, 2(1): 490-516.

- Mahato, T. H., Prasad, G. K., Singh, B., Acharya, J., Srivastava, A. R., dan Vijayaraghavan, R. 2009. Nanocrystalline Zinc Oxide for the Decontamination of Sarin. *Journal of Hazardous Materials*, 165(1): 928–932.
- Mahran, J. 2006. *Al-Quran Bertutur Tentang Makanan dan Obat-obatan*. Yogyakarta: Mitra Pustaka.
- Marquez, J. A. R., Herrera, C. M., Fuentes, M. L., dan Rosas, L. M. 2012. Effect of Three Operating Variables on Degradation of Methylene Blue by ZnO Electrodeposited: Responce Surface Methodology. *International Journal of Electrochemical Science*, 7(11): 11043-11051.
- Marsalek, R. 2014. Particle Size and Zeta Potential of ZnO. *Procedia-Social and Behavioral Sciences*, 9: 13–17.
- Maryanti, E. 2008. *Studi Pengaruh Listrik pada Pertumbuhan Kristal ZnO*. Jurusan Kimia ITB. Bandung: Tidak diterbitkan.
- Marquez, J. A. R., Herrera, C. M., Fuentes, M. L., dan Rosas, L. M. 2012. Effect of Three Operating Variables on Degradation of Methylene Blue by ZnO Electrodeposited: Responce Surface Methodology. *International Journal of Electrochemical Science*, 7(12): 11043-11051.
- Masuda, Y. dan Kazumi, Kato. 2008. High c-axis Oriented Stand-alone ZnO Self-Assembeld Film. *Crystal Growth and Design*, 8(1): 275-279.
- Mayekar, J., Dhar, V., dan Radha, S. 2014. Role of Salt Precursor in the Synthesis of Zinc Oxide Nanoparticles. *International Journal of Research in Engineering and Technology*, 3(3): 43-45.
- Modestov, A., Glezer, V., Marjasin, I., and Lev, O. 1997. Photocatalytic Degradation of Chlorinated Phenoxyacetic Acids by A New Buoyant Titania-Exfoliated Graphite Composite Photocatalyst. *Journal of Physical Chemistry B*, 101(23): 4623-4629.
- Morkoc, H. dan Özgür, Ü., 2009, Zinc Oxide : Fundamentals, Materials and Device Technology, wiley-vch Verlag GmbH & Co. KgaA: Weinheim.
- Mornani, E. G., P, M., D, D., dan K, B. 2016. Effect of Calcination Temperature on the Properties of ZnO Nanoparticles. *Journal of Ovonic Research*, 12(2): 713–720.
- Muslimin. 2009. *Sintesis Nanosized CuO/ZnO dan Pemanfaatannya sebagai Sumber Energi Alternatif Solar Cell*. Semarang: UNNES.

- Muthirulan, P., Meenakshisundaram, M., dan Kannan, N. 2013. Beneficial Role of ZnO Photocatalyst Supported With Porous Activated Carbon for the Mineralization of Alizarin Cyanin Green Dye in Aqueous Solution. *Journal of Advanced Research*, 4(6): 479–484.
- Naimah, S., Ermawati, R., 2011. Efek fotokatalisis nano TiO terhadap mekanisme Anti Mikroba *E Coli* dan *Salmonela*. *Jurnal Riset Industri*, 5(2): 113-120.
- Nazir, Z., dan Farhat, K. 2015. Effect of Calcination Temperature on the Properties of ZnO Nanoparticles. *Applied Physics, Materials Science and processing*, 119(2): 713–720.
- Neppolian, B., Sakthivel, S., dan Arabindoo, B. 1999. Degradation of Textile Dye by Solar Light using TiO₂ and ZnO Photocatalysts. *Journal of Environmental Science and Health, Part A : Toxic / Hazardous Substances and Environmental Engineering*, 34(9): 1829-1838.
- Nogueira, R.F.P. dan Jardim, W.F. 1993. Photodegradation of Methylene Blue Using Solar Light and Semiconductor (TiO₂). *Journal of Chemistry Education*, 70(10): 861-862.
- Pal, U., Kim, C. W., Jadhav, N. A., dan Kang, Y. S. 2009. Ultrasound-Assisted Synthesis of Mesoporous ZnO Nanostructures of Different Porosities. *Journal Physic Chemistry*, 113(33): 14676–14680.
- Palupi, Endang. 2006. Degradasi Methylene Blue dengan Metode Fotokatalis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO₂. *Skripsi*. Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor.
- Pinjari, D. V, Pandit, A. B., dan Mhaske, S. T. 2016. Ultrasound Assisted Green Synthesis of Zinc Oxide Nanorods at Room Temperature. *Indian Journal of Chemical Technology*, 23(3): 221–226.
- Poulios, I., Makri, D., Prohaska, X., 1999. Photocatalytic Treatment of Olive Milling Waste Water: Oxidation of Protocatechuic acid. *Global Nest: the International Journal*, 1(1): 55-59.
- Prado, A. G. S., Bolzon, L. B., Pedroso, C. P., Moura, A. O., dan Costa, L. L. 2008. Nb₂O₅ as Efficient and Recyclable Photocatalyst for Indigo Carmine Degradation. *Journal Application Catalyst B: Enviromental*, 82(11): 219-224.
- Pudukudy, M., dan Yaakob, Z. 2014. Applied Surface Science Facile Solid State Synthesis of ZnO Hexagonal Nanogranules with Excellent Photocatalytic Activity. *Applied Surface Science*, 292(13): 520–530.

- Qurthubi, I. 2009. *Tafsir Al-Qurthubi*. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Raharjo, H., dan Prasetyoko, D. 2011. Sintesis Nano ZnO dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasinya. *Skripsi*. Jurusan Kimia, FMIPA ITS Surabaya.
- Raharjo, M. 2009. Struktur Kristal, Sifat Listrik (resistivitas), dan Sifat Optik Film Tipis ZnO dengan Doping Al yang Ditumbuhkan dengan Metode DC Magnetron Sputtering. *Skripsi*. Universitas Negeri Semarang.
- Riyanto dan Julianto, T. S. 2009. *Degradasi Senyawa Metilen Biru dengan Metode Elektrolisis menggunakan Elektroda Platinum*. Proyek Penelitian Hibah Bersaing DIKTI. Yogyakarta.
- Sakthivel, S., Neppolian, B., Shankar, M. V, Arabindoo, B., Palanichamy, M., dan Murugesan, V. 2003. Solar Photocatalytic Degradation of Azo Dye: Comparison of Photocatalytic Efficiency of ZnO and TiO₂. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 77(1): 65–82.
- Seetawan, U., Jugsujinda, S., Seetawan, T., dan Ratchasin, A. 2011. Effect of Calcinations Temperature on Crystallography and Nanoparticles in ZnO. 2(9): 1302–1306.
- Shakti, N. 2010. Structural and Optical Properties of Sol-gel Prepared ZnO Thin Film. *Applied Physics Research*, 2(1): 19–28.
- Shidpour, R., Simchi, A., Ghanbari, F., dan Vossoughi, M. 2014. Photodegradation of Organic Dye by Zinc Oxide Nanosystems With Special Defect Structure: Effect of Morphology and Annealing Temperature. *Journal Applied Catalys A: General*, 472(2): 198-204.
- Shihab, M. Quraish. 2003. *Tafsir Al-Misbah jilid 6*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sholeh, Muhammad. 2014. Application of Advanced Oxidation Processes (AoPs) for Tannery Wastewater Treatment. *Seminar Nasional Kulit, Karet dan Plastik ke-3*. Yogyakarta.
- Sitanggal, A. U. 1993. *Tafsir Al-Maraghi*. Semarang: Toha Putra.
- Sokolov, P. S., Baranov, A. N., Dobrokhotova, Z. V., dan Solozhenkoa, V. L. 2010. Synthesis and Thermal Stability of Cubic ZnO in the Salt Nanocomposites. *Russian Chemical Bulletin*, 59(2): 325–328.
- Stretcher, P. G. 1968. *The Merck Index*, Eight Edition. New York : Merck and Co, Inc.

- Suslick, K.S. dan Price, G.J. 1999. Application of Ultrasound to Material Chemistry. *Annual Review of Materials Science*, 29: 295–326.
- Sutanto, H., Nurhasanah, I., dan Hadiyanto, H., 2014. Effect of Mn Concentration on Magnetic and Structural Properties of GaN: Mn Deposited on Silicon Substrate Using Chemical Solution Deposition Method, *Romanian Journal of Materials*, 44(3): 298-303.
- Sutanto, H., Wibowo, Singgih., 2015. *Semikonduktor Fotokatalis Seng Oksida dan Titania (Sintesis, Deposisi dan Aplikasi)*. Semarang: Telescope.
- Tang, C. 2013. Study of Photocatalytic Degradation of Methyl Orange on Different Morphologies of ZnO Catalysts. *Modern Research in Catalysis*, 2(2): 19–24.
- Thabari. 2009. *Tafsir Ath-Thabari*. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Wahab, R., Ansari, S. G., Kim, Y., Seo, H., dan Shin, H. 2007. Room Temperature Synthesis of Needle-Shaped ZnO Nanorods Via Sonochemical Method. *Applied Surface Science*, 253(18): 7622–7626.
- Wahab, R., Kim, Y., dan Shin, H. 2009. Synthesis, Characterization and Effect of pH Variation on Zinc Oxide Nanostructures. *Materials Transactions*, 50(8): 2092–2097.
- Wang, Y. X., Sun, J., Fan, X. Y., dan Yu, X. 2011. A CTAB-assisted Hydrothermal and Solvothermal Synthesis of ZnO Nanopowders. *International Journal*, 37(8): 3431-3436.
- Wang, Y., Zhang, C., Bi, S., dan Luo, G. 2010. Preparation of ZnO nanoparticles using the direct precipitation method in a membrane dispersion micro-structured reactor. *Powder Technology*, 202(3): 130–136.
- Wang, Z.L. 2004. Zinc Oxide Nanostructures: Growth, Properties and Applications. *Journal Physics: Condensed Matter*, 16(25): R829–R858.
- Widiyana, Kasih. 2011. Penumbuhan Nanopartikel Seng Oksida (ZnO) yang disintesis dengan Metode Sonokimia dan Pemanfaatannya Sebagai Tinta Pengaman. *Skripsi*. Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negri Semarang.
- Witjaksono, Ary. 2011. Karakterisasi Nanokristalin ZnO Hasil Presipitasi Dengan Perlakuan Pengeringan, Anil dan Pasca-Hidrotermal. *Tesis*. Departemen Metalurgi dan Material. Depok : Universitas Indonesia.
- Xiao, Q., Huang, S., dan Zhang, J. 2008. Sonochemical synthesis of ZnO Nanosheet. *Journal of Alloys and Compounds*, 459(3): 18–22.

Yadav, R.S., Priya, Mishra., Pandey, A. C. 2008. Growth Mechanisme and Optical Property of ZnO Nanoparticles Synthesized by Sonochemical Method. *Ultrasonic Sonochemistry*, 15(5): 863-868.

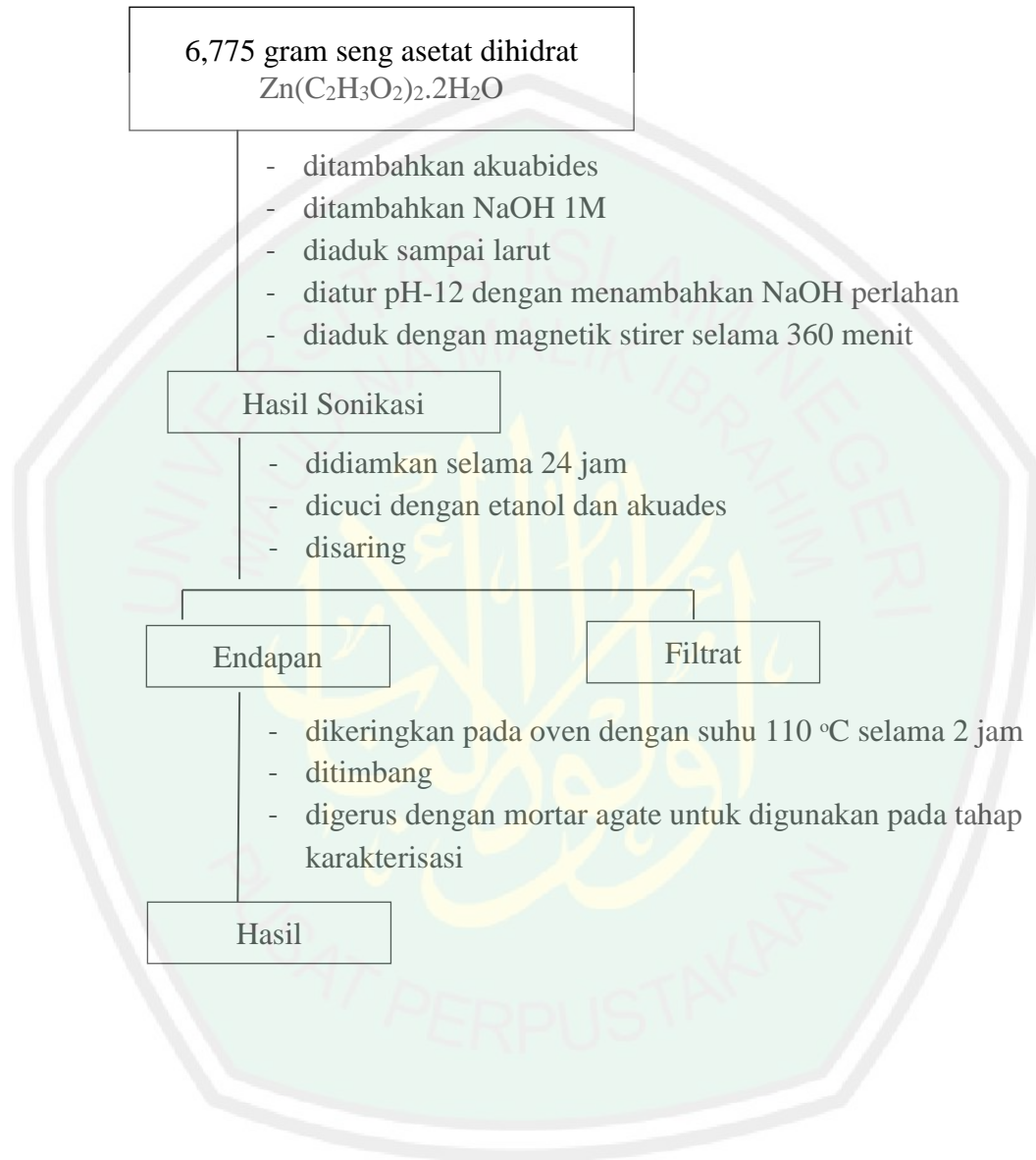
Yang, Li. 2008. Synthesis and Optical Properties of ZnO Nanostructures. *Licentiate Thesis*. Sweden : Linkoping University.



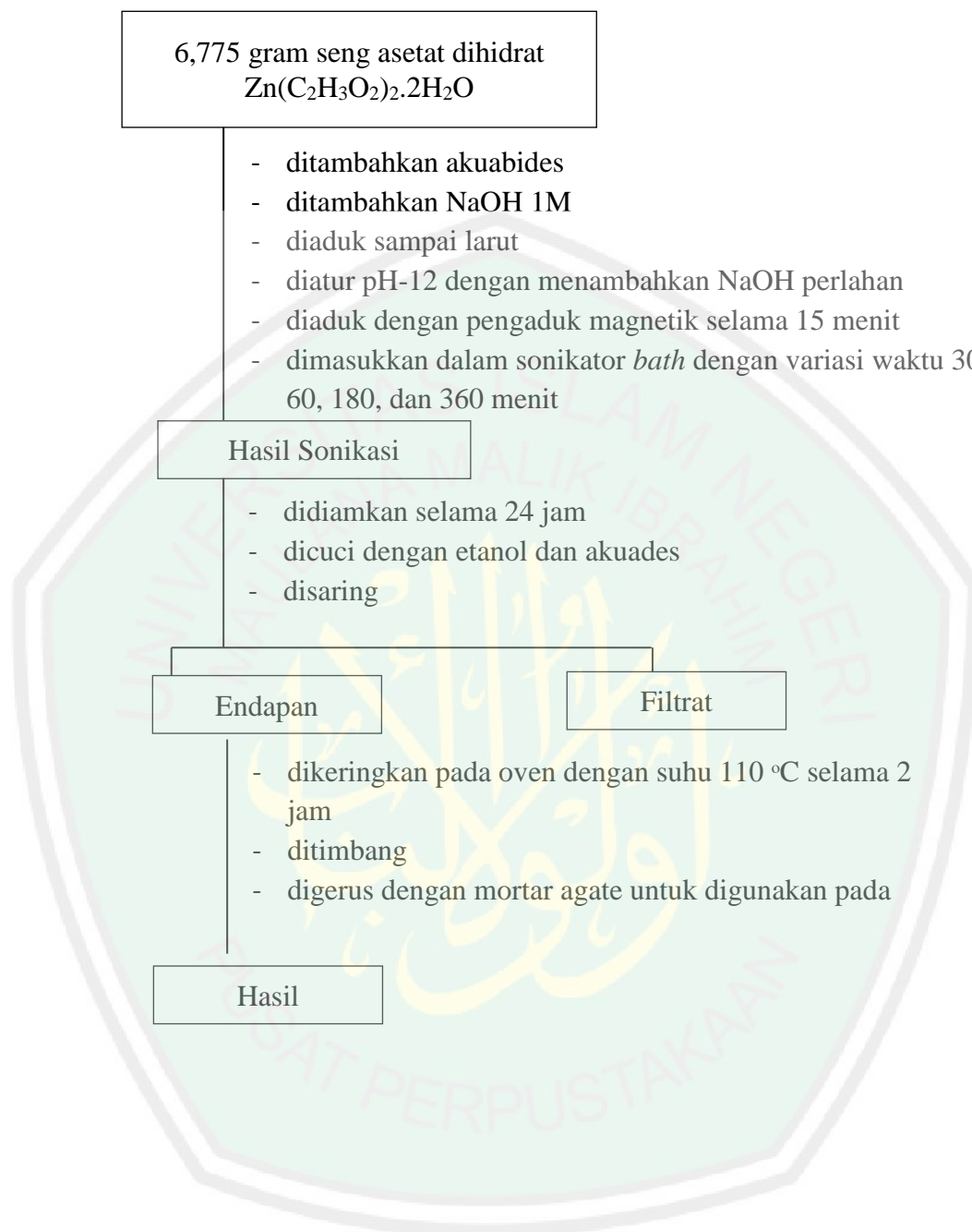
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian

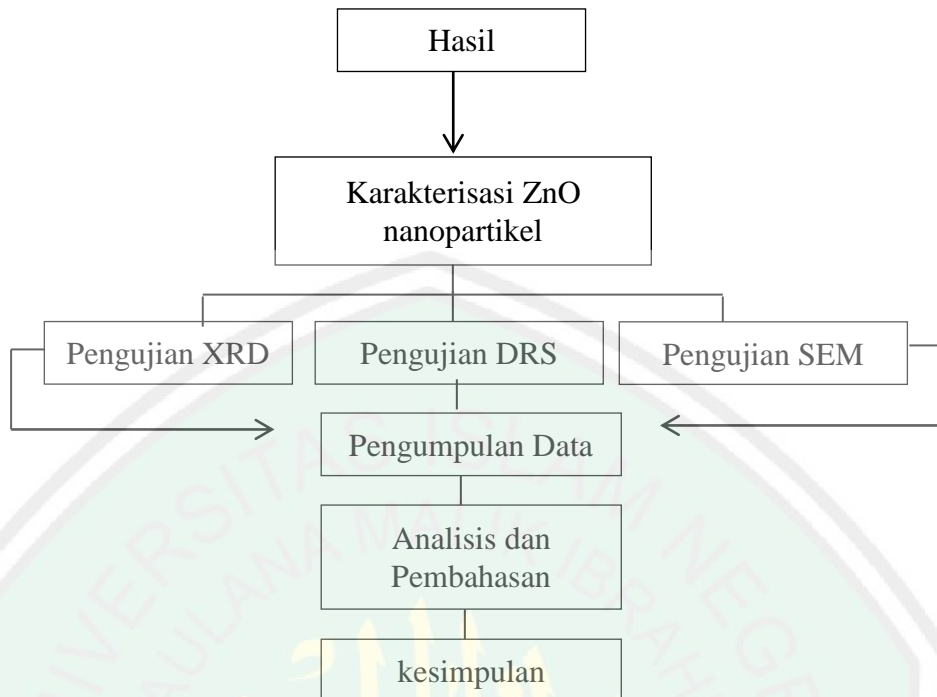
L.1.1 Sintesis ZnO sebagai kontrol tanpa menggunakan metode sonikasi



L.1.2 Sintesis ZnO dengan Metode Sonikasi Variasi Waktu Sonikasi

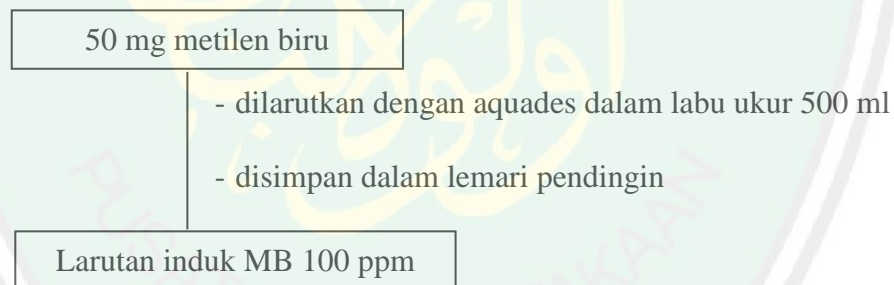


L.1.3 Karakterisasi

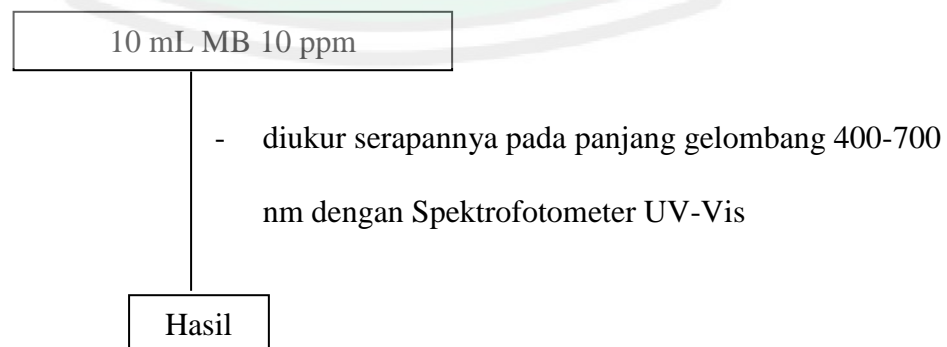


L.1.4 Uji Aktivitas Fotokatalis

L.1.4.1 Pembuatan Larutan Induk Metilen Biru 100 ppm



L.1.4.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Biru Metilen



L.1.4.3 Pembuatan Kurva Standar untuk Spektroskopi UV-Vis

10 mL MB dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, dan 10 ppm

- diukur absorbansinya dengan spektroskopi UV-Vis pada panjang gelombang maksimum

Hasil

L.1.4.4 Pengujian Aktivitas Fotokatalis Pada Metilen Biru dengan Reaktor Fotokatalitik

100 mL MB 10 ppm + 0,1 gram serbuk ZnO

- dilarutkan hingga homogen
- disinari dibawah radiasi sinar UV selama 60 menit

Hasil

Lampiran 2. Perhitungan dalam Sintesis Material dan Pembuatan Larutan Metilen biru

L.2.1 Sintesis Material

Material	Mr (gr/mol)	Densitas (gr/cm ³)
Zn(C ₂ H ₃ O ₂) ₂ ·2H ₂ O	219,51	1,74
Akuabides	18	1
NaOH	40	2,1

1. Zn(C₂H₃O₂)₂·2H₂O

- Massa = $\frac{Ar\ Zn}{Mr\ ZnO} \times \frac{Mr\ Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O}{Ar\ Zn} \times 2,5\ gram$

$$= \frac{65\ gr/mol}{81\ gr/mol} \times \frac{219,51\ gr/mol}{65\ gr/mol} \times 2,5\ gram$$

$$= \frac{14268,15}{5265} = 6,775\ gram$$

- Mol = $\frac{gram}{Mr} = \frac{6,775\ gram}{219,51\ gr/mol} = 0,03\ mol$

- $M = \frac{Mol}{V(L)}$

$$0,5\ M = \frac{0,03\ mol}{V(L)}$$

$$V(L) = 0,06\ L = 60\ mL$$

2. NaOH

- $1M\ NaOH = \frac{mol}{V(L)} = \frac{mol}{0,1\ L}$

$$mol\ NaOH = 1M \times 0,1\ L = 0,1\ mol$$

- Massa NaOH = Mol x Mr

$$= 0,1\ mol \times 40\ gram/mol = 4\ gram$$

L.2.2 Pembuatan Larutan Metilen Biru

L.2.2.1 Larutan Induk

Pembuatan larutan induk metilen biru 100 ppm dilakukan dengan cara melarutkan serbuk metilen biru sebanyak 0,05 gram dengan aquades kemudian diencerkan sampai 500 mL menggunakan labu ukur 500 mL. Perhitungan kristal metilen biru berdasarkan perhitungan sebagai berikut :

$$1 \text{ ppm} = 1 \text{ mg/L}$$

100 ppm = 100 mg/L, artinya 1000 mg (1 gr) metilen biru dalam 1 liter aquades.

Jika dalam 500 mL aquades, maka :

$$100 \text{ ppm} = 50 \text{ mg}/0,5 \text{ L}$$

L.2.2.2 Larutan Standar

Larutan induk 100 ppm sebanyak 500 mL diencerkan menjadi 1-10 ppm sebanyak 10 mL, perhitungan larutan standar menggunakan rumus berikut :

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

Dengan : V_1 adalah volume larutan sebelum pengenceran, M_1 adalah konsentrasi larutan sebelum pengenceran, V_2 adalah volume larutan setelah pengenceran, M_2 adalah konsentrasi larutan setelah pengenceran

- a. Larutan standar 1 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 100 \text{ ppm} = 10 \text{ mL} \times 1 \text{ ppm}$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ mL} \times 1 \text{ ppm}}{100 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 0,1 \text{ mL}$$

Perhitungan ini untuk larutan standar 1-10 ppm, sehingga volume larutannya 100 ppm yang dibutuhkan untuk membuat masing-masing larutan standar tersebut adalah 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; dan 1 mL.



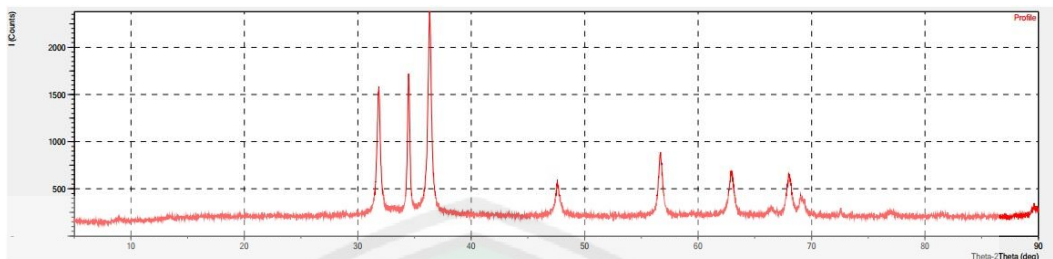
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD

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-Alpha1 (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 (°2Th.)	: 10.0084
End Position (°2Th.)	: 89.9764

L.3.1 Pola Difraksi Material

L.3.1.1 Hasil Karakterisasi Sampel ZnO 30 Menit Sonikasi



Daftar puncak yang muncul :

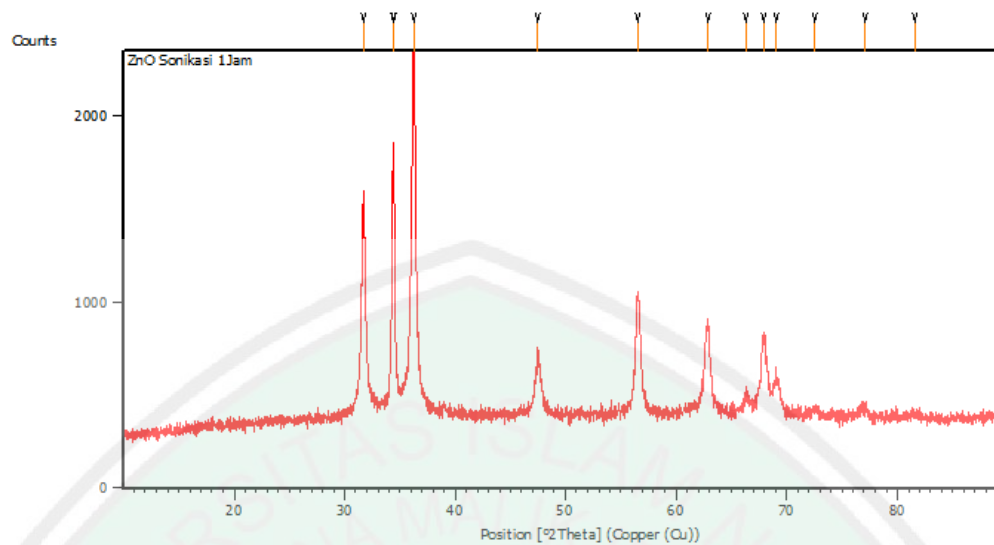
Strongest 3 peaks

no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	5	36.3404	2.47017	100	0.33590	1389	30535
2	4	34.5011	2.59753	65	0.25490	908	13331
3	2	31.8582	2.80673	62	0.33010	862	14780

Peak Data List

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	31.3417	2.85179	4	0.27000	61	1795
2	31.8582	2.80673	62	0.33010	862	14780
3	32.2806	2.77096	6	0.24000	88	2035
4	34.5011	2.59753	65	0.25490	908	13331
5	36.3404	2.47017	100	0.33590	1389	30535
6	47.5934	1.90908	17	0.39470	233	4956
7	47.9092	1.89723	6	0.28000	84	1688
8	56.6598	1.62323	33	0.37580	463	11234
9	62.4235	1.48648	4	0.21600	57	1232
10	62.9041	1.47628	23	0.44690	322	8058
11	66.4698	1.40547	4	0.30500	55	1351
12	67.9848	1.37779	21	0.46000	294	7073
13	68.4817	1.36900	4	0.28000	56	925
14	69.0815	1.35857	10	0.41340	144	2465
15	69.3414	1.35411	6	0.31000	83	1259
16	72.5795	1.30147	3	0.21530	44	620
17	89.6533	1.09268	6	0.53870	79	2460

L.3.1.2 Hasil Karakterisasi Sampel ZnO 60 Menit Sonikasi

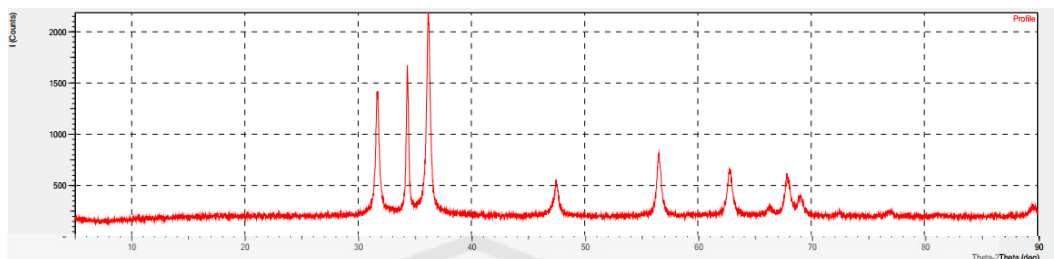


Gambar L.3.2 Difraktogram XRD ZnO 60 Menit

Daftar puncak yang muncul :

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
31.7270	1131.90	0.3011	2.82037	59.17
34.3344	1317.98	0.0816	2.60976	68.89
34.4229	1407.05	0.0669	2.60541	73.55
36.2460	1913.06	0.3346	2.47844	100.00
47.4820	337.80	0.2007	1.91488	17.66
56.5567	611.43	0.3346	1.62729	31.96
62.9339	448.75	0.2007	1.47687	23.46
66.2764	98.32	0.2676	1.41027	5.14
67.9085	430.15	0.1004	1.38030	22.48
69.0913	184.64	0.4684	1.35953	9.65
72.4877	32.82	0.8029	1.30397	1.72
77.0896	40.47	0.4015	1.23721	2.12
81.5484	21.08	0.8029	1.18046	1.10

L.3.1.3 Hasil Karakterisasi Sampel ZnO 180 Menit Sonikasi



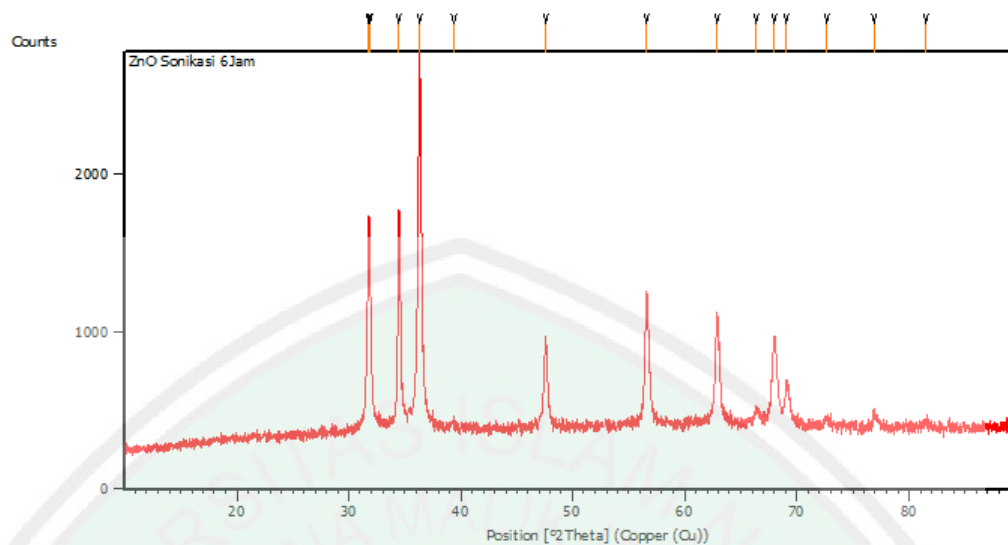
Gambar L.3.3 Difraktogram XRD ZnO 180 Menit

Daftar puncak yang muncul :

# Strongest 3 peaks							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	5	36.2165	2.47834	100	0.35520	1266	27454
2	3	34.3755	2.60673	66	0.27500	838	13619
3	1	31.7225	2.81842	60	0.36330	763	15976

# Peak Data List							
peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	Int
1	31.7225	2.81842	60	0.36330	763	15976	
2	32.2007	2.77765	6	0.24000	78	2057	
3	34.3755	2.60673	66	0.27500	838	13619	
4	35.2976	2.54072	4	0.00000	49	0	
5	36.2165	2.47834	100	0.35520	1266	27454	
6	36.9762	2.42914	3	0.30000	44	2094	
7	47.1296	1.92678	5	0.28000	67	1459	
8	47.4939	1.91285	17	0.39360	218	4609	
9	56.0657	1.63901	5	0.24660	57	1384	
10	56.5407	1.62637	33	0.39810	419	9798	
11	62.3636	1.48777	5	0.21600	67	1269	
12	62.7989	1.47850	25	0.41770	317	6478	
13	63.2833	1.46834	4	0.24800	46	1224	
14	66.1624	1.41125	4	0.21720	47	638	
15	66.4223	1.40636	3	0.28000	44	717	
16	67.8866	1.37955	21	0.45860	271	7286	
17	69.0241	1.35956	9	0.52130	120	3815	
18	89.5293	1.09387	5	0.52670	68	2016	

L.3.1.4 Hasil Karakterisasi Sampel ZnO 360 Menit Sonikasi

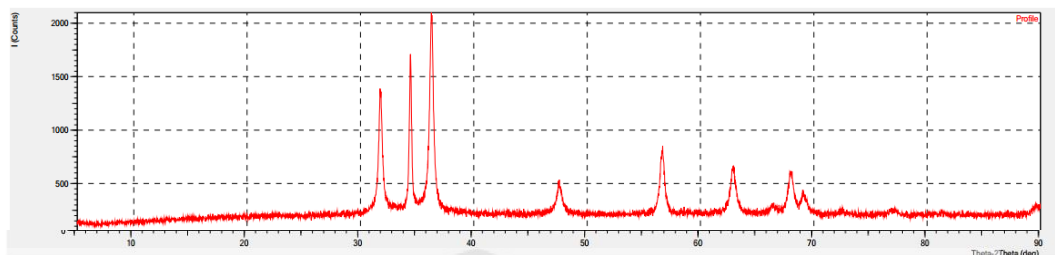


Gambar L.3.4 Difraktogram XRD ZnO 360 Menit

Daftar puncak yang muncul :

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
31.7802	1313.70	0.1224	2.81344	55.64
31.9012	1171.12	0.1171	2.80536	49.60
34.4445	1315.20	0.1004	2.60382	55.70
36.3079	2361.19	0.1506	2.47435	100.00
39.3505	30.23	0.4015	2.28976	1.28
47.6429	508.61	0.2676	1.90879	21.54
56.5998	773.50	0.3011	1.62615	32.76
62.9255	689.96	0.1004	1.47705	29.22
66.3870	93.09	0.2676	1.40819	3.94
67.9495	512.22	0.3346	1.37956	21.69
69.0486	269.99	0.1673	1.36026	11.43
72.6262	47.56	0.4015	1.30182	2.01
76.9297	83.73	0.3346	1.23938	3.55
81.5096	29.32	0.8029	1.18093	1.24

L.3.1.5 Hasil Karakterisasi Sampel ZnO 360 Menit Kontrol



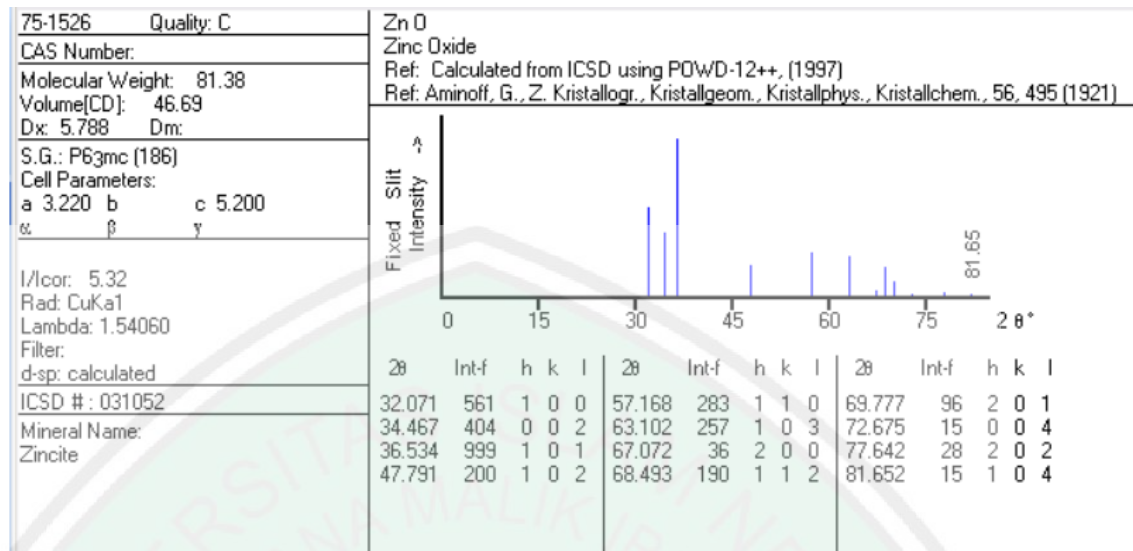
Gambar L.3.5 Difraktogram XRD ZnO 360 Menit Kontrol

Daftar puncak yang muncul :

# Strongest 3 peaks							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	6	36.2786	2.47424	100	0.37540	1220	29677
2	3	34.4347	2.60239	70	0.26800	857	13078
3	1	31.7905	2.81255	60	0.36940	726	16048

# Peak Data List						
peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	31.7905	2.81255	60	0.36940	726	16048
2	32.3605	2.76430	5	0.24000	57	1547
3	34.4347	2.60239	70	0.26800	857	13078
4	34.8780	2.57032	4	0.00000	44	0
5	35.3176	2.53933	4	0.00000	46	0
6	36.2786	2.47424	100	0.37540	1220	29677
7	47.0896	1.92832	4	0.40000	54	1675
8	47.5516	1.91066	16	0.51560	196	4342
9	48.1291	1.88908	3	0.30000	39	1086
10	56.0857	1.63848	4	0.26000	48	1334
11	56.6054	1.62466	35	0.42850	422	8728
12	57.0853	1.61214	5	0.28000	64	1497
13	62.4035	1.48691	6	0.32000	74	1729
14	62.8494	1.47743	25	0.46800	305	7121
15	63.5232	1.46337	3	0.20000	37	773
16	66.3496	1.40772	4	0.32130	53	1366
17	67.4420	1.38755	4	0.23600	45	942
18	67.9413	1.37857	22	0.48980	272	7075
19	68.4817	1.36900	5	0.00000	58	0
20	69.0615	1.35892	11	0.48000	134	3389
21	69.4414	1.35241	4	0.26000	54	1083
22	89.6760	1.09246	5	0.87340	60	2177

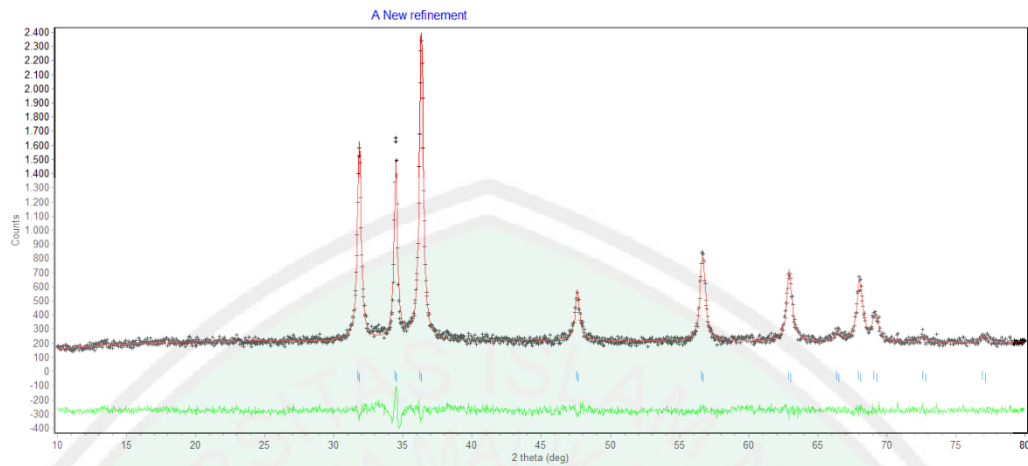
L.3.2. Data JCPDS ZnO Wurtzite



Gambar L.3.6 Data JCPDS ZnO Wurtzite

L.3.3 Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Program Rietica

L.3.3.1 ZnO 30 Menit Sonikasi



Gambar L.3.7 Hasil *refinement* XRD ZnO 30 Menit

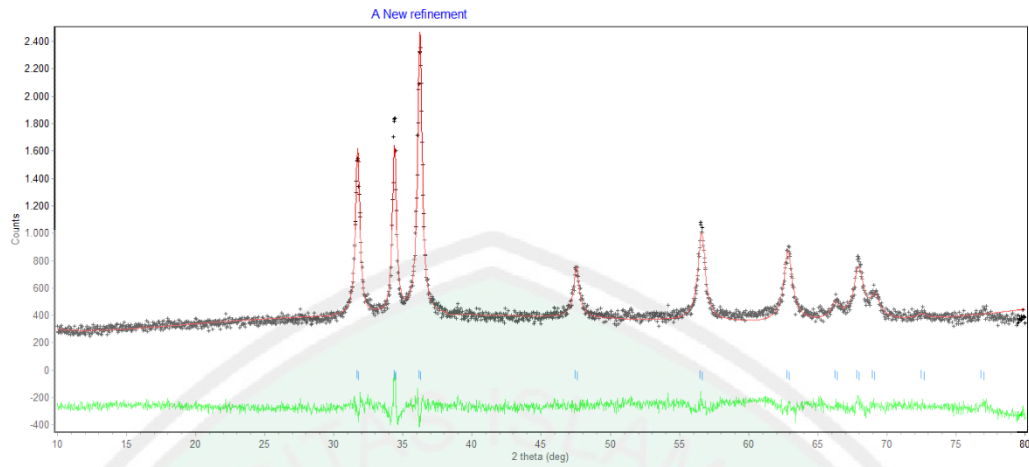
```

CELL PARAMETERS = 3.253900 0.000000 0.000000
                  3.253900 0.000000 0.000000
                  5.209400 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.355 0.355 0.192 90.000 90.000
                  60.000
CELL VOLUME = 47.766861

```

Hist	Rp	Rwp	GOF
1	5.65	6.90	10.4370E+00

L.3.3.2 ZnO 60 Menit Sonikasi



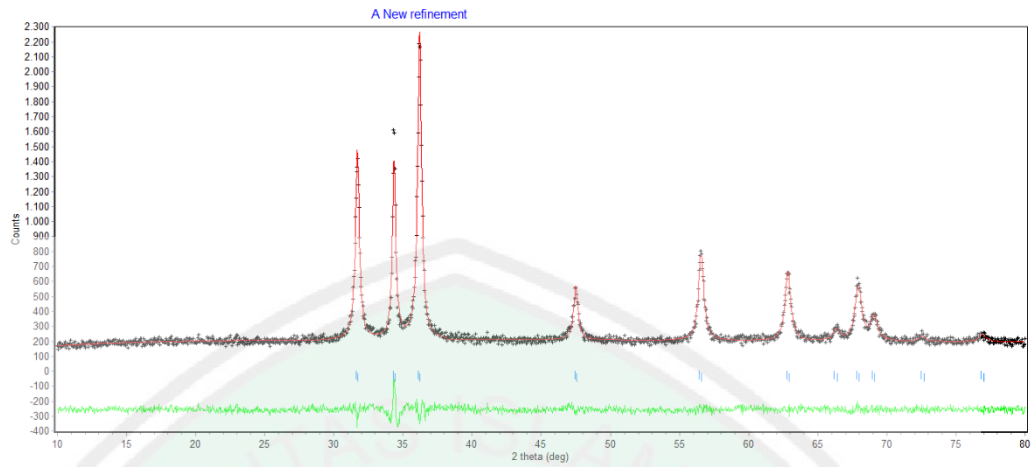
Gambar L.3.8 Hasil *refinement* XRD ZnO 60 Menit

```

CELL PARAMETERS = 3.256282 -0.000001 0.000710
                  3.256282 -0.000001 0.000710
                  5.211031 -0.000003 0.001151
RECIPROCAL CELL = 0.355 0.355 0.192 90.000 90.000
                  60.000
CELL VOLUME = 47.851795
  
```

	Hist	Rp	Rwp	GOF
	1	5.35	6.26	0.7917E+00

L.3.3.3 ZnO 180 Menit Sonikasi



Gambar L.3.9 Hasil *refinement* XRD ZnO 180 Menit

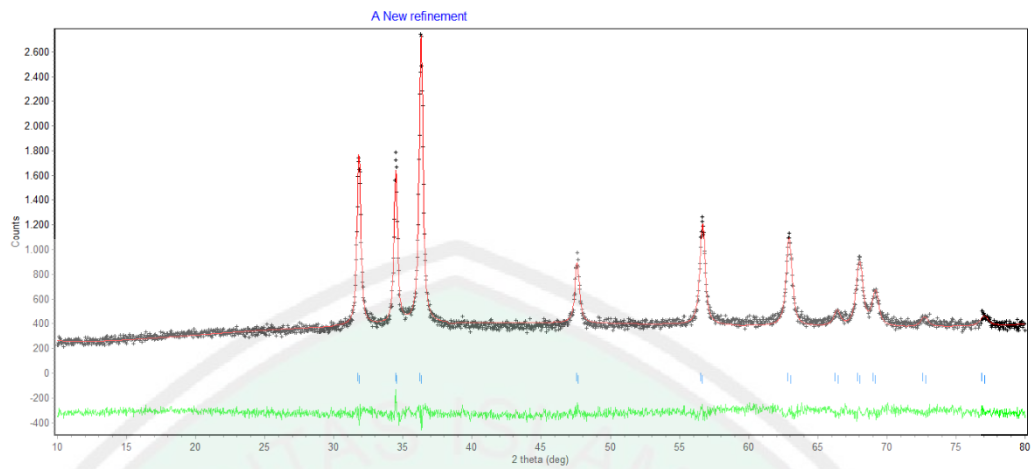
```

CELL PARAMETERS = 3.251904 0.000000 0.000171
                  3.251904 0.000000 0.000171
                  5.204600 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.355 0.355 0.192 90.000 90.000
                  60.000
CELL VOLUME = 47.664326

```

Hist	Rp	Rwp	GOF
1	5.48	6.74	0.3898E+00

L.3.3.4 ZnO 360 Menit Sonikasi



Gambar L.3.10 Hasil *refinement* XRD ZnO 360 Menit

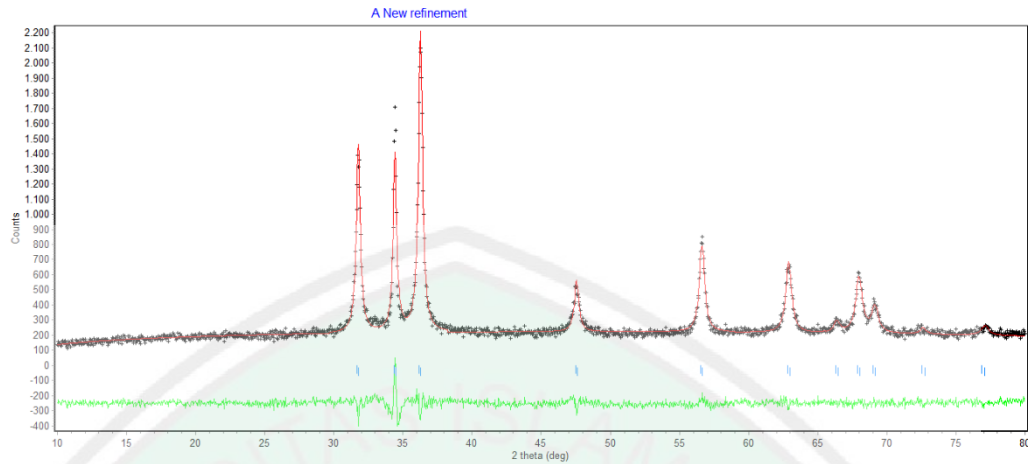
```

CELL PARAMETERS = 3.258001 0.000002 0.000775
                  3.258001 0.000002 0.000775
                  5.210843 -0.000003 0.001270
RECIPROCAL CELL = 0.354 0.354 0.192 90.000 90.000
                  60.000
CELL VOLUME = 47.900620

```

Hist	Rp	Rwp	GOF
1	4.82	5.80	0.6191E+00

L.3.3.5 ZnO 360 Menit Kontrol



Gambar L.3.11 Hasil *refinement* XRD ZnO 360 Menit Kontrol

```

CELL PARAMETERS = 3.252442 0.000000 0.000199
                  3.252441 0.000000 0.000199
                  5.206900 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.355 0.355 0.192 90.000 90.000
                  60.000
CELL VOLUME = 47.701145

```

Hist	Rp	Rwp	GOF
1	5.86	7.73	0.4845E+00

L.3.4 Perbandingan data pola difraksi hasil sintesis dengan JCPDS No. 36-1541

Bidang Hkl	2 Theta standar	2 Theta hasil sintesis				
		ZnO 30	ZnO 60	ZnO 180	ZnO 360	ZnO 360 k
100	31,8	31,85	31,72	31,72	31,78	31,79
002	34,47	34,50	34,33	34,37	34,44	34,43
101	36,29	36,34	36,24	36,21	36,30	36,27
102	47,60	47,59	47,48	47,49	47,64	47,55
110	56,65	56,66	56,55	56,54	56,59	56,60
103	62,94	62,90	62,93	62,79	62,92	62,84
200	66,45	66,46	66,27	66,42	66,38	66,34
112	68,03	67,98	67,90	67,88	67,94	67,94
201	69,16	68,48	69,09	69,02	69,04	69,06
004	72,68	69,08	72,48	72,50	72,62	72,54
202	77,05	69,34	77,08	77,02	76,92	77,14
104	81,51	72,57	81,54	81,42	81,50	81,26
203	89,74	89,65	89,54	89,78	89,85	89,67

Lampiran 4. Contoh Perhitungan *Crystallite Size*

Perhitungan *crystallite size* ZnO menggunakan persamaan Debye-Scherrer (pers.

3.1). data-data untuk perhitungan *crystallite size* ZnO yang disintesis dengan

waktu sonikasi 30 menit adalah :

$$\lambda (K\alpha) \quad : 1,54056$$

$$\beta (\text{FWHM}) \quad : 0,005859589$$

$$2\theta \quad : 36,3404 \quad \rightarrow \quad \theta = \frac{36,3404}{2} = 18,1702$$

$$\text{Cos } \theta \quad : 0,95013$$

Sehingga *crystallite size* yang diperoleh adalah :

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54056}{0,005859589 \times 0,95013} = 224,8211 \text{ \AA} = 22,48211 \text{ nm}$$

Perhitungan *crystallite size* senyawa lain dilakukan dengan cara yang sama.

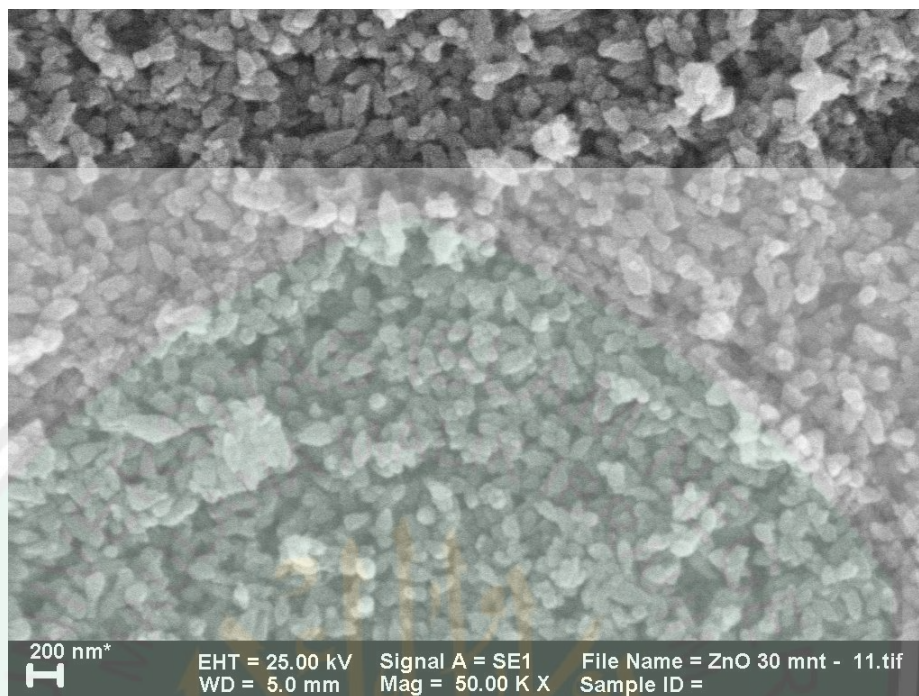
Data *crystallite size* ZnO

Table L.4.1 Hasil perhitungan *crystallite size* ZnO hasil sintesis

Material	<i>Crystallite Size</i> (nm)
ZnO 30 menit	22,48269
ZnO 60 menit	22,57622
ZnO 180 menit	21,26869
ZnO 360 menit	50,15041
ZnO 360 menit (kontrol)	20,12064

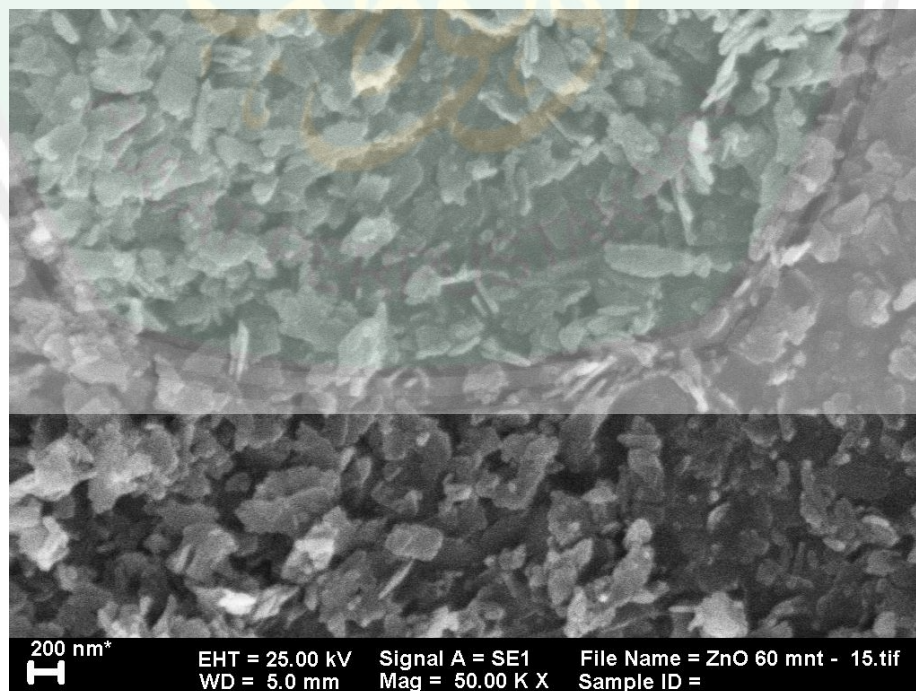
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi Menggunakan SEM

L.5.1 ZnO Waktu Sonikasi 30 Menit



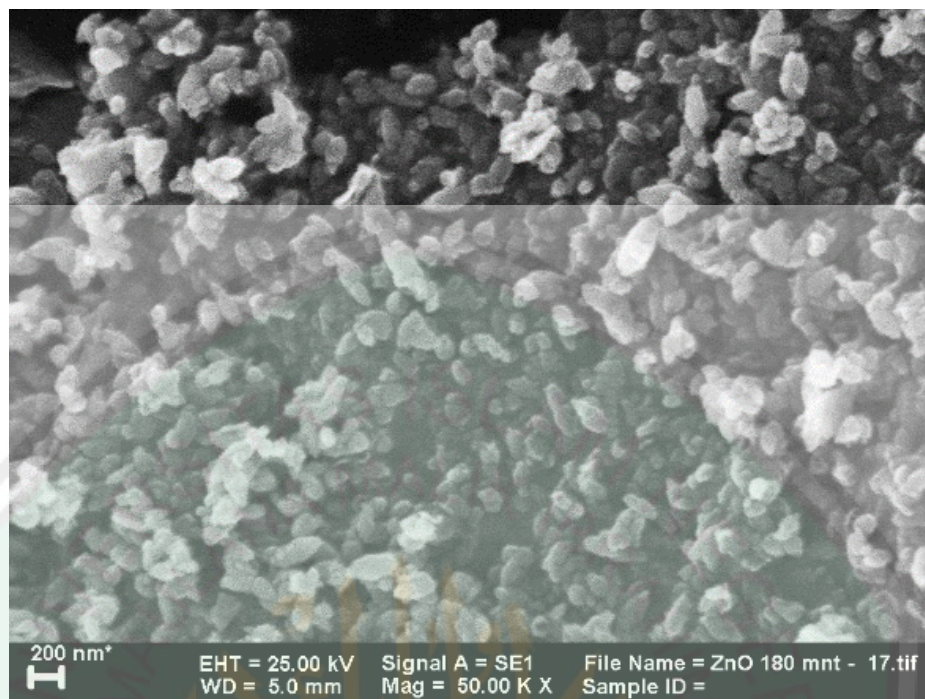
Gambar L.5.1 Hasil SEM ZnO 30 menit

L.5.2 ZnO Waktu Sonikasi 60 Menit



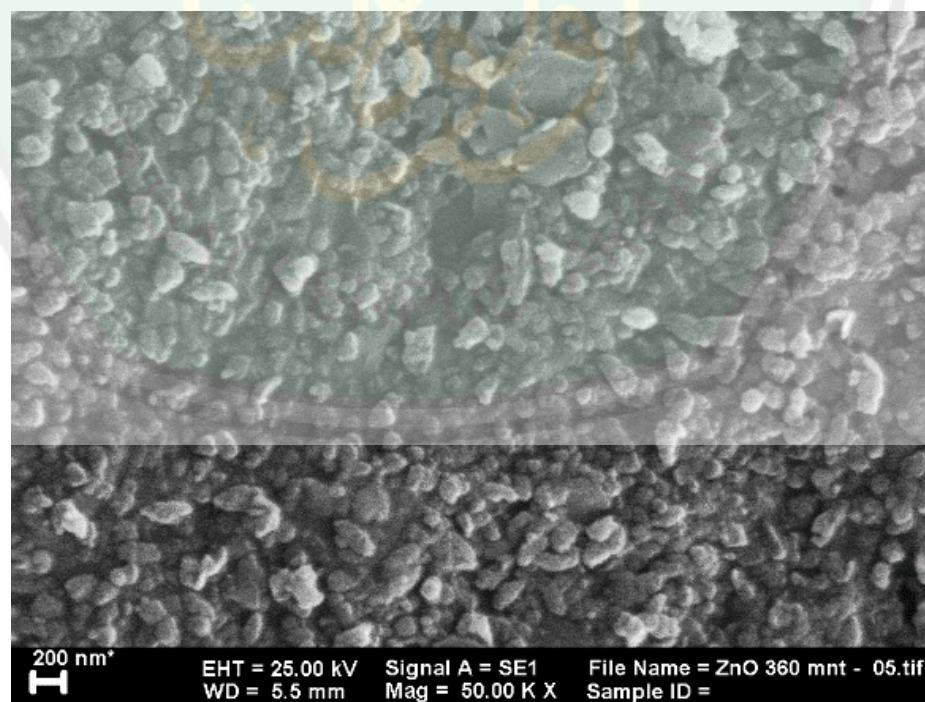
Gambar L.5.3 Hasil SEM ZnO 60 menit

L.5.3 ZnO Waktu Sonikasi 180 Menit



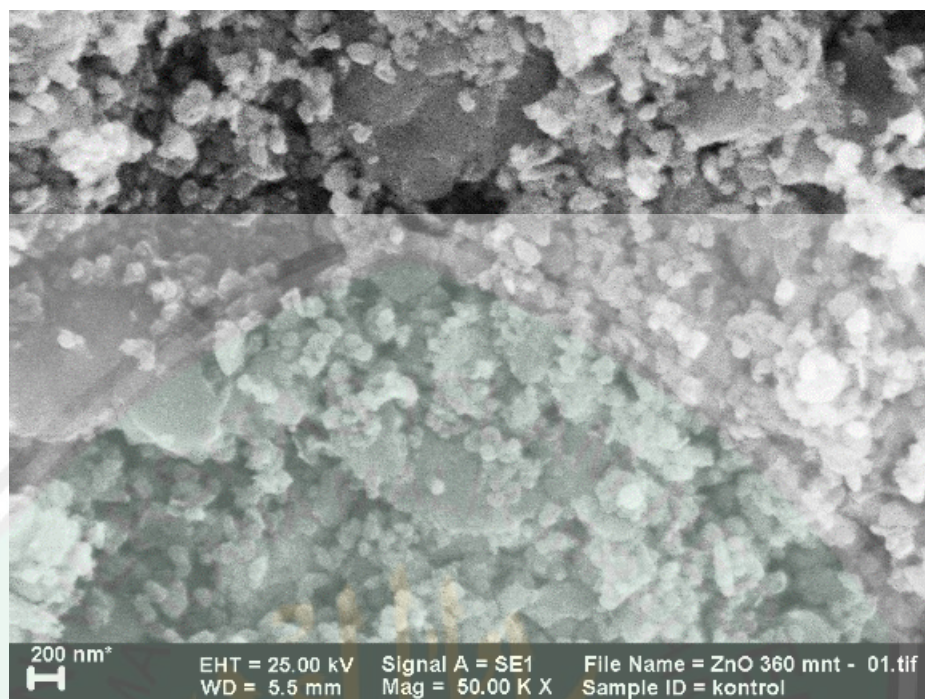
Gambar L.5.3 Hasil SEM ZnO 180 menit

L.5.4 ZnO Waktu Sonikasi 360 Menit



Gambar L.5.4 Hasil SEM ZnO 360 menit

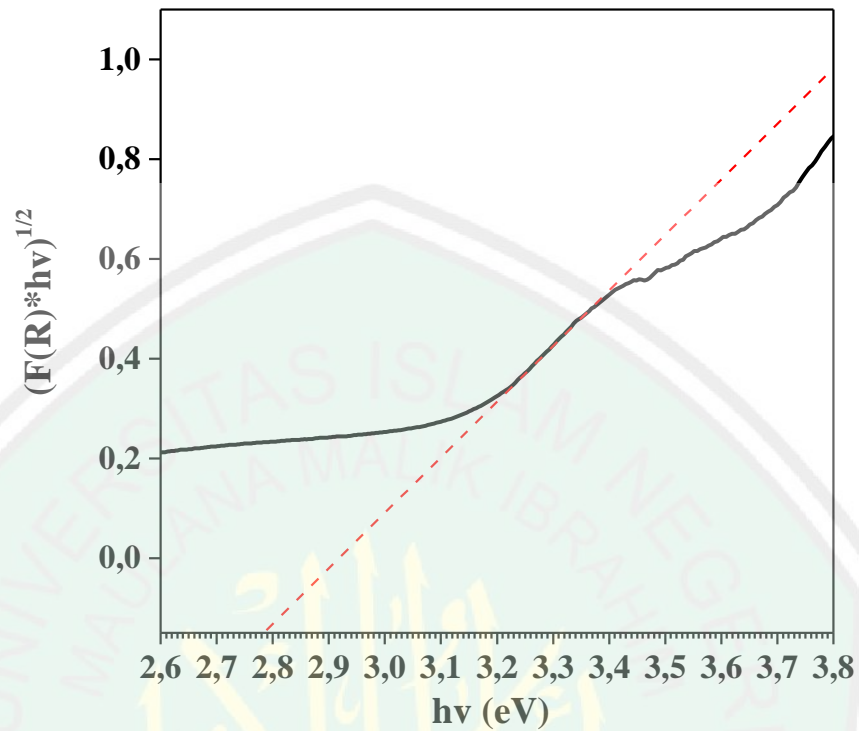
L.5.5 ZnO Tanpa Sonikasi 360 Menit



Gambar L.5.5 Hasil SEM ZnO 360 menit kontrol

Lampiran 6. Hasil Karakterisasi Menggunakan UV-Vis DRS

L.6.1 ZnO 30 Menit Sonikasi



Gambar L.6.1 Nilai *band gap* ZnO 30 menit

Diketahui :

$$E_g = 2,79 \text{ eV}$$

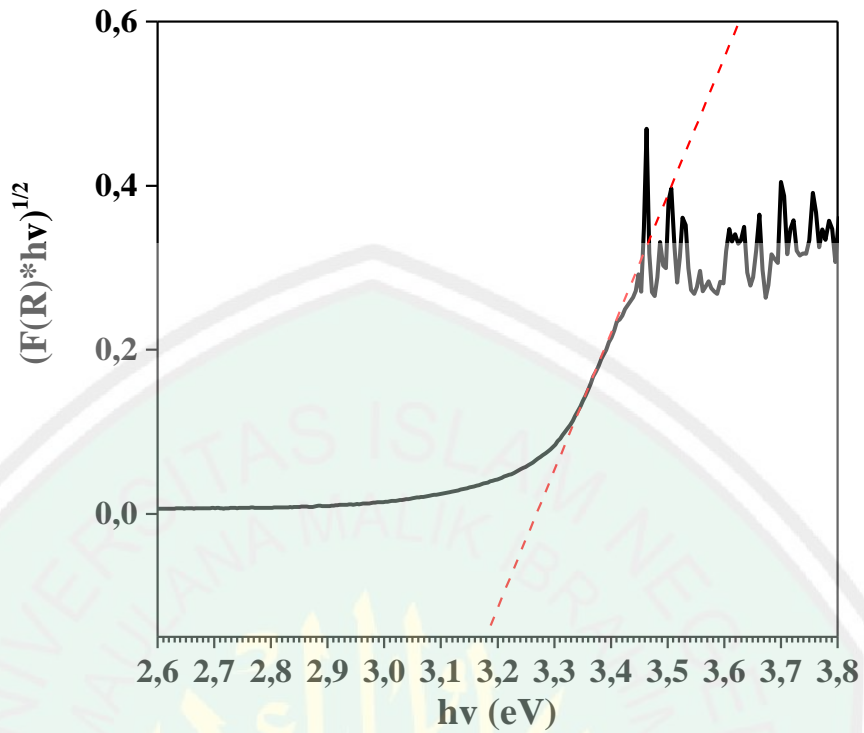
$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ js}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ j}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

Jawab :

Nilai *band gap* pada saat $y = 0$

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm/s}}{2,79 \text{ eV}} = 444,44 \text{ nm}$$

L.6.2 ZnO 60 Menit Sonikasi



Gambar L.6.2 Nilai *band gap* ZnO 60 menit

Diketahui :

$$E_g = 3,18 \text{ eV}$$

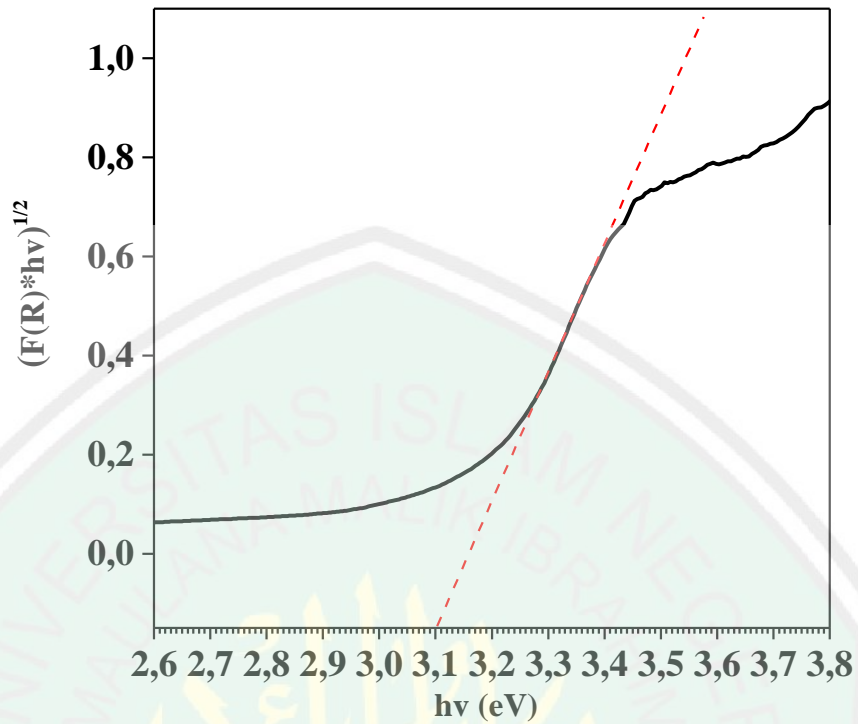
$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ js}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ j}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

Jawab :

Nilai *band gap* pada saat $y = 0$

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm/s}}{3,18 \text{ eV}} = 389,93 \text{ nm}$$

L.6.3 ZnO 180 Menit Sonikasi



Gambar L.6.3 Nilai *band gap* ZnO 180 menit

Diketahui :

$$E_g = 3,10 \text{ eV}$$

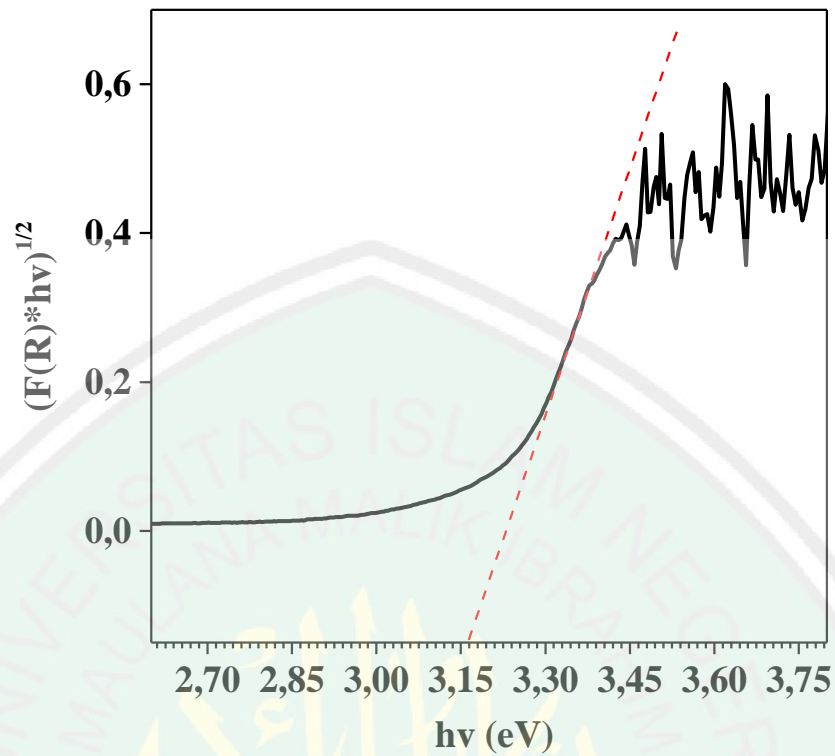
$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ js}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ j}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

Jawab :

Nilai *band gap* pada saat $y = 0$

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm/s}}{3,10 \text{ eV}} = 400,00 \text{ nm}$$

L.6.4 ZnO 360 Menit Sonikasi



Gambar L.6.4 Nilai *band gap* ZnO 360 menit

Diketahui :

$$E_g = 3,16 \text{ eV}$$

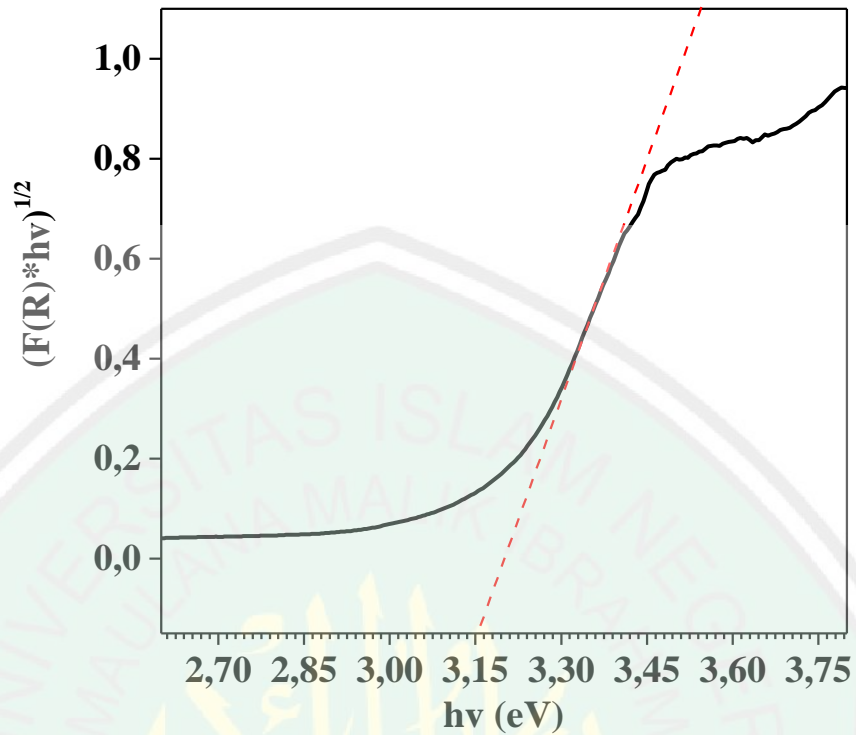
$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ js}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ j}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

Jawab :

Nilai *band gap* pada saat $y = 0$

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm/s}}{3,16 \text{ eV}} = 392,40 \text{ nm}$$

L.6.5 ZnO 360 Menit Kontrol



Gambar L.6.5 Nilai *band gap* ZnO 360 menit kontrol

Diketahui :

$$E_g = 3,15 \text{ eV}$$

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

Jawab :

Nilai *band gap* pada saat $y = 0$

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm/s}}{3,15 \text{ eV}} = 393,65 \text{ nm}$$

**L.6.6 Contoh Konversi Data DRS terhadap Fungsi Kubelka-Munk ZnO
Sonikasi 30 Menit**

λ (nm)	%R	R	$F(R) =$ $(1-R)^2 / (2R)$	h (eV)	$v = c/\lambda$ (m)	$x = hv$ (eV)	$F(R) \cdot hv$	$y =$ $(F(R) \cdot hv)^{1/2}$
200	11.354	0.11354	3.460504367	4.13795E-15	1.5E+15	6.206928	21.45515	4.634555
200.5	11.4	0.114	4.328964912	4.13795E-15	1.49626E+15	6.191453	26.80253	5.177116
201	11.452	0.11452	4.308789598	4.13795E-15	1.49254E+15	6.176096	26.61125	5.158618
201.5	11.475	0.11475	4.299923475	4.13795E-15	1.48883E+15	6.160413	26.49063	5.146902
202	11.537	0.11537	4.276197292	4.13795E-15	1.48515E+15	6.144098	26.27929	5.126041
202.5	11.374	0.11374	4.339120856	4.13795E-15	1.48148E+15	6.130000	26.60017	5.157525
203	11.287	0.11287	4.373440078	4.13795E-15	1.47783E+15	6.115207	26.74448	5.179804
203.5	11.227	0.11227	4.397414479	4.13795E-15	1.4742E+15	6.100175	26.82502	5.179283
204	11.227	0.11227	4.397414479	4.13795E-15	1.47059E+15	6.085224	26.75927	5.172935
204.5	11.227	0.11227	4.397414479	4.13795E-15	1.46699E+15	6.070346	26.69382	5.166604
205	11.095	0.11095	4.451059475	4.13795E-15	1.46341E+15	6.055540	26.95357	5.191787
205.5	10.965	0.10965	4.50513852	4.13795E-15	1.45985E+15	6.040806	27.21466	5.216769
206	10.715	0.10715	4.612780576	4.13795E-15	1.45631E+15	6.026144	27.79722	5.272805
206.5	10.657	0.10657	4.6384669	4.13795E-15	1.45278E+15	6.011553	27.88436	5.280323
207	10.683	0.10683	4.62691824	4.13795E-15	1.44928E+15	5.997032	27.74776	5.267615
207.5	10.704	0.10704	4.617630972	4.13795E-15	1.44578E+15	5.982582	27.62546	5.255876
208	10.619	0.10619	4.655446294	4.13795E-15	1.44231E+15	5.968200	27.78463	5.271176
208.5	10.532	0.10532	4.694776384	4.13795E-15	1.43885E+15	5.953888	27.95217	5.286698

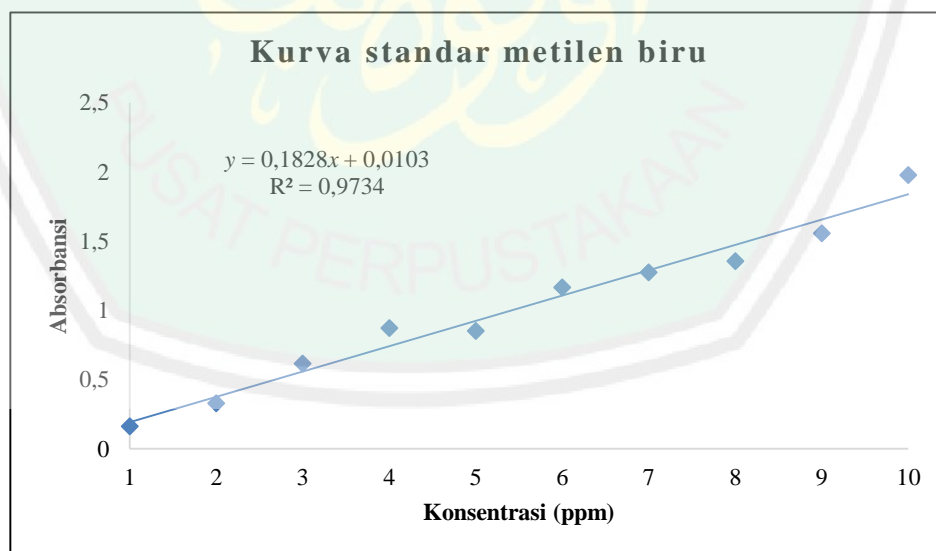
Lampiran 7. Pembuatan Kurva Standar dan Nilai Persentase Degradasi Metilen Biru

L.7.1 Kurva Standar Metilen Biru

Data absorbansi dan konsentrasi larutan standar metilen biru yang diukur pada panjang gelombang 665,1 nm :

Tabel L.7.1 Data kurva standar metilen briu

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	Konsentrasi Terukur
1	0.1613	0.8260
2	0.3291	1.7440
3	0.6147	3.3063
4	0.8721	4.7144
5	0.8518	4.6034
6	1.1649	6.3161
7	1.2734	6.9097
8	1.3553	7.3577
9	1.5562	8.4568
10	1.978	10.7642



Gambar L.7.1 Kurva Larutan Standar Metilen Biru

L.7.2 Nilai Persentase Degradasi Metilen Biru

L.7.2.1 ZnO Waktu Sonikasi 30 Menit

Waktu	Absorbansi	Konsentrasi terukur	% Degradasi	Rata-rata % Degradasi
0 menit	1.7628	9.5870		
	0.8214	4.4371	53.7175	
15 menit	0.7943	4.2888	55.2639	55.4560
	0.7571	4.0853	57.3866	
0 menit	1.572	8.5432		
	0.5291	2.8381	66.7798	
30 menit	0.6462	3.4787	59.2816	62.1716
	0.6279	3.3785	60.4534	
0 menit	1.7008	9.2478		
	0.517	2.7719	70.0266	
45 menit	0.533	2.8594	69.0801	69.7723
	0.5139	2.7549	70.2100	
0 menit	1.7322	9.4196		
	0.3942	2.1001	77.7049	
60 menit	0.3895	2.0744	77.9778	77.9450
	0.3865	2.0580	78.1520	

L.7.2.2 ZnO Waktu Sonikasi 60 Menit

Waktu	Absorbansi	Konsentrasi terukur	% Degradasi	Rata-rata % Degradasi
0 menit	1.8382	9.9995		
	1.7199	9.3523	6.4719	
15 menit	1.7253	9.3818	6.1765	6.8348
	1.6946	9.2139	7.8560	
0 menit	1.8005	9.7932		
	1.5852	8.6154	12.026	
30 menit	1.5681	8.5219	12.982	12.5930
	1.5719	8.5427	12.769	
0 menit	1.9067	10.3741		
	1.407	7.6406	26.350	
45 menit	1.4273	7.7516	25.280	25.5554
	1.4319	7.7768	25.0370	
0 menit	1.9735	10.7396		
60 menit	1.0353	5.6072	47.7893	49.9711

0.9658	5.2270	51.3295
0.9763	5.2845	50.7946

L.7.2.3 ZnO Waktu Sonikasi 180 Menit

Waktu	Absorbansi	Konsentrasi terukur	% Degradasi	Rata-rata % Degradasi
0 menit	1.9208	10.4513		
	1.0477	5.67505	45.7000	
15 menit	1.0632	5.75985	44.8888	45.1522
	1.0636	5.76204	44.8678	
0 menit	1.8525	10.0777		
	0.914	4.94365	50.9445	
30 menit	0.9013	4.87418	51.6339	51.7732
	0.8809	4.76258	52.7413	
0 menit	1.8404	10.0115		
	0.7457	4.02300	59.8164	
45 menit	0.7316	3.94584	60.5869	59.7545
	0.7632	4.11870	58.8601	
0 menit	1.8943	10.3063		
	0.6636	3.57385	65.3238	
60 menit	0.6816	3.67232	64.3684	64.7170
	0.6799	3.66301	64.4586	

L.7.2.4 ZnO Waktu Sonikasi 360 Menit

Waktu	Absorbansi	Konsentrasi terukur	% Degradasi	Rata-rata % Degradasi
0 menit	1.8343	9.9781		
	1.2843	6.9694	30.1535	
15 menit	1.3029	7.0711	29.1338	29.2380
	1.3158	7.1417	28.4265	
0 menit	1.6825	9.1477		
	0.8992	4.8627	46.8425	
30 menit	0.9929	5.3753	41.2391	42.0703
	1.0449	5.6597	38.1294	
0 menit	1.7781	9.6707		
	0.7815	4.2188	56.3752	
45 menit	0.8363	4.5186	53.2753	55.4380
	0.7764	4.1909	56.6636	

0 menit	1.7337	9.4278		
	0.7314	3.9447	58.1583	
60 menit	0.7023	3.7856	59.8468	59.0906
	0.7123	3.8403	59.2665	

L.7.2.5 ZnO Tanpa Sonikasi 360 Menit (Kontrol)

Waktu	Absorbansi	Konsentrasi terukur	% Degradasi	Rata-rata % Degradasi
0 menit	1.804	9.8124		
	1.2584	6.8277	30.4176	
15 menit	1.3263	7.1991	26.6321	27.7322
	1.335	7.2467	26.1471	
0 menit	1.7818	9.6909		
	1.2186	6.6099	31.7923	
30 menit	1.2564	6.8167	29.6585	31.5288
	1.1948	6.4798	33.1358	
0 menit	1.8663	10.1540		
	0.9841	5.3271	47.5323	
45 menit	1.0132	5.4863	45.9644	45.7776
	1.0527	5.7024	43.8362	
0 menit	1.8282	9.9447		
	0.8328	4.4994	54.7555	
60 menit	0.9062	4.9010	50.7179	53.3674
	0.8351	4.5120	54.6290	

L.7.2.6 Metilen Biru tanpa Katalis dengan Penyinaran UV

Waktu	Absorbansi	Konsentrasi terukur	% Degradasi	Rata-rata % Degradasi
0 menit	1.7517	9.5263		
	1.6762	9.1132	4.3356	
15 menit	1.7085	9.2899	2.4808	2.3908
	1.7455	9.4923	0.3560	
0 menit	1.7333	9.4256		
	1.6332	8.8780	5.8096	
30 menit	1.6302	8.8616	5.9837	3.8905
	1.7354	9.4370	-0.1220	
0 menit	1.7643	9.5951		
	1.666	9.0574	5.60433	
45 menit	1.6859	9.1663	4.46978	4.0954

	1.7255	9.3829	2.21209	
0 menit	1.7652	9.6001		
	1.6854	9.1636	4.54727	
60 menit	1.6129	8.7670	8.67856	5.4950
	1.708	9.2872	3.25944	

L.7.2.7 Metilen Biru tanpa Katalis tanpa Penyinaran UV

Waktu	Absorbansi	Konsentrasi terukur	% Degradasi	Rata-rata % Degradasi
0 menit	1.8757	10.2046		
	1.8495	10.0612	1.4045	
15 menit	1.8173	9.8851	3.1307	2.1014
	1.8427	10.0240	1.7690	
0 menit	1.8593	10.1149		
	1.8318	9.9644	1.4873	
30 menit	1.8005	9.7932	3.1800	2.8808
	1.7858	9.7128	3.9751	
0 menit	1.8832	10.2456		
	1.8018	9.8003	4.3462	
45 menit	1.8217	9.9092	3.2837	2.9010
	1.8631	10.1360	1.0732	
0 menit	1.8569	10.1018		
	1.7465	9.4978	5.9790	
60 menit	1.8077	9.8330	2.6644	3.3341
	1.8318	9.9644	1.3593	



KEMENTERIAN AGAMA RI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN) MALIKI MALANG
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
JURUSAN KIMIA

Gedung Sains dan Teknologi UIN Malang Lt.2 Jl. Gajayana 50 Malang Telp./Fax +62341558933
 www.uin-malang.ac.id Email: info uin@uin-malang.ac.id, kimia@uin-malang.ac.id

KARTU KONSULTASI PENELITIAN

Nama : Royyan Faradis
NIM : 13620160
Judul Skripsi : Sintesis dan Karakterisasi Material Fotokatalis
 Seng, Oksida (ZnO) menggunakan metode Semikonduktor
 untuk degradasi metilen biru
Pembimbing Utama : Dr. Anton Prasetyo, M.Si
Pembimbing Agama : Umayyats Syarifah, M.A
Konsultan : Nur Anis, M.Si

No	Tanggal	Materi Konsultasi	Catatan (ditulis tangan)	Tanda tangan (Pembimbing)
1.	2/8/16	Konsultasi tema		[Signature]
2.	3/8/16	Konsultasi tema		[Signature]
3.	4/8/16	ACC judul		[Signature]
4.	16/9/16	Penentuan metode		[Signature]
5.	20/9/16	Diskus. metode.		[Signature]
6.	23/9/16	Bab I		[Signature]
7.	19/10/16	revisi Bab I		[Signature]
8.	26/10/16	Revisi Bab I		[Signature]
9.	2/11/16	revisi Bab I		[Signature]
10.	9/11/16	BAB II		[Signature]
11.	16/11/16	revisi bab II		[Signature]
12.	23/11/16	revisi bab II		[Signature]
13.	30/11/16	Bab III		[Signature]
14.	7/12/16	revisi bab III		[Signature]
15.	19/12/16	ACC. Bab I, II, III		[Signature]
16.	20/5/17	BAB IV		[Signature]
17.	23/5/17	revisi bab IV		[Signature]
18.	24/5/17	revisi bab IV		[Signature]
19.	4/6/17	revisi bab IV & V		[Signature]
20.	6/6/17	Lampiran		[Signature]



Kedalaman Spiritual, Keagungan Akhlaq, Keluasan Ilmu dan Kematangan Profesional



KEMENTERIAN AGAMA RI
 UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN) MALIKI MALANG
 FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
 JURUSAN KIMIA

Gedung Sains dan Teknologi UIN Malang Lt.2 Jl. Gajayana 50 Malang Telp./Fax +62341558933
 www.uin-malang.ac.id Email: info uin@uin-malang.ac.id, kimia@uin-malang.ac.id

No	Tanggal	Materi Konsultasi	Catatan (ditulis tangan)	Tanda tangan (Pembimbing)
21	6/6/17	revisi bab IV V		
22	7/6/17	Lampiran		
23	8/6/17	Penulisan Naskah		
24	9/6/17	Abstrak		
25	9/6/17	Ace		

Malang,201...
 Pembimbing I

 NIP.



Kedalaman Spiritual, Keagungan Akhlaq, Keluasan Ilmu dan Kematangan Profesional