



SKRIPSI - TK 141581

**AKTIVITAS FOTOKATALITIK ZnO-SiO<sub>2</sub> YANG  
DISINTESA DENGAN METODE *SPRAY*  
*PYROLYSIS***

Oleh :

DIMAS CAMEEO WICAKSONO  
NRP 0221 1440 000 129

DANY DESTYAWAN ANWAR  
NRP 0221 1440 000 135

Dosen Pembimbing

Dr. Kusdianto, S.T., M.Sc.Eng.

Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng.

DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2018



**FINAL PROJECT – TK 141581**

**PHOTOCATALYTIC ACTIVITY OF ZnO-SiO<sub>2</sub>  
SYNTHESIZED USING SPRAY PYROLYSIS  
METHOD**

**By :**

**Dimas Cameeo Wicaksono  
NRP. 0221 1440 000 129**

**Dany Destyawan Anwar  
NRP. 0221 1440 000 135**

**Advisor**

**Dr. Kusdianto, S.T., M.Sc.Eng  
NIP. 19761229 200912 1 001**

**Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng.  
NIP. 19520916 198003 1 002**

**DEPARTMENT OF CHEMICAL ENGINEERING  
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2018**



**SKRIPSI – TK 141581**

**AKTIVITAS FOTOKATALITIK  $\text{ZnO-SiO}_2$  YANG  
DISINTESA DENGAN METODE *SPRAY PYROLYSIS***

**Oleh:**

**Dimas Cameo Wicaksono**

**NRP. 0221 1440 000 129**

**Dany Destyawan Anwar**

**NRP. 0221 1440 000 135**

**Dosen Pembimbing**

**Dr. Kusdianto, S.T., M.Sc.Eng**

**NIP. 19761229 200912 1 001**

**Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng.**

**NIP. 19520916 198003 1 002**

**DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2018**

## LEMBAR PENGESAHAN

### Aktivitas Fotokatalitik ZnO-SiO<sub>2</sub> yang Disintesa dengan Metode *Spray Pyrolysis*

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Teknik pada Program Studi S-1  
Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh:

**Dimas Cameo Wicaksono**  
**Dany Destyawan Anwar**

02211440000129  
02211440000135

Disetujui Oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Dr. Kusdianto, S.T., M.Sc.Eng  
(Pembimbing I)
2. Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng  
(Pembimbing II)
3. Dr. Tantular Nurtono, S.T., M.Eng  
(Penguji I)
4. Dr. Widiyastuti, S.T., M.T  
(Penguji II)
5. Dr.Eng. R. Darmawan, S.T., M.T  
(Penguji III)



# **AKTIVITAS FOTOKATALITIK ZnO-SiO<sub>2</sub> YANG DISINTESA DENGAN METODE SPRAY PYROLYSIS**

**Nama : Dimas Cameo Wicaksono (0221144000129)**

**Dany Destyawan Anwar (0221144000135)**

**Dosen Pembimbing : Dr. Kusdianto, S.T., M.Sc.Eng  
Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng**

## **ABSTRAK**

*Fotokatalis ZnO banyak disintesa untuk menguraikan limbah warna organik menjadi H<sub>2</sub>O dan CO<sub>2</sub>. ZnO digunakan karena mempunyai sifat fotokatalis yang baik jika dibandingkan logam lainnya. Namun pada aplikasinya ZnO cenderung teraglomerasi sehingga menurunkan efektifitas fotokatalis dengan bertumpuknya kristal ZnO. Hal ini dapat dicegah dengan penambahan bahan semikonduktor untuk menghambat laju aglomerasi dari ZnO menggunakan silika. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui suhu sintesa yang sesuai dengan berbagai macam variasi suhu yang digunakan dan konsentrasi silika yang ditambahkan. Metode yang digunakan dalam sintesa partikel ZnO-SiO<sub>2</sub> ini menggunakan kombinasi sol-gel dan fase gas, yaitu menggunakan Spray Pyrolysis. Dalam penelitian ini ZnO didapatkan dari Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O 0,1 M yang dilarutkan dalam air menggunakan sonikator agar terjadi pelarutan yang sempurna. Sedangkan Silika dibuat dengan mearutkan water glass kedalam aquadest dan dilewatkan kedalam resin kation yang sudah diaktivasi menggunakan HCl 2N agar terjadi pertukaran ion H<sup>+</sup> dan Na<sup>+</sup>. Variasi suhu sintesa yang digunakan adalah 300°C, 400°C, 500°C, dan 600°C. Konsentrasi silika yang ditambahkan sebesar 1% dan 2% dari berat Zinc Acetat kedalam precursor. Selanjutnya sampel dianalisa menggunakan XRD, SEM, FTIR untuk mengetahui kristanilitas, morfologi, dan ikatan kimia*

*partikel yang selanjutnya dilakukan uji fototakalitik terhadap methylene blue menggunakan sinar UV dan matahari. Dari penelitian yang telah dilakukan dihasilkan, penambahan silika menambahkan kristanilitas partikel dan dapat mencegah aglomerasi partikel ZnO. Sehingga persen degradasi methylene blue meningkat dengan ditambahkan silika dengan konsentrasi silika 1% didapatkan persentase degradasi MB terbaik. Suhu sintesa mempunyai pengaruh yang cukup signifikan terhadap ukuran kristal dan partikel. Suhu sintesa 400°C merupakan suhu sintesa paling baik untuk partikel ZnO-SiO<sub>2</sub> terhadap persentase degradasi MB. Variasi terbaik didapatkan dengan suhu sintesa 400°C dengan konsentrasi silika 1% menggunakan sinar matahari yang menghasilkan persentase MB sebesar 95,11% dibandingkan dengan base sebesar 30%. Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi silika dan suhu sintesa mempengaruhi terbentuknya nanokompositi ZnO-SiO<sub>2</sub>*

***Kata Kunci : Nanokomposit, Spray Pyrolysis, ZnO-SiO<sub>2</sub>***

# **PHOTOCATALYTIC ACTIVITY OF ZnO-SiO<sub>2</sub> SYNTHESIZED USING SPRAY PYROLYSIS METHOD**

**Name** : Dimas Cameo Wicaksono (02211446000129)  
Dany Destyawan Anwar (02211446000135)  
**Advisor** : Dr. Kusdianto, S.T., M.Sc.Eng  
Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng

## **ABSTRACT**

*ZnO photocatalyst widely synthesized to degrade textile waste to H<sub>2</sub>O dan CO<sub>2</sub>. ZnO is used for the high photocatalyst property compared to the other metal. But in the application of ZnO it tends to agglomerate thus it reduce the photocatalyst efficiency as ZnO agglomerated. This problem can be overcome by adding semiconductor to hold the growth of ZnO using Silicate. This research purpose is to find the optimal synthesis temperature with varied variable used and Silicate concentration added. Method used in for synthesized ZnO-SiO<sub>2</sub> is a combination of Sol-Gel and Gas Phase which is Spray Pyrolysis. In this research ZnO is obtained from Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O 0.1 M diluted into aquadest using sonicator to gain perfect dilution. While Silicate is obtained from water glass diluted in aquadest and streamed through a resin bed active by HCl 2N leading ion exchange between H<sup>+</sup> and Na<sup>+</sup>. Synthesis temperature variable used are 300°C, 400°C, 500°C, and 600°C. Silicate concentration used are 1% and 2% of Zinc Acetate mass into precursor. Forward, samples got analyzed using XRD, SEM, FTIR to obtain crystallinity, morphology, and particle chemical bonds that photocatalytic efficiency of Methylene Blue using UV and Sun light analyzed in advance. From this research, addition of Silicate increases particle crystallinity and capable of holding the agglomeration of ZnO particles. The result regard, Methylene Blue degradation increase as Silicate added into the*

*precursor with 1% Silicate concentration gained the best result. Synthesis temperature have significant role towards crystalline and particle size. 400°C synthesis temperature obtained to be the best variable for MB degradation. The best variable obtained is 400°C synthesis temperature with 1% Silicate concentration using Sun light reached 95,11% MB degradation compared to base with 30% MB degradation. This indicate that Silicate concentration and synthesis temperature affect the formation of ZnO-SiO<sub>2</sub> nanocomposite.*

**Key Words:** *Nanocomposite, Spray Pyrolysis, ZnO-SiO<sub>2</sub>.*

## KATA PENGANTAR

Puji Syukur kehadirat Allah S.W.T, atas rahmat dan hidayah-Nya, sehingga kami dapat menyusun laporan skripsi kami dengan judul

### **“AKTIVITAS FOTOKATALITIK ZnO-SiO<sub>2</sub> YANG DISINTESA DENGAN METODE *SPRAY PYROLYSIS*”**

Proposal skripsi ini merupakan syarat keilusan bagi mahasiswa tahap sarjana di Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.

Pada kesempatan ini, kami ingin mengucapkan terimakasih kepada:

1. Orang tua serta seluruh keluarga kami atas doa, dukungan bimbingan, perhatian dan kasih sayang yang diberikan selama ini.
2. Bapak Juwari, S.T., M.Eng. Ph.D., Selaku Kepala Departemen Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya.
3. Bapak Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng., selaku Dosen pembimbing dan Kepala Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran, atas bimbingan dan saran yang telah diberikan.
4. Bapak Dr. Kusdianto, S.T., M.Sc.Eng, selaku Dosen Pembimbing atas bimbingan dan saran yang telah diberikan.
5. Bapak Dr. Tantular Nurtono, S.T., M.T., Ibu Dr. Siti Machmudah, S.T., M.T, Ibu Suci Madha Nia, S.T., M.T, Bapak Dr. Wahyudiono selaku dosen kami di Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran.
6. Bang Farid selaku Laboran Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran.
7. Bapak dan Ibu Dosen Pengajar serta seluruh karyawan Departemen Teknik Kimia FTI-ITS dan rekan-rekan Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran.

8. Teman-teman rekan kerja Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran (Mixing Crew 2017-2018) atas semangat, bantuan dan dukungan yang telah diberikan.
9. Keluarga besar Institut Teknologi Sepuluh Nopember FTI-ITS, khususnya teman-teman K54 Sikat Abis atas semangat, dukungan dan kerjasamanya.

Kami menyadari bahwa skripsi ini masih perlu penyempurnaan, oleh karena itu kami mengharapkan saran dan kritik yang membangun

Surabaya, 11 Juli 2018

Penyusun

# DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b>	
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b>	
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>i</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>iii</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>v</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>vii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xiii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	<b>1</b>
I.1 Latar Belakang .....	1
I.2 Rumusan Masalah .....	3
I.3 Tujuan Penelitian .....	3
I.4 Manfaat Penelitian .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	<b>4</b>
II.1 Karakteristik <i>Zinc Oxide</i> (ZnO) .....	4
II.2 Karakteristik Silica (SiO <sub>2</sub> ) .....	4
II.2.1 Silika .....	4
II.2.2 Silika Amorf .....	5
II.2.3 <i>Water Glass</i> .....	7
II.2.4 Silika Koloid .....	8
II.3 Pertukaran Ion .....	9
II.4 Metode Sintesis .....	11
II.4.1 Sol-Gel .....	11
II.4.2 <i>Flame Pyrolysis</i> .....	14
II.4.3 <i>Spray Pyrolysis</i> .....	14
II.5 Mekanisme Pembentukan Partikel .....	16
II.6 Mekanisme Fotokatalitik .....	18
II.7 Metode Analisa .....	19
II.7.1 SEM ( <i>Scanning Electron Microscopy</i> ) .....	19
II.7.2 XRD ( <i>X-Ray Diffraction</i> ) .....	20
II.7.3 FTIR ( <i>Fourier-Transform Infrared Spectroscopy</i> ) .....	24
II.8 Penelitian Terdahulu .....	26

<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b>	<b>29</b>
III.1 Bahan dan Peralatan.....	29
III.1.1 Bahan Penelitian .....	29
III.1.2 Peralatan Penelitian .....	29
III.2 Variabel dan Kondisi Operasi Penelitian.....	31
III.3 Prosedur Penelitian .....	32
III.3.1 Pembuatan Larutan Prekursor.....	32
III.3.2 Pembentukan Partikel .....	32
III.3.3 Prosedur Analisa Hasil .....	33
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	<b>35</b>
IV.1 Pembuatan Larutan Prekursor .....	35
IV.1.1 Pembentukan Sol Silika.....	35
IV.1.2 Pembentukan sol ZnO .....	37
IV.2 Hasil Analisa Morfologi dengan SEM-EDX.....	38
IV.2.1 Pengaruh Suhu Sintesa terhadap Morfologi Partikel.....	38
IV.2.2 Pengaruh Penambahan SiO <sub>2</sub> terhadap Morfologi Partikel.....	43
IV.2.3 Hasil Analisa Mapping SEM-EDX .....	48
IV.3 Hasil Analisa Kritisitas dengan XRD.....	50
IV.4 Hasil Analisa FTIR.....	55
IV.5 Hasil Analisa Uji Fotokatalitik .....	59
IV.5.1 Pengaruh Suhu Sintesa terhadap Efisiensi Degradasi .....	61
IV.5.2 Pengaruh Penambahan SiO <sub>2</sub> terhadap Efisiensi Degradasi.....	66
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>	<b>73</b>
V.1 Kesimpulan .....	73
V.2 Saran .....	74
<b>DAFTAR NOTASI</b>	
<b>DAFTAR PUSTAKA</b>	
<b>APPENDIKS</b>	

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Penggabungan Partikel Silika Koloid, A, sol; B, gel; C, bubuk (Ilerm 1979).....	6
Gambar 2. 2 Skema Umum Proses Sol-Gel (Widodo, 2010).....	10
Gambar 2. 3 Tahapan Proses Sol-Gel (Widodo, 2010).....	11
Gambar 2. 4 Berbagai Macam Tipe Atomizer, Furnace, dan Precipitator .....	13
Gambar 2. 5 Sistem Rangkaian Spray Pyrolysis .....	13
Gambar 2. 6 Bagan Mekanisme Pembentukan Partikel .....	13
Gambar 2. 7 Proses Pembentukan Partikel.....	15
Gambar 2. 8 Degradasi Limbah Organik oleh ZnO dengan Bantuan Sinar Matahari.....	16
Gambar 2. 9 Prinsip Kerja SEM (West, 2014).....	17
Gambar 2. 10 Pantulan Sinar-X oleh Bidang Atom S1S1 dan S2S2 Terpisah pada jarak d .....	17
Gambar 2. 11 Skema Difraktometer Serbuk .....	18
Gambar 2. 12 Skema Spektrofotometer IR dengan sumber, interferometer, sampel dan detector .....	21
Gambar 3. 1 Skema Peralatan Spray Pyrolysis .....	25
Gambar 3. 2 Skema Peralatan Uji Fotokatalitik.....	25
Gambar 4. 1 Hasil Analisa SEM dari ZnO 100% yang Disintesa Pada Suhu (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C.....	32
Gambar 4. 2 Hasil Analisa SEM dari ZnO-SiO <sub>2</sub> 1% yang Disintesa Pada Suhu (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C.....	33
Gambar 4. 3 Distribusi Ukuran Partikel dari ZnO 100% yang Disintesa Pada Suhu (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C .....	34
Gambar 4. 4 Distribusi Ukuran Partikel dari ZnO-SiO <sub>2</sub> 1% yang Disintesa Pada Suhu (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C .....	34

Gambar 4. 5 Hasil Analisa EDX dari ZnO 100% yang Disintesa Pada Suhu (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C .....	35
Gambar 4. 6 Hasil Analisa EDX dari ZnO-SiO <sub>2</sub> 1% yang Disintesa Pada Suhu (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C .....	36
Gambar 4. 7 Komposisi Elemen dari sampel (a) ZnO 100%, (b) ZnO-SiO <sub>2</sub> 1% .....	36
Gambar 4. 8 Hasil Analisa SEM dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 300°C dengan Penambahan SiO <sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2% .....	37
Gambar 4. 9 Hasil Analisa SEM dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 400oC dengan Penambahan SiO <sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2% .....	37
Gambar 4. 10 Hasil Analisa SEM dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 500oC dengan Penambahan SiO <sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2% .....	37
Gambar 4. 11 Hasil Analisa SEM dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 600oC dengan Penambahan SiO <sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2% .....	37
Gambar 4. 12 Distribusi Ukuran Partikel dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 300oC dengan Penambahan SiO <sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2% .....	38
Gambar 4. 13 Distribusi Ukuran Partikel dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 400°C dengan Penambahan SiO <sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2% .....	38
Gambar 4. 14 Distribusi Ukuran Partikel dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 500°C dengan Penambahan SiO <sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2% .....	38
Gambar 4. 15 Distribusi Ukurann Partikel dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 600°C dengan Penambahan SiO <sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2% .....	38
Gambar 4. 16 Hasil Analisa EDX dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 300°C dengan Penambahan SiO <sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2% .....	39

Gambar 4. 17 Hasil Analisa EDX dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 400°C dengan Penambahan SiO <sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2% .....	40
Gambar 4. 18 Hasil Analisa EDX dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 500°C dengan Penambahan SiO <sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2% .....	40
Gambar 4. 19 Hasil Analisa EDX dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 600°C dengan Penambahan SiO <sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2% .....	40
Gambar 4. 20 Komposisi Elemen Si dari Sampel .....	40
Gambar 4. 21 Persebaran Zn, Si dan O dalam Partikel ZnO-SiO <sub>2</sub> 1% 400°C .....	41
Gambar 4. 22 Persebaran Zn, Si dan O dalam Partikel ZnO-SiO <sub>2</sub> 2% 400°C .....	42
Gambar 4. 23 Hasil Analisa XRD dengan suhu sintesa (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C .....	43
Gambar 4. 24 Hasil Analisa XRD dengan berbagai variabel suhu sintesa (a) ZnO 100% (b) ZnO-SiO <sub>2</sub> 1% .....	44
Gambar 4. 25 Hasil Analisa XRD ZnO-SiO <sub>2</sub> 2% dengan berbagai suhu sintesa .....	45
Gambar 4. 26 Grafik Plot Antara Diameter Kristal Yang Dihasilkan Dengan Berbagai Suhu Sintesa .....	46
Gambar 4. 27 Reaksi degradasi zat organic oleh fotokatalis.....	47
Gambar 4. 28 Mekanisme Reaksi degradasi zat organic oleh fotokatalis.....	47
Gambar 4. 29 Hasil Analisa FTIR untuk Sampel ZnO 100% Dengan Berbagai Suhu.....	48
Gambar 4. 30 Hasil Analisa FTIR untuk Sampel ZnO-SiO <sub>2</sub> 1% Dengan Berbagai Suhu.....	49
Gambar 4. 31 Efisiensi Degradasi Methylene Blue ZnO 100%, ZnO-SiO <sub>2</sub> 1% dan ZnO-SiO <sub>2</sub> 2% Pada (a, c, e) Sinar Matahari, (b, d, f) Sinar UV .....	52
Gambar 4. 32 Plot ln(C/Co) vs. Waktu Fotokatalitik dari ZnO 100%, ZnO-SiO <sub>2</sub> 1% dan ZnO-SiO <sub>2</sub> 2% Pada (a, c, e) Sinar Matahari, (b, d, f) Sinar UV.....	54

Gambar 4. 33 Hasil Analisa Fotokatalitik ZnO-SiO <sub>2</sub> 1% (a) Dibawah Sinar Matahari, (b) Dibawah Sinar UV.	54
Gambar 4. 34 Efisiensi Degradasi Methylene Blue dibawah Sinar Matahari yang Disintesa Pada Suhu(a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C .....	55
Gambar 4. 35 Efisiensi Degradasi Methylene Blue dibawah Sinar UV yang Disintesa Pada Suhu(a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C .....	56
Gambar 4. 36 Plot ln(C/Co) vs. Waktu fotokatalitik dibawah Sinar Matahari yang Disintesa Pada Suhu (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C .....	57
Gambar 4. 37 Plot ln(C/Co) vs. Waktu fotokatalitik dibawah Sinar UV (a) Sintesa pada Suhu 300 <sub>o</sub> C, (b) Sintesa pada Suhu 400 <sub>o</sub> C, (c) Sintesa pada Suhu 500 <sub>o</sub> C, (d) Sintesa pada Suhu 600 <sub>o</sub> C.....	58
Gambar 4. 38 Mekanisme pengikatan ZnO dan SiO <sub>2</sub> .....	59
Gambar 4. 39 Hasil Analisa Fotokatalitik (a) ZnO 100% Dibawah Sinar Matahari, (b) ZnO 100% Dibawah Sinar UV, (c) ZnO-SiO <sub>2</sub> 1% Dibawah Sinar Matahari, (d) ZnO-SiO <sub>2</sub> Dibawah Sinar UV, (e) ZnO-SiO <sub>2</sub> 2% Dibawah Sinar Matahari, (f) ZnO-SiO <sub>2</sub> 2% Dibawah Sinar UV .....	60

## DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Penelitian Terdahulu .....	26
Tabel 4.1 Tabel Ukuran kristal terhadap suhu sintesa dan penambahan SiO <sub>2</sub> .....	54
Tabel 4. 2 Hasil perhitungan luas integral.....	59

# BAB I

## PENDAHULUAN

### I.1 Latar Belakang

Belakangan ini, pengembangan dibidang nanoteknologi semakin meningkat pesat, khususnya nanomaterial. Dalam beberapa tahun terakhir, material nanokomposit telah dipelajari secara luas karena memiliki keuntungan dan bermanfaat karena sifat dari material tersebut. Maka dari itu, pengembangan nanokomposit menjadi solusi yang baik untuk meningkatkan sifat dari nanomaterial tersebut. Salah satu aplikasi nanomaterial yang sering digunakan untuk penelitian adalah fotokatalis untuk degradasi zat warna kimia organik.

Fotokatalisis merupakan proses fisika-kimia yang terjadi pada saat material katalis dikenai cahaya yang bersesuaian dengan serapan optisnya. Selanjutnya akan dihasilkan pasangan elektron dan *hole* pada material tersebut yang berfungsi sebagai penghasil ion-ion radikal. Ion-ion inilah yang nantinya berperan dalam degradasi limbah cair (Liu et al., 2015). Metode ini biasa disebut dengan fotodegradasi. Prinsipnya menggunakan fotokatalis yang berasal dari bahan semikonduktor, contohnya adalah  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CdS}$ , dan sebagainya (Sakhtivel et al., 2003).

$\text{ZnO}$  banyak digunakan sebagai material fotokatalitik, hal ini dikarenakan  $\text{ZnO}$  dapat mendegradasi zat organik menjadi  $\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{CO}_2$ ,  $\text{ZnO}$  juga lebih banyak digunakan sebagai fotokatalis karena  $\text{ZnO}$  memiliki keuntungan dibandingkan dengan  $\text{TiO}_2$  dimana dia mampu menyerap spektrum matahari dan kuantum cahaya lebih banyak dibandingkan dengan  $\text{TiO}_2$  (Hutabarat, 2012). Material  $\text{ZnO}$  memiliki jarak celah pita yang lebih besar (3,4 eV) daripada  $\text{TiO}_2$  sebesar 3,2 eV (Singh, 2009). Akan tetapi penggunaan material  $\text{ZnO}$  sendiri menghasilkan konversi degradasi yang rendah, hal ini dikarenakan adanya *electron hole* yang terekombinasi.

Aktifitas fotokatalitik semikonduktor perlu ditingkatkan dengan cara menambahkan suatu matriks atau dopan (Eka et al.,

2014). Sintesis ZnO dengan dopan SiO<sub>2</sub> akhir-akhir ini menjadi salah satu penelitian yang sering dilakukan. Pendopongan silika ke dalam struktur nanopartikel ZnO dapat memperbaiki sifat optik dan elektrik dari nanopartikel ZnO murni (Luo et al., 2012). SiO<sub>2</sub> dipilih karena tidak merubah struktur kristal dari induk partikel yaitu ZnO dan dapat menghambat pertumbuhan aglomerasi dari partikel ZnO (Widyastuti, 2014). *Water glass* (Natrium silikat) merupakan sumber silika yang bisa didapatkan lebih murah daripada yang lain, seperti *tetraethoxysilane* (TEOS) atau *tetramethoxysilane* (TMOS). *Water glass* juga sangat cocok digunakan untuk memproduksi silica bubuk (Rida, 2014).

Secara umum, pembentukan nanopartikel dapat dilakukan dengan dua metode, yaitu *liquid phase* dan *gas phase*. Nanopartikel ZnO/SiO<sub>2</sub> juga dapat dibuat dengan metode reaksi pada kondisi solid (*solid-state reaction*). Reaksi pada kondisi padat dilakukan pada temperature tinggi memiliki keuntungan antara lain ZnO yang dihasilkan memiliki kemurnian dan kristalinitas yang baik. Tetapi ZnO yang dibuat dengan metode reaksi pada kondisi padat menghasilkan partikel dengan ukuran besar dan morfologi tidak teratur. Sedangkan metode *liquid phase* seperti sol-gel, *hydrothermal*, mikroemulsi, dan presipitasi juga telah diaplikasikan untuk membuat serbuk ZnO berukuran nanometer. Keuntungan dari metode ini adalah pengaturan morfologi serta ukuran serbuk ZnO yang cukup baik (Ayadi, 2008). Tetapi metode ini memiliki kelemahan yaitu produk yang dihasilkan mengandung kontaminan, kristalinitas yang rendah dan proses yang lama sehingga produk yang dihasilkan kurang memenuhi syarat apabila diaplikasikan di bidang teknologi. Terdapat beberapa metode yang menggunakan *gas phase*, yaitu *spray pyrolysis*, *Inert Gas Condensation* (*Chemical Vapor Deposition*), dan *Atomic Layer Deposition*. Dalam metode *spray pyrolysis* sebagai sumber panas digunakan dinding yang dipanasi secara elektrik, sedangkan *flame spray pyrolysis* menggunakan bahan bakar gas sebagai pemanas dengan ciri utama semburan (*flame*) sebagai tempat terjadinya reaksi. *Spray pyrolysis* memiliki keuntungan dibandingkan metode

*flame spray pyrolysis*. Pada *flame spray pyrolysis*, kondisi temperatur yang tidak merata pada reaktor tempat terjadinya reaksi, hanya daerah semburan api yang memiliki temperatur sama dan sekeliling sumber api memiliki perbedaan temperatur dan mudah terjadi aglomerasi pada partikel yang dihasilkan. Sedangkan pada *spray pyrolysis* mudah menghindari terjadinya aglomerasi hanya dengan mengatur kondisi operasi pada reaktor, maka *spray pyrolysis* dipilih sebagai metode sintesis partikel dalam penelitian ini. (Caprizia et al., 2011)

## **I.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dapat dirumuskan permasalahan yang akan diselesaikan adalah sebagai berikut:

1. Pembentukan nanopartikel ZnO-SiO<sub>2</sub> dengan menggunakan metode *spray pyrolysis*
2. Pengaruh komposisi larutan silika dan larutan ZnO sebagai prekursor terhadap karakteristik dan daya fotokatalitik nanopartikel ZnO-SiO<sub>2</sub>

## **I.3 Tujuan Penelitian**

Adapun tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mempelajari karakteristik ZnO-SiO<sub>2</sub> yang disintesa menggunakan metode *spray pyrolysis*
2. Mempelajari pengaruh komposisi larutan silika dan larutan ZnO sebagai prekursor terhadap daya fotokatalitik nanopartikel ZnO-SiO<sub>2</sub>

## **I.4 Manfaat Penelitian**

Adapun manfaat penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mengetahui hasil pembentukan nanopartikel ZnO-SiO<sub>2</sub> menggunakan metode *spray pyrolysis*
2. Mengetahui komposisi konsentrasi terbaik pada pembentukan nanopartikel ZnO-SiO<sub>2</sub> terhadap karakteristik dan daya fotokatalitik nanopartikel ZnO-SiO<sub>2</sub>

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **II.1 Karakteristik Zinc Oxide (ZnO)**

*Zinc Oxide* merupakan partikel berukuran nano yang memiliki rumus partikel ZnO dan termasuk bahan semikonduktor yang menghasilkan luminesensi biru sampai hijau -kuning yang cukup efisien dan berpotensi sebagai bahan *photolumin*

ZnO memiliki energi celah pita (*band gap*) sebesar 3,37 eV dan *excitonic binding energy* 60 meV pada temperature kamar. Kedua sifat tersebut mempengaruhi emisi UV, transpransi, konduktivitas, dan ketahanan terhadap degradasi elektronik pada temperature tinggi (Panwar, R.S., 2009). ZnO dimanfaatkan secara luas dibidang elektronik, sebagai bahan semikonduktor, ZnO juga digunakan untuk sprintronik, sensor gas, *surface acoustic wave* (SAW), sel surya, LED dan berbagai jenis elektroda (Ramahdita, 2011)

#### **II.2 Karakteristik Silica (SiO<sub>2</sub>)**

##### **II.2.1 Silika**

Silika ada dalam banyak bentuk kristal, yang lebih dikenal dengan kuarsa, kristobalit, tridimit, stishovit, dan koesit. Namun, bentuk yang paling terkenal adalah silika amorf (Nandanwar, 2015). Dalam kondisi tertentu, baik di alam atau di laboratorium, silika bias dihasilkan dalam bentuk lain. Bentuk-bentuk ini dapat dibagi ke dalam kelas berikut :

1. Kristal SiO<sub>2</sub> anhidrat
2. Kristal SiO<sub>2</sub>.xH<sub>2</sub>O terhidrasi
3. Silika amorf anhidrat dalam bentuk microporous anisotropic seperti serat atau lembaran
4. Silika amorf anhidrat dan hidrat dari subdivisi koloid atau dalam bentuk microporous isotropic seperti sol, gel, dan bubuk halus
5. Silika kaca amorf padat.

(Iler, 1979)

## II.2.2 Silika Amorf

Secara luas, silika amorf bisa dibagi menjadi tiga jenis :

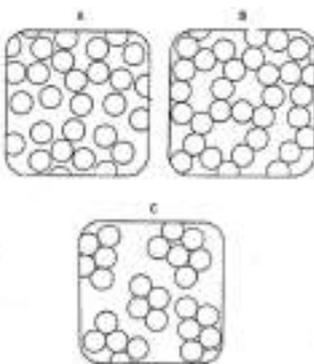
1. Silika *vitreous* yang dibuat dengan meleburkan kuarsa.
2. Silika M merupakan silika amorf yang terbentuk ketika amorf atau kristal silika dipaparkan dengan neutron berkecepatan tinggi. Kepadatan silika amorf meningkat dan kristalinitas silika menurun. Silika ini tidak stabil secara termal dan ditransformasikan ke kuarsa pada 930 °C dalam 16 jam. Silika M dari bentuk-bentuk kristal yang berbeda mungkin sedikit berbeda satu sama lain. Densitas silika ini adalah 2.26, dibandingkan dengan silika *vitreous* atau *microamorphous* yang memiliki densitas 2,20 (Sosman, 1964).
3. Silika *microamorphous* yang meliputi sol, gel, bubuk, dan silika kaca berpori yang umumnya terdiri dari partikel akhir berukuran kurang dari satu mikron atau memiliki luas permukaan spesifik yang lebih besar dari sekitar 3 m<sup>2</sup>g<sup>-1</sup>.

Frondel menyatakan bahwa silika amorf tidak benar-benar amorf tetapi terdiri dari daerah local atomic order, atau kristal berukuran sangat kecil yang tampak memiliki struktur kristobalit jika dianalisis melalui difraksi sinar-X. Namun, dengan prosedur difraksi biasa, material ini hanya menunjukkan sebuah broad band tanpa beberapa puncak seperti yang biasanya diperoleh dari kristal makroskopik, dan ini disebut sebagai "amorf." Di alam, silika *microamorphous* bisa dihasilkan dari proses kondensasi fase uap yang dikeluarkan dari letusan gunung berapi atau diendapkan dari larutan supersaturated di perairan alami dan dalam organisme hidup. Silika *microamorphous* yang dibuat di laboratorium dapat dibagi menjadi tiga kelas:

1. Berbentuk seperti lembaran, pita, dan benang mikroskopis yang diperoleh dengan proses khusus
2. Berbentuk amorf umum yang terdiri dari partikel SiO<sub>2</sub> berbentuk bola dengan diameter kurang dari 1000 Å. Bagian permukaannya terdiri dari SiO<sub>2</sub> anhidrat atau gugus SiOH. Partikel-partikel ini mungkin terpisah atau

terhubung bersama dalam jaringan tiga dimensi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1:

- (A) Partikel diskrit atau terpisah seperti dalam sol
  - (B) Agregat tiga dimensi koheren dengan ikatan siloxane pada titik-titik kontak seperti dalam gel.
  - (C) Jaringan terbuka voluminous tiga dimensi dari partikel agregat seperti dalam aerogel, silika pirogenik, dan bubuk silika tertentu yang terdispersi.
3. Silika amorf terhidrasi yang dipisahkan dalam kelas berbeda di mana sebagian besar atom silikon masing-masing mempertahankan satu atau lebih gugus hidroksil dalam struktur silika. Jenis struktur polimer ini diperoleh jika asam monosilikat atau asam oligosilikat dalam air terkonsentrasi dan terpolimerisasi pada suhu biasa atau suhu rendah dan dalam larutan sedikit asam. Kondisi ini dipercaya bisa menyebabkan silika berpolimerisasi menjadi unit bulat sangat kecil yang berdiameter kurang dari 20-30 Å. Ketika terkonsentrasi, silika bergabung menjadi massa gel tiga dimensi, menangkap air di bagian celah dengan dimensi molekular dan menyimpan air yang hanya dapat diserap pada suhu di atas 60 °C



**Gambar 2. 1** Penggabungan Partikel Silika Koloid, A, sol; B, gel; C, bubuk (Ilerm 1979)

Biasanya struktur seperti itu tidak dipertahankan karena dalam membuat sol dan gel, pH tidak dijaga dalam kondisi cukup asam atau tidak dijaga pada suhu tetap dibawah 60°C selama pemrosesan hingga menghasilkan produk akhir (Iler, 1979)

### **II.2.3 Water Glass**

Natrium silikat merupakan garam yang larut dalam air dan dikenal sebagai *water glass* atau *soluble glass*. Secara kimia, natrium silikat adalah natrium metasilikat dengan komposisi  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  atau  $\text{NaSiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ . Dua bentuk lain dari silikat adalah natrium sekuisilikat,  $3\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$  dan natrium ortosilikat,  $2\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2$ . Material ini memiliki sifat adhesi yang baik dan dalam jumlah besar digunakan dalam larutan air untuk perekat industri. Natrium silikat juga digunakan untuk menghambat korosi dalam system industri air minum, membentuk sebuah film tahan oksidasi pada dinding pipa. Jika korosi telah dimulai, larutan rekondisi pH netral dapat menghilangkan karat atau kerak tanpa penyesuaian pH *flush water*. Natrium silikat padat tampak seperti kaca dan larut dalam air panas, leleh pada suhu 1864 °F (1018 °C). Natrium silika bisa diperoleh dengan meleburkan natrium karbonat dengan silika, atau dengan meleburkan pasir, arang, dan soda (Brady dkk, 2002).

Water glass bersifat stabil dalam larutan murni dan alkalin. Dalam larutan asam, ion silikat bereaksi dengan ion hidrogen untuk membentuk asam silikat. Jika dipanaskan dan dibakar, maka akan terbentuk silika gel yang keras dan bening seperti zat kaca yang dapat menyerap air dengan cepat. Natrium silikat murni memiliki warna putih atau tidak berwarna. Namun pada sampel komersial sering ditemui yang berwarna kehijauan atau biru karena kandungan besi yang mengandung kotoran (Greenwood,1997).

### **II.2.4 Silika Koloid**

Istilah "silika koloid" di sini mengacu pada dispersi stabil atau sol partikel diskrit silika amorf. Berdasarkan definisi tertentu, istilah itu tidak mencakup larutan asam polisilikat di mana partikel

atau molekul polimer memiliki ukuran sangat kecil sehingga bersifat tidak stabil. Pada 1940-an, para peneliti bisa menghasilkan sol silika pekat stabil yang tidak menjadi gel atau mengendap setidaknya dalam beberapa tahun setelah dipelajari bagaimana membuat partikel koloid seragam yang berdiameter lebih besar dari 5 nm dan distabilkan dengan sejumlah basa yang optimum.

Ketika Vail pada tahun 1925 dan Treadwell dan Wieland tahun 1930 mengulas status silika koloid, tidak banyak diperoleh sol silika yang mengandung lebih dari 10% silika; sol seperti itu bersifat tidak stabil terhadap pembentuk gel. Pada tahun 1933, hasil itu ditinjau oleh Griessbach yang melaporkan bahwa 10% sol distabilkan dengan amonia dibuat oleh I.G. Farbenindustries, A.G. Pada tahun 1941, Bird mematenkan proses untuk menghilangkan alkali dari larutan natrium silikat encer oleh resin pertukaran ion hidrogen, menambahkan kembali sejumlah kecil alkali untuk menstabilkan silika dan membuatnya menjadi pekat dengan pemanasan untuk menguapkan air. Dalam kondisi ini, partikel silika bisa tumbuh hingga berdiameter 5-10 nm. Pada tahun 1945, White mematenkan proses pencucian garam dari silika gel yang dibuat dengan pengasaman larutan natrium silikat, menambahkan larutan alkali, dan kemudian dipanaskan sampai sebagian besar gel terpeptisasi menjadi sol. Proses ini umumnya menghasilkan sol yang mengandung 15-20% silika, setidaknya untuk sementara stabil terhadap pembentuk gel atau pengendapan. Pada tahun 1951 Bechtold dan Snyder mengembangkan proses pertama untuk membuat partikel silika koloid berukuran seragam dan bias dikontrol, dan lebih lanjut Rule menetapkan konsentrasi optimum alkali yang dibutuhkan untuk stabilisasi sembari membatasi elektrolit pengotor.

Sejarah perkembangan dan pembentukan silika koloid di sekitar tahun 1954 dirangkum oleh Iler. Perbaikan lebih lanjut dilakukan oleh Alexander dalam mengendalikan ukuran partikel, tingkat agregasi, kemurnian, dan konsentrasi optimum alkali yang menghasilkan partikel sol stabil yang hanya berdiameter 8 nm,

namun mengandung lebih dari 30% silika. Sol stabil, tembus cahaya, berair yang mengandung SiO<sub>2</sub> sebesar 50% berat telah dikembangkan (Atkins, 1961; Sippel, 1959) dengan membuat partikel berdiameter 20-25 nm dan menambahkan jumlah optimal alkali untuk stabilisasi dan garam yang cukup untuk mengurangi viskositas tanpa menghancurkan stabilitas.

Sol yang mengandung partikel-partikel diskrit berdiameter 300 nm atau lebih, yang tetap mengendap, telah dibuat dengan cara autoclaving gel silika basah dengan basa di bawah tekanan superatmosfir dan kemudian memecah partikel agregat ringan yang terpisah dalam colloid mill (Allen, 1952). Jadi, dalam 30 tahun terakhir, beberapa metode telah dikembangkan untuk membuat partikel silika diskrit yang mencakup seluruh rentang ukuran koloid dan menstabilkannya sebagai sol komersial pekat.

### **II.3 Pertukaran Ion**

Penelitian yang dipelopori oleh Bird menghasilkan sol silika stabil yang mengandung sekitar 20% silika. Natrium dihilangkan dari natrium silikat dengan pertukaran ion setelah sol dipekatkan dengan penguapan pada tekanan atmosfer. Perkembangan lebih lanjut yang dilakukan oleh Bechtold dan Snyder memungkinkan untuk mengontrol ukuran partikel, dan modifikasi lainnya, berkaitan dengan konsentrasi garam yang diperbolehkan dan kandungan alkali yang optimal. Selanjutnya, Alexander dan Atkins menghasilkan serangkaian sol pekat yang meliputi berbagai ukuran partikel. Sejauh ini, sol silika dibuat dengan melewati larutan natrium silikat yang relatif encer melalui *bed* resin penukar ion untuk menghasilkan sol asam yang relatif tidak mengandung natrium. Kemudian sol distabilkan dan partikel bertumbuh seperti yang diinginkan. Pendekatan alternative dilakukan oleh Wolter dan Lier, dimana resin penukar ion hydrogen dan natrium silikat ditambahkan ke media reaksi larutan basa lemah pada kisaran pH sekitar 9 pada suhu tinggi. Partikel-partikel silika tumbuh terus-menerus di bawah kondisi ini di mana mereka distabilkan terhadap agregasi sehingga bisa diperoleh

secara langsung sol yang relatif pekat yang mengandung silika di kisaran 10-15%. Prosedur alternatif untuk membuat sol asam polisilikat 12 % yang relatif pekat telah dipatenkan oleh Mindick dan Reven, dimana larutan silikat didinginkan dan melewati penukar ion sehingga sol pekat terbentuk pada suhu rendah untuk menghindari pembentukan gel.

Variasi dalam prosedur pertukaran ion telah banyak diusulkan. Dirnberger menunjukkan bahwa sol yang lebih pekat dapat dibuat tanpa *gelling* dengan melewati larutan silikat ke atas melalui *bed* resin penukar ion, menjaga resin tetap dalam suspensi. Variasi lain dalam proses pertukaran ion juga telah dipatenkan (Iler, 1959; Reuter dkk., 1969; Weldes dkk., 1969; Weldes dkk., 1967; Marotta, 1968).

Menurut Mindick dan Reven, sisa elektrolit dapat dihilangkan dari silika sol yang dihasilkan dengan cara konvensional, yaitu dengan pemanasan dan melewatkannya lagi melalui resin ion hidrogen untuk menghilangkan alkali yang dibebaskan dari partikel. Penggunaan resin penukar kation dalam bentuk amonium bisa menghilangkan natrium dari larutan natrium silikat tanpa menurunkan pH larutan dimana agregasi bisa terjadi. Wolter menemukan bahwa larutan silikat dengan rasio 3,25 yang mengandung SiO<sub>2</sub> sampai 6% bisa melewati kolom resin ammonium tanpa pembentuk gel. Silikat dapat ditambahkan ke limbah alkali dan solusi lagi diobati dengan resin amonium (Wolter, 1954).

Untuk sol dengan ukuran partikel yang sangat kecil, Shannon menambahkan natrium silikat ke dalam suspensi asam resin hingga mencapai konsentrasi silika 8%. Sol telah dihilangkan dan dialkalinasi dengan NaOH dan NH<sub>3</sub> untuk memiliki 1% Na dan 3% NH<sub>3</sub> yang berbasis SiO<sub>2</sub>. Ketika membuat asam silikat dengan melewati larutan natrium silikat yang mengandung SiO<sub>2</sub> lebih dari 3-4% melalui *bed* resin penukar ion hidrogen, silika gel terbentuk dalam pori-pori resin konvensional. Hal ini tidak hanya menyebabkan hilangnya silika dan kebutuhan untuk pembersihan *bed*, tetapi juga menyebabkan butiran resin hancur. Menurut

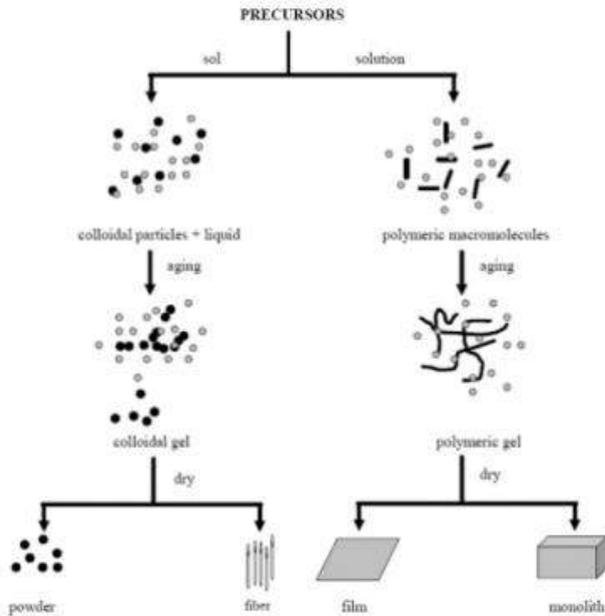
Hoffman sebuah limbah asam silikat yang mengandung SiO<sub>2</sub> 6% dapat dibuat tanpa masalah ini jika menggunakan resin penukar kation *macroreticular* (Amerlite IR 200) yang memiliki diameter pori-pori sekitar 10 nm, porositas 32%, dan luas permukaan dengan adsorpsi nitrogen sebesar 42 m<sup>2</sup>g<sup>-1</sup>. Resin diperlakukan dengan larutan kaustik untuk menghilangkan sejumlah kecil silika setelah digunakan dan sebelum regenerasi. Menurut Matejka, penukar ion dapat diregenerasi secara elektrolitik.

## **II.4 Metode Sintesis**

### **II.4.1 Sol-Gel**

Prekursor atau bahan awal diperoleh dari alkoksida logam dan klorida logam yang mengalami reaksi hidrolisis dan reaksi polikondensasi untuk membentuk koloid. Koloid adalah suatu sistem yang terdiri dari partikel-partikel padat (ukuran partikel antara 1 nm sampai 1 μm) yang terdispersi dalam suatu pelarut. Prekursor juga dapat disimpan pada suatu substrat untuk membentuk film (seperti melalui dip-coating atau spin-coating), yang kemudian dimasukkan kedalam suatu wadah yang sesuai dengan bentuk yang diinginkan, misalnya untuk menghasilkan suatu keramik monolitik, gelas, fiber atau serat, membran, aerogel, atau juga untuk membentuk bubuk, baik butiran mikro maupun nano (Widodo, 2010).

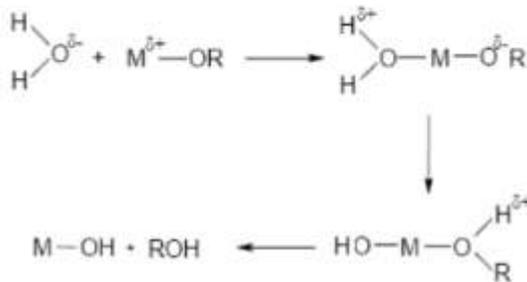
Dari beberapa tahapan proses sol-gel, terdapat dua tahapan umum dalam pembuatan metal oksida melalui proses sol-gel, yaitu hidrolisis dan polikondensasi seperti terlihat pada Gambar 2.2 berikut ini. Pada tahap hidrolisis terjadi penyerangan molekul air (Widodo, 2010).



**Gambar 2. 2** Skema Umum Proses Sol-Gel (Widodo, 2010).

Dalam metode sol-gel ada dua tahapan reaksi, yaitu :

1. Hidrolisis Metal Oksida

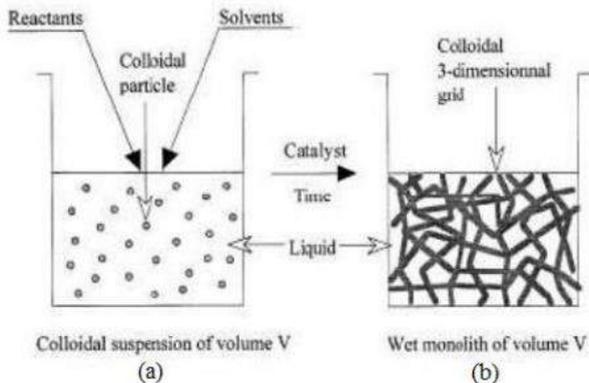


## 2. Kondensasi



Adapun tahapan dalam polimerisasi sol-gel menurut Iler adalah :

1. Polimersasi monomer-monomer membentuk partikel
2. Pertumbuhan partikel
3. Pengikatan partikel membentuk rantai, kemudian jaringan yang terbentuk diperpanjang dalam medium cairan, mengental menjadi suatu gel, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.3 berikut (Widodo, 2010)



**Gambar 2. 3** Tahapan Proses Sol-Gel (Widodo, 2010)

### II.4.2 Flame Pyrolysis

Proses *flame synthesis* dibedakan menjadi dua tipe, yaitu difusi *premixed flames*. Dalam aplikasinya lebih dipilih proses difusi pembakaran (*diffusion flame*) karena reaktan tidak berkontak satu dengan yang lain sampai reaktan meninggalkan *burner*, setelah terdifusi secara bersamaan maka dihasilkan zona pembakaran yang mana antara bahan bakar (*fuel*) oksigen atau udara terjadi kontak satu sama lain. Sedangkan pada proses *premixed flam*, bahan bakar dan sumber oksigen bercampur pada saluran menuju *burner*.

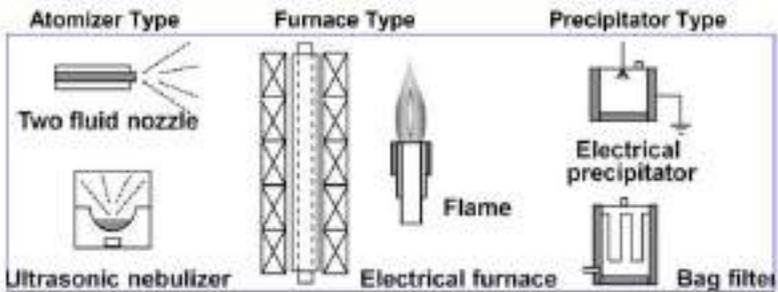
Energi yang dihasilkan dari pembakaran digunakan untuk mengendalikan hasil reaksi kimia dalam pembentukan senyawa

dengan tekanan uap rendah, yang kemudian terjadi nukleasi untuk membentuk partikel (Pratsinis, 1998). Morfologi dari partikel akhir tergantung dari macam *precursor* dan kondisi operasi dari pembakaran. Laju alir bahan bakar dan oksigen yang tinggi berguna untuk menghasilkan daerah pembakaran dengan temperature tinggi. Partikel yang dihasilkan pada proses pembakaran terkumpul pada alat *electrostatic precipitator* (EP).

### **II.4.3 Spray Pyrolysis**

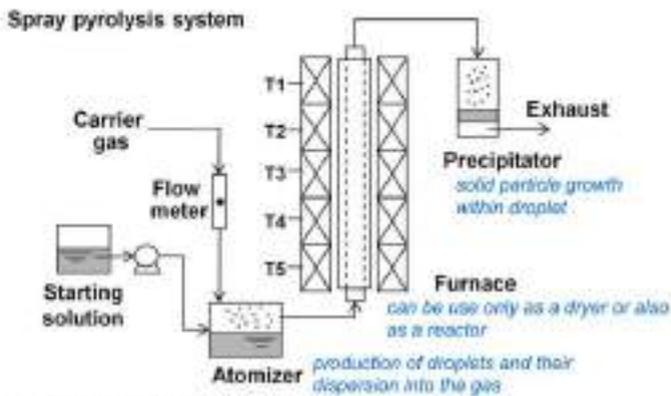
*Spray Pyrolysis* pada kondisi atmosferic biasa disebut dengan *Spray Pyrolysis Conventional* (CSP) yang mana sering digunakan untuk sintesa partikel, berupa metal, metal oksida, keramik non-oxide, material superkonduktor dan material nano (Gurac dkk., 1993; Okuyama dan Lenggoro, 2003). Partikel yang disintesa oleh CSP berdasarkan mekanisme konversi satu droplet untuk satu partikel. Prekursor yang telah diatomisasi menjadi droplet selanjutnya akan menuju ke bagian pemanasan oleh *carrier gas* pada kondisi tekanan atmosfer. Didalam *furnace*, pelarut precursor akan menguap, dan sisa larutannya akan melakukan pengendapan, dekomposisi termal dan reaksi intrapartikel akan membentuk produk nanopartikel, biasanya partikel dengan bentuk bulat yang mempunyai ukuran submicron akan terbentuk. Ukuran partikel dapat ditentukan dengan ukuran droplet awal dan konsentrasi dari precursor yang digunakan.

Gambar dibawah ini menjelaskan serangkaian alat sintesa *Spray Pyrolysis* yang menggunakan *tubular furnace* sebagai alat penegeringnya. Larutan precursor dimasukkan dalam *atomizer* sehingga dapat membentuk droplet yang selanjutnya akan dibawa oleh *carrier gas* menuju *tubular furnace* dan ditangkap oleh *precipitator*. Terdapat berbagai macam tipe *atomizer*, *furnace*, dan *precipitator* yang dapat digunakan dalam sintesa partikel menggunakan metode *spray pyrolysis* seperti yang ditunjukkan gambar dibawah ini.



F. Iskandar, Adv. Powder Techn. 20 (2009) 283

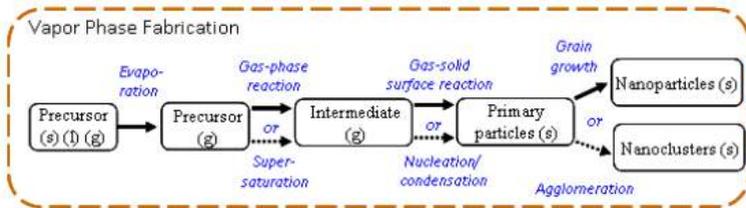
**Gambar 2. 4** Berbagai Macam Tipe Atomizer, Furnace, dan Precipitator



F. Iskandar, Adv. Powder Techn. 28 (2009) 282

**Gambar 2. 5** Sistem Rangkaian Spray Pyrolysis

## II.5 Mekanisme Pembentukan Partikel



**Gambar 2. 6** Bagan Mekanisme Pembentukan Partikel

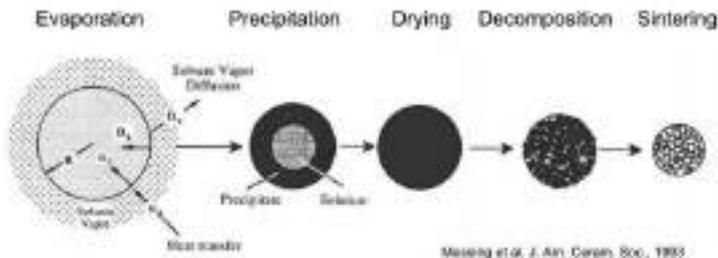
Reaksi sintesa partikel menggunakan fase gas merupakan sintesa yang cukup efektif karena proses yang digunakan cukup ringkas, biaya yang digunakan murah, dan yield yang dihasilkan besar. Berikut merupakan ringkasan dari mekanisme pembentukan partikel menggunakan fase gas.

Untuk menyiapkan partikel dengan *spray pyrolysis* larutan awal disiapkan dengan melarutkan, biasanya, garam logam dari produk dalam pelarut. Droplet yang diatomisasi dari larutan awal, selanjutnya masuk kedalam furnace. Penguapan pelarut, difusi zat terlarut, pengeringan, pengendapan, reaksi antara prekursor dan gas sekitarnya, pirolisis, atau sintering dapat terjadi di dalam furnace untuk membentuk nanopartikel.

*Spray drying* mirip dengan semprotan pirolisis kecuali jenis prekursornya. Untuk metode *spray drying*, partikel koloid atau sol biasanya digunakan sebagai prekursor. Metode ini juga memiliki kemampuan menghasilkan partikel dengan bentuk bola seragam dari submikron ke ukuran mikron. Jika suspensi terdiri dari nanopartikel koloid (partikel primer), partikel yang dihasilkan juga membentuk nanopartikel untuk terbentuk bubuk berstruktur nano. Oleh karena itu, *spray drying* mungkin menjadi proses yang cocok untuk menggabungkan nanopartikel ke dalam struktur makroskopik, dan bubuk submikro dengan skala nano properti.

Prekursor yang sudah dibawah oleh *carrier gas* selanjutnya akan menuju *tubular furnace* agar terjadi reaksi dekomposisi membentuk ikatan nanopartikel yang diinginkan, gambar dibawah ini merupakan tahapan-tahapan yang terjadi pada partikel didalam *tubular furnace*. Pertama *precursor* akan mengalami penguapan dimana terjadi pemekatan karena jumlah solvent didalam droplet akan berkurang, selanjutnya droplet akan mengendap perlahan-lahan dari luar. Proses selanjutnya merupakan pengeringan dimana penghalangan dari solvent yang digunakan untuk precursor yang diikuti oleh reaksi dekomposisi termal, yaitu reaksi penguraian zat pada suhu tinggi.

## Droplet Evolution



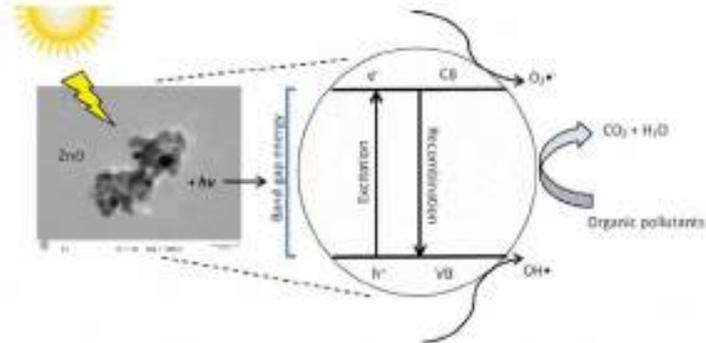
**Gambar 2. 7** Proses Pembentukan Partikel

### II.6 Mekanisme Fotokatalitik

Fotokatalitik berasal dari kata foto dan katalitik. Dimana foto berarti cahaya, dan katalitik adalah proses di mana suatu zat melibatkan dalam mengubah laju transformasi kimia reaktan tanpa diubah pada akhirnya. Substansi yang dikenal sebagai katalis meningkatkan laju reaksi dengan mengurangi energi aktivasi. Jadi, fotokatalitik adalah proses dimana cahaya dan katalis secara bersamaan digunakan untuk mendukung atau mempercepat reaksi kimia. Fotokatalitik dapat didefinisikan sebagai percepatan katalitik didorong dari reaksi yang diinduksikan cahaya. (Saravanan, 2017)

Material semikonduktor seperti ZnO merupakan material yang baik dalam fotokatalitik. Ketika ZnO diinduksi foto oleh cahaya matahari dengan energi fotonik ( $h\nu$ ) sama dengan atau lebih besar dari energi eksitasi ( $E_g$ ),  $e^-$  dari *valence band* (VB) dipromosikan ke *conduction band* kosong (CB). Proses ini menghasilkan pasangan *electron-hole* ( $e^-/h^+$ ). Pasangan *electron-hole* dapat bermigrasi ke permukaan ZnO dan terlibat dalam reaksi redoks, dimana  $H^+$  bereaksi dengan air dan ion hidroksida untuk menghasilkan hidroksil radikal, sementara  $e^-$  bereaksi dengan oksigen untuk menghasilkan anion superoksida kemudian hidrogen peroksida. Hidrogen peroksida kemudian akan bereaksi dengan superoksida radikal untuk membentuk hidroksil radikal. Kemudian, hidroksil radikal yang dihasilkan yang merupakan

oksidator kuat akan menyerang polutan yang teradsorpsi di permukaan ZnO untuk menghasilkan senyawa intermediet dengan cepat. Intermediet akhirnya akan dikonversi menjadi senyawa hijau seperti CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O dan asam mineral. Gambar 2 mengilustrasikan reaksi redoks yang terjadi selama fotokatalitik. (Ong et. al, 2017)



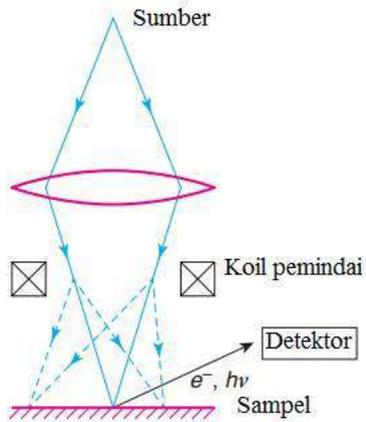
**Gambar 2. 8** Degradasi Limbah Organik oleh ZnO dengan Bantuan Sinar Matahari

## II.7 Metode Analisa

### II.7.1 SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

*Scanning Electron Microscopy* (SEM) adalah jenis mikroskop elektron yang dapat memperbesar gambar permukaan sampel dengan memindai dengan menggunakan energi tinggi dari sinar elektron dalam pola raster scan. Elektron berinteraksi dengan atom-atom sampel menghasilkan sinyal yang berisi informasi tentang permukaan sampel, komposisi dan sifat-sifat lain seperti konduktivitas listrik. Jenis sinyal yang dihasilkan oleh SEM termasuk elektron sekunder, yaitu electron dari atom – atom sampel yang disebarkan/back-scattered electrons (BSE). Sinyal merupakan hasil interaksi dari berkas elektron dengan atom dekat permukaan sampel. Karena berkas elektron sangat sempit, mikrograf SEM dapat menghasilkan karakteristik penampilan tiga dimensi yang berguna untuk memahami struktur permukaan dari sampel. Back-scattered electrons (BSE) adalah sinar elektron yang

tercermin dari sampel oleh hamburan elastis. BSE sering digunakan dalam analisis SEM bersama dengan spektrum yang terbuat dari karakteristik sinar-X. Karena intensitas sinyal BSE sangat terkait dengan nomor atom ( $Z$ ) dari sampel, BSE dapat memberikan informasi tentang distribusi unsur-unsur yang berbeda dalam sampel. Karakteristik sinar-X dipancarkan ketika menghapus berkas elektron sebuah *inert electron* dari sampel, karena energi yang lebih tinggi elektron digunakan untuk mengisi shell dan melepaskan energi. Karakteristik sinar-X ini digunakan untuk mengidentifikasi dan mengukur komposisi kelimpahan elemen dalam sampel.



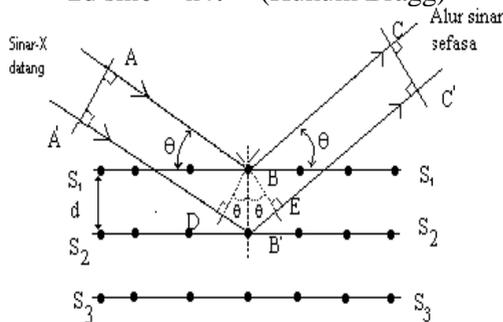
**Gambar 2. 9** Prinsip Kerja SEM (West, 2014)

### II.7.2 XRD (X-Ray Diffraction)

Difraksi sinar-X digunakan untuk menentukan fase kristal dari suatu material. Sinar-X yang dipantulkan, dibiaskan dan diteruskan apabila melalui suatu bahan. Andaikan garis-garis  $S_1S_1$ ,  $S_2S_2$  dan  $S_3S_3$  seperti Gambar 2.7, mewakili bidang-bidang atom yang sejajar dengan permukaan hablur dan dipisah satu sama lain pada jarak,  $d$ . Andaikan garis-garis AB dan A'B' mewakili lintasan alur sinar-X pada panjang gelombang yang menuju ke bidang-bidang hablur pada sudut  $\theta$  terhadap bidang dan masing-masing

dipantulkan dalam arah BC dan B'C'. Supaya gelombang dari B' dapat menguatkan gelombang yang dipantulkan dari B di C' , dua gelombang tersebut mestilah sefasa. Dengan kata lain, beda lintasan antara gelombang A'B'C' terhadap gelombang ABC mestilah merupakan kelipatan bulat panjang gelombang sinar-X itu, yaitu:  $(A'B'+B'C') - (AB + BC) = n\lambda$  , karena  $DB' = B'E = d\sin\theta$ , maka syarat tersebut dipenuhi jika:

$$2d \sin\theta = n \lambda \quad (\text{Hukum Bragg})$$

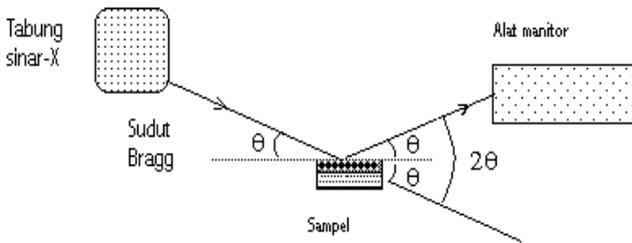


**Gambar 2. 10** Pantulan Sinar-X oleh Bidang Atom S1S1 dan S2S2 Terpisah pada jarak d

Persamaan diatas dinamakan sebagai syarat Bragg dan sudut  $\theta$  dikenal sebagai sudut Bragg untuk penyinaran sinar-X oleh bidang-bidang atom hablur yang dipisahkan pada jarak d. dan  $n = 1,2,3,\dots$ , dan seterusnya.

Tiga metode untuk memastikan bahwa kedudukan bidang tertentu daripada hablur / material yang dikaji memenuhi syarat-syarat Bragg pengukuran penyinaran, difraksi. Ketiga metode ini adalah:

1. Metode difraksi Laue
2. Metode hablur bergerak
3. Metode difraktometri serbuk



**Gambar 2. 11** Skema Difraktometer Serbuk

Metode difraktometri serbuk ialah untuk mencatat difraksi sampel polihablur (polikristal). Pada analisis struktur material berbasis bahan alam ini yang digunakan alat difraktometer, yang prinsip kerjanya seperti Gambar II.11. Sampel seperti serbuk dengan permukaan rata dan mempunyai ketebalan yang cukup untuk menyerap alur sinar-X yang menuju keatasnya. Puncak-puncak difraksi yang dihasil dituliskan dengan menggunakan alat pencacah. Umumnya menggunakan pencacah Geiger dan sintilasi. Alat monitor dapat diputar mengelilingi sampel dan diatur pada sudut  $2\theta$  terhadap alur datang. Alat monitor dijangkakan supaya sumbunya senantiasa melalui dan bersudut tepat dengan sumbu putaran sampel. Intensitas sinar-X yang difraksi sebagai fungsi sudut  $2\theta$ .

Metode difraktometri digunakan juga untuk mengukur ukuran hablur bagi sampel polihablur berbentuk saput. Dari lebar jalur garis-garis difraksi, ukuran hablur,  $s$ , film dapat ukur dengan persamaan Scherrer.

$$s = \frac{K \lambda}{D \cos \theta}$$

dengan  $D$  adalah sudut garis difraksi di setengah tinggi maksimum difraksi,  $\theta$ , sudut Bragg,  $K$  konstanta ( $\sim 1$ ) dan  $\lambda$  panjang gelombang sinar-X yang digunakan. Untuk difraksi sinar-X, sampel disediakan dengan ukur berbentuk serbuk. Peralatan yang digunakan adalah XRD merk Philips. Hasil difraksi sinar-x dicetakkan pada kertas dengan sumber pancaran radiasi Cu Ka dan dengan filter nikel. Data difraksi sinar-X daripada sampel

dibandingkan dengan kartu JCPDS (*Joint Committee Powder Diffraction Standard*). Dari nilai difraksi sinar-X yang menghasilkan intensitas dan sudut difraksi, dianalisis untuk menentukan sampel merupakan hablur senyawa pasir kuarsa. Pada metode difraksi, hukum Bragg haruslah dipenuhi, karena itu perlu diatur orientasi kristal terhadap berkas datang.

Metode difraksi sinar-x dapat digolongkan sebagai berikut :

1. Metode kristal tunggal . Metode ini sering digunakan untuk menentukan struktur kristal, dalam ini dipakai berbentuk kristal tunggal.
2. Metode serbuk (*powder Method*). Bahan sampel pada metode ini dibuat berbentuk serbuk, sehingga terdiri banyak kristal yang sangat kecil dan orientasi sampai tidak perlu diatur lagi karena semua orientasi bidang telah ada dalam sampel dengan demikian hukum Bragg dapat dipenuhi. Metode lebih cepat dan lebih sederhana dibandingkan dengan metode kristal tunggal. Metode serbuk ini dapat digunakan untuk menganalisa bahan apa yang terkandung di dalam suatu sampel juga dapat ditentukan secara kuantitatif. Pada penelitian ini dipergunakan metode serbuk.

Data karakterisasi sampel dengan difraksi sinar X yang diperoleh adalah “*X’Pert Graphic & Identify (searched) peak list*” dalam bentuk grafik intensitas (cps) terhadap sudut  $2\theta$  (pdf), dan file pendukung dengan ekstensi file (.rd, .dat, dan .sd). Print out data berupa grafik intensitas (cps) terhadap sudut  $2\theta$  dan data : *d-spacing, relative intensity (%)*, *angle ( $2\theta$ )*, *peak height*, *background*, *Tip width ( $2\theta$ )* dan *significance*. Untuk mengetahui keberadaan unsur oksida yang diharapkan ada didalam sampel yang diuji tersebut, dilakukan pencocokan dengan *database* yang tersedia di *Inorganic Crystal Structure Database (ICSD)*: analisis kualitatif dan kuantitatif. Tapi yang perlu digaris bawahi adalah paling tidak ada beberapa informasi yang dapat diperoleh dari data difraksi sinar X ini yaitu:

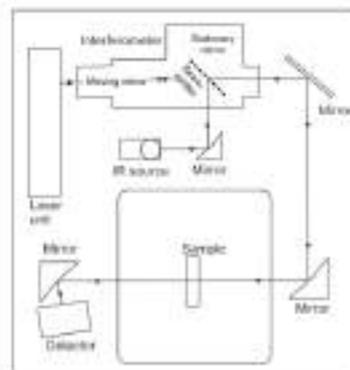
1. Posisi puncak difraksi memberikan gambaran tentang parameter kisi, jarak antar bidang (dhkl), struktur kristal dan orientasi dari sel satuan;
2. Intensitas relatif puncak difraksi memberikan gambaran tentang posisi atom dalam sel satuan;
3. Bentuk puncak difraksi memberikan gambaran tentang ukuran kristalit dan ketidaksempurnaan kisi.

Metode analisis kuantitatif analisis kuantitatif untuk data XRD, yaitu untuk mengetahui komposisi zat-zat yang terkandung pada partikel dapat dilakukan dengan menggunakan program *Material Analysis Using Diffraction* (MAUD). MAUD adalah suatu program analisis difraksi atau reflektivitas umum yang didasarkan pada metode Rietveld, dikembangkan oleh Luca Lutteroti, tahun 1997. Sementara metode atau pendekatan Rietveld adalah teknik yang dikembangkan oleh Hugo Rietveld yang digunakan untuk karakterisasi material kristalin, dan merupakan sebuah metode pencocokan tak-linier kurva pola difraksi terhitung (model) dengan pola difraksi terukur yang didasarkan pada data struktur kristal dengan menggunakan metode kuadrat terkecil (*least-squares*). Analisis ini mulanya digunakan untuk memecahkan struktur kristal dengan data difraksi serbuk neutron (*neutron powder diffraction data*). Dalam perkembangannya, metode Rietveld dapat diaplikasikan pada data difraksi sinar-x (Suminar, 2009). Difraksi neutron dan sinar-x dari serbuk sampel menghasilkan sebuah pola yang dikarakterisasi oleh *reflexes* (*peaks*) dengan intensitas pada posisi tertentu. Tinggi, lebar, dan posisi dari refleksi ini dapat digunakan untuk menentukan berbagai aspek dari struktur material.

### **II.7.3 FTIR (*Fourier-Transform Infrared Spectroscopy*)**

*Fourier Transform Infrared* (FTIR) *spectroscopy* adalah teknik yang digunakan untuk menentukan fitur kualitatif dan kuantitatif dari molekul IR-aktif dalam organik atau anorganik padat, cair atau sampel gas. Metode ini cepat dan relatif murah untuk analisis padatan yang bersifat kristal, mikrokristalin, amorf,

atau film. Sampel dianalisis pada skala mikron untuk skala kilometer dan kemajuan baru membuat persiapan sampel, jika diperlukan, relatif mudah. Keuntungan lain dari teknik IR adalah dapat memberikan informasi tentang "elemen cahaya" (misalnya, H dan C) dalam zat anorganik. Untuk mendapatkan spektrum IR sampel terbaik, kita perlu memilih sumber, metode deteksi, dan aksesoris IR yang sesuai. Pertama, analisis perlu menentukan wilayah spektrum inframerah yang tepat, di mana sampel yang diteliti memiliki fitur diagnostik. Daerah-daerah ini didefinisikan menggunakan panjang gelombang ( $\lambda$ ) dalam mikron ( $\mu\text{m}$ ) atau bilangan gelombang ( $\nu$ ) dalam centimeter reciprocal ( $\text{cm}^{-1}$ ), dimana  $\lambda = 10^4/\nu$ . Dalam satuan frekuensi,  $1 \text{ cm}^{-1} = 2.9979 \times 10^{10} \text{ Hz} \sim 30 \text{ GHz}$ . Pengguna yang berbeda telah mendefinisikan daerah-daerah yang dekat, sedang dan jauh-IR secara berbeda, berdasarkan pada batas praktis dari instrumen mereka. Untuk menghindari kebingungan di mana rentang spektrum tertentu diperlukan kita mengacu pada rentang spektral menggunakan  $\lambda$  dan  $\nu$ .



**Gambar 2. 12** Skema Spektrofotometer IR dengan sumber, interferometer, sampel dan detector

## II.8 Penelitian Terdahulu

Sebagai material semikonduktor yang memiliki banyak potensi, beberapa tahun belakangan ini banyak peneliti yang

melakukan penelitian mengenai ZnO yang dimana digunakan sebagai fotokatalis untuk meningkatkan nilai efisiensi dari ZnO itu sendiri. Salah satu cara untuk meningkatkan nilai efisiensi dari ZnO adalah dengan menggunakan *supporting* berupa SiO<sub>2</sub>. (Ali dkk., 2014) melakukan penelitian mengenai pembuatan dan karakterisasi dari film ZnO-SiO<sub>2</sub> sebagai fotokatalis yang efisien, dimana ZnO didapatkan dari *Zinc Acetat Dihidrate* (Zn(CH<sub>3</sub>COOH)<sub>2</sub>) dan SiO<sub>2</sub> didapatkan dari *Tetraethyl Orthosilicate* (TEOS) dengan menggunakan metode sol-gel dan dianilin pada temperature yang berbeda, dari 200°C hingga 1100°C. Dari penelitian tersebut diperoleh bahwa hasil uji fotokatalitik terbaik pada 10% wtZnO-SiO<sub>2</sub> yang dianilin pada suhu 600°C. R. Darvishi dkk. (2009) juga melakukan penelitian mengenai aplikasi nanokomposit ZnO-SiO<sub>2</sub> untuk fotokatalitik degradasi limbah tekstil dan dibandingkan dengan partikel ZnO murni. Nanokomposit dibuat dengan menggunakan glass plate yang dicoating dengan suspensi dari ZnO-SiO<sub>2</sub> yang telah diaduk hingga 2 jam. Kemudian glass plate tersebut dikeringkan dalam oven pada 40°C selama 12 jam dan selanjutnya dikalsinasi pada 450°C selama 1 jam. Hasil yang didapatkan adalah *decolorization efficiency* dan COD *removal* paling baik adalah nanokomposit ZnO-SiO<sub>2</sub> dengan penambahan SiO<sub>2</sub> sebanyak 10%.

Selain penelitian diatas banyak penelitian mengenai semikonduktor fotokatalis seperti ZnO dan penelitian mengenai SiO<sub>2</sub>. Tabel dibawah menunjukkan ringkasan dari penelitian-penelitian sebelumnya untuk sintesa ZnO dan SiO<sub>2</sub> serta aplikasinya:

**Tabel 2. 1** Penelitian Terdahulu

Peneliti	Judul	Metode	Hasil
Widiyastuti dkk.. (2014)	Preparation Of Zinc Oxide/Silica Nanocomposite Particles Via	Sol-gel and Flame Spray Pyrolysis	Komposisi hasil terbaik didapatkan pada konsentrasi 75% ZnO diikuti 50%, 25%, dan

	Consecutive Sol-gel And Flame-assisted Spray-drying Methods		100% ZnO dalam campuran.
Tapatee dkk.. (2011)	Effect of Silica Doping on The Densification and Grain Growth in Zinc Oxide	Sintering and desification	Didapatkan bahwa SiO <sub>2</sub> berperan sebagai inhibitor sintering pada system ZnO-SiO <sub>2</sub> sampai dengan 4% wt. Penambahan dari SiO <sub>2</sub> pada ZnO memperhalus partikel yang didapatkan jika dibandingkan dengan ZnO murni
Diana dkk.. (2016)	Pembuatan Fotokatalis Seng Oksida Termodifikasi Silika Sekam Padi	Ultrasonikasi	Penambahan silika sekam padi pada fotokatalis ZnO menghasilkan penyebaran partikel yang merata. Penambahan silika tidak mengubah struktur Kristal dari ZnO
Luo dkk.. (2011)	The Electrical, Optical, And Magnetic Properties of Si-doped ZnO Films	Photoluminescence (PL) spectroscopy	Silika berperan sebagai donor electron yang efektif pada ZnO

Maučec dkk. (2008)	Titania Versus Zinc Oxide Nanoparticles on Mesoporous Silica Supports as Photocatalysts For Removal of Dyes From Wastewater at Neutral PH	Sol-gel Method	Adsorpsi warna terbaik (50%) dan degradasi warna tercepat adalah saat komposisi Zn:Si molar rasion 1:1
Babu dkk. (2014)	High Thermal Annealing Effect on Structural and Optical Properties of Zn-SiO <sub>2</sub> Nanocomposite	Hydrothermal synthesis	Intensitas emisi UV meningkat seiring dengan meningkatnya suhu operasi (dari 600°C – 700°C)

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

Pada penelitian ini akan dilakukan pembuatan nanopartikel ZnO-SiO<sub>2</sub> dengan metode *spray pyrolysis*. Larutan yang digunakan adalah *water glass* untuk membuat larutan silika dan Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O untuk membuat larutan ZnO yang selanjutnya dicampur dan diaduk. Setelah itu, larutan disemprotkan ke *turbular furnace* untuk dikeringkan dan diendapkan dalam *electrostatic precipitator*.

#### **III.1 Bahan dan Peralatan**

##### **III.1.1 Bahan Penelitian**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

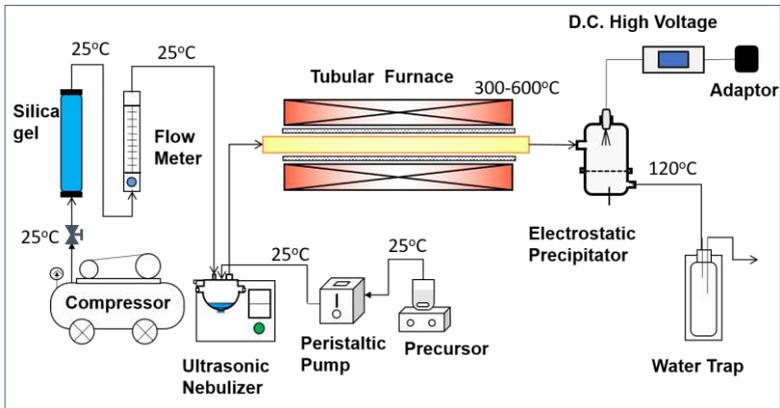
1. Kristal *Zinc Acetate Dihydrate* (Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O) 99,5% (E. Merck, D-6100 Darmstadt, F.R. Germany)
2. *Water Glass* / Natrium Silikat (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) (Merck KgaA, Darmstadt, Germany)
3. Resin Kation (RSO<sub>3</sub>Na) Amberlite IR120 Na, Dow Chemical Company, Michigan, United States
4. Kristal KOH 98% berat (Merck KgaA, Darmstadt, Germany)
5. Aquades
6. HCl 37%
7. *Methylene Blue*

##### **III.1.2 Peralatan Penelitian**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. *Flowmeter* (Cole Parmer) berfungsi sebagai pengukur laju aliran *carrier gas*.
2. *Ultrasonic Nebulizer* (Omron, NE-U17) berfungsi sebagai penghasil *droplet* larutan yang akan disemprotkan menuju zona pembakaran

3. *Peristaltic Pump* (Eyela Micro Tube Pump MP-3N) berfungsi untuk mengalirkan larutan precursor ke dalam *nebulizer*.
4. *Tubular Furnace* (AC 100V 600W) berfungsi sebagai sumber panas.
5. *Electrostatic Precipitator* (*homemade*) berfungsi untuk menangkap partikel yang terbentuk.
6. *Water Trap* (*homemade*) berfungsi untuk menampung kondensat dan partikel yang masih lolos dari *Electrostatic Precipitator*.
7. *Compressor* (Krisbow, KW 1300153, 1 Hp) berfungsi untuk menghasilkan udara yang akan dialirkan menuju *flowmeter* dan *nebulizer*.
8. *Magnetic Stirrer* (Dubuque, SP46920-26) berfungsi untuk melakukan pengadukan kontinu terhadap larutan precursor.

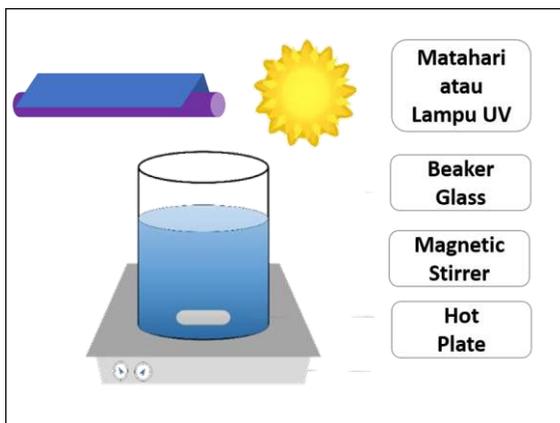


**Gambar 3. 1** Skema Peralatan Spray Pyrolysis

Peralatan yang digunakan untuk uji fotokatalitik adalah:

1. *Centrifuge* (One Med 0805-I) digunakan untuk memisahkan *supernatant* dari *solid* sebelum diukur absorbansinya.

2. Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk mengukur absorbansi larutan *methylene blue* yang digunakan sebagai uji fotokatalitik.
3. Lampu UV (10 watt) digunakan sebagai sumber cahaya.
4. *Magnetic Stirrer* dan *Hot plate* sebagai media homogenisasi larutan.



**Gambar 3. 2** Skema Peralatan Uji Fotokatalitik

### III.2 Variabel dan Kondisi Operasi Penelitian

Variabel penelitian yang digunakan pada penelitian ini adalah komposisi larutan prekursor yang digunakan, yaitu 0%, 1% dan 2% larutan silika. Massa partikel yang digunakan untuk uji fotokatalitik adalah 10 mg.

Kondisi operasi yang digunakan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Laju alir *carrier gas* sebesar 2 L/menit
2. Volume larutan prekursor sebesar 50 mL dalam *Ultrasonic nebulizer*.
3. Tekanan operasi sebesar 1 atm.
4. Suhu operasi *tubular furnace* sebesar 300°C, 400 °C, 500 °C, dan 600 °C

### III.3 Prosedur Penelitian

#### III.3.1 Pembuatan Larutan Prekursor

Pembuatan larutan prekursor dibagi menjadi tiga tahap sebagai berikut:

1. Pembuatan Larutan Silika

Larutan dipersiapkan dengan mengencerkan *water glass* menggunakan aquades hingga konsentrasi larutan menjadi 0,1 M. Kemudian dialirkan ke resin kation yang sudah diaktivasi menggunakan HCl 2 N dan pencucian menggunakan aquades. Setelah itu larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dan ditambahkan larutan KOH 0,1 N hingga pH larutan mencapai 10.

2. Pembuatan Larutan ZnO

Larutan dipersiapkan dengan melarutkan Kristal *Zinc Acetate Dihydrate* ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dengan aquades hingga konsentrasi larutan menjadi 0,1 M. Kemudian dihomogenisasi menggunakan sonikator selama 10 menit.

3. Pembuatan Larutan Prekursor

Larutan ZnO dan Silika yang sudah dibuat kemudian dicampur dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 2 jam. Larutan prekursor kemudian dimasukkan ke dalam *ultrasonic nebulizer*.

#### III.3.2 Pembentukan Partikel

Dalam eksperimen ini akan dihasilkan partikel nanokomposit ZnO-SiO<sub>2</sub> dengan menggunakan metode *spray pyrolysis* seperti ditunjukkan pada Gambar III.1. Dalam eksperimen ini menggunakan *compressor* yang berfungsi untuk meningkatkan tekanan udara sehingga udara sebagai *carrier gas* dapat mengalir menuju *ultrasonic nebulizer*. *Carrier gas* kemudian melewati *silica gel* untuk menghilangkan *moisture content* sebagai udara yang membawa *droplet* dari *ultrasonic nebulizer* menuju *tubular furnace*. Kemudian mengatur laju alir *carrier gas* menggunakan *flowmeter*. *Ultrasonic nebulizer* berfungsi sebagai penghasil *droplet* dari larutan prekursor yang akan dispray menuju

zona pemanas. Selanjutnya *droplet* ini menuju *tubular furnace*. *Furnace* dilengkapi *thermocouple* dan *temperature controller* sebagai pengontrol temperatur. Partikel yang terbentuk di dalam *furnace* dialirkan menuju *electrstatic precipator* dengan sumber energi DC *high voltage* agar partikel tertangkap dan terpisah dari udara dan air. Selanjutnya udara, air, dan gas hasil pemanasan mengalir dan masuk dalam *water trap* untuk dilakukan pencucian gas agar aman saat dibuang ke udara luar. Partikel yang dihasilkan pada eksperimen ini terkumpul dalam *powder collector*, untuk selanjutnya dianalisis.

### III.3.3 Prosedur Analisa Hasil

Partikel yang dihasilkan dari *spray pyrolysis* kemudian dianalisa menggunakan analisa SEM, XRD, FTIR, dan uji fotokatalitik.

1. Analisa SEM (*Scanning Electrone Microscope*) digunakan untuk mengetahui morfologi suatu partikel.
2. Analisa XRD (*X-Ray Diffraction*) digunakan untuk mengetahui struktur suatu partikel.
3. Analisa FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) digunakan untuk mendapatkan spektrum inframerah dari absorbansi, emisi, fotokonduktivitas dari sampel.
4. Uji fotokatalitik digunakan untuk mengetahui daya fotokatalis dari nanokomposit ZnO-SiO<sub>2</sub> dalam mengdegradasi zat warna *methylene blue*. Uji fotokatalitik dilakukan dengan menggunakan dua media cahaya, yaitu sinar matahari dan lampu UV. Proses uji fotokatalitis dilakukan dengan membuat 40 ml larutan *methylene blue*. Larutan induk *methylene blue* diencerkan menjadi 10 ppm dari 100 ppm pada masing masing gelas dan ditambahkan partikel ZnO-SiO<sub>2</sub> yang telah dibuat, lalu diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit dalam kondisi tanpa terkena cahaya (gelap). Selain itu, dibuat juga larutan *methylene blue* 10

ppm tanpa penambahan partikel sebagai larutan pembanding (*base solution*). Pertama-tama, diambil 4 ml larutan pembanding dan diukur absorbansinya dan dengan kurva kalibrasi dapat diketahui konsentrasi awal larutan. Setelah itu, seperti pada gambar 3.2, larutan disinari dengan sinar matahari atau sinar UV disertai pengadukan konstan selama 75 menit. Masing-masing larutan diambil 4 ml pada setiap interval 15 menit dan diputar dengan kecepatan 250 rpm dengan bantuan *centrifuge* selama 3 menit. Sampel kemudian diukur absorbansinya dan dibuat grafik waktu vs. konsentrasi larutan untuk mendapatkan nilai konstanta laju reaksi degradasi *methylene blue*.

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam penelitian aktifitas fotokatalitik ZnO-SiO<sub>2</sub> yang disintesa dengan metode *spray pyrolysis* ini mempelajari tentang karakteristik ZnO-SiO<sub>2</sub>, serta pengaruh konsentrasi SiO<sub>2</sub> dan variasi suhu sintesa terhadap daya fotokatalitik ZnO-SiO<sub>2</sub>. Penambahan SiO<sub>2</sub> berfungsi sebagai pen-*trap* partikel ZnO untuk mencegah partikel tersebut teraglomerasi.

Pada penelitian ini digunakan variabel Zn(CH<sub>3</sub>COOH)<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O pada konsentrasi 0,1 M dan untuk SiO<sub>2</sub> digunakan 1% dan 2% dari massa Zn(CH<sub>3</sub>COOH)<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O serta variabel suhu sintesa yang digunakan adalah 300°C, 400°C, 500°C dan 600°C. Dari hasil eksperimen yang berupa nanopartikel kemudian dilakukan analisa morfologi dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM), analisa kristalinitas dengan *X-Ray Diffraction* (XRD), analisa gugus fungsi dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan uji fotokatalitik dengan membandingkan tiap variabel dibawah sinar matahari dan sinar UV. Untuk mengetahui kemampuan fotokatalis dari tiap partikel yang telah disintesa dengan variasi suhu, maka dilakukan uji fotokatalitik dengan melihat laju degradasi dari *methylene blue* dengan mencampur nanopartikel ZnO dan ZnO-SiO<sub>2</sub> dan kemudian diaduk dan diletakkan dibawah sinar matahari dan sinar UV. Kemudian mengukur absorbansi larutan *methylene blue* dengan menggunakan spektrofotometer.

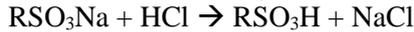
### IV.1 Pembuatan Larutan Prekursor

Larutan prekursor yang digunakan adalah Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O yang dilarutkan menggunakan aquades hingga konsentrasi 0,1 M dan sol silika yang diperoleh dari *water glass* (natrium silikat).

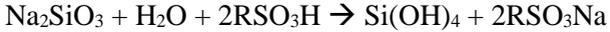
#### IV.1.1 Pembentukan Sol Silika

Pembuatan sol silika dalam penelitian ini menggunakan metode pertukaran ion. Pertama, *water glass* dilarutkan dengan

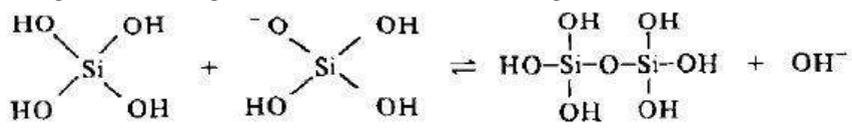
aquades hingga konsentrasinya menjadi 0,1 M. Setelah dilarutkan, larutan tersebut berada dalam fase anion polisilikat (Yoshida, 1994). Kemudian, larutan *water glass* tersebut dialirkan melalui sebuah *bed* resin penukar ion (ion exchange) menggunakan resin kation AMBERLITE IR120 Na dalam sebuah kolom pipa. Sebelum digunakan, resin kation tersebut sebelumnya harus diaktivasi menggunakan HCl 2N (Prayitno, 2002). Reaksi yang terjadi saat aktivasi resin adalah sebagai berikut:



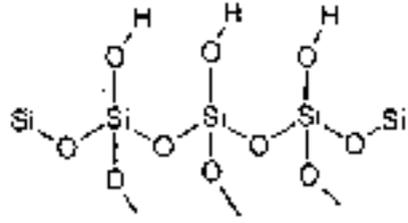
Reaksi pertukaran ion yang terjadi saat larutan *water glass* dialirkan ke *bed* resin adalah sebagai berikut:



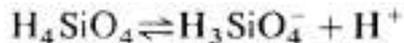
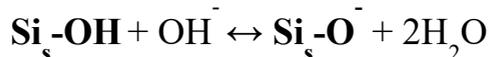
Larutan yang telah melewati resin merupakan larutan koloid asam silika aktif yang memiliki pH asam dengan rentang 2-4 dan mengandung 2-6% SiO<sub>2</sub>. Larutan koloid ini bersifat tidak stabil dan cenderung membentuk gel (Yoshida, 1994). Setelah itu, ditambahkan sejumlah KOH 0,1 N untuk menaikkan pH, karena pada pH yang tinggi polimerisasi idari asam silika dapat beralngsung dengan baik (Cheng Liu dkk, 1991). Maka ditambahkan KOH 0.1 N hingga pH mencapai 10. Berikut merupakan reaksi polimerisasi dari asam silika pada kondisi basa.



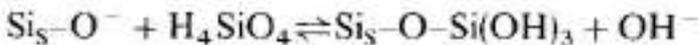
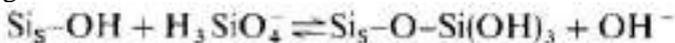
Sehingga akan membentuk koloid silika yang mempunyai gugus OH pada bagian permukaan koloid dengan ikatan sebagai berikut :



Gugus OH pada bagian permukaan akan berdisosiasi dengan air pada kondisi asam yang akan menghasilkan ikatan  $\text{Si}_s\text{-O}^-$ ,  $\text{Si}_s$  merupakan silika yang menempel pada permukaan koloid. Asam silika juga akan berdisosiasi pada kondisi asam yang akan menghasilkan ion  $\text{H}^+$  dan  $\text{H}_3\text{SiO}_4^-$ .



Berdasarkan teori polimerasi asam silika pada kondisi basa, pertumbuhan dari partikel  $\text{SiO}_2$  dapat terjadi dengan reaksi  $\text{H}_3\text{SiO}_4^-$  permukaan dari koloidal silika dan reaksi antara  $\text{Si}_s\text{-O}^-$  dengan asam silika



Maka kecepatan reaksi dari pertumbuhan partikel  $\text{SiO}_2$  dapat dituliskan sebagai berikut :

$$V = K \frac{V_p}{[\text{Si}_s\text{-O}^-]}$$

$$= K_1 \frac{[\text{Si}_s\text{-OH}]}{[\text{Si}_s\text{-O}^-]} [\text{H}_3\text{SiO}_4^-] + K_2 [\text{H}_4\text{SiO}_4]$$

Atau pada umumnya kandungan  $\text{SiO}_2$  yang terdapat pada *water glass* sebesar 24.8%-27% (S.Music dkk., 2010)

#### IV.1.2 Pembentukan sol ZnO

Setelah larutan Zinc Asetat dan aquades telah siap, larutan  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dan sol silika dicampur dan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada 500 rpm selama 2 jam (Darvishi et. al, 2015). Setelah larutan prekursor siap, selanjutnya disintesa dengan menggunakan *spray pyrolysis* dengan variasi

suhu tertentu. Di dalam *spray pyrolysis* terjadi reaksi dekomposisi  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  seperti berikut:

1. Evaporasi *solvent aquades*  
$$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{H}_2\text{O}_{(l)} \rightarrow \text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{H}_2\text{O}_{(g)}$$
2. Reaksi hidrolisis  
$$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 + 2\text{H}_2\text{O}_{(g)}$$
3. Reaksi dekomposisi  
$$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 + 2\text{H}_2\text{O}_{(g)} \rightarrow \text{ZnO}_{(s)} + 2\text{CH}_3\text{COOH}_{(g)}$$

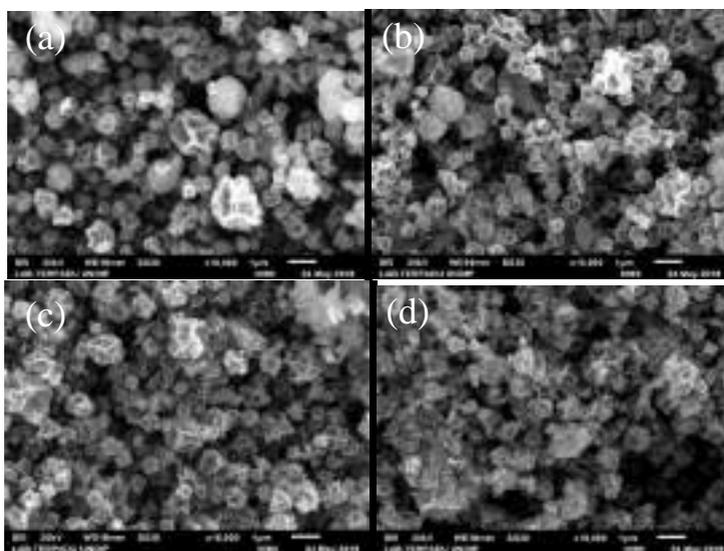
(Hidayat dkk., 2008)

## IV.2 Hasil Analisa Morfologi dengan SEM-EDX

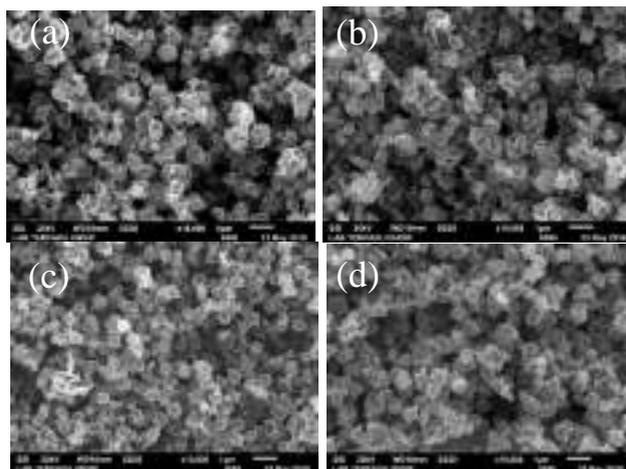
Untuk mengetahui morfologi dari partikel  $\text{ZnO-SiO}_2$  yang dihasilkan, dilakukan analisa SEM-EDX (*Scanning Electron Microscope with Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*) dimana EDX sendiri untuk mengukur karakteristik dari elemen-elemen yang ada. Peralatan SEM yang digunakan adalah peralatan SEM di Laboratorium Terpadu Universitas Diponegoro dengan perbesaran yang digunakan sebesar 3000 – 30000 kali.

### IV.2.1 Pengaruh Suhu Sintesa terhadap Morfologi Partikel

Berikut ini adalah hasil analisa SEM partikel  $\text{ZnO}$  dan  $\text{ZnO-SiO}_2$  perbesaran 10.000x dengan variasi suhu sintesa, yaitu sintesa pada suhu 300°C, 400°C, 500°C, dan 600°C

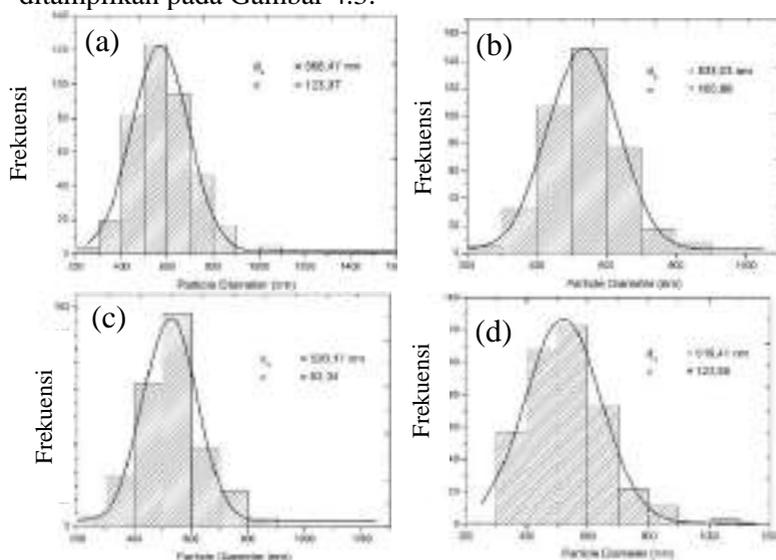


**Gambar 4. 1** Hasil Analisa SEM dari ZnO 100% yang Disintesa Pada Suhu (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C

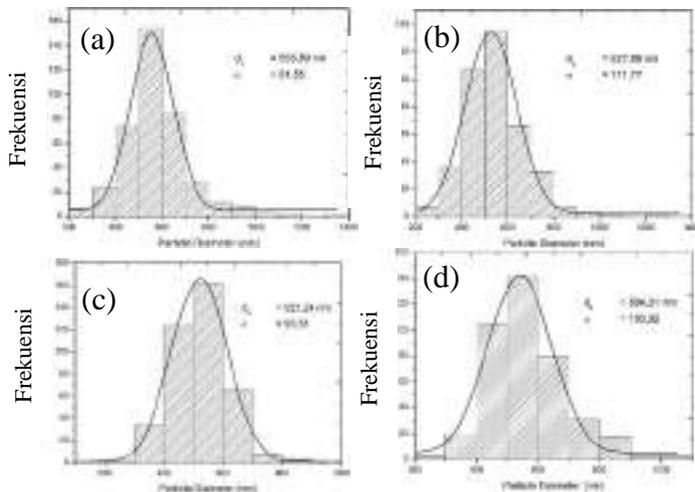


**Gambar 4. 2** Hasil Analisa SEM dari ZnO-SiO<sub>2</sub> 1% yang Disintesa Pada Suhu (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C

Dari hasil analisa SEM diatas, dapat diketahui dengan jelas bahwa morfologi partikel yang terbentuk adalah *sphere* yang tidak utuh. Menurut Cho dkk. (2009) dan Ong dkk. (2017), morfologi partikel ZnO dan SiO<sub>2</sub> berbentuk *sphere*. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh pemanasan yang lama dan suhu yang cukup tinggi. Hal ini sesuai dengan penelitian Pakendek dan Bahriyah (2011) bahwa temperatur yang tinggi dapat menyebabkan kurang baiknya morfologi partikel ZnO-SiO<sub>2</sub> yang dihasilkan. Adapun rata-rata diameter partikel ZnO-SiO<sub>2</sub> dan distribusi ukuran partikel ditampilkan pada Gambar 4.3:



**Gambar 4. 3** Distribusi Ukuran Partikel dari ZnO 100% yang Disintesa Pada Suhu (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C

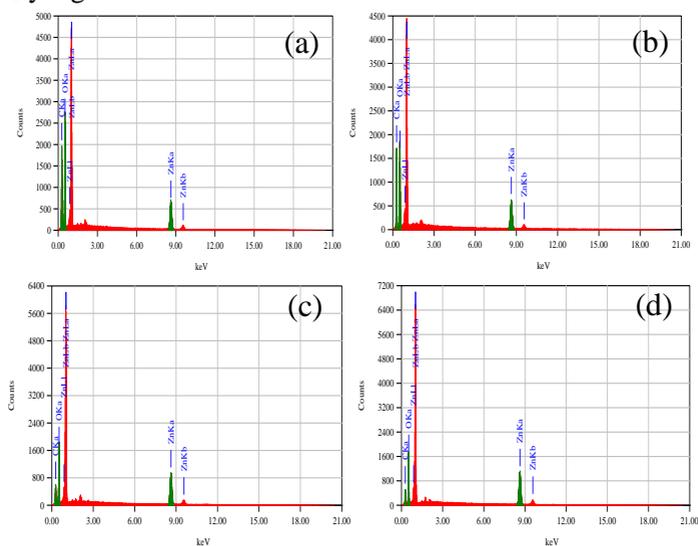


**Gambar 4. 4** Distribusi Ukuran Partikel dari ZnO-SiO<sub>2</sub> 1% yang Disintesa Pada Suhu (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C

Perhitungan distribusi ukuran partikel diatas menggunakan *sampling* pada hasil SEM dengan mengambil data sebanyak 400 partikel dengan menggunakan *software* Image-J. Dari hasil perhitungan diameter partikel dapat dilihat bahwa partikel yang disintesa pada suhu 600°C memiliki rata-rata ukuran partikel lebih kecil daripada partikel yang disintesa pada suhu 300°C, 400°C, dan 500°C. Hal ini mengindikasikan bahwa rata-rata ukuran partikel semakin kecil seiring dengan meningkatnya suhu sintesa. Dikarenakan pada suhu sintesa yang tinggi menyebabkan laju nukleasi menjadi lebih cepat dan menyebabkan konsentrasi nanopartikel lebih tinggi. Pada suhu rendah, laju nukleasi menjadi lebih lambat dan menghasilkan pertumbuhan partikel yang lebih besar (Tsai dkk, 2016).

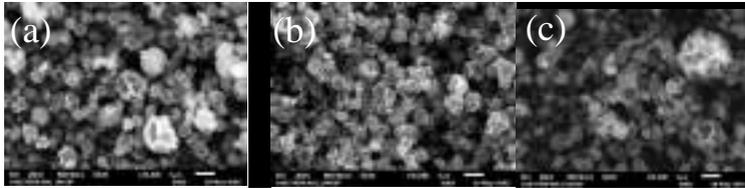
Dari hasil analisa EDX diatas kita dapat mengetahui perbandingan atom Zn, Si dan O dari tiap suhu sintesa yang terdapat dalam partikel yang dihasilkan. Pada Gambar 4.5 (a) dan 4.5 (b) dapat dilihat bahwa *peak* Zn memiliki tinggi yang hampir

sama yang berarti ZnO yang terbentuk dalam partikel tersebut hampir sama. Pada Gambar 4.5 (c) dan 4.5 (d) *peak* Zn mengalami kenaikan yang berarti jumlah ZnO yang terbentuk lebih banyak seiring dengan meningkatnya suhu sintesa. Hal ini mengindikasikan bahwa semakin tinggi suhu sintesa maka ZnO yang terbentuk akan semakin banyak. Pada Gambar 4.6 dapat dilihat *peak* Si memiliki tinggi yang hampir sama yang berarti SiO<sub>2</sub> yang terbentuk dalam partikel tersebut hampir sama. Hal ini mengindikasikan bahwa suhu sintesa tidak mempengaruhi jumlah SiO<sub>2</sub> yang terbentuk.

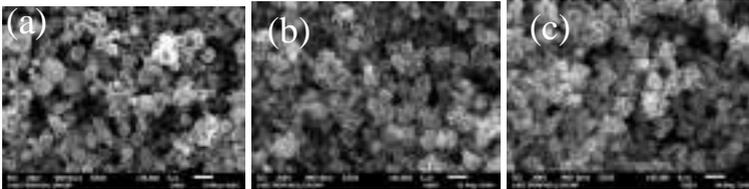


**Gambar 4. 5** Hasil Analisa EDX dari ZnO 100% yang Disintesa Pada Suhu (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C

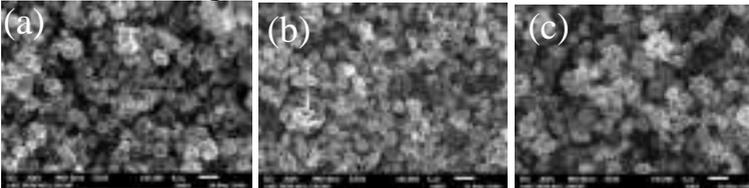




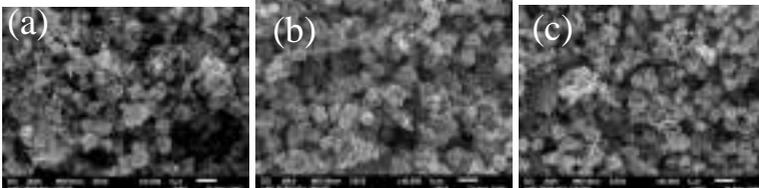
**Gambar 4. 8** Hasil Analisa SEM dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 300°C dengan Penambahan SiO<sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2%



**Gambar 4. 9** Hasil Analisa SEM dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 400°C dengan Penambahan SiO<sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2%



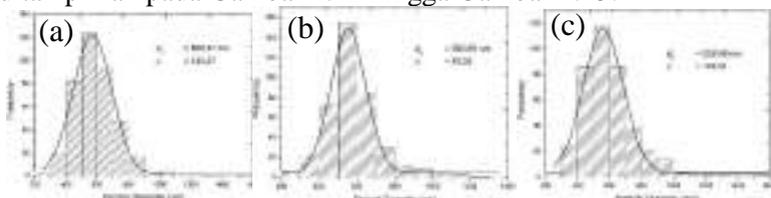
**Gambar 4. 10** Hasil Analisa SEM dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 500°C dengan Penambahan SiO<sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2%



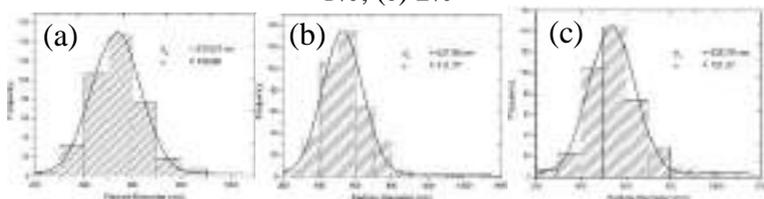
**Gambar 4. 11** Hasil Analisa SEM dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 600°C dengan Penambahan SiO<sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2%

Dari hasil analisa SEM diatas, dapat diketahui dengan jelas bahwa pada ZnO 100% masih sedikit terjadi aglomerasi partikel. Setelah penambahan SiO<sub>2</sub>, aglomerasi mulai tidak terjadi. Dapat dilihat

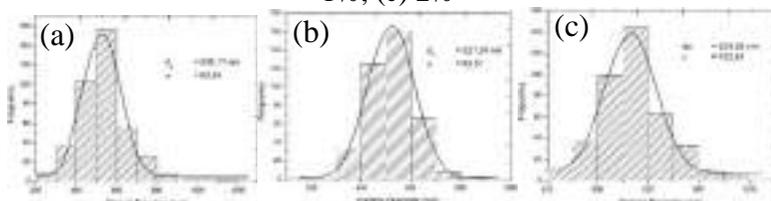
dari Gambar 4.8 (b) dan 4.8 (c) hingga Gambar 4.11 (b) dan 4.11 (c) dimana dalam partikel tersebut tidak terjadi aglomerasi. Hal ini mengindikasikan bahwa penambahan  $\text{SiO}_2$  dapat mencegah aglomerasi dari ZnO (Chen dkk., 2017). Adapun rata-rata diameter partikel ZnO dan ZnO- $\text{SiO}_2$  dan distribusi ukuran partikel ditampilkan pada Gambar 4.12 hingga Gambar 4.15:



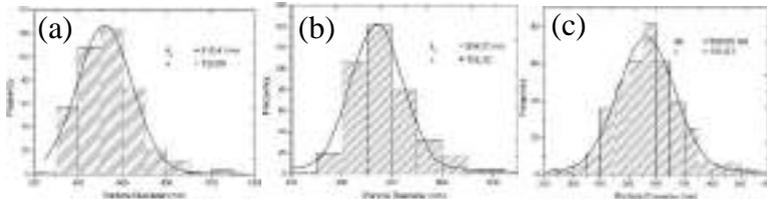
**Gambar 4. 12** Distribusi Ukuran Partikel dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 300°C dengan Penambahan  $\text{SiO}_2$  (a) 0% (b) 1%, (c) 2%



**Gambar 4. 13** Distribusi Ukuran Partikel dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 400°C dengan Penambahan  $\text{SiO}_2$  (a) 0% (b) 1%, (c) 2%



**Gambar 4. 14** Distribusi Ukuran Partikel dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 500°C dengan Penambahan  $\text{SiO}_2$  (a) 0% (b) 1%, (c) 2%

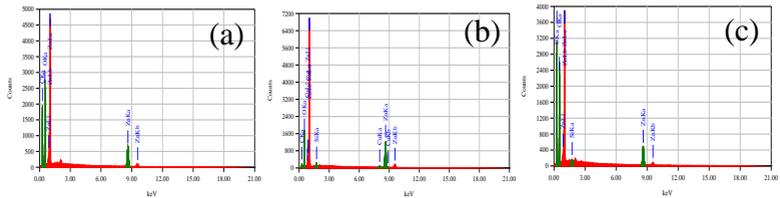


**Gambar 4. 15** Distribusi Ukurann Partikel dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 600°C dengan Penambahan SiO<sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2%

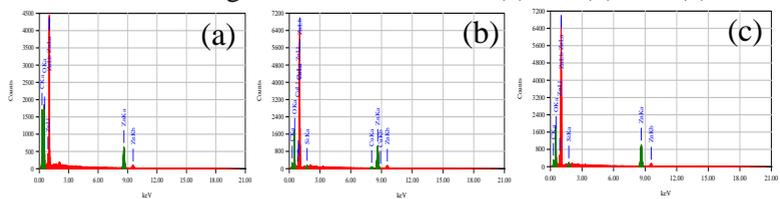
Perhitungan distribusi ukuran partikel diatas menggunakan *sampling* pada hasil SEM dengan mengambil data sebanyak 400 partikel dengan menggunakan *software* Image-J. Dari hasil perhitungan dengan diameter partikel dapat diketahui bahwa dengan penambahan SiO<sub>2</sub> 2%, rata-rata ukuran partikel lebih besar daripada penambahan SiO<sub>2</sub> 1% dan tanpa penambahan SiO<sub>2</sub>. Hal ini menunjukkan semakin besar penambahan SiO<sub>2</sub> maka rata-rata ukuran partikel semakin besar (Widiyastuti, 2014). SiO<sub>2</sub> dapat berperan sebagai pelapis dari partikel ZnO. Maka dari itu, ukuran partikel akan bertambah seiring dengan penambahan SiO<sub>2</sub> (Zhai dkk, 2010). Akan tetapi pada ZnO 100% memiliki rata-rata ukuran partikel yang cukup besar. Hal ini kemungkinan terjadi karena terjadinya aglomerasi sehingga ukuran partikel lebih besar.

Dari hasil analisa EDX diatas kita dapat mengetahui perbandingan atom Zn, Si dan O dari tiap suhu sintesa yang terdapat dalam partikel yang dihasilkan. Gambar 4.16 hingga Gambar 4.19 menunjukkan keberadaan komponen-komponen yang berada di dalam partikel, yaitu Zn, O dan Si. Pada Gambar 4.17 dan 4.18 dapat dilihat bahwa *peak* Si pada variabel penambahan SiO<sub>2</sub> 2% (Gambar 4.17 (c) dan Gambar 4.18 (c)) lebih tinggi daripada variabel penambahan SiO<sub>2</sub> 1% (Gambar 4.17 (b) dan Gambar 4.18 (b)). Hal ini mengindikasikan bahwa pada variabel penambahan SiO<sub>2</sub> 2% terdapat SiO<sub>2</sub> lebih banyak. Namun pada Gambar 4.16 dan 4.19 menunjukkan *peak* Si pada variabel penambahan SiO<sub>2</sub> 2% lebih pendek daripada variabel penambahan

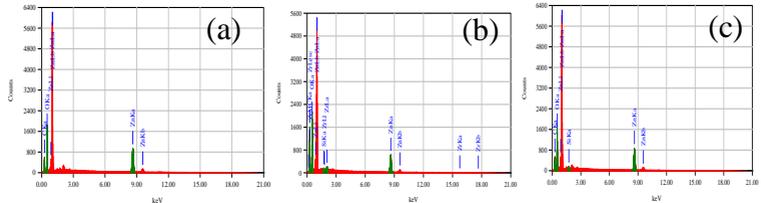
SiO<sub>2</sub> 1%. Hal ini kemungkinan terjadi karena SiO<sub>2</sub> yang terbentuk saat sintesa masih belum sempurna.



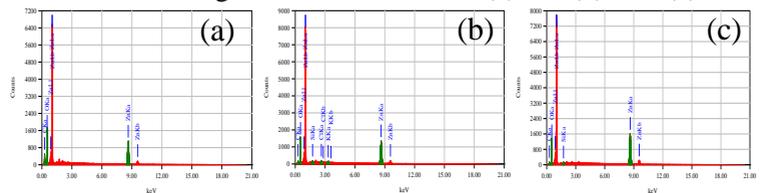
**Gambar 4. 16** Hasil Analisa EDX dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 300°C dengan Penambahan SiO<sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2%



**Gambar 4. 17** Hasil Analisa EDX dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 400°C dengan Penambahan SiO<sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2%

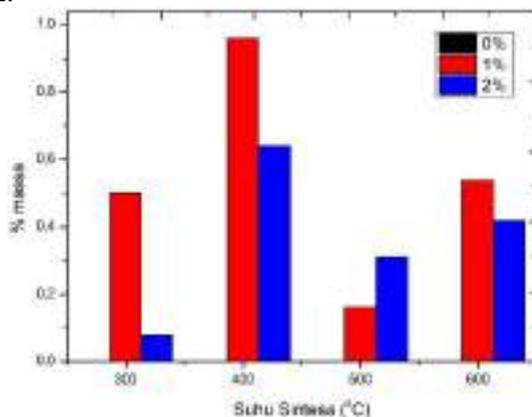


**Gambar 4. 18** Hasil Analisa EDX dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 500°C dengan Penambahan SiO<sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2%



**Gambar 4. 19** Hasil Analisa EDX dari ZnO yang Disintesa Pada Suhu 600°C dengan Penambahan SiO<sub>2</sub> (a) 0% (b) 1%, (c) 2%

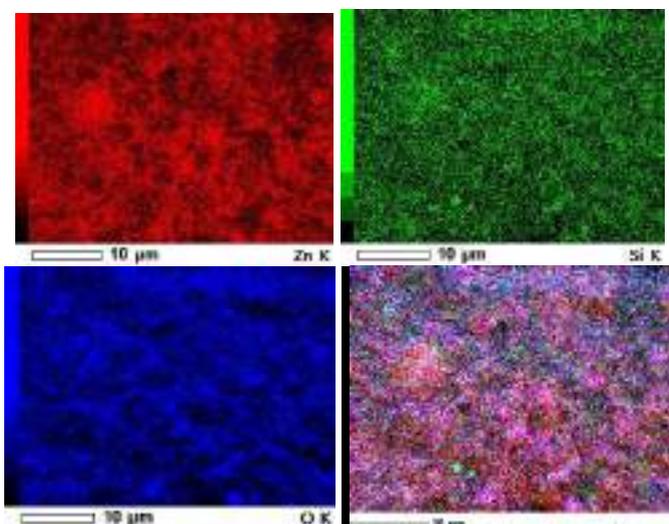
Berikut adalah komposisi elemen Si yang ada di dalam sampel dari hasil EDX:



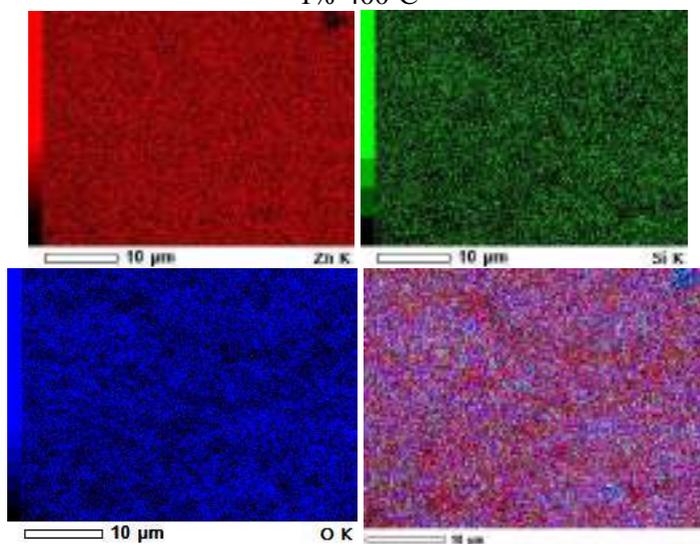
**Gambar 4. 20** Komposisi Elemen Si dari Sampel

#### IV.2.3 Hasil Analisa *Mapping* SEM-EDX

Selain mengetahui morfologi dan komposisi dari partikel, SEM-EDX dapat membuat elemental *mapping* (pemetaan elemen) dengan memberikan warna berbeda-beda dari masing-masing elemen di permukaan bahan, Berikut adalah hasil *mapping* dari ZnO-SiO<sub>2</sub> 1% dan 2% yang disintesa pada suhu 400°C:



**Gambar 4. 21** Persebaran Zn, Si dan O dalam Partikel ZnO-SiO<sub>2</sub> 1% 400°C

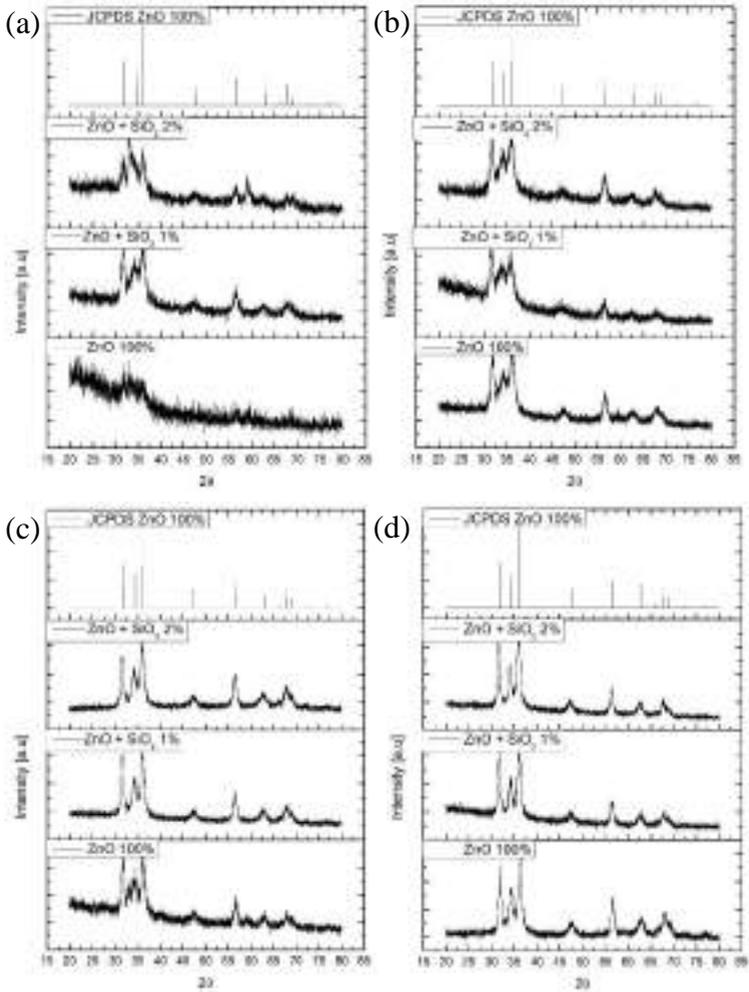


**Gambar 4. 22** Persebaran Zn, Si dan O dalam Partikel ZnO-SiO<sub>2</sub> 2% 400°C

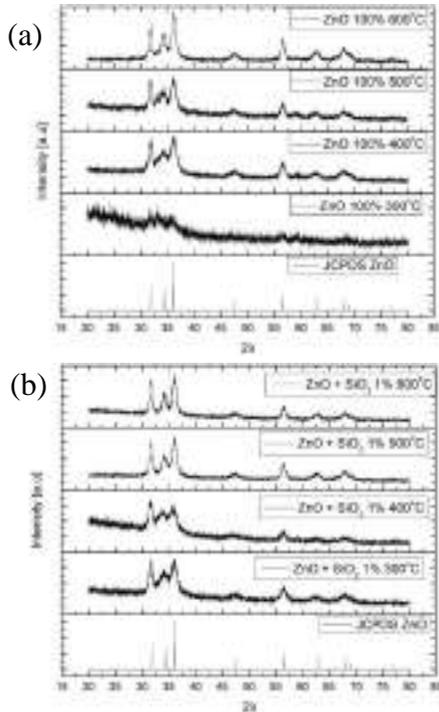
Berdasarkan analisa *mapping* SEM-EDX dapat dilihat bahwa persebaran Zn, Si dan O telah merata dengan baik. Namun pada partikel ZnO-SiO<sub>2</sub> memiliki persebaran Zn, Si dan O yang lebih baik. Hal ini sesuai dengan penelitian Cahyando dan Aisah (2016) bahwa dengan meningkatnya presentase larutan SiO<sub>2</sub> yang ditambahkan, maka terjadi peningkatan persebaran Zn dan Si.

### **IV.3 Hasil Analisa Kritalinitas dengan XRD**

Peralatan yang digunakan untuk analisis derajat kristalinitas dalam penelitian ini adalah *X-Ray Diffraction* (XRD) PHILIPS-Binary, 40kV, 30 mA. Tujuan Analisa ini diutamakan untuk mengetahui ukuran kristal dengan data kuantitatif terhadap penambahan SiO<sub>2</sub> dan suhu sintesa partikel. Berdasarkan hasil Analisa *X-Ray Diffraction* pada sintesa partikel menggunakan spray pyrolysis terlihat bahwa partikel yang terbentuk adalah kristal ZnO dengan morfologi heksagonal, hal ini sesuai dengan standart JCPDS 36 – 1415 yang dapat dilihat pada Gambar 4.23. Dapat dilihat bahwa pola XRD hasil penelitian sesuai dengan pola dari JCPDS. Dari hasil XRD dapat dilihat bahwa penambahan silika sebesar 1% dan 2% tidak mempengaruhi struktur kristal hexagonal dari ZnO hal ini membuktikan bahwa penambahan silika sebagai *support* dalam jumlah tertentu mempunyai karakter yang tidak mengubah struktur kristal induk. Adapun untuk sintesa partikel ZnO pada suhu 300°C menunjukkan hasil XRD yang tidak sesuai dikarenakan belum terjadinya reaksi dekomposisi dari ZnAc didalam reaktor sehingga kristal ZnO tidak terbentuk dengan sempurna.



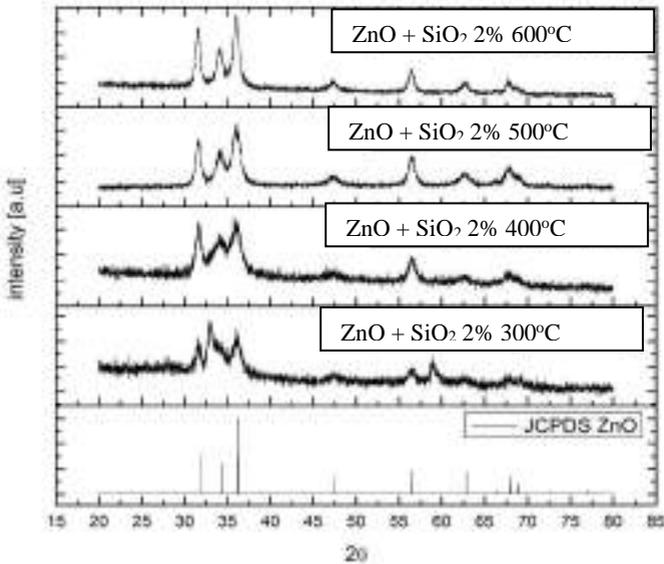
**Gambar 4. 23** Hasil Analisa XRD dengan suhu sintesa (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C



**Gambar 4. 24** Hasil Analisa XRD dengan berbagai variabel suhu sintesa (a) ZnO 100% (b) ZnO-SiO<sub>2</sub> 1%

Penambahan kristal SiO<sub>2</sub> dapat memperkecil ukuran kristal dari ZnO, semakin banyak kristal SiO<sub>2</sub> yang terdapat dalam nanokomposit maka semakin kecil ukuran kristal yang terbentuk karena SiO<sub>2</sub> berfungsi sebagai penghambat laju aglomerasi dari ZnO dengan tanpa merubah struktur kristal dari ZnO. Pada gambar 4.24 a dan b ZnO 100% dengan suhu sintesa 500°C dihasilkan peak pada  $2\theta = 36,11802$  dengan tinggi peak 339 dan FWHM sebesar 1,31218 sedangkan pada penambahan SiO<sub>2</sub> sebesar 2% pada suhu sintesa yang saa menghasilkan  $2\theta = 36,05117$  dengan tinggi peak 631 dan FWHM sebesar 1,08274. Hal ini mengindikasikan bahwa kristal yang terbentuk lebih baik dengan ditunjukkannya intensitas

XRD yang lebih tinggi namun dengan struktur kristal yang lebih kecil dengan nilai FWHM yang lebih besar. Dengan adanya SiO<sub>2</sub> kristal yang terbentuk lebih baik dan juga ukuran kristalnya lebih kecil.



**Gambar 4. 25** Hasil Analisa XRD ZnO-SiO<sub>2</sub> 2% dengan berbagai suhu sintesa

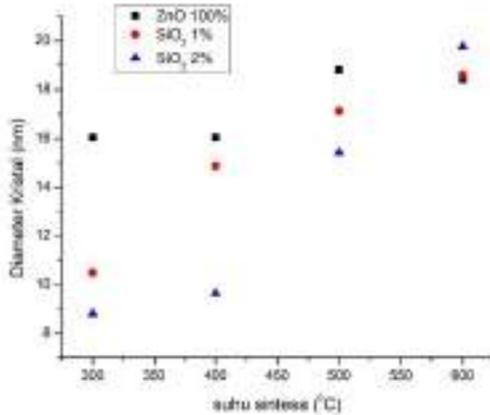
Pada percobaan ini digunakan empat variabel suhu sintesa yaitu, 300°C, 400°C, 500°C, dan 600°C. Berdasarkan Gambar 4.25, semakin tinggi suhu sintesa maka peak yang terbentuk akan semakin tajam. Dari data grafik XRD dapat dihitung diameter kristal menggunakan rumus *Scherrer* dengan menggunakan derajat kristal dan peak gelombang. Ukuran kristal didapatkan melalui analisis kuantitatif menggunakan rumus *Scherrer*:

$$d = \frac{K\lambda}{B \cos \theta}$$

Dimana  $d$  = diameter kristal (nm),  $K$  = *shape factor*,  $\lambda$  Panjang gelombang dari x – ray yang digunakan ,  $B$ = *FWHM* dari puncak yang dipilih,  $\theta$  = setengah dari sudut bragg letak puncak. Hasil Analisa diameter kristal dengan suhu sintesa dan konsentrasi SiO<sub>2</sub> yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 4.1. Dari data tersebut dapat dilihat bahwa suhu furnace memegang peranan penting untuk menyempurnakan reaksi kimia dan secara signifikan mempengaruhi laju penguapan dari droplet dan proses pengkristalan dari partikel yang dihasilkan. Pada temperatur yang lebih rendah *Gibbs energy* yang ada cenderung lebih rendah. Rendahnya *Gibbs energy* yang ada membentuk nukleasi dengan ukuran yang lebih kecil. Pada temperatur yang lebih tinggi kelarutandan reaksi hidrolisis akan naik dan akan mengurangi supersaturasi dari larutan sehingga nukleus yang lebih besar akan terbentuk

**Tabel 4. 1** Tabel Ukuran kristal terhadap suhu sintesa dan penambahan SiO<sub>2</sub>

No.	Variabel	Ukuran Kristal (nm)			
		300	400	500	600
1	ZnO	16,05	16,05	18,82	18,42
2	ZnO-SiO <sub>2</sub> 1%	10,49	14,86	17,11	18,6
3	ZnO-SiO <sub>2</sub> 2%	8,79	9,64	15,42	19,77



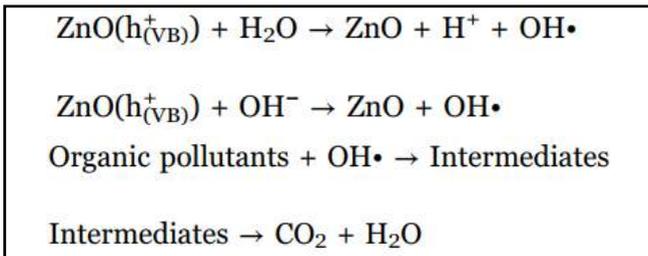
**Gambar 4. 26** Plot Antara Diameter Kristal Yang Dihasilkan Dengan Berbagai Suhu Sintesa

Pada penelitian ini ukuran kristal bertambah dengan meningkatnya suhu sintesa partikel yang ditunjukkan pada Tabel 4.1 dan Gambar 4.26, ukuran kristal ZnO mencapai 62,43 nm pada suhu sintesa 600°C yang merupakan ukuran kristal terbesar dari ZnO yang didapatkan pada percobaan ini. Hal serupa juga dapat ditemukan pada ZnO yang telah di *support* oleh SiO<sub>2</sub> sebanyak 1% dan 2% ukuran kristal terbesar didapatkan dengan suhu sintesa 600°C berupa 87,42 nm dan 83,17 nm. Hal ini terjadi sesuai dengan literatur yang menyatakan bahwa pada suhu tinggi, energi yang tersedia untuk atom menyusun diri membentuk bidang kristal yang sama semakin besar sehingga kristal yang terbentuk juga akan semakin besar (Singh, 2009)

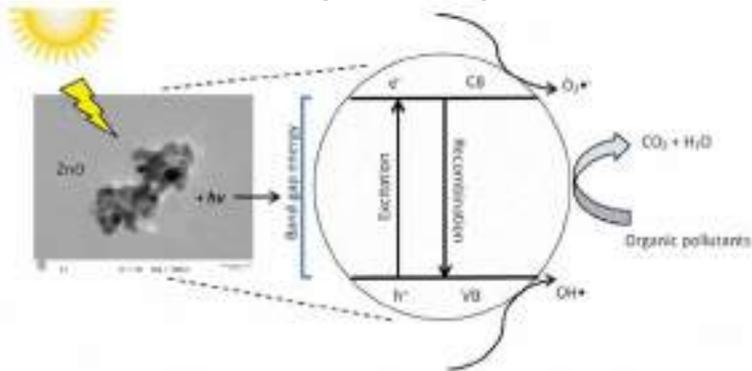
#### IV.4 Hasil Analisa FTIR

Analisa *Fourier-Transform Infra Red* (FTIR) ditujukan untuk mengetahui ikatan kimia yang ada dalam sampel. Berdasarkan hasil Analisa yang dapat diamati pada Gambar 4.29,

diamati ikatan O-H ikatan O-H dimati karena merupakan ikatan yang berperan penting untuk memproduksi ion hidroksil radikal yang dapat memecah ikatan organik dalam limbah, ion hidroksil radikal ini cukup kuat untuk memecah ikatan C-C dan C-H dalam *methylene blue* pada permukaan partikel ZnO- SiO<sub>2</sub> yang akan menghasilkan CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O yang dituliskan pada Gambar 4.27 dengan mekanisme reaksi pada Gambar 4.28 (Ong Chin Boon dkk, 2018):



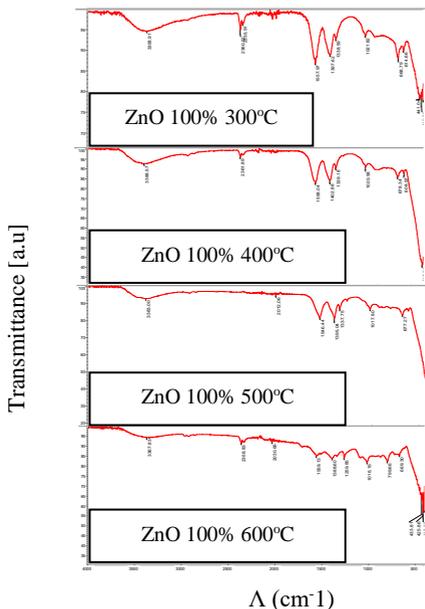
**Gambar 4. 27** Reaksi degradasi zat organic oleh fotokatalis



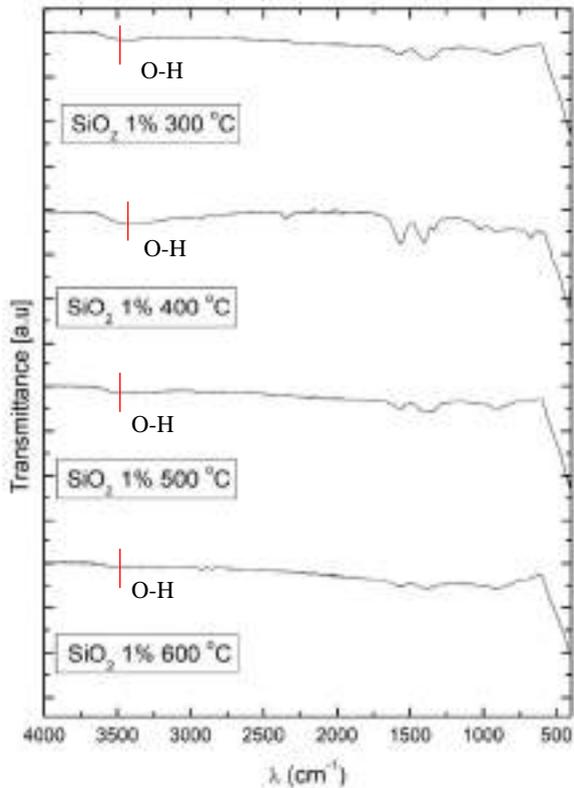
**Gambar 4. 28** Mekanisme Reaksi degradasi zat organic oleh fotokatalis

Sehingga lebih banyak ikatan OH dapat meningkatkan efektifitas fotokatalitik dengan memecah ikatan organik menjadi CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O. Gambar 4.29 dan 4.30 menjelaskan bagaimana

ikatan O-H berkurang dengan bertambah besarnya suhu sintesa partikel. Hal ini dikarenakan lebih banyak uap air yang hilang melalui proses evaporasi pada *tubular furnace*. Dengan hilangnya gugus O-H maka kesetimbangan reaksi untuk memproduksi OH radikal akan bergeser kearah reaktan, hal ini tentu tidak diinginkan karena dapat menurunkan persentase degradasi *methylene blue*. Gugus O-H terletak pada panjang gelombang 3100-3700 (chem.ucla.edu). *Peak* OH pada variabel 300°C menunjukkan transmittan yang paling sedikit pada Panjang gelombang 3358,91  $\text{cm}^{-1}$  dengan nilai 99,49 menandakan bahwa semakin banyak ikatan O-H yang terdapat pada partikel. Transmittan semakin naik dengan bertambahnya suhu sintesa, hal ini dapat terlihat jelas ketika peak OH untuk variabel 600°C pada posisi 3367,83  $\text{cm}^{-1}$  dengan nilai 94,044 yang jauh dibandingkan dengan nilai transmittan pada suhu 300°C.



**Gambar 4. 29** Hasil Analisa FTIR untuk Sampel ZnO 100% Dengan Berbagai Suhu



**Gambar 4. 30** Hasil Analisa FTIR untuk Sampel ZnO-SiO<sub>2</sub> 1% Dengan Berbagai Suhu

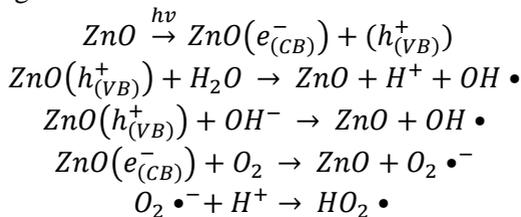
ZnO dengan SiO<sub>2</sub> 1% dan sintesa 400°C mempunyai peak OH yang paling terlihat jika dibandingkan dengan variabel lainnya, hal ini mengindikasikan bahwa variabel ZnO-SiO<sub>2</sub> 1% dengan suhu sintesa 400°C mempunyai daya fotokatalitik yang paling baik. Hal ini dibuktikan dengan perhitungan luas lembah dari ikatan OH yang ditunjukkan pada table berikut:

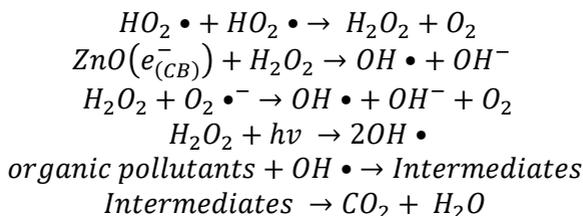
**Tabel 4. 2** Hasil perhitungan luas integral

T (°C)	peak area (cm <sup>2</sup> )	
	SiO <sub>2</sub> 1%	SiO <sub>2</sub> 2%
300	2758,35	6472,74
400	5835,14	5828,07
500	2723,36	2736,06
600	2316,31	1299,07

#### IV.5 Hasil Analisa Uji Fotokatalitik

Material semikonduktor seperti ZnO merupakan material yang baik dalam fotokatalitik. Ketika ZnO diinduksi foto oleh cahaya matahari dengan energi fotonik ( $h\nu$ ) sama dengan atau lebih besar dari energi eksitasi ( $E_g$ ),  $e^-$  dari *valence bond* (VB) dipromosikan ke *conduction band* kosong (CB). Proses ini menghasilkan pasangan *electron-hole* ( $e^-/h^+$ ). Pasangan *electron-hole* dapat bermigrasi ke permukaan ZnO dan terlibat dalam reaksi redoks, dimana  $H^+$  bereaksi dengan air dan ion hidroksida untuk menghasilkan hidroksil radikal, sementara  $e^-$  bereaksi dengan oksigen untuk menghasilkan anion superoksida kemudian hidrogen peroksida. Hidrogen peroksida kemudian akan bereaksi dengan superoksida radikal untuk membentuk hidroksil radikal. Kemudian, hidroksil radikal yang dihasilkan yang merupakan oksidator kuat akan menyerang polutan yang teradsorpsi di permukaan ZnO untuk menghasilkan senyawa intermediet dengan cepat. Intermediet akhirnya akan dikonversi menjadi senyawa hijau seperti  $CO_2$ ,  $H_2O$  dan asam mineral. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:





(Ong dkk., 2017)

Analisa fotokatalitik dilakukan dengan dua sumber cahaya yang berbeda, yaitu dengan menggunakan sinar UV pada dalam ruangan gelap dan sinar matahari pada ruangan terbuka. Spesifikasi lampu UV yang digunakan adalah EVACO dengan spesifikasi 200V; 50Hz; T8 10W; 365 nm dengan intensitas sebesar 1190 lux yang diukur dengan lux meter. Intensitas sinar matahari juga diukur dengan *light meter* LT Lutron LX-1102 pada siang hari. Tujuan menggunakan dua sumber cahaya yang berbeda adalah untuk mengetahui sumber cahaya mana yang paling efektif bagi fotokatalitik dalam mendegradasi *methylene blue*. Analisa fotokatalitik pertama-tama dilakukan dengan melakukan pengadukan selama 30 menit pada kondisi gelap dengan tujuan untuk mengetahui adsorpsi-desorpsi dari ZnO. Kemudian dilakukan penyinaran dibawah sinar UV dan sinar matahari dengan pengadukan selama 75 menit dengan interval pengambilan sampel setiap 15 menit yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh reaksi fotokatalitik dalam mendegradasi *methylene blue*. Hasil analisa kemudian diamati absorbansi dari sampel yang telah diambil kemudian menghitung *methylene blue degradation efficiency* dengan asumsi *pseudo-first order* dan konstanta reaksi (Liu dkk., 2015). Untuk menghitung *methylene blue degradation efficiency* dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut:

$$\% efficiency = \frac{C_{A0} - C_A}{C_{A0}} \times 100\%$$

Dan untuk mengetahui konstanta reaksi (k) dapat diketahui dari persamaan berikut:

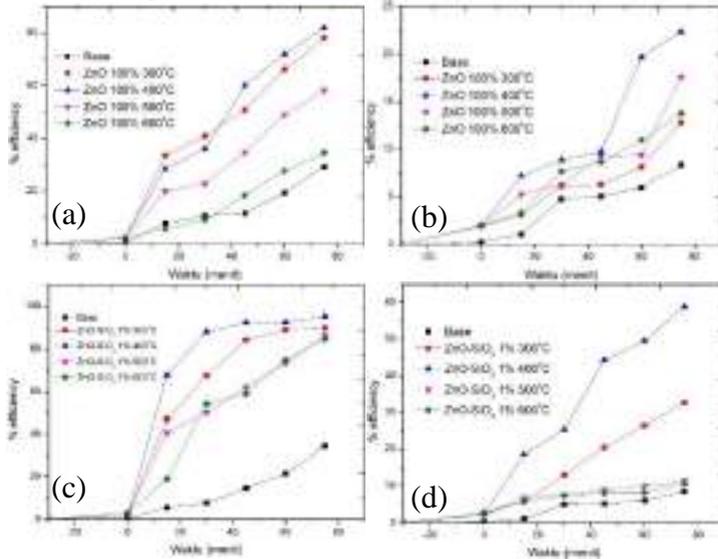
$$-r_A = -\frac{dC_A}{dt} = kC_A$$

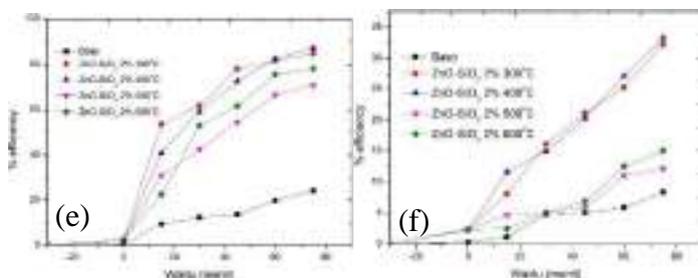
$$-\int_{C_{A0}}^{C_A} \frac{dC_A}{C_A} = k \int_0^t dt$$

$$-\ln \frac{C_A}{C_{A0}} = kt$$

Kemudian memplot  $\ln \frac{C_A}{C_{A0}}$  vs. waktu degradasi. Sehingga didapatkan *slope* yang dimana itu merupakan nilai konstanta reaksi (k).

#### IV.5.1 Pengaruh Suhu Sintesa terhadap Efisiensi Degradasi

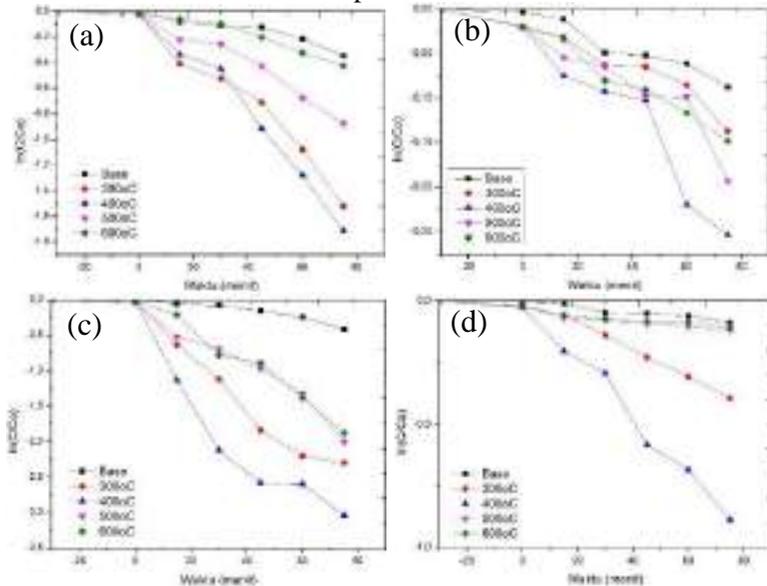


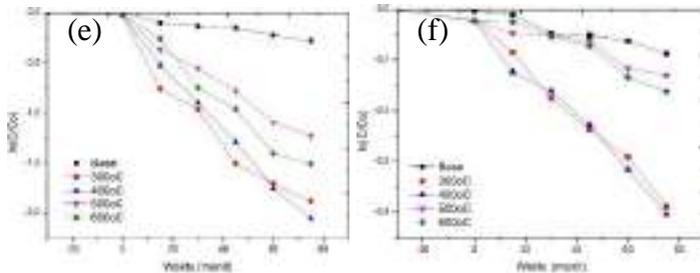


**Gambar 4. 31** Efisiensi Degradasi Methylene Blue ZnO 100%, ZnO-SiO<sub>2</sub> 1% dan ZnO-SiO<sub>2</sub> 2% Pada (a, c, e) Sinar Matahari, (b, d, f) Sinar UV

Dari hasil penelitian analisa fotokatalitik jika dilihat dari pengaruh suhu sintesa dapat dilihat pada Gambar 4.31 (a) dan 4.31 (b) bahwa partikel yang disintesa pada suhu 400°C memiliki efisiensi degradasi terbaik daripada partikel yang disintesa dengan suhu 300°C, 500°C, dan 600°C. Gambar 4.31 (c) dan 4.31 (d) menunjukkan bahwa partikel yang disintesa pada suhu 400°C juga memiliki efisiensi degradasi terbaik daripada partikel yang disintesa dengan suhu 300, 500, dan 600°C hingga 95,11% dibawah sinar matahari dan 57,73% dibawah sinar UV. Gambar 4.31 (e) dan 4.31 (f) juga menunjukkan bahwa partikel yang disintesa pada suhu 400°C juga memiliki efisiensi degradasi terbaik daripada partikel yang disintesa dengan suhu 300°C, 500°C, dan 600°C hingga 86,96% dibawah sinar matahari dan 31,71% dibawah sinar UV. ZnO yang memiliki *band gap* yang kecil (3.2 eV) menyebabkan efisiensi kuantum ZnO juga lebih kecil sehingga elektron akan lebih mudah tereksitasi dan menghasilkan hidroksil radikal lebih banyak yang digunakan sebagai oksidator *methylene blue* menjadi CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O (Ali dkk., 2006). ZnO 100% yang disintesa pada suhu 400°C memiliki efisiensi degradasi *methylene blue* hingga 81,57% dibawah sinar matahari dan 20,84% dibawah sinar UV. Hal ini disebabkan karena pada suhu 300°C, dekomposisi *Zinc Acetat Dihydrate* menjadi ZnO masih belum sempurna. Nilai efisiensi dari ZnO yang disintesa pada suhu 500°C

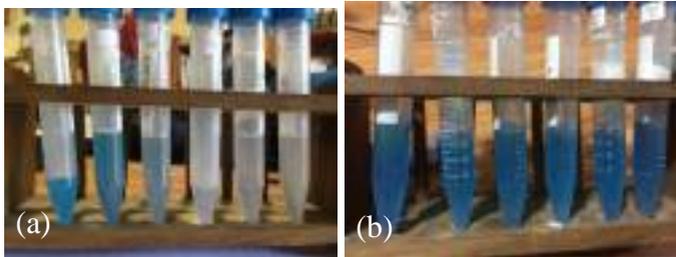
dan 600°C memiliki nilai efisiensi degradasi yang rendah. Menurut penelitian Kumar et. al. (2017), banyak faktor yang mempengaruhi aktivitas fotokatalitik untuk mendegradasi zat-zat berbahaya, yaitu surface area, kristalinitas, intensitas cahaya, dan lain-lain. Ketika suhu sintesa meningkat, maka kristalinitas yang dihasilkan semakin meningkat pula. Maka dari itu jika ukuran kristal semakin besar, maka efisiensi degradasi fotokatalitik akan semakin meningkat. Akan tetapi pada penelitian ini, suhu sintesa yang tinggi menghasilkan efisiensi degradasi fotokatalitik yang rendah. Menurut penelitian Cheng dkk (2014), ion hidroksil sangat mempengaruhi aktivitas fotokatalitik dari nanomaterial dan ion hidroksil merupakan faktor yang dominan dibandingkan dengan struktur kristal. Maka dari itu perlu dilakukan analisa FTIR.





**Gambar 4. 32** Plot  $\ln(C/C_0)$  vs. Waktu Fotokatalitik dari ZnO 100%, ZnO-SiO<sub>2</sub> 1% dan ZnO-SiO<sub>2</sub> 2% Pada (a, c, e) Sinar Matahari, (b, d, f) Sinar UV

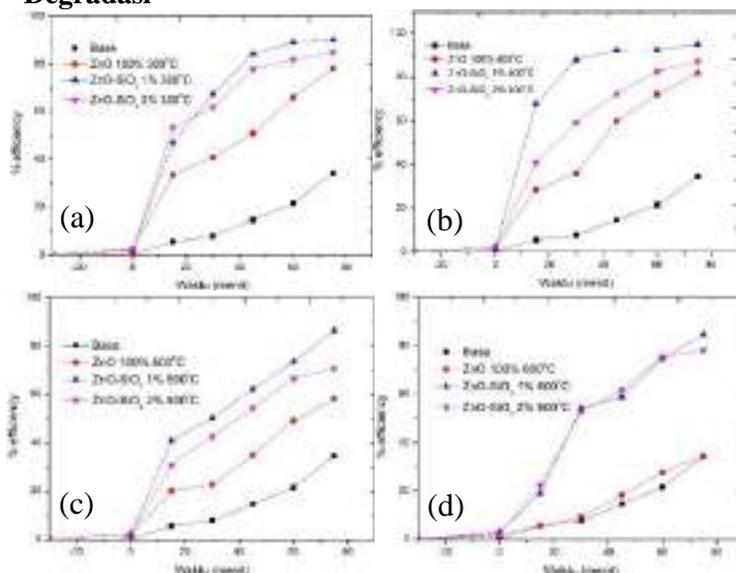
Dari Gambar 4.32 grafik hubungan  $\ln(C/C_0)$  terhadap waktu menunjukkan adanya penurunan paling besar pada partikel yang disintesa pada suhu 400°C. Hal ini menunjukkan bahwa partikel dengan suhu sintesa 400°C menghasilkan *rate* yang lebih cepat untuk mendegradasi *methylene blue* dibawah sinar matahari dibandingkan dengan partikel yang disintesa pada suhu 300°C, 500°C dan 600°C, dimana *rate constant* ( $k$ ) = 0,0224/menit untuk ZnO 100%; 0,038/menit untuk ZnO-SiO<sub>2</sub> 1% dan 0,0272/menit untuk ZnO-SiO<sub>2</sub> 2%. Untuk degradasi *methyele blue* dibawah sinar UV, partikel dengan suhu sintesa 400°C juga menghasilkan *rate* yang lebih cepat pula, dimana dimana *rate constant* ( $k$ ) = 0,0031/menit untuk ZnO 100%; 0,0115/menit untuk ZnO-SiO<sub>2</sub> 1% dan 0,0049/menit untuk ZnO-SiO<sub>2</sub> 2%. Dari data tersebut mengindikasikan bahwa daya fotokatalitik terbaik adalah pada saat partikel disintesa pada suhu 400°C.



**Gambar 4. 33** Hasil Analisa Fotokatalitik ZnO-SiO<sub>2</sub> 1% (a) Dibawah Sinar Matahari, (b) Dibawah Sinar UV

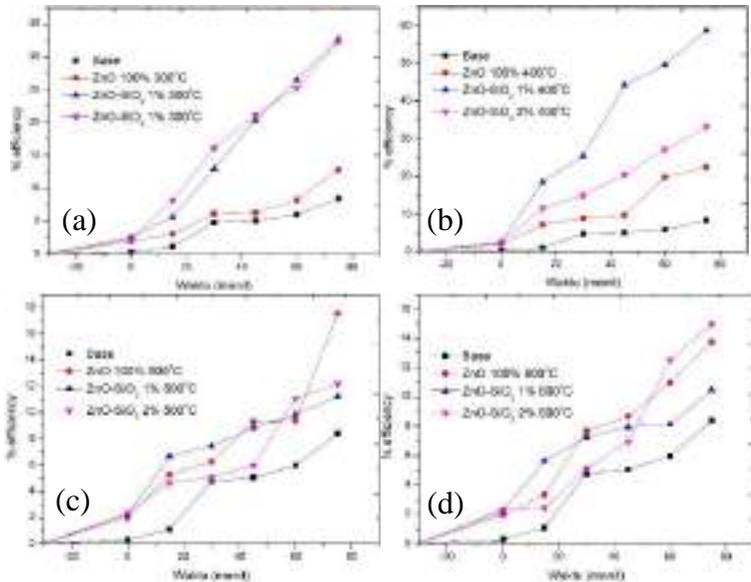
Pada Gambar 4.33 menunjukkan hasil degradasi *methylene blue* dengan penambahan ZnO-SiO<sub>2</sub> 1% yang disintesa pada suhu 400°C dengan kondisi dibawah sinar matahari dan sinar UV selama 75 menit. Hasil analisa fotokatalitik dengan menggunakan sinar matahari diperoleh *methylene blue* yang sudah terdegradasi hingga warna putih bening pada menit ke 45 dan pada menit ke 75 sudah tidak mengalami perubahan warna. Sedangkan pada kondisi dibawah sinar UV, *methylene blue* mengalami perubahan warna menjadi biru pudar dan tidak pekat. Akan tetapi perubahan warna yang terjadi tidak signifikan seperti hasil analisa dibawah sinar matahari. Dapat dilihat bahwa ZnO-SiO<sub>2</sub> 1% yang disintesa pada suhu 400°C dapat mendegradasi *methylene blue* dengan cepat karena memiliki *rate constant* tinggi hingga 0,038/menit.

## IV.5.2 Pengaruh Penambahan SiO<sub>2</sub> terhadap Efisiensi Degradasi



**Gambar 4. 34** Efisiensi Degradasi Methylene Blue dibawah Sinar Matahari yang Disintesa Pada Suhu (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C

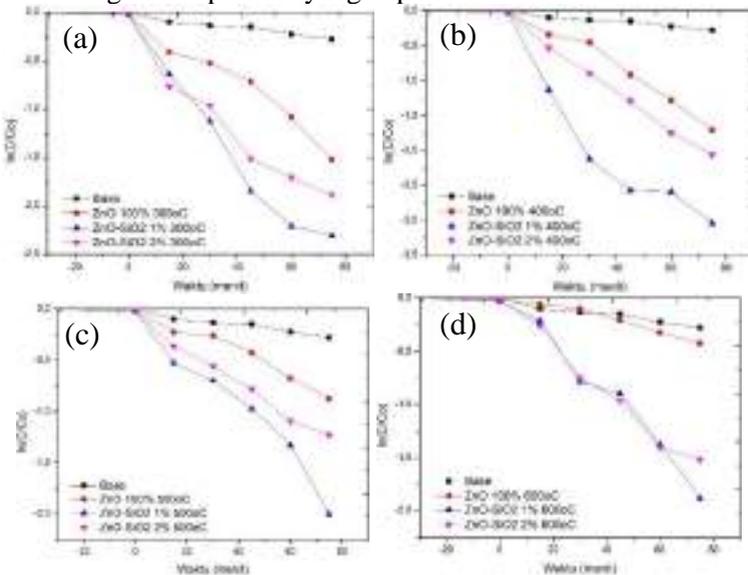
Dari hasil penelitian analisa fotokatalitik jika dilihat dari pengaruh konsentrasi SiO<sub>2</sub> dapat dilihat pada Gambar 4.34 bahwa partikel dengan penambahan SiO<sub>2</sub> 1% memiliki efisiensi degradasi terbaik daripada ZnO 100% dan penambahan SiO<sub>2</sub> 2%.



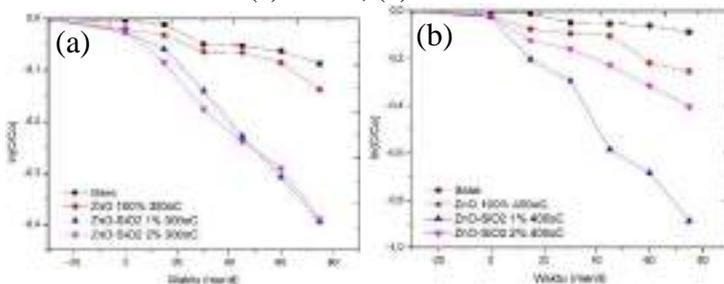
**Gambar 4. 35** Efisiensi Degradasi Methylene Blue dibawah Sinar UV yang Disintesa Pada Suhu (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C

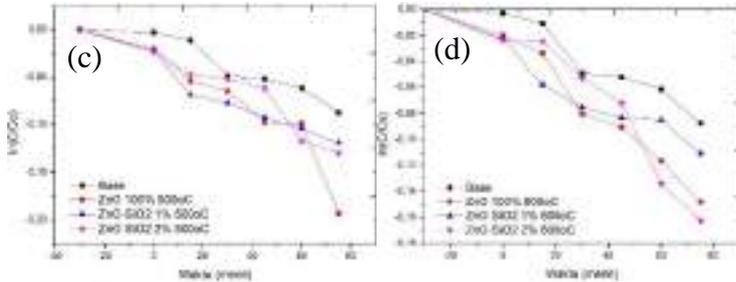
Dari Gambar 4.34 dan 4.35 dan menunjukkan bahwa dengan *supporting* SiO<sub>2</sub> dapat meningkatkan daya fotokatalitik dari ZnO. Hal ini dapat dilihat dari nilai efisiensi degradasi dimana variabel ZnO-SiO<sub>2</sub> 1% memiliki nilai yang lebih tinggi daripada ZnO 100%. Hal ini dikarenakan penambahan SiO<sub>2</sub> dapat meningkatkan sifat optikal dan elektrikal dari nanopartikel ZnO murni (Soltani dkk., 2015). Selain itu, penambahan SiO<sub>2</sub> berfungsi untuk mencegah terjadinya aglomerasi ZnO yang menyebabkan luas kontak dengan *methylene blue* semakin kecil yang mengakibatkan rendahnya efisiensi degradasi. Penambahan SiO<sub>2</sub> 1% memiliki efisiensi degradasi *methylene blue* lebih baik daripada penambahan SiO<sub>2</sub> 2%. Hal ini kemungkinan dikarenakan jika penambahan SiO<sub>2</sub> lebih banyak maka akan menutupi permukaan ZnO dan menghambat energi foton sehingga daya fotokatalitiknya

juga berkurang (Zhai dkk., 2013). Akan tetapi, pada suhu sintesa 500°C dan 600°C, hasil yang didapatkan tidak sama dengan yang lainnya (penambahan SiO<sub>2</sub> 1% bukan yang terbaik). Hal ini kemungkinan terjadi dikarenakan adanya impuritas yang terkandung dalam partikel yang dapat dilihat dari hasil EDX.



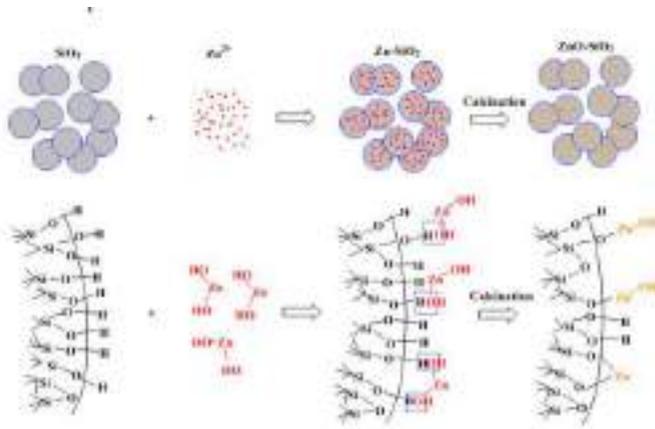
**Gambar 4. 36** Plot  $\ln(C/C_0)$  vs. Waktu fotokatalitik dibawah Sinar Matahari yang Disintesa Pada Suhu (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C





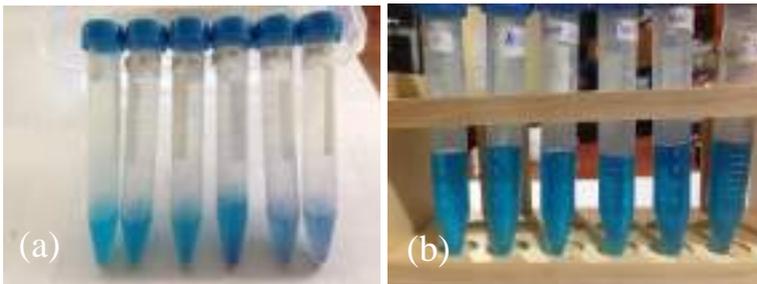
**Gambar 4. 37** Plot  $\ln(C/Co)$  vs. Waktu fotokatalitik dibawah Sinar UV (a) Sintesa pada Suhu 300°C, (b) Sintesa pada Suhu 400°C, (c) Sintesa pada Suhu 500°C, (d) Sintesa pada Suhu 600°C

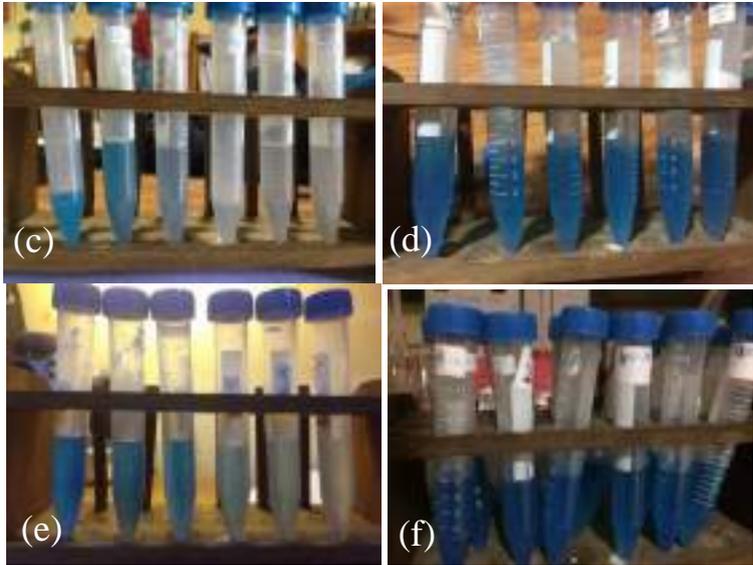
Dari Gambar 4.36 dan 4.37 grafik hubungan  $\ln(C/Co)$  terhadap waktu menunjukkan adanya penurunan paling besar pada partikel dengan penambahan  $\text{SiO}_2$  1%. Hal ini menunjukkan bahwa partikel dengan penambahan  $\text{SiO}_2$  1% menghasilkan *rate* yang lebih cepat untuk mendegradasi *methylene blue* dibawah sinar matahari dibandingkan dengan partikel dengan penambahan  $\text{SiO}_2$  2% dan ZnO murni, dimana *rate constant* ( $k$ ) = 0,032/menit untuk sintesa pada suhu 300°C; 0,038/menit untuk sintesa pada suhu 400°C; 0,0245/menit untuk sintesa pada suhu 500°C dan 0,024 untuk sintesa pada suhu 600°C. Untuk degradasi *methyele blue* dibawah sinar UV, partikel dengan penambahan  $\text{SiO}_2$  1% juga menghasilkan *rate* yang lebih cepat pula untuk mendegradasi *methylene blue* dibawah sinar UV, dimana *rate constant* ( $k$ ) = 0,0051/menit untuk sintesa pada suhu 300°C dan 0,0115/menit untuk sintesa pada suhu 400°C. Seharusnya untuk partikel yang disintesa pada suhu 500°C dan 600°C juga menghasilkan *rate* yang lebih cepat. Hal ini kemungkinan disebabkan karena adanya impuritis yang terbentuk saat proses sintesa partikel sehingga menurunkan daya fotokatalitik dari partikel.



**Gambar 4. 38** Mekanisme pengikatan ZnO dan SiO<sub>2</sub>

Penambahan SiO<sub>2</sub> memiliki dampak yang cukup signifikan dimana penambahan 1% lebih baik dari pada 2%, hal ini dikarenakan SiO<sub>2</sub> 1% melapisi ZnO dengan sangat tipis sedangkan pada 2% ZnO banyak yang larut pada ikatan OH pada SiO<sub>2</sub> sehingga aktifitas fotokatalitis akan berkurang (Zhai Jing dkk, 2010). Mekanisme reaksi tersebut dapat dilihat pada ilustrasi gambar 4.38 dimana ikatan silanol akan bertamabahan banyak dengan semakin banyaknya SiO<sub>2</sub> yang ditambahkan (Chen Ying dkk, 2017). hal ini dibuktikan dengan banyaknya ikatan OH pada penambahan 2% yang dibuktikan dari table 4.2.





**Gambar 4. 39** Hasil Analisa Fotokatalitik (a) ZnO 100% Dibawah Sinar Matahari, (b) ZnO 100% Dibawah Sinar UV, (c) ZnO-SiO<sub>2</sub> 1% Dibawah Sinar Matahari, (d) ZnO-SiO<sub>2</sub> Dibawah Sinar UV, (e) ZnO-SiO<sub>2</sub> 2% Dibawah Sinar Matahari, (f) ZnO-SiO<sub>2</sub> 2% Dibawah Sinar UV

Pada Gambar 4.38 menunjukkan hasil degradasi *methylene blue* dengan penambahan ZnO 100%, ZnO-SiO<sub>2</sub> 1% dan ZnO-SiO<sub>2</sub> 2% yang disintesa pada suhu 400°C dengan kondisi dibawah sinar matahari dan sinar UV selama 75 menit. Hasil diatas menunjukkan dengan penambahan SiO<sub>2</sub>, degradasi *methylene blue* menjadi lebih cepat. Hasil analisa fotokatalitik ZnO-SiO<sub>2</sub> 1% dengan menggunakan sinar matahari diperoleh *methylene blue* yang sudah terdegradasi hingga warna putih bening pada menit ke 45 dan pada menit ke 75 sudah tidak mengalami perubahan warna. Sedangkan pada kondisi dibawah sinar UV, *methylene blue* mengalami perubahan warna menjadi biru pudar dan tidak pekat. Hasil analisa fotokatalitik ZnO-SiO<sub>2</sub> 2% dengan menggunakan sinar matahari

diperoleh *methylene blue* yang sudah terdegradasi hingga warna putih bening pada menit ke 60 dan pada menit ke 75 sudah tidak mengalami perubahan warna. Sedangkan pada kondisi dibawah sinar UV, *methylene blue* mengalami perubahan warna menjadi biru pudar dan tidak pekat. Sedangkan hasil analisa fotokatalitik ZnO 100% dengan menggunakan sinar matahari dan sinau UV tidak sampai mendegradasi *methylene blue* hingga warna putih bening. Hal ini dikarenakan ZnO murni memiliki potensi terjadinya laju rekombinasi pasangan *electrone-hole* yang tinggi sehingga daya fotokatalitik dari ZnO murni semakin rendah (Soltani dkk., 2015). Dapat dilihat bahwa ZnO-SiO<sub>2</sub> 1% dapat mendegradasi *methylene blue* dengan cepat karena memiliki *rate constant* tinggi hingga 0,038/menit. Karena dengan penggabungan dua semikonduktor merupakan metode yang menjanjikan untuk meningkatkan daya fotokatalitik dan merendahkan laju rekombinasi *electrone-hole* (Soltani dkk., 2015).

Dari seluruh hasil uji fotokatalitik yang dilakukan, degradasi *methylene blue* yang paling baik adalah degradasi yang dilakukan dengan menggunakan sumber cahaya dari sinar matahari. Hal tersebut dikarenakan sinar matahari memiliki intensitas dan panjang gelombang (antara 310-2300 nm) yang lebih besar daripada panjang gelombang UV (200-380 nm). Selain itu, sinar matahari merupakan gabungan antara  $\pm 45\%$  sinar tampak dan  $\pm 5\%$  sinar UV sehingga sinar matahari memiliki energi yang relatif besar dan mampu memberikan banyak energi foton pada fotokatalis (Lestari dkk., 2015).

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **V.1 Kesimpulan**

Bedasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Partikel nanokomposit ZnO-SiO<sub>2</sub> berhasil dibuat dengan metode *Spray Pyrolysis* menghasilkan bentuk kristal hexagonal dengan bentuk partikel *spherical*, akan tetapi bentuk *spherical* yang terbentuk tidak sempurna akibat pemanasan yang lama
2. Penambahan Silika dapat memperlambat laju pertumbuhan dari kristal ZnO sehingga memperkecil ukuran kristal yang terbentuk. Struktur kristal paling besar didapatkan variable ZnO 100% dengan suhu sintesa 500°C dan paling kecil didapatkan variable ZnO-SiO<sub>2</sub> 2% 300°C
3. Penambahan Silika meningkatkan persentase degradasi MB secara signifikan dengan komposisi terbaik ZnO-SiO<sub>2</sub> 1% dengan suhu sintesa 400°C (Persentase Degradasi = 95,11%), hal ini disebabkan Silika mencegah ZnO teragromelasi sehingga aktifitas fotokatalik dapat berlangsung lebih baik

#### **V.2 Saran**

Dari penelitian sintesa nanokomposit ZnO-SiO<sub>2</sub> dengan metode *Spray Pyrolysis* hasil yang didapat belum sempurna dan masih ada beberapa hal yang dapat diperbaiki dan dikembangkan untuk penelitian selanjutnya. Maka berikut saran yang dapat kami berikan untuk penelitian selanjutnya:

1. Sintesa nanokomposit ZnO-SiO<sub>2</sub> dengan metode *Spray Pyrolysis* harus menggunakan penangkap partikel yang baik sehingga *yield* partikel dapat lebih besar.
2. Sintesa ini dapat lebih baik jika ditambahkan dengan *cyclone* sehingga *droplet* yang dihasilkan dapat lebih seragam

3. Perlu ditambahkan analisa TGD-TA untuk mengetahui suhu dekomposisi dari *Zinc Asetat* sehingga partikel ZnO dapat terbentuk dengan sempurna.
4. Analisa persentase degradasi oleh fotokatalis dapat menggunakan limbah tekstil secara langsung agar hasil empiris penelitian dapat mendekati kondisi riil

## DAFTAR NOTASI

Notasi	Keterangan	Satuan
$BM$	Berat Molekul	$[gram/mol]$
$C$	Konsentrasi zat	$[ppm]$
$Co$	Konsentrasi zat	$[ppm]$
$D_p$	Diameter partikel	$[nm]$
$k$	Laju reaksi	$[Time^{-1}]$
$m$	Massa Zat	$[gram]$
$M$	Molaritas	$[mol/liter]$
$N$	Mol	$[mol]$
$V$	Volume	$[liter]$
$T$	Suhu	$[K]$
$\beta$	<i>Full Width Half Maximum</i>	$[^{\circ}]$
$k$	Konstanta <i>scherrer</i>	-
$\lambda$	Panjang gelombang	$[nm]$
$\rho$	Densitas campuran	$[kg/m^3]$
$\Theta$	sudut <i>bragg</i>	$[^{\circ}]$
$\tau$	panjang gelombang X-Ray	$\text{\AA}$

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

## APPENDIKS

### A.1 Contoh Perhitungan

#### Pembuatan Larutan Prekursor

Bahan yang digunakan :

#### *Zinc Acetate Dihidrat*

Menentukan massa *Zinc Acetate* 0.1 M 50 ml

$$\begin{aligned}\text{Massa } \textit{Zinc Acetate} &= M \times \text{Volume} \times \text{BM} \\ &= 0,1 \text{ mol/L} \times 0,05 \text{ L} \times 219,49 \text{ gr/mol} \\ &= 1.097 \text{ gram}\end{aligned}$$

#### *Water Glass*

1. Menentukan massa KOH 0,1 M 250 ml

$$\begin{aligned}\text{massa KOH} &= M \times \text{Volume} \times \text{BM} \\ &= 0,1 \text{ mol/L} \times 0,25 \text{ L} \times 56,11 \text{ gram/mol} \\ &= 1,40275 \text{ gram}\end{aligned}$$

2. Menentukan Volume *Water Glass* konsentrasi 0,1 M:

Volume *Water Glass* konsentrasi 0,1 M 1% berat *Zinc Acetate*

$$\begin{aligned}\text{Massa } \textit{Water Glass} &= 1\% \times 1.097 \text{ gr} \\ &= 0.0109745 \text{ gr} \\ &= M \times \text{Volume} \times \text{BM} \\ &= 0,1 \text{ mol/L} \times \text{volume water glass} \times \\ &60,0855 \text{ gram/mol} \\ &= 0.0109745 \text{ gr}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa Total} &= \frac{100\%}{27\%} \times 0,0109745 \text{ gr} \\ &= 0,04064963 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Volume } \textit{Water Glass} &= \frac{\text{massa total}}{\rho \text{ campuran}} \\ &= \frac{0.04064963 \text{ gram}}{1,346 \text{ gram/ml}} \\ &= 0,030200319 \text{ ml}\end{aligned}$$

3. Menentukan Volume HCl 2 N 250 ml

$$\begin{aligned}\text{Massa HCl} &= M \times \text{Volume} \times \text{BM} \\ &= 2 \text{ mol/L} \times 0,25 \text{ L} \times 36,46 \text{ gram/mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 &= 18,23 \text{ gram} \\
 \text{Volume HCl} &= \frac{\text{massa total}}{\rho \text{ campuran}} \\
 &= \frac{18,23 \text{ gram}}{1,19 \text{ gram/ml}} \times \% \text{ HCL} \\
 &= \frac{18,23 \text{ gram}}{1,19 \text{ gram/ml}} \times \frac{100 \%}{37\%} \\
 &= 41.40358846 \text{ ml}
 \end{aligned}$$

## A.2 Perhitungan Fotokatalitik

### A.2.1 Pembuatan Larutan *Methylene Blue* untuk Analisa Fotokatalitik

- Membuat larutan induk 100 ppm dalam 100 ml

$$\begin{aligned}
 \frac{100 \text{ mg}}{1 \text{ L}} &= \frac{x \text{ mg}}{0.1 \text{ L}} \\
 x &= 10 \text{ mg}
 \end{aligned}$$

Menimbang 10 mg serbuk *methylene blue* dan mencampurnya ke dalam 100 ml aquadest

- Mengencerkan 100 ppm menjadi 10 ppm

$$\begin{aligned}
 M_1 \cdot V_1 &= M_2 \cdot V_2 \\
 100 V_1 &= 10 \cdot 40 \text{ ml} \\
 V_1 &= 4 \text{ ml}
 \end{aligned}$$

Mengambil 4 ml larutan induk kemudian melarutkannya dengan aquadest hingga 40 ml.

### A.2.2. Perhitungan Konsentrasi *Methylene Blue* dan Konstanta Reaksi (k)

Dari data didapatkan kurva standar *methylene blue* dengan persamaan sebagai berikut:

$$Y = 0,2053X$$

Bila didapatkan data absorbansi sebesar 2,154, maka hasil konsentrasi *methyelen blue* yang didapat:

$$2,154 = 0,2053X$$

$$X = 10,492$$

Konsentrasi yang didapatkan sebesar 10,492 ppm.

a. Menghitung *Methylene Blue Degradation Efficiency* (%) dan  $\ln(C/C_0)$  pada Sinar Matahari

Variabel ZnO 100%							
Absorbansi							
Waktu	-30	0	15	30	45	60	75
base	2.154	2.149	1.996	1.904	1.859	1.710	1.455
300 °C	2.543	2.493	1.700	1.490	1.220	0.850	0.530
400 °C	2.329	2.279	1.674	1.475	0.910	0.638	0.401
500 °C	2.471	2.421	1.990	1.892	1.576	1.241	0.984
600 °C	2.363	2.313	2.244	2.123	1.886	1.683	1.474
Lux	0	92600	92000	93500	94700	94000	97000
Variabel ZnO-SiO <sub>2</sub> 1%							
Absorbansi							
Waktu	-30	0	15	30	45	60	75
base	2.154	2.149	1.996	1.904	1.859	1.710	1.455
300 °C	2.131	2.081	1.106	0.666	0.342	0.238	0.220
400 °C	2.294	2.244	0.725	0.264	0.176	0.173	0.113
500 °C	2.245	2.195	1.304	1.071	0.860	0.603	0.312
600 °C	1.622	1.572	1.289	0.712	0.672	0.414	0.255
Lux	0	95400	97200	99500	94300	94200	92600
Variabel ZnO-SiO <sub>2</sub> 2%							
Absorbansi							
Waktu	-30	0	15	30	45	60	75
base	2.154	2.149	1.996	1.904	1.859	1.710	1.455
300 °C	2.378	2.328	1.135	0.915	0.525	0.429	0.321

400 °C	2.353	2.303	1.424	0.967	0.648	0.404	0.267
500 °C	2.463	2.413	1.744	1.425	1.124	0.816	0.640
600 °C	2.104	2.054	1.669	1.001	0.805	0.512	0.412
Lux	0	94300	92200	93500	94300	95200	106000

Variabel ZnO 100%							
Konsentrasi (ppm)							
Waktu	-30	0	15	30	45	60	75
base	10.49	10.46	9.65	9.36	9.26	8.45	7.42
300 °C	12.38	12.14	8.22	7.32	6.07	4.20	2.70
400 °C	11.34	11.10	8.10	7.25	4.53	3.15	2.04
500 °C	12.03	11.79	9.63	9.30	7.85	6.13	5.02
600 °C	11.51	11.26	10.85	10.44	9.39	8.32	7.52
Lux	0	92600	92000	93500	94700	94000	97000

Variabel ZnO-SiO <sub>2</sub> 1%							
Konsentrasi (ppm)							
Waktu	-30	0	15	30	45	60	75
base	10.49	10.46	9.90	9.67	8.95	8.22	6.87
300 °C	10.37	10.13	5.48	3.38	1.64	1.14	1.04
400 °C	11.17	10.93	3.59	1.34	0.84	0.83	0.53
500 °C	10.93	10.69	6.47	5.44	4.14	2.90	1.47
600 °C	7.90	7.65	6.39	3.61	3.23	1.99	1.20
Lux	0	95400	97200	99500	94300	94200	92600

Variabel ZnO-SiO <sub>2</sub> 2%							
Konsentrasi (ppm)							
Waktu	-30	0	15	30	45	60	75

base	10.49	10.46	9.50	9.19	9.05	8.40	7.96
300 °C	11.58	11.33	5.40	4.41	2.55	2.10	1.75
400 °C	11.46	11.21	6.78	4.67	3.15	1.9866	1.46
500 °C	11.99	11.75	8.30	6.88	5.47	4.0126	3.50
600 °C	10.24	10.00	7.94	4.83	3.92	2.51	2.25
Lux	0	94300	92200	93500	94300	95200	106000

Didapatkan grafik  $\ln(C/Co)$  vs. Waktu

$$\ln \frac{C}{C_o} = \ln \frac{7,4239}{10,4920} = -0.3459$$

Variabel ZnO 100%							
ln(C/Co)							
Waktu	-30	0	15	30	45	60	75
base	0	-0.002	-0.082	-0.113	-0.125	-0.216	-0.346
300 °C	0	-0.019	-0.409	-0.524	-0.712	-1.081	-1.522
400 °C	0	-0.021	-0.336	-0.447	-0.917	-1.280	-1.713
500 °C	0	-0.020	-0.223	-0.257	-0.427	-0.674	-0.874
600 °C	0	-0.021	-0.058	-0.097	-0.203	-0.324	-0.426
Lux	0	92600	92000	93500	94700	94000	97000
Variabel ZnO-SiO <sub>2</sub> 1%							
ln(C/Co)							
Waktu	-30	0	15	30	45	60	75
base	0	-0.002	-0.057	-0.081	-0.159	-0.244	-0.422
300 °C	0	-0.023	-0.637	-1.121	-1.841	-2.205	-2.301
400 °C	0	-0.022	-1.133	-2.120	-2.579	-2.597	-3.041

500 °C	0	-0.022	-0.524	-0.698	-0.971	-1.327	-2.003
600 °C	0	-0.031	-0.211	-0.781	-0.893	-1.378	-1.880
Lux	0	95400	97200	99500	94300	94200	92600
Variabel ZnO-SiO <sub>2</sub> 2%							
<b>ln(C/Co)</b>							
<b>Waktu</b>	<b>-30</b>	<b>0</b>	<b>15</b>	<b>30</b>	<b>45</b>	<b>60</b>	<b>75</b>
base	0	-0.002	-0.098	-0.131	-0.147	-0.221	-0.276
300 °C	0	-0.021	-0.762	-0.963	-1.511	-1.703	-1.886
400 °C	0	-0.021	-0.524	-0.897	-1.290	-1.753	-2.059
500 °C	0	-0.020	-0.367	-0.555	-0.785	-1.095	-1.231
600 °C	0	-0.024	-0.254	-0.751	-0.961	-1.404	-1.514
Lux	0	94300	92200	93500	94300	95200	106000

Untuk penyesuaian dengan nilai lux, maka semua konsentrasi dijadikan ke intensitas awal matahari awal dengan persamaan:

$$C_{koreksi} = C \times \frac{Lux\ akhir}{Lux\ awal}$$

$$C_{koreksi} = 9,722 \times \frac{92000}{94300} = 9,5058$$

Variabel ZnO 100%							
<b>%Degradasi</b>							
<b>Waktu</b>	<b>-30</b>	<b>0</b>	<b>15</b>	<b>30</b>	<b>45</b>	<b>60</b>	<b>75</b>
base	0	0.232	7.935	10.747	11.738	19.412	29.241
300 °C	0	1.966	33.582	40.838	50.937	66.069	78.168
400 °C	0	2.146	28.589	36.052	60.041	72.192	81.964
500 °C	0	2.023	19.987	22.687	34.773	49.018	58.285

600 °C	0	2.115	5.651	9.283	18.376	27.700	34.657
Lux	0	92600	92000	93500	94700	94000	97000
Variabel ZnO-SiO <sub>2</sub> 1%							
<b>%Degradasi</b>							
<b>Waktu</b>	<b>-30</b>	<b>0</b>	<b>15</b>	<b>30</b>	<b>45</b>	<b>60</b>	<b>75</b>
base	0	0.232	5.5867	7.807	14.690	21.611	34.433
300 °C	0	2.346	47.120	67.403	84.136	88.972	89.979
400 °C	0	2.179	67.799	87.997	92.416	92.553	95.218
500 °C	0	2.227	40.819	50.243	62.134	73.478	86.510
600 °C	0	3.082	19.030	54.217	59.047	74.797	84.740
Lux	0	95400	97200	99500	94300	94200	92600
Variabel ZnO-SiO <sub>2</sub> 2%							
<b>%Degradasi</b>							
<b>Waktu</b>	<b>-30</b>	<b>0</b>	<b>15</b>	<b>30</b>	<b>45</b>	<b>60</b>	<b>75</b>
base	0	0.232	9.3987	12.356	13.695	19.855	24.070
300 °C	0	2.102	53.333	61.848	77.922	81.787	84.826
400 °C	0	2.124	40.829	59.252	72.460	82.666	87.244
500 °C	0	2.030	30.768	42.634	54.364	66.553	70.791
600 °C	0	2.376	22.441	52.827	61.739	75.433	77.988
Lux	0	94300	92200	93500	94300	95200	106000

b. Menghitung *Methylene Blue Degradation Efficiency (%)* dan  $\ln(C/Co)$  pada Sinar UV

Variabel ZnO 100%							
<b>Absorbansi</b>							
<b>Waktu</b>	<b>-30</b>	<b>0</b>	<b>15</b>	<b>30</b>	<b>45</b>	<b>60</b>	<b>75</b>

base	1.765	1.760	1.746	1.681	1.676	1.660	1.617
300 °C	2.619	2.569	2.539	2.459	2.455	2.405	2.284
400 °C	2.549	2.499	2.365	2.323	2.301	2.047	1.978
500 °C	2.533	2.483	2.400	2.375	2.298	2.295	2.088
600 °C	2.56	2.51	2.475	2.363	2.338	2.279	2.208
Lux	0	1190	1190	1190	1190	1190	1190
Variabel ZnO-SiO <sub>2</sub> 1%							
<b>Absorbansi</b>							
<b>Waktu</b>	<b>-30</b>	<b>0</b>	<b>15</b>	<b>30</b>	<b>45</b>	<b>60</b>	<b>75</b>
base	1.765	1.760	1.746	1.681	1.676	1.660	1.617
300 °C	1.976	1.926	1.865	1.720	1.573	1.453	1.331
400 °C	2.002	1.952	1.634	1.494	1.117	1.010	0.825
500 °C	2.255	2.205	2.105	2.087	2.056	2.033	2.002
600 °C	2.236	2.186	2.110	2.074	2.058	2.054	2.002
Lux	0	1190	1190	1190	1190	1190	1190
Variabel ZnO-SiO <sub>2</sub> 2%							
<b>Absorbansi</b>							
<b>Waktu</b>	<b>-30</b>	<b>0</b>	<b>15</b>	<b>30</b>	<b>45</b>	<b>60</b>	<b>75</b>
base	1.765	1.760	1.746	1.681	1.676	1.660	1.617
300 °C	2.221	2.171	2.040	1.863	1.751	1.660	1.505
400 °C	2.251	2.201	1.989	1.915	1.793	1.640	1.503
500 °C	2.159	2.109	2.059	2.050	2.030	1.920	1.896
600 °C	2.149	2.099	2.097	2.039	2.000	1.880	1.827
Lux	0	1190	1190	1190	1190	1190	1190

Variabel ZnO 100%

<b>Konsentrasi (ppm)</b>							
<b>Waktu</b>	<b>-30</b>	<b>0</b>	<b>15</b>	<b>30</b>	<b>45</b>	<b>60</b>	<b>75</b>
base	8.59	8.57	8.50	8.18	8.16	8.08	7.87
300 °C	12.75	12.51	12.36	11.97	11.95	11.71	11.12
400 °C	12.41	12.17	11.51	11.31	11.20	9.97	9.63
500 °C	12.33	12.09	11.69	11.56	11.19	11.17	10.17
600 °C	12.46	12.22	12.05	11.51	11.38	11.10	10.75
Lux	0	1190	1190	1190	1190	1190	1190
Variabel ZnO-SiO <sub>2</sub> 1%							
<b>Konsentrasi (ppm)</b>							
<b>Waktu</b>	<b>-30</b>	<b>0</b>	<b>15</b>	<b>30</b>	<b>45</b>	<b>60</b>	<b>75</b>
base	8.59	8.57	8.50	8.18	8.16	8.08	7.87
300 °C	9.62	9.38	9.08	8.37	7.66	7.07	6.48
400 °C	9.75	9.50	7.95	7.27	5.44	4.91	4.01
500 °C	10.98	10.74	10.25	10.16	10.01	9.90	9.75
600 °C	10.89	10.64	10.27	10.10	10.02	10.00	9.75
Lux	0	1190	1190	1190	1190	1190	1190
Variabel ZnO-SiO <sub>2</sub> 2%							
<b>Konsentrasi (ppm)</b>							
<b>Waktu</b>	<b>-30</b>	<b>0</b>	<b>15</b>	<b>30</b>	<b>45</b>	<b>60</b>	<b>75</b>
base	8.59	8.57	8.50	8.18	8.16	8.08	7.87
300 °C	10.81	10.57	9.93	9.07	8.52	8.08	7.33
400 °C	10.96	10.72	9.68	9.32	8.73	7.98	7.32
500 °C	10.51	10.27	10.02	9.98	9.88	9.35	9.23
600 °C	10.46	10.22	10.21	9.93	9.74	9.15	8.89
Lux	0	1190	1190	1190	1190	1190	1190

Didapatkan grafik  $\ln(C/C_0)$  vs. Waktu

$$\ln \frac{C}{C_0} = \ln \frac{9,6347}{12,4160} = -0.254$$

Variabel ZnO 100%							
ln(C/Co)							
Waktu	-30	0	15	30	45	60	75
base	0	-0.002	-0.010	-0.048	-0.051	-0.061	-0.087
300 °C	0	-0.019	-0.031	-0.063	-0.064	-0.085	-0.137
400 °C	0	-0.019	-0.074	-0.092	-0.102	-0.219	-0.254
500 °C	0	-0.019	-0.053	-0.064	-0.097	-0.099	-0.193
600 °C	0	-0.019	-0.033	-0.080	-0.090	-0.116	-0.148
Lux	0	1190	1190	1190	1190	1190	1190
Variabel ZnO-SiO <sub>2</sub> 1%							
ln(C/Co)							
Waktu	-30	0	15	30	45	60	75
base	0	-0.002	-0.010	-0.048	-0.051	-0.061	-0.088
300 °C	0	-0.025	-0.057	-0.138	-0.228	-0.307	-0.395
400 °C	0	-0.025	-0.203	-0.292	-0.584	-0.684	-0.887
500 °C	0	-0.022	-0.068	-0.077	-0.092	-0.107	-0.119
600 °C	0	-0.022	-0.058	-0.075	-0.083	-0.085	-0.111
Lux	0	1190	1190	1190	1190	1190	1190
Variabel ZnO-SiO <sub>2</sub> 2%							
ln(C/Co)							
Waktu	-30	0	15	30	45	60	75
base	0	-0.002	-0.010	-0.048	-0.052	-0.061	-0.088

300 °C	0	-0.022	-0.085	-0.175	-0.238	-0.291	-0.389
400 °C	0	-0.022	-0.123	-0.161	-0.228	-0.317	-0.404
500 °C	0	-0.023	-0.047	-0.051	-0.067	-0.117	-0.130
600 °C	0	-0.023	-0.024	-0.052	-0.072	-0.134	-0.162
Lux	0	1190	1190	1190	1190	1190	1190

Variabel ZnO 100%							
%Degradasi							
Waktu	-30	0	15	30	45	60	75
base	0	0.283	1.076	4.759	5.042	5.949	8.385
300 °C	0	1.909	3.055	6.109	6.262	8.171	12.791
400 °C	0	1.962	7.219	8.866	9.729	19.694	22.401
500 °C	0	1.974	5.251	6.238	9.278	9.396	17.568
600 °C	0	1.953	3.320	7.695	8.672	10.977	13.750
Lux	0	1190	1190	1190	1190	1190	1190
Variabel ZnO-SiO <sub>2</sub> 1%							
%Degradasi							
Waktu	-30	0	15	30	45	60	75
base	0	0.283	1.076	4.759	5.042	5.949	8.385
300 °C	0	2.530	5.617	12.955	20.395	26.468	32.642
400 °C	0	2.498	18.382	25.375	44.206	49.550	58.791
500 °C	0	2.217	6.652	7.450	8.825	9.845	11.220
600 °C	0	2.236	5.635	7.245	7.961	8.140	10.465
Lux	0	1190	1190	1190	1190	1190	1190
Variabel ZnO-SiO <sub>2</sub> 2%							

%Degradasi							
Waktu	-30	0	15	30	45	60	75
base	0	0.283	1.076	4.759	5.042	5.949	8.385
300 °C	0	2.251	8.149	16.119	21.162	25.259	32.238
400 °C	0	2.221	11.639	14.927	20.347	27.143	33.230
500 °C	0	2.316	4.632	5.049	5.975	11.070	12.182
600 °C	0	2.327	2.420	5.119	6.933	12.517	14.984
Lux	0	1190	1190	1190	1190	1190	1190

### A.3 Menghitung Ukuran Kristal

Untuk menghitung ukuran kristal menggunakan persamaan scherrer :

$$d = \frac{K\lambda}{B \cos \theta}$$

Dimana :

$d$  = diameter kristal (nm),

$K$  = *shape factor* (asumsi bentuk bulat  $K=0.9$ ),

$\lambda$  = Panjang gelombang dari x – ray yang digunakan (0.154),

$B$  = *FWHM* dari puncak yang dipilih (rad),

$\theta$  = setengah dari sudut bragg letak puncak (rad).

Temperatur

300°C

No.	Variabel	k	$\lambda$	B	$\theta$	Cos $\theta$	Diameter	
							nm	Å
1	ZnO	0.9	0.154	0.012	0.289	0.959	12.46	1246
2	ZnO-SiO <sub>2</sub> 1%	0.9	0.154	0.014	0.315	0.951	10.49	1049
3	ZnO-SiO <sub>2</sub> 2%	0.9	0.154	0.017	0.315	0.951	8.796	879.6

Temperatur  
400°C

No.	Variabel	k	$\lambda$	B	$\theta$	Cos $\theta$	Diameter	
							nm	Å
1	ZnO	0.9	0.154	0.009	0.277	0.962	16.05	1605
2	ZnO-SiO <sub>2</sub> 1%	0.9	0.154	0.01	0.274	0.963	14.86	1486
3	ZnO-SiO <sub>2</sub> 2%	0.9	0.154	0.015	0.316	0.951	9.648	964.8

Temperatur  
500°C

No.	Variabel	k	$\lambda$	B	$\theta$	Cos $\theta$	Diameter	
							nm	Å
1	ZnO	0.9	0.154	0.008	0.316	0.95	18.82	1882
2	ZnO-SiO <sub>2</sub> 1%	0.9	0.154	0.009	0.319	0.95	17.11	1711
3	ZnO-SiO <sub>2</sub> 2%	0.9	0.154	0.009	0.315	0.951	15.42	1542

Temperatur 600°C

No.	Variabel	k	$\lambda$	B	$\theta$	Cos $\theta$	Diameter	
							nm	Å
1	ZnO	0.9	0.154	0.008	0.278	0.962	18.423	1842.29
2	ZnO-SiO <sub>2</sub> 1%	0.9	0.154	0.008	0.315	0.951	18.604	1860.45
3	ZnO-SiO <sub>2</sub> 2%	0.9	0.154	0.007	0.314	0.951	19.775	1977.5

Tabel Perhitungan Krista Total Variabel

No.	Variabel	Ukuran Kristal (nm)			
		300	400	500	600
1	ZnO	16.05	16.05	18.82	18.42
2	ZnO-SiO <sub>2</sub> 1%	10.49	14.86	17.11	18.6
3	ZnO-SiO <sub>2</sub> 2%	8.796	9.648	15.42	19.77

## BIODATA PENULIS



Dimas Cameo Wicaksono, lahir di Balikpapan, 25 Juli 1996. Penulis menempuh pendidikan formal yang dimulai di SD Patra Dharma III Balikpapan. Kemudian melanjutkan di SD Negeri Lowokwaru III Malang (2008), dilanjutkan sekolah menengah di SMP Negeri 5 Malang (2008-2011), kemudian pendidikan menengah atas di SMA Negeri 1 Malang (2011-2014).

Sekarang, penulis sedang menempuh studi jenjang perguruan tinggi S1 dengan mengambil Teknik Kimia sebagai jurusan pilihannya ITS. Pada tahun 2017, penulis melaksanakan kerja praktek di PT. Pertamina RU IV Cilacap. Selama kuliah, penulis aktif dalam berorganisasi di LMJ dan MM ITS serta kepanitiaan di ITS Expo dan Chernival. Pada tahun terakhir, penulis memilih Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran untuk menyelesaikan tugas akhir dan skripsi. Bersama partner dan dibawah bimbingan Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng dan Dr. Kusdianto, S.T., M.Sc.Eng, penulis berhasil menyelesaikan Pra-Desain Pabrik Gula Kristal Putih dengan Proses Karbonatasi. Pada semester akhir, penulis mengerjakan skripsi berjudul "Aktivitas Fotokatalitik ZnO-SiO<sub>2</sub> yang Disintesa dengan Metode Spray Pyrolysis" yang dibimbing oleh Dr. Kusdianto, S.T., M.Sc.Eng dan Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng

**Nama** : Dimas Cameo Wicaksono  
**Tempat, Tanggal Lahir** : Balikpapan, 25 Juli 1996  
**Email** : dimascameeow@gmail.com

## BIODATA PENULIS



Dany Destyawan Anwar, lahir di Jakarta, 29 Desember 1996. Penulis menempuh pendidikan formal yang dimulai di SD IT Al-Ahzar Syifa Budi Cilegon. Kemudian melanjutkan di sekolah menengah di SMP Negeri 1 Kota Serang (2009-2012), kemudian pendidikan menengah atas di SMA Negeri 1 Kota Serang (2012-2012). Sekarang, penulis sedang menempuh studi jenjang perguruan tinggi S1 dengan mengambil Teknik Kimia sebagai jurusan pilihannya ITS. Pada tahun 2017, penulis melaksanakan kerja praktek di PT. Pupuk Sriwidjaja Palembang. Selama kuliah, penulis aktif dalam berorganisasi di HIMATEKK FTI-ITS sebagai Kepala Departemen COMDEV. Pada tahun terakhir, penulis memilih Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran untuk menyelesaikan tugas akhir dan skripsi. Bersama partner dan dibawah bimbingan Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng dan Dr. Kusdianto, S.T., M.Sc.Eng, penulis berhasil menyelesaikan Pra-Desain Pabrik Gula Kristal Putih dengan Proses Karbonatasi. Pada semester akhir, penulis mengerjakan skripsi berjudul "Aktivitas Fotokatalitik ZnO-SiO<sub>2</sub> yang Disintesa dengan Metode Spray Pyrolysis" yang dibimbing oleh Dr. Kusdianto, S.T., M.Sc.Eng dan Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng

**Nama** : Dany Destyawan Anwar  
**Tempat, Tanggal Lahir** : Jakarta, 29 Desember 1996  
**Email** : danydestyawan@gmail.com