



**SKRIPSI – TK141581
PENGARUH RECYCLE TERHADAP FOTOKATALITIK
PERFORMANCE DARI NANOPARTIKEL Ag/ZnO YANG
DISINTESA DENGAN METODE PIROLISA FLAME**

**Oleh :
Nurul Ika Damayanti
NRP. 0221144000050**

**Ananta Galih Nusantara
NRP. 0221144000052**

**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**



**FINAL PROJECT – TK141581
THE EFFECT OF RECYCLE TO THE
PHOTOCATALYTIC PERFORMANCE FROM Ag/ZnO
NANOPARTICLE THAT SYNTHESIZED BY FLAME
PYROLYSIS METHOD**

**By :
Nurul Ika Damayanti
NRP. 0221144000050**

**Ananta Galih Nusantara
NRP. 0221144000052**

**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 ENGINEERING
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018**

LEMBAR PENGESAHAN

PENGARUH RECYCLE TERHADAP FOTOKATALITIK PERFORMANCE DARI NANOPARTIKEL Ag/ZnO YANG DISINTESA DENGAN METODE PIROLISA FLAME

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Sarjana Teknik Kimia pada Program Studi S-1
Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh:

Nurul Ika Damayanti

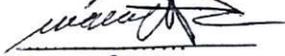
02211440000050

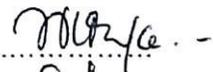
Ananta Galih Nusantara

02211440000052

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. Siti Machmudah, S.T., M. Eng.
(Penguji I)
4. Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.
(Penguji II)
5. Ni Made Intan Putri Suari, S.T., M.T.
(Penguji III)


.....

.....

.....

.....

.....



PENGARUH RECYCLE TERHADAP FOTOKATALITIK PERFORMANCE DARI Ag/ZnO YANG DISINTESA DENGAN METODE PIROLISA FLAME

Nama : Nurul Ika Damayanti
(0221144000050)
Ananta Galih Nusantara
(0221144000052)

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

ABSTRAK

Zinc oksida telah banyak digunakan dalam bidang pengolahan limbah dikarenakan kestabilannya, salah satunya sebagai fotokatalis pendegradasi zat warna, namun konversinya masih rendah dan pemakaiannya hanya sekali pakai. Oleh karena itu, diperlukan cara untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya, salah satu caranya dengan penambahan doping perak (Ag) serta diperlukan penelitian untuk mengetahui apakah nanokomposit ini dapat dipakai kembali atau tidak. Sehingga, tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh recycle nanopartikel Ag/ZnO yang disintesa dengan menggunakan metode flame pirolisis dan pengaruh laju alir carrier gas terhadap performa dari aktivitas fotokatalitik serta terhadap morfologi partikel. Kristal Zinc Acetate Dihydrate dan kristal Silver Nitrate digunakan sebagai prekursor pada penelitian ini. Dari hasil XRD menunjukkan bahwa keberadaan Ag mulai terlihat pada Ag 5% wt, dengan peak tertinggi pada sudut 30°-40° terlihat pada Ag 10 % wt dengan laju alir carrier gas 1 L/menit. Sedangkan pada EDX, Ag terlihat pada doping 1%, 5%, serta 10%. Hasil SEM menunjukkan morfologi nanokomposit Ag/ZnO berbentuk sphere. Semakin besar doping Ag, semakin besar pula diameter partikel yaitu 65 nm. Semakin besar laju alir carrier

gas, ukuran diameter nanopartikel akan semakin besar pula. Uji fotokatalitik dilakukan dengan mengevaluasi degradasi methylene blue dibawah sinar UV. Hasil fotokatalitik menunjukkan bahwa nilai degradasi methylene blue untuk setiap recycle tidak berbeda jauh dengan variabel sebelum direcycle. Performance terbaik pada saat konsentrasi Ag 5% wt pada laju alir 1 L/menit dengan laju degradasi sebesar 75,76% dan nilai k sebesar 0.0141/menit dibawah sinar UV.

Kata kunci : degradasi, efisiensi, fotokatalitik, nanokomposit, recycle.

THE EFFECT OF RECYCLE TO THE PHOTOCATALYTIC PERFORMANCE THAT IS SYNTHESIZED BY FLAME PYROLYSIS METHOD

Name : Nurul Ika Damayanti
(0221144000050)
Ananta Galih Nusantara
(0221144000052)

Advisor : Dr. Kusdianto, S.T., M.Sc.Eng
Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng

ABSTRACT

Zinc oxide has been widely used in the waste treatment sector due to its stability, one of that is as dye-degrading photocatalyst, but its conversion still low and its use disposable only. Therefore, needed a way to increase the photocatalytic activity, one of the ways is the addition of silver doping (Ag) and the research needed to know whether this nanocomposite can be reused or not. Thus, the purpose of this research was to determine the effect of recycle Ag/ZnO nanoparticles that synthesized by flame pyrolysis method and the effect of carrier gas flow rate on the performance of photocatalytic activity and particle morphology. Zinc Acetate Dihydrate crystals and Silver Nitrate crystals were used as precursors to this study. From the XRD results show that the presence of Ag starts to be seen at Ag 5% wt, with the highest peak at 30°-40° angle seen at Ag 10% wt with carrier gas flow rate 1 L/min. While on EDX, Ag seen on doping 1%, 5%, and 10%. The SEM results show the morphology of Ag/ZnO nanocomposites has spherical shape. The larger the doping Ag, the larger the particle diameter, that is 65 nm. The greater the carrier gas flow rate, the larger the diameter of the nanoparticles. Photocatalytic tests were performed by evaluating the degradation of methylene blue under UV light. Photocatalytic

results show that the degradation value of methylene blue for each recycle does not vary much with the variable before recycled. The best performance at Ag 5% wt concentration at 1 L/min flow rate with degradation rate of 75.76% and k value of 0.0141/min under UV light.

Keyword : degradation, efficiency, photocatalytic, nanocomposite, recycle

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kami panjatkan kepada Tuhan YME karena atas rahmat dan karunia-Nya kami dapat melaksanakan Tugas Laporan Skripsi yang berjudul **Pengaruh Recycle terhadap Fotokatalitik *Performance* dari Ag/Zno yang Disintesa dengan Metode Pirolisa Flame** dan menyelesaikan laporan ini tepat pada waktunya. Tugas Akhir ini merupakan syarat kelulusan bagi mahasiswa tahap sarjana di Departemen Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya.

Selama penyusunan laporan ini, kami banyak sekali mendapat bimbingan, dorongan, serta bantuan dari banyak pihak. Untuk itu, kami ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Orang tua serta seluruh keluarga kami atas doa, dukungan, bimbingan, perhatian dan kasih sayang yang selalu tercurah selama ini.
2. Bapak Juwari, S.T., M.Eng., Ph.D., selaku Kepala Departemen Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya.
3. Bapak Dr. Kusdianto, S.T., M.Sc.Eng selaku Dosen Pembimbing yang telah membimbing dan membantu kami
4. 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.
5. Bapak Dr. Tantular Nurtono, S.T., M.T., Ibu Dr. Siti Machmudah, S.T., M.T., dan Ibu Suci Madha Nia, S.T., M.T. 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 Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS dan rekan – rekan dari Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran serta

semua pihak yang telah membantu penyelesaian penelitian ini, yang tidak dapat kami sebutkan satu-persatu.

Kami menyadari bahwa penulisan laporan ini masih banyak kekurangan dan jauh dari sempurna, oleh karena itu kami sangat mengharapkan saran dan masukan yang konstruktif demi kesempurnaan laporan ini.

Surabaya, 25 Juli 2018

DAFTAR ISI

Halaman Judul	
Lembar Pengesahan	
Abstrak	i
Abstract	iii
Kata Pengantar	v
Daftar Isi	vii
Daftar Gambar	ix
Daftar Tabel.....	xvii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Zinc Oxide (ZnO)	7
2.2 Silver (Ag)	10
2.3 Metode Sintesis Partikel	11
2.4 Mekanisme Fotokatalis	19
2.5 Metode Analisa	21
2.6 <i>Recycle</i> Fotokatalis	26
2.7 Penelitian Tedahulu	26
BAB III METODOLOGI PERCOBAAN	
3.1 Bahan dan Peralatan Penelitian	33
3.2 Variabel dan Kondisi Operasi Penelitian	36
3.3 Prosedur Eksperimen	36
3.4 Diagram Alir Percobaan	39
BABIV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Pembuatan Larutan Prekursor	43
4.2 Hasil Analisa XRD	44
4.3 Analisa SEM.....	51
4.4 Analisa EDX.....	61
4.5 Analisa <i>Mapping</i> SEM-EDX.....	64
4.6 Hasil Analisa Fotokatalitik	66

4.7 Hasil Analisa FTIR	104
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan	107
5.2 Saran	107
DAFTAR PUSTAKA.....	xix
DAFTAR NOTASI	xxiii
APPENDIKS	
LAMPIRAN	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Kristal ZnO:(a)rocksalt, (b) zincblende, (c) wurtzite.....	8
Gambar 2.2	Skema Umum Proses Sol-Gel.....	11
Gambar 2.3	Konfigurasi Pencampuran Reaktan Double Inverted (A&B)	15
Gambar 2.4	Contoh Proses <i>Spray Pyrolysis</i> Dalam Pembuatan Ag-TiO ₂	17
Gambar 2.5	Skema Peralatan <i>Spray Drying</i>	18
Gambar 2.6	Mekanisme Fotokatalis Ag/Zno (A) Mekanisme Pada Sinar Tampak (B) Mekanisme Pada Sinar UV	20
Gambar 2.7	Mekanisme Fotokatalis Terhadap Polutan Organik.....	21
Gambar 2.8	Elektron Dari Kulit 1s Terionisasi; Elektron Dari Kulit 2p Mengisi Kekosongan Elektron Dari Kulit 1s Kemudian Melepas Energi Yang Disebut Sinar-X.	22
Gambar 2.9	Ilustrasi Hukum Bragg.	23
Gambar 2.10	Ilustrasi Eksperimen Difraksi Sinar-X.	23
Gambar 2.11	Sinyal Refleksi dan Transmisi Pada SEM.....	24
Gambar 2.12	Prinsip SEM.....	25
Gambar 2.13	Kedalaman yang Ditembus oleh SE dan BSE.....	25
Gambar 2.14	Proses Yang Terjadi Saat Elektron Ditembakkan Ke Sampel.	26
Gambar 2.15	Hasil Analisa SEM Dari Zno (A) (B) Perbesaran Partikel Zno (C) Partikel Zno Yang Ditambahkan Au (D) Partikel Zno Yang Ditambahkan Ag.	27
Gambar 2.16	Hasil Degradasi RhB oleh ZnO dan Ag/ZnO Selama 30 Menit.....	29
Gambar 3.1	Skema Rangkaian Alat <i>Flame Pyrolysis</i>	35
Gambar 3.2	Skema Rangkaian Alat Uji Fotokatalitik.....	36

Gambar 3.3	Diagram Alir Pembuatan Partikel.....	39
Gambar 3.4	Diagram Alir Uji Fotokatalitik	40
Gambar 3.5	Diagram Alir <i>Recycle</i> Fotokatalis.....	40
Gambar 4.1	Referensi JCPDS untuk ZnO dan Ag.....	46
Gambar 4.2	Hasil Analisa XRD Nanopartikel Ag-Zno dengan berbagai Laju Alir dan berbagai Penambahan Doping Ag	46
Gambar 4.3	Warna Partikel Ag-ZnO untuk 0% hingga 10% dengan laju alir 1 L/menit hingga 5 L/menit	50
Gambar 4.4	Hasil Analisa SEM pada <i>Sample</i> 0.1 M ZnO dengan Penambahan Doping Ag sebesar 0% pada Variabel Laju Alir Carrier Gas (a) 1 L/menit (b) 3 L/menit (c) 5 L/menit	50
Gambar 4.5	Grafik Distribusi Partikel pada <i>Sample</i> 0.1 M ZnO dengan Penambahan Doping Ag sebesar 0% pada Variabel Laju Alir Carrier Gas (a) 1 L/menit (b) 3 L/menit (c) 5 L/menit.....	52
Gambar 4.6	Hasil Analisa SEM pada <i>Sample</i> 0.1 M ZnO dengan Penambahan Doping Ag sebesar 1% pada Variabel Laju Alir Carrier Gas (a) 1 L/menit (b) 3 L/menit (c) 5 L/menit	54
Gambar 4.7	Grafik Distribusi Partikel pada <i>Sample</i> 0.1 M ZnO dengan Penambahan Doping Ag sebesar 1% pada Variabel Laju Alir Carrier Gas (a) 1 L/menit (b) 3 L/menit (c) 5 L/menit.....	55
Gambar 4.8	Hasil Analisa SEM pada <i>Sample</i> 0.1 M ZnO dengan Penambahan Doping Ag sebesar 5% pada Variabel Laju Alir Carrier Gas (a) 1 L/menit (b) 3 L/menit (c) 5 L/menit	56
Gambar 4.9	Grafik Distribusi Partikel pada <i>Sample</i> 0.1 M ZnO dengan Penambahan Doping Ag sebesar 5% pada Variabel Laju Alir Carrier Gas (a) 5 L/menit (b) 3 L/menit (c) 5 L/menit.....	57

Gambar 4.10 Hasil Analisa SEM pada <i>Sample</i> 0.1 M ZnO dengan Penambahan Doping Ag sebesar 10% pada Variabel Laju Alir Carrier Gas (a) 1 L/menit (b) 3 L/menit (c) 5 L/menit.....	58
Gambar 4.11 Grafik Distribusi Partikel pada <i>Sample</i> 0.1 M ZnO dengan Penambahan Doping Ag sebesar 10% pada Variabel Laju Alir Carrier Gas (a) 5 L/menit (b) 3 L/menit (c) 5 L/menit	59
Gambar 4.12 Grafik Hubungan Diameter Partikel terhadap Laju Alir <i>Carrier Gas</i>	60
Gambar 4.13 Grafik Spektra EDX dari Ag-ZnO 0% dengan Laju Alir (a). 1 L/menit, (b). 3 L/menit, (c). 5 L/menit.....	61
Gambar 4.14 Grafik Spektra EDX dari Ag-ZnO 1% dengan Laju Alir (a). 1 L/menit, (b). 3 L/menit, (c). 5 L/menit.....	62
Gambar 4.15 Grafik Spektra EDX dari Ag-ZnO 5% dengan Laju Alir (a). 1 L/menit, (b). 3 L/menit, (c). 5 L/menit.....	62
Gambar 4.16 Grafik Spektra EDX dari Ag-ZnO 10% dengan Laju Alir (a). 1 L/menit, (b). 3 L/menit, (c). 5 L/menit.....	63
Gambar 4.17 Grafik Persebaran Massa dari Ag-ZnO dengan Berbagai Variasi <i>doping</i> pada Laju Alir (a). 1 L/menit, (b). 3 L/menit, (c). 5 L/menit.....	63
Gambar 4.18 Persebaran Zn dan O dalam Partikel Ag/ZnO 0% Laju Alir 1 L/menit	65
Gambar 4.19 Persebaran Zn, O, dan Ag dalam Partikel Ag/ZnO 5% Laju Alir 1 L/menit.....	66
Gambar 4.20 Kurva standarisasi <i>Methylene Blue</i>	67
Gambar 4.21 Mekanisme degradasi <i>Methylene Blue</i>	68
Gambar 4.22 Persamaan reaksi degradasi metilen biru.....	69
Gambar 4.23 Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada <i>Methylene Blue</i> terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Variabel Penambahan Doping	

	Ag pada Variabel Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 1 L/menit.....	71
Gambar 4.24	Grafik Hubungan Nilai $(\ln(C/C_0))$ terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Variabel Penambahan Doping Ag pada Variabel Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 1 L/menit.....	74
Gambar 4.25	Grafik Nilai Konstanta Kecepatan Reaksi, k (menit ⁻¹) untuk setiap Variabel Penambahan Doping Ag pada Variabel Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 1 L/menit.....	75
Gambar 4.26	Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada <i>Methylene Blue</i> terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Variabel Penambahan Doping Ag pada Variabel Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 3 L/menit.....	76
Gambar 4.27	Grafik Hubungan Nilai $(\ln(C/C_0))$ terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Variabel Penambahan Doping Ag pada Variabel Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 3 L/menit.....	77
Gambar 4.28	Grafik Nilai Konstanta Kecepatan Reaksi, k (menit ⁻¹) untuk setiap Variabel Penambahan Doping Ag pada Variabel Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 3 L/menit.....	78
Gambar 4.29	Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada <i>Methylene Blue</i> terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Variabel Penambahan Doping Ag pada Variabel Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 5 L/menit.....	79
Gambar 4.30	Grafik Hubungan Nilai $(\ln(C/C_0))$ terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Variabel Penambahan Doping Ag pada Variabel Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 5 L/menit.....	80
Gambar 4.31	Grafik Nilai Konstanta Kecepatan Reaksi, k (menit ⁻¹) untuk setiap Variabel Penambahan	

	Doping Ag pada Variabel Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 5 L/menit.....	81
Gambar 4.32	Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada <i>Methylene Blue</i> terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Laju Alir <i>Carrier Gas</i> pada Variabel Penambahan Doping Ag 0%	82
Gambar 4.33	Mekanisme Pembentukan Nanopartikel.....	84
Gambar 4.34	Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada <i>Methylene Blue</i> terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Laju Alir <i>Carrier Gas</i> pada Variabel Penambahan Doping Ag 1%	86
Gambar 4.35	Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada <i>Methylene Blue</i> terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Laju Alir <i>Carrier Gas</i> pada Variabel Penambahan Doping Ag 5%	87
Gambar 4.36	Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada <i>Methylene Blue</i> terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Laju Alir <i>Carrier Gas</i> pada Variabel Penambahan Doping Ag 10%	88
Gambar 4.37	Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada <i>Methylene Blue</i> terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap <i>Recycle</i> pada Variabel Penambahan Doping Ag 0% & Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 1 L/menit.....	89
Gambar 4.38	Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada <i>Methylene Blue</i> terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap <i>Recycle</i> pada Variabel Penambahan Doping Ag 0% & Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 3 L/menit.....	90
Gambar 4.39	Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada <i>Methylene Blue</i> terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap <i>Recycle</i> pada Variabel Penambahan Doping Ag 0% & Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 5 L/menit.....	91

Gambar 4.40	Hasil Uji Fotokatalitik pada Variabel Penambahan Doping Ag 0% & Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 1 L/menit (a) <i>Recycle</i> 0 (b) <i>Recycle</i> 1 (c) <i>Recycle</i> 2 (d) <i>Recycle</i> 3	92
Gambar 4.41	Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada <i>Methylene Blue</i> terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap <i>Recycle</i> pada Variabel Penambahan Doping Ag 1% & Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 1 L/menit.....	93
Gambar 4.42	Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada <i>Methylene Blue</i> terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap <i>Recycle</i> pada Variabel Penambahan Doping Ag 1% & Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 1 L/menit.....	94
Gambar 4.43	Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada <i>Methylene Blue</i> terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap <i>Recycle</i> pada Variabel Penambahan Doping Ag 1% & Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 5 L/menit.....	94
Gambar 4.44	Hasil Uji Fotokatalitik pada Variabel Penambahan Doping Ag 1% & Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 1 L/menit (a) <i>Recycle</i> 0 (b) <i>Recycle</i> 1 (c) <i>Recycle</i> 2 (d) <i>Recycle</i> 3	95
Gambar 4.45	Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada <i>Methylene Blue</i> terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap <i>Recycle</i> pada Variabel Penambahan Doping Ag 5% & Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 1 L/menit.....	96
Gambar 4.46	Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada <i>Methylene blue</i> terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap <i>Recycle</i> pada Variabel Penambahan Doping Ag 5% & Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 3 L/menit	97
Gambar 4.47	Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada <i>Methylene Blue</i> terhadap Waktu Penyinaran Sinar	

	UV untuk setiap <i>Recycle</i> pada Variabel Penambahan Doping Ag 5% & Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 5 L/menit.....	98
Gambar 4.48	Hasil Uji Fotokatalitik pada Variabel Penambahan Doping Ag 5% & Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 1 L/menit (a) <i>Recycle</i> 0 (b) <i>Recycle</i> 1 (c) <i>Recycle</i> 2 (d) <i>Recycle</i> 3	99
Gambar 4.49	Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada <i>Methylene Blue</i> terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap <i>Recycle</i> pada Variabel Penambahan Doping Ag 10% & Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 1 L/menit.....	100
Gambar 4.50	Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada <i>Methylene blue</i> terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap <i>Recycle</i> pada Variabel Penambahan Doping Ag 10% & Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 3 L/menit	101
Gambar 4.51	Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada <i>Methylene Blue</i> terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap <i>Recycle</i> pada Variabel Penambahan Doping Ag 10% & Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 5 L/menit	102
Gambar 4.52	Grafik Nilai Konstanta Kecepatan Reaksi, k (menit ⁻¹) untuk setiap <i>Recycle</i> pada Variabel Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 1 L/menit dan Variabel Penambahan Doping Ag 10%	103
Gambar 4.53	Hasil Uji Fotokatalitik pada Variabel Penambahan Doping Ag 10% & Laju Alir <i>Carrier Gas</i> 1 L/menit (a) <i>Recycle</i> 0 (b) <i>Recycle</i> 1 (c) <i>Recycle</i> 2 (d) <i>Recycle</i> 3.....	104
Gambar 4.54	Hasil Uji FTIR pada Variabel Ag-ZnO 5% dengan Laju Alir 1 L/menit.....	106

Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Penelitian Sebelumnya	30
Tabel 4.1 Ukuran Diameter Kristal Ag-ZnO dengan Menggunakan <i>Scherrer Equation</i>	48
Tabel 4.2 Dimensi Reaktor <i>Flame Pyrolysis</i>	83
Tabel 4.3 Waktu Tinggal pada setiap Variabel Laju Alir <i>Carrier Gas</i>	83
Tabel 4.4 Dimensi Reaktor <i>Flame Pyrolysis</i>	106

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Limbah menjadi suatu permasalahan lingkungan yang semakin hari bertambah, baik dari segi volume maupun jenisnya seiring perkembangan teknologi dan zaman. Pembuangan limbah ke lingkungan merupakan sumber pencemaran dan dapat menimbulkan bahaya, efek toksik dan mengurangi penetrasi cahaya di perairan yang tercemar (Prado et al., 2008). Salah satu yang menjadi permasalahan lingkungan adalah adanya pencemaran oleh industri, terutama industri tekstil. Contohnya zat pewarna reaktif dari sektor industri tekstil yang membuang limbah dalam volume besar ke dalam ekosistem perairan setelah dilakukannya proses pewarnaan. Pewarna yang lazim digunakan dalam industri tekstil umumnya dibuat dari senyawa yang mengandung gugus benzena, seperti *methylene blue* ($C_{16}H_{18}ClN_3S$). *Methylene blue* ini merupakan salah satu pencemar organik yang bersifat *non biodegradable*, karena terdapat gugus benzena yang sulit digredasai. Senyawa dengan gugus benzena bersifat beracun, karsinogenik dan mutagenik, sehingga limbah cairnya harus diuraikan terlebih dahulu (Christina et al., 2007).

Ada beberapa metode penghilangan pewarna dari limbah cair telah dilakukan, seperti adsorpsi, klorinasi, metode ozon, pemisahan membran, proses elektrokimia, serta biodegradasi (Wanchanthuek et al., 2011). Kelemahan dari setiap metode tersebut adalah biaya operasional yang cukup tinggi, tidak cukup efektif mendegradasi limbah, serta pengolahan yang lama (Fatimah et al., 2006). Sehingga, saat ini diperlukan pengembangan teknologi baru sebagai solusi untuk mendegradasi limbah organik tersebut, salah satu teknologi tersebut adalah fotodegradasi dengan nanopartikel. Pengembangan dalam dua dekade terakhir terus dilakukan oleh para peneliti dimana bidang yang menarik minat banyak peneliti adalah pengembangan

metode sintesis nanopartikel sebagai fotokatalis untuk proses fotodegradasi (Suryaningsih et al., 2016). Sintesis nanopartikel bermakna pembuatan partikel dengan ukuran yang kurang dari 100 nm dan sekaligus mengubah sifat atau fungsinya. Sifat-sifat yang berubah pada nanopartikel adalah karena beberapa fenomena. Pertama adalah fenomena kuantum sebagai akibat keterbatasan ruang gerak elektron dan pembawa muatan lainnya dalam partikel, sehingga menyebabkan perubahan sifat material seperti perubahan warna yang dipancarkan, transparansi, kekuatan mekanik, konduktivitas listrik, dan magnetisasi. Fenomena kedua adalah perubahan rasio jumlah atom yang menempati permukaan terhadap jumlah atom yang menyebabkan perubahan titik didih, titik beku, dan reaktivitas kimia. Para peneliti percaya bahwa perubahan-perubahan tersebut dapat dikontrol ke arah yang diinginkan (Khairurrijal, 2008). Fotodegradasi merupakan metoda yang relatif mudah dan murah. Prinsip metode ini yaitu penggunaan bahan nano semikonduktor sebagai fotokatalis (Sakhtivel et al., 2003). Metode ini mampu menguraikan limbah zat warna menjadi komponen-komponen sederhana melalui oksidasi fotokatalitik.

Fotokatalis merupakan suatu proses kombinasi antara fotokimia dan katalis, yaitu suatu reaksi kimia yang melibatkan cahaya sebagai pemicunya, dan katalis mempercepat reaksi tersebut (Bengtsson et al., 2011). Proses fotokatalis ini terjadi apabila energi dari sinar yang diberikan sama atau lebih besar dari energi celah pita (*band gap energy*) dari material semikonduktor, sehingga akan terjadi transformasi kimia (Fujishima, 2000). Diantara banyaknya nano semikonduktor, titanium oksida (TiO_2) dan seng oksida (ZnO) dianggap paling baik karena memiliki *band gap energy* besar, sangat stabil, mudah didapat, ramah lingkungan dan tidak beracun, murah (Sistesya et al., 2013), serta kemampuannya dapat digunakan berulang kali (*di-recycle*) tanpa kehilangan aktivitas katalitiknya (Fatimah, 2009). Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Yang et al., fotokatalis dapat digunakan hingga 5 kali tanpa kehilangan aktivitas katalitiknya.

Namun, hal ini kurang diaplikasikan, akibatnya fotokatalis yang seharusnya dapat mendegradasi limbah, justru dapat menjadi sumber limbah baru. Sehingga salah satu solusinya yaitu penggunaan ulang atau *recycle* agar fotokatalis menjadi lebih efisien dan ekonomis. Alasan lain penggunaan ZnO yaitu bila dibandingkan dengan TiO₂, semikonduktor ZnO memiliki keuntungan lebih yaitu mampu menyerap cahaya dalam spektrum yang lebih luas, contohnya mampu menyerap spektrum matahari dan kuantum cahaya lebih banyak (Hutabarat, 2012). Material ZnO memiliki energi celah pita (*band gap energy*) yang lebih besar (3,37 eV) daripada TiO₂ (3,2 eV) (Singh, 2009). Selain itu, ZnO sebagai alternatif dari TiO₂ dipilih karena sangat stabil, tidak beracun, tersedia secara luas serta lebih murah (Liu et al., 2015). ZnO adalah bahan yang baik digunakan sebagai fotokatalis karena telah banyak digunakan untuk menangani berbagai limbah terutama limbah tekstil (Meng et al., 2008).

Fotokatalis secara umum didefinisikan sebagai proses reaksi kimia yang dibantu oleh cahaya dan katalis padat. Cahaya tersebut akan membentuk elektron dan hole (e^- dan h^+). Elektron bereaksi dengan oksigen dalam air membentuk anion (O^{2-}) yang kemudian mengoksidasi secara kuat hidroksil radikal ($\bullet OH$). Sedangkan hole mengoksidasi hidroksil yang terlarut dan mengubahnya menjadi radikal dengan energi yang besar. Hidroksil radikal dengan energi besar akan mendekomposisi polutan organik dalam zat cair menjadi gas yang selanjutnya menguap atau menjadi zat lain yang tidak berbahaya (Abdullah et al., 2009). Namun pasangan elektron ini bersifat tidak stabil dan dapat terjadi rekombinasi dengan melepaskan panas, karena itu diperlukan senyawa sebagai ion acceptor yang dapat menjaga kesetimbangan muatan dalam sistem dengan cara mereduksi dan mencegah rekombinasi electron-hole dengan menambahkan doping pada semikonduktor fotokatalis (Wahyu et al., 2014).

Beberapa penelitian dengan beberapa metode telah dilakukan untuk meningkatkan aktifitas fotokatalitik dari ZnO. Dengan meningkatkan konsentrasi doping logam transisi pada

ZnO, maka tingkat energinya akan berubah sehingga dapat meningkatkan sifat fisik maupun optiknya (Chauhan, 2010). Pendopongan merupakan suatu cara untuk merubah sifat-sifat listrik maupun sifat optik semikonduktor. Ketika semikonduktor didoping maka konduksi semikonduktor dapat ditingkatkan. Peningkatan konsentrasi elektron juga dapat memperbesar lebar celah pita energi semikonduktor. Pendopongan juga dapat meningkatkan aktivitas fotokatalis secara signifikan. Doping ZnO dilakukan dengan berbagai logam mulia seperti emas (Au), palladium (Pd), dan perak (Ag) (Amornpitoksuk, 2012).

Beberapa penelitian yang pernah dilakukan untuk meningkatkan efisiensi aktivitas fotokatalis ZnO antara lain dengan melakukan penambahan logam mulia Perak (Ag). Ag sendiri dipilih karena potensi yang luar biasa sebagai katalitik, non-toksitas dan relatif hemat biaya. Bahan ini juga menunjukkan aktivitas antibakteri. Ag dapat menjebak fotogenerasi elektron dari semikonduktor dan memungkinkan *hole* untuk membentuk radikal hidroksil yang menghasilkan reaksi degradasi spesies organik saat ini (Sistesya et al., 2013).

Secara umum, metode yang dapat dilakukan untuk pembentukan nanopartikel ada dua yaitu *gas phase* dan *liquid phase*. Metode *liquid phase* contohnya adalah sol-gel namun dinilai kurang efektif karena pretreatment yang susah serta diperlukan proses pengolahan lebih lanjut. Metode *gas phase* antara lain adalah *spray drying furnace* dan *flame pyrolysis*. *Spray drying furnace* juga dinilai kurang efektif karena membutuhkan energi listrik yang besar, sehingga dipilih metode *flame pyrolysis*. Pada metode ini, *flame* sebagai sumber panas diperoleh dari pembakaran bahan bakar (LPG). Kelebihan *flame pyrolysis* dibandingkan *spray pyrolysis* adalah lebih mudah di *scale up* untuk kuantitas komersial daripada metode *spray pyrolysis*. Selain itu, sumber energi pemanas diperoleh dari LPG sehingga harganya murah. Maka, hal inilah yang menjadi dasar pemilihan sintesis *nanocomposite* Ag-ZnO dengan metode *flame pyrolysis*.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas maka didapatkan beberapa rumusan masalah sebagai berikut :

1. Pengaruh *recycle* nanopartikel Ag/ZnO dan laju alir *carrier gas* terhadap performa dari aktivitas fotokatalitik.
2. Pengaruh laju alir *carrier gas* terhadap struktur partikel.

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah dan latar belakang diatas maka dapat disimpulkan beberapa tujuan sebagai berikut :

1. Mengetahui pengaruh *recycle* nanopartikel Ag/ZnO dan laju alir *carrier gas* terhadap performa dari aktivitas fotokatalitik.
2. Mengetahui pengaruh laju alir *carrier gas* terhadap struktur partikel.

1.4 Manfaat Penelitian

Berdasarkan tujuan diatas maka diharapkan manfaat yang dapat didapatkan pada penelitian ini adalah :

1. Sebagai sarana referensi dalam penelitian berbasis ZnO dan sintesis nanopartikel.
2. Sebagai pengembangan pengetahuan untuk meminimalisir masalah lingkungan khususnya untuk penguraian limbah organik.

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zinc Oxide (ZnO)

Zinc Oksida (ZnO) merupakan material berbentuk serbuk putih dengan luas permukaan yang besar dan diikuti dengan mesostruktur berpori yang sangat rapi, zinc oksida sendiri tidak larut dalam air dan sekarang banyak digunakan di berbagai industri sebagai zat adiktif pada kebanyakan material dan produk seperti plastik, keramik, kaca, semen, pelumas dan baterai (Demir et al., 2006). ZnO adalah material semikonduktor yang menghasilkan luminisens biru sampai hijau-kuning yang cukup efisien. Sifat ini menjadikan ZnO sebagai material yang sangat potensial bagi pengembangan sumber cahaya putih (*white light sources*) (Abdullah, 2001).

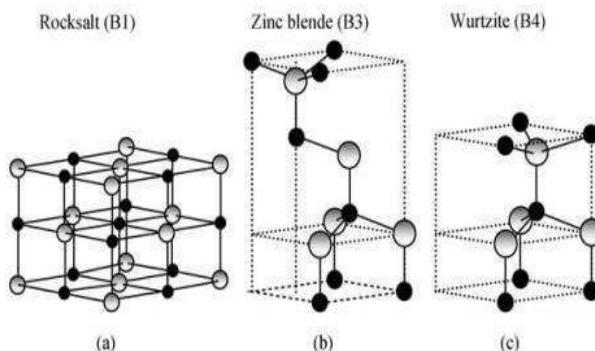
Zinc oksida adalah bahan semikonduktor yang sangat menjanjikan dikarenakan besarnya potensi dari zinc oksida untuk digunakan dalam *photodiodes*, *photocatalysis*, *sensing*, dan *photovoltaic cell* (Bouزيد et al., 2014). Sebelumnya zinc oksida digunakan sebagai bahan pewarna untuk cat, kosmetik dan juga dapat digunakan untuk sensor gas (Demir et al., 2015). Sebagai salah satu dari UVLD (*UV-Light Driven*) maka zinc oksida hanya bekerja untuk sinar UV dimana hanya 3-5% dari spektrum matahari (Sohrabnezhad et. al, 2016).

Secara umum, zinc oksida memiliki banyak kelebihan seperti tidak beracun, mudah ditemukan, sangat stabil, dan murah sehingga menjadi alasan mengapa zinc oksida banyak digunakan (Liu et al., 2015). Beberapa tahun ini, permintaan untuk zinc oksida dengan performa tinggi sangat meningkat yang kemudian digunakan untuk elektroda dari sel surya dan untuk fotokatalis yang kemudian juga membuat dimulailah penelitian secara intensif untuk zinc oksida (Tani et al., 2002).

Salah satu contoh dari faktor peningkatan kualitas zinc oksida adalah dengan cara menjadikan partikel tersebut *mesoporous* dan dengan menghasilkan zinc oksida yang

mesoporous dapat meningkatkan kualitas optik dari partikel tersebut, kecilnya indeks refleksi, hasil kristal yang lebih kecil yang menghasilkan luas permukaan yang lebih besar, dan juga dapat meningkatkan aktifitas fotokatalitik (Bouزيد et al., 2014).

Struktur Kristal ZnO terdiri atas tiga bentuk yaitu: *wurtzite*, *zinc blende*, dan *rocksalt* yang dapat ditunjukkan pada gambar 2.1. Struktur *wurtzite* terbentuk pada kondisi tekanan normal dan fase termodinamika yang stabil. Sedangkan struktur ZnO *zinc blende* terbentuk pada substrat kubik, dan struktur *rocksalt* terbentuk pada kondisi dengan tekanan tinggi (Morkoc et al., 2009).



Gambar 2.1 Struktur Kristal ZnO: (a) rocksalt, (b) zincblende, (c) wurtzite (Morkoc dan Özgür, 2009)

Partikel ZnO atau zinc oksida sendiri merupakan jenis partikel semikonduktor yang berdasarkan pada sinar UV atau UVLD. Dalam aplikasinya, ZnO menghasilkan aktifitas fotokatalis yang sangat tinggi namun terbatas pada sinar UV saja sehingga mengurangi efektifitas dari partikel (Sohrabnezhad et al., 2016). Sinar matahari sendiri hanya mengandung sinar UV yang kurang dari 5% sehingga untuk aplikasi besar sangat tidak efektif (Fageria et al., 2014). Partikel ZnO sendiri memiliki *band gap* yang tinggi yaitu 3.37eV dan energi ikat eksitasi sebesar

60meV (Bechambi et al., 2015) sehingga cocok untuk digunakan sebagai fotokatalis.

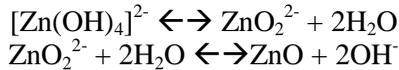
Semakin kecil *band gap energy* maka akan semakin mudah juga fotokatalis menyerap foton, namun kemungkinan rekombinasi h^+ dan juga e^- juga semakin besar sehingga kedua aspek ini perlu diperhatikan dalam pemilihan katalis (Guritno, 2012).

Namun penggunaan zinc oksida saja dianggap kurang efektif berdasarkan penelitian-penelitian sebelumnya, menurut Liu et al. konversi energi yang dilakukan oleh zinc oksida terutama untuk efisiensi konversi fotokatalis masih sangat rendah yang dikarenakan oleh :

1. Besarnya laju dari penggabungan kembali pasangan *electron-hole* yakni sebesar 90% yang menandakan akan kembali bergabung sebelum sampai pada permukaan fotokatalis.
2. *Band gap* yang lebar namun hanya bekerja pada sinar UV yaitu kurang dari 5% dari total sinar yang dipancarkan oleh matahari.

Untuk mengatasi hal ini banyak yang telah dilakukan untuk meningkatkan efisiensi dari partikel ZnO sebagai contoh hibridisasi antara ZnO yang telah ditunjang dengan FeO dapat meningkatkan efisiensi dari aktifitas fotokatalis (Bechambi et al., 2015), cara yang lain yang sedang banyak digunakan adalah dengan memodifikasi permukaan dari ZnO dengan menggunakan logam mulia seperti Ag (perak), Au (Emas). Hal ini dapat meningkatkan kemampuan transfer elektron yang dapat meningkatkan efisiensi fotokatalis (Zhai et al., 2015).

Partikel ZnO sendiri dapat dibuat dari *zinc acetate dihydrate* ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) dengan menggunakan metode seperti *flame pyrolysis*, *spray pyrolysis*, *sol-gel method*, dan *hydrothermal synthesis*. Reaksi dari hasil *zinc acetate dihydrate* ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) menjadi zinc oksida sangatlah kompleks dan karena itu hanya diklasifikasikan menjadi 2 step paling penting sebagai berikut :



2.2 Silver (Ag)

Beberapa logam mulia seperti Au, Ag dan Cu memiliki kelebihan yang menarik yaitu keunikan mereka untuk penyerapan pada wilayah sinar tampak dikarenakan adanya *Localized Surface Plasmon Resonance* (LSPR) yang sudah lama digunakan untuk pewarnaan *stained glass* sejak lama (Hashimoto et al., 2005). *Localized surface plasmon resonance* sendiri bertanggung jawab untuk peningkatan medan elektromagnet yang kemudian juga akan meningkatkan *Surface Enhanced Raman Scattering* (SERS) dan juga peningkatan untuk permukaan proses spektroskopis (Willems, 2006). Dari semua logam mulia yang disebutkan diatas, partikel perak (Ag) merupakan partikel yang nonlinier dikarenakan :

1. Cepatnya waktu respon non linear optis
2. Peningkatan kenonlinearan optis dikarenakan adanya LSPR

Ag (*silver*) sendiri menjadi bahan yang telah banyak digunakan secara komersial sebagai nano material terutama untuk agen anti mikroba yang dapat digunakan pada :

1. Tekstil
2. *Self-sterilizing polymer films*
3. Purifikasi udara dan air
4. Implant tulang

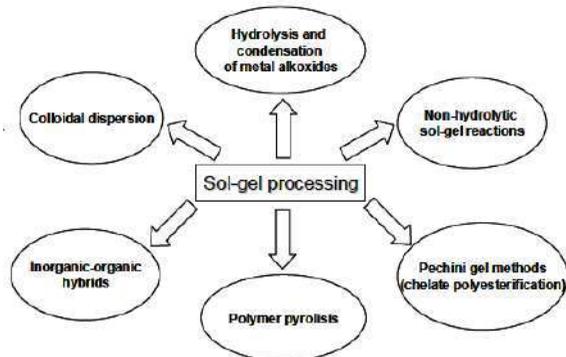
Selain itu, perak juga biasa digunakan pada penambahan partikel nano material untuk peningkatan performa fotokatalis dari partikel tersebut. Hal ini dikarenakan kemampuan dari spesies perak untuk mengisi lubang elektron dengan berkombinasi, yang mana dapat dijelaskan dengan properti penerimaan elektron dari atom perak dan juga dapat dijelaskan melalui LSPR (Kusdianto et al., 2017).

2.3 Metode Sintesis Partikel

2.3.1 Sol-Gel Synthesis

Teknologi *sol-gel* merupakan teknologi yang sudah dikembangkan lebih dari 40 tahun yang biasanya digunakan untuk alternatif dalam persiapan pembuatan gelas-gelas dan keramik dalam temperatur rendah. Pembentukan *sol* merupakan suatu rangkaian operasi yaitu *gelling*, *drying*, *pressing*, *drawing* dan *casting* yang mana menghasilkan struktur yang bermacam-macam dan transformasi fase. Hal ini menghasilkan formasi seperti bubuk, *fiber*, *coating*, dll. *Sol-gel method* ditemukan oleh Geffecen dan Berger dari *Shott Company* pada tahun 1930 dengan menemukan *layer* oksidasi pada gelas industri. Setelah itu, penggunaan teknologi *sol-gel* mulai banyak digunakan sejak tahun 1993 (Dimitriev et al., 2008).

Proses dari sol-gel sendiri dapat digunakan untuk berbagai hal, gambar dibawah menunjukkan proses dari proses sol-gel itu sendiri:



Gambar 2.2 Aplikasi Sol-Gel

Proses diatas merupakan proses secara umum yang menggunakan sol-gel, secara umum aplikasi dari sol-gel yaitu :

1. Pembuatan *solar cell*
2. Penerima cahaya fluorescence
3. Bahan penambah untuk meningkatkan performa fotokatalis

4. Pembuatan kapasitor
5. Pembuatan semi konduktor transparan dan elektrolit solid
6. Keramik
7. Katalis
8. Implant untuk medis

(Dimitriev et al.,2008)

Metode *sol-gel* ini juga masih banyak digunakan untuk pembuatan nanopartikel Ag-ZnO yang digunakan untuk fotokatalis. Metode ini dapat digunakan pada tekanan atmosferik dan juga temperatur yang tidak terlalu tinggi, sehingga lebih mudah untuk dilakukan. Namun metode ini membutuhkan proses yang lebih lanjut dikarenakan adanya residu atau impuritas pada hasil produk (Kusdianto et al., 2017). Selain itu, metode *sol-gel* ini juga memerlukan *coating* secara terus menerus untuk mendapatkan lapisan hasil produk (Yu et al.,2005).

2.3.2 *Flame Synthesis*

Proses *flame* merupakan proses yang sekarang ini digunakan secara luas untuk pembentukan nanopartikel secara komersial. Salah satu contoh dari produk tersebut adalah *carbon black*. Salah satu keuntungan dari penggunaan *flame* adalah hasil yang sangat murni dan juga *nonporous*. Pada metode *flame* untuk mendapatkan hasil produk yang diinginkan digunakan berbagai variasi konfigurasi untuk *flame* itu sendiri sebagai contoh konfigurasi adalah *premixed* dan *diffusion*. Pada *diffusion flame*, bahan bakar atau *fuel* serta *oxidizer* berdifusi satu dengan yang lain menentukan reaksi *flame* dan formasi partikel. Namun pada *premixed*, prekursor dengan gas kombustibel dicampur satu dengan yang lain sebelum memasuki zona reaktor. Bergantung pada kecepatan gas dan geometri dari *burner*, *flame* dapat menjadi turbulen ataupun laminar. Pada proses percobaan di lab, *flame* laminar lebih diinginkan dikarenakan lebih mudahnya untuk di diskripsikan dengan model (Kammler et al., 2001).

Dalam proses *flame synthesis*, tipe precursor dapat dibedakan menjadi 2 yaitu *gas* dan *liquid*. Pertama, *reactor flame*

melibatkan reaksi fase *gas* dari precursor yang terinjeksi secara difusi atau *premixed flame*, tipe ini dinamakan *Vapour-Fed Flame Synthesis*. Energi yang dihasilkan dari pembakaran digunakan untuk mengendalikan hasil reaksi kimia dalam pembentukan spesies dengan tekanan uap yang rendah, dimana kemudian terjadi nukleasi untuk membentuk partikel bahkan *gas-feed flame synthesis* hanya digunakan untuk beberapa material yang bersifat *volatile*. Saat ini *liquid flame synthesis* dikembangkan dengan menggunakan bahan *inorganic* yang murah atau *non-volatile precursor* (Strobel, 2007).

Dalam *liquid-fed flame synthesis*, liquid prekursor disemprotkan dan dikonversi membentuk produk partikel. Morfologi dari partikel akhir tergantung dari tipe prekursor dan kondisi operasi dari pembakaran. Kegunaan dari prekursor organik atau ditamapkannya bahan bakar *liquid* seperti etanol, hidrogen pada prekursor adalah untuk menghasilkan partikel berukuran nanometer (Nugroho et al., 2011). Laju alir bahan bakar dan oksigen yang tinggi berguna untuk menghasilkan daerah pembakaran dengan temperatur tinggi, selain itu partikel *submicron* dapat disintesis dengan mekanisme yang hampir sama seperti *spray pyrolysis*.

Apabila dibandingkan dengan proses pada fase gas, *flame synthesis* dari suatu material tidak memerlukan tambahan sumber energi untuk mengkonversi prekursor seperti halnya plasma, laser atau dinding yang dipanasi secara elektrik sehingga dapat mengurangi *capital investment* proses. Pada *flame* proses, energi dihasilkan secara langsung oleh reaksi kimia untuk pembentukan partikel. Energi yang dihasilkan dibebaskan secara cepat melalui radiasi dan konveksi. Berbagai macam reaktor *flame* telah digunakan dan dikelompokkan menurut keadaan dan pensuplai prekursor.

Vapor-fed Aerosol Flame Synthesis (VAFS) adalah proses pembakaran prekursor yang *volatile* dalam komponen hidrokarbon, hidrogen, atau halida. Dalam proses ini partikel dibentuk setelah prekursor terkonversi melalui nukleasi dari fase

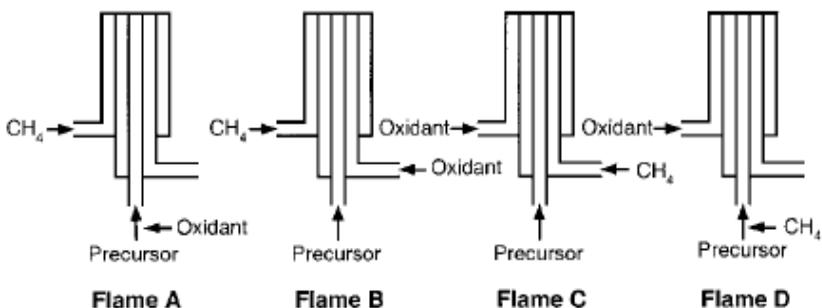
gas dan kemudian tumbuh oleh reaksi permukaan atau koagulasi, setelah itu saling berdekatan membentuk partikel yang lebih besar. VAFS banyak diaplikasikan pada industri untuk memproduksi partikel dari silika, alumina, dan pigmen titanium, bahkan ketersediaan volatil prekursor terbatas hanya pada sedikit bahan.

Liquid-fed Aerosol Flame Synthesis (LAFS) lebih fleksibel karena digunakan non-volatil prekursor yang lebih mudah didapat. *Carbon Black* dibuat dengan metode LAFS atau dikenal dengan proses *furnace*. Pada umumnya larutan prekursor, emulsi atau *slurry* dispray dan terkonversi menjadi produk partikel evaporasi dari keseluruhan prekursor menunjukkan padatan nano partikel dalam VAFS, sedangkan droplet yang tidak ter evaporasi secara sempurna menghasilkan partikel berbentuk *hollow* dan *shell* dengan ukuran *micron*.

Spraying disempurnakan dengan atomisasi larutan melewati alat bantu konvensional udara atau *nozzle ultrasonic* kemudian prekursor diupkan dengan bantuan sumber panas luar untuk proses pembakaran. Untuk larutan organik dengan kandungan entalpi yang tinggi dipilih *small pilot flame* sehingga dapat menjadi sumber pemicu terjadinya pembakaran serta menjaga pembakaran *spray*. Proses ini dinamakan *flame spray pyrolysis* (FSP), sedangkan prekursor anorganik dengan kandungan entalpi larutan yang rendah, digunakan pembakaran eksternal sebagai sumber panas yang dihasilkan oleh dinding pemanas dari *classic spray pyrolysis*. Proses ini dinamakan *flame-assisted spray pyrolysis* (FASP).

Temperatur dari *flame* dan waktu tinggal partikel merupakan parameter paling penting dalam menentukan properti dari produk. Dalam hal ini *flame* sendiri dipengaruhi oleh reaktan awal dan pencampurannya dan juga oleh geometri dari *burner*. Partikel titania sendiri dihasilkan di dalam *double inverted diffusion flame* yang mana dapat menghasilkan 10x lebih kecil dibandingkan *single classic diffusion flame*.

Selain itu *flame* juga dipengaruhi oleh larutan prekursor itu sendiri serta juga dapat dipengaruhi dengan adanya penambahan bahan *additives* terutama untuk mengontrol hasil ukuran partikel (impuritas dapat ditoleransi) (Kammler et al.,2001).



Gambar 2.3 Konfigurasi Pencampuran Reaktan *Double Inverted* (A&B) serta *Single Classic* (C&D) (Kammler et al.,2001)

Flame spray pyrolysis sendiri masuk kedalam metode *one-step deposition* dan menjadi salah satu metode yang luas dan banyak digunakan namun metode ini memiliki kekurangan yaitu dibutuhkannya temperatur yang tinggi (diatas 550°C) untuk memastikan dekomposisi dari prekursor selain itu juga diperlukan penggunaan solvent untuk peleburan prekursor (Kusdianto et al.,2017).

Partikel yang dihasilkan pada proses pembakaran dapat dipisahkan dengan *filter*, *cyclone* atau *electrostatic precipitators* (EP). Sebagai alternatif dari pengumpulan produk dapat dilakukan deposisi langsung pada plat datar, *tube*, *fiber* atau substrat busa. Demikian juga deposisi dapat terjadi akibat perbedaan temperatur substrat dengan perbedaan morfologi partikel mempengaruhi struktur film dan tekstur partikel.

2.3.3 *Spray Pyrolysis Synthesis*

Proses yang berlangsung adalah reaksi pirolisis pada droplet yang dihasilkan *spray*. Pirolisis adalah reaksi kimia pada suhu tinggi. Jika yang dispray adalah larutan prekursor yang dapat bereaksi pada suhu tinggi, maka dengan metode *spray* dapat dibuat lebih cepat. Proses pembentukan partikel hanya berlangsung beberapa detik. Metode semacam ini disebut *spray pyrolysis*.

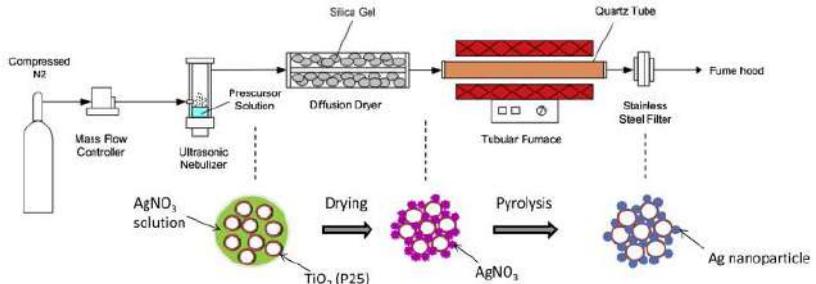
Spray pyrolysis dilakukan pada reaktor yang terdiri dari pembangkit droplet yang disebut *nebulizer* atau *atomizer*, reaktor berbentuk tabung dan penampung partikel. Tabung yang digunakan pada reaktor harus dari bahan yang tahan mendekati suhu 1000°C. Contoh bahan tersebut adalah alumina, *quartz* dan bisa juga *stainless steel*.

Droplet yang dihasilkan dialirkan masuk ke dalam tabung yang telah di set pada suhu tinggi dengan menggunakan *carrier gas*. Karena ukuran droplet yang kecil maka dengan cepat pelarut menguap habis sesaat setelah masuk disekitar ujung tabung reaktor dan tersisa mineral prekursor dalam bentuk padatan yang tetap mengalir bersama *carrier gas*. Karena berada dalam suhu tinggi maka terjadi pirolisis pada partikel dan sebelum meninggalkan reaktor telah terbentuk partikel sesuai dengan yang diharapkan. Partikel yang dihasilkan dikumpulkan pada kolektor partikel. Permasalahan utama dalam metode ini adalah sulit dalam pengontrolan morfologi dari produk.

Spray pirolisis dikembangkan dengan dua metode yaitu metode *liquid-solution* dan metode *gas-phase reaction*. Keuntungan dari metode *liquid solution reaction* adalah mampu mengendalikan komposisi dari serbuk oksida multi komponen sedangkan keuntungan dari metode *gas-phase reaction* adalah mampu mengendalikan atau mengatur morfologi dari kristal.

Spray pirolisis juga telah diaplikasikan untuk membuat Ag-ZnO serbuk sebagai fotokatalis untuk pembuatan fotokatalis. Salah satu keuntungan *spray* pirolisis adalah tidak diperlukannya proses lebih lanjut seperti filtrasi, pengeringan dan kalsinasi

namun kelemahannya hampir sama dengan *flame synthesis* yaitu dibutuhkan suhu yang sangat tinggi untuk melakukan dekomposisi serta dibutuhkan *solvent* pada reaksi agar didapatkan produk yang diinginkan.



Gambar 2.4 Contoh Proses *Spray Pyrolysis* dalam pembuatan Ag-TiO₂

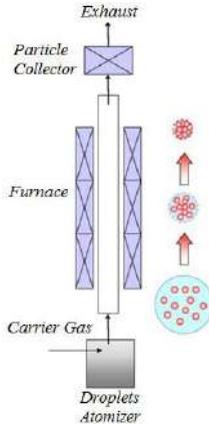
(Zhao et al., 2014)

2.3.4 *Spray Drying*

Spray drying diawali dengan mengionisasi/menyemprotkan suspensi *droplet* yang diikuti oleh proses pengeringan, menghasilkan partikel padat (Masters, 1991). *Spray drying* adalah metode pengeringan yang efisien karena dapat digunakan luas permukaan yang besar untuk perpindahan panas dan massa sebagai akibat dari atomisasi cairan menjadi *droplet* yang sangat kecil dari orde puluhan sampai ratusan mikrometer (Fareed, 2003). *Spray drying* berhasil digunakan di industri farmasi untuk menghasilkan produk dengan sifat fisik dan kimia yang ditentukan. Dalam teknologi pengolahan makanan, metode *spray drying* banyak digunakan di industri manufaktur (misalnya telur kering, susu bubuk, pakan ternak, campuran kue, jus jeruk, sirup jagung, *creamer*, konsentrat ikan, formula bayi, kentang, mentega putih, turunan pati, *puree* tomat, ragi, dan yogurt). Dalam pengolahan material, *spray drying* telah digunakan untuk menghasilkan partikel bubuk submikrometer - mikrometer untuk partikel logam, semikonduktor dan oksida

dengan bentuk bola yang tidak teraglomerasi dan memiliki ukuran yang hampir seragam (*monodisperse*), dengan ukuran partikel terkontrol (Okuyama et al., 2003). Bubuk yang berbentuk bulat memiliki peran sangat penting karena, secara umum, sifat rheologinya lebih baik daripada bubuk yang tidak beraturan (Luo et al., 1995).

Untuk menghasilkan *droplet*, umpan cair dapat diatomisasi oleh *rotary disk*, *two-fluid nozzles* atau *ultrasonic nebulizer*, tergantung pada ukuran *droplet* yang dibutuhkan. *Droplet* disemprotkan ke dalam ruang pengeringan yang dipanaskan hingga mencapai suhu di atas suhu penguapan pelarut menggunakan gas pembawa. Waktu yang diperlukan untuk mengeringkan *droplet* tergantung pada waktu tinggal *droplet* dalam fase gas, yang, pada gilirannya, ditentukan oleh geometri ruang, laju alir gas pembawa, suhu dan tekanan. Kumpulan bubuk bisa diraih dengan menggunakan *cyclone*, *filter bag* atau *electric field precipitator*. Gambar 2.5 menunjukkan diagram skematik reaktor spray drying.



Gambar 2.5 Skema peralatan *spray drying* yang terdiri dari *ultrasonic nebulizer* untuk menghasilkan *droplet*, pengering untuk penguapan pelarut, sumber gas pembawa untuk membawa *droplet* ke pengering dan pengumpul bubuk (Okuyama et al., 2006)

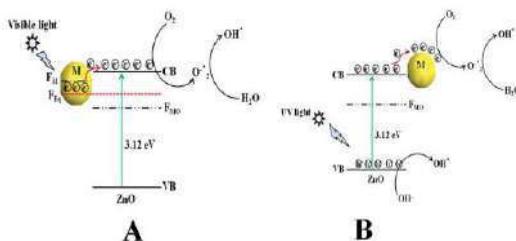
Karena kesederhanaan dan pemrosesannya yang cepat, *spray drying* memiliki potensi besar untuk pembentukan material yang kaya dengan sifat unggul. Partikel berukuran mikrometer lebih mudah ditangani daripada partikel berukuran nanometer. Selama proses, *spray temperature* biasanya tidak terlalu tinggi dan waktu tinggal partikel sangat pendek sehingga setelah penyemprotan, sifat yang melekat pada nanopartikel tidak berubah banyak. Misalnya, bila menggunakan air sebagai media pendispersi, suhu operasi sekitar 150°C cukup untuk mencairkan *droplet* dalam beberapa detik. Selain itu, meskipun suhu udara untuk pengeringan bisa diatur hingga pada suhu yang relatif tinggi, suhu penguapan *droplet* sebenarnya lebih rendah secara signifikan karena pendinginan, sebagai akibat dari panas laten penguapan. Selama penyemprotan, uap air yang menguap membentuk lapisan di sekitar *droplet*, yang menyerap sebagian besar panas. Umumnya, suhu rata-rata *droplet* adalah 15-20 °C di bawah suhu lingkungan sekitar (Broadhead et al., 1992). Dengan demikian, *spray drying* juga menguntungkan untuk memproduksi bahan berukuran mikrometer dengan titik leleh yang rendah seperti lipid yang digunakan dalam bidang *drug delivery*.

2.4 Mekanisme Fotokatalis

Pada dasarnya fotokatalis biasanya digunakan untuk mendegradasi polutan organik agar dibuang ke lingkungan dalam kondisi yang aman dan tidak beracun bagi kehidupan sekitar. Pada ZnO sebagai material UVLD (*UV-Light Driven*), elektron didalam VB (*Valence Band*) bergerak menuju ke CB (*Covalence Band*), dikarenakan adanya sinar UV yang menggerakkan elektron tersebut, yang kemudian meninggalkan lubang H^+ pada VB. Elektron yang bergerak ke CB kemudian bereaksi dengan oksigen terlarut sehingga membentuk anion superoksida radikal (O^{2-}) yang kemudian bereaksi dengan air (H_2O) sehingga membentuk OH^- dan pada waktu yang bersamaan lubang pada VB (H^+) bereaksi dengan OH^- atau molekul H_2O yang terserap untuk membentuk OH^- radikal. O^{2-} dan OH^- inilah yang bertanggung

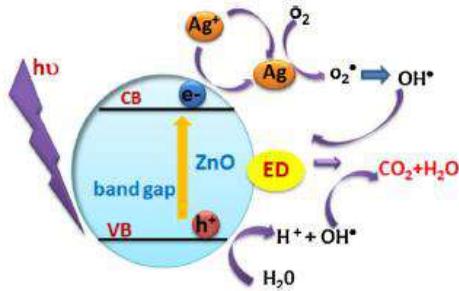
jawab untuk melakukan degradasi. Adanya logam mulia seperti Ag ataupun Au secara efektif menyerap elektron yang berada pada CB sehingga mencegah terjadinya rekombinasi secara langsung (Fageria et al., 2015). Elektron yang berada pada Ag tidak akan kembali lagi karena adanya perbedaan energi (*fermi level*) dimana levelnya lebih kecil dibanding Ag sehingga transfer elektron dan energi dari Ag ke ZnO tidak akan terjadi (Bouزيد et al., 2014).

Menurut Fageria et al. pada penelitiannya terdapat 2 mekanisme fotokatalis dalam Ag/ZnO, yang pertama yaitu digunakan sinar UV untuk melakukan fotokatalis seperti yang dijelaskan diatas dan menggunakan sinar tampak karena adanya Ag yang menempel pada permukaan ZnO. Adanya Ag ataupun Au yang memiliki energi fermi yang lebih tinggi sehingga terjadi transfer elektron hingga energi ferminya mencapai *equilibrium*. Adanya sinar tampak membuat elektron pada *fermi equilibrium* diinjeksi ke CB via mekanisme *Surface Phonon Resonance (SPR)* yang kemudian bereaksi dengan oksigen terlarut membentuk O^{2-} dan OH^- bila O^{2-} bereaksi dengan H_2O yang kemudian untuk selanjutnya bereaksi dengan polutan organik (Fageria et al., 2015).



Gambar 2.6 Mekanisme Fotokatalis Ag/ZnO (A) Mekanisme pada Sinar Tampak (B) Mekanisme pada Sinar UV

(Fageria et al., 2015)

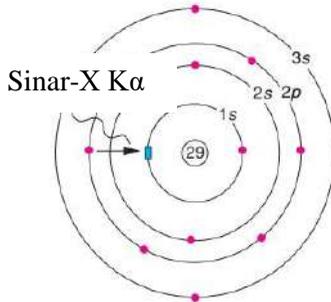


Gambar 2.7 Mekanisme Fotokatalis Terhadap Polutan Organik oleh Bechambi et al.

2.5 Metode Analisa

2.5.1 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) biasa digunakan untuk menentukan fase kristal dari suatu material. X-Ray atau sinar-X adalah radiasi elektromagnetik yang mempunyai panjang gelombang 10^{-10} m. Pada difraksi sinar-X, sinar-X dihasilkan ketika elektron, yang dihasilkan dari filamen tungsten (W), dipercepat terhadap anoda dengan beda potensial 30 kV. Elektron mengenai logam target, seringkali digunakan Cu. Elektron yang dihasilkan mempunyai energi yang cukup untuk mengionisasi beberapa elektron Cu 1s (dari kulit K) (Gambar 2.13). Elektron dari orbital yang paling luar (2p atau 3p) kemudian turun untuk mengisi kekosongan dari kulit 1s dan energi yang dilepas saat terjadi transisi elektron disebut sebagai sinar-X. Energi yang dihasilkan dari transisi elektron mempunyai nilai yang pasti dan spektrum dari karakteristik sinar-X terbentuk. Untuk Cu, transisi 2p ke 1s, disebut $K\alpha$, mempunyai panjang gelombang 1,5418 Å dan transisi 3p ke 1s, $K\beta$, mempunyai panjang gelombang 1,3299 Å.



Gambar 2.8 Elektron dari kulit 1s terionisasi; elektron dari kulit 2p mengisi kekosongan elektron dari kulit 1s kemudian melepas energi yang disebut sinar-X (West, 2014)

Berdasarkan pendekatan hukum Bragg untuk menganalisis dari difraksi sinar-X adalah dengan menganggap kristal yang disusun dalam bidang. Beberapa sinar-X direfleksikan dengan sudut yang sama dengan sinar datang. Penurunan dari hukum Bragg seperti ditunjukkan pada Gambar 2.14. Dua sinar, 1 dan 2, direfleksikan dari bidang yang sejajar, yaitu bidang A dan B. Sinar 2-2' melalui jarak xyz yang lebih panjang dibandingkan dengan sinar 1-1'. Jarak tegak lurus antara bidang yang sejajar, d , dan sudut datang, θ , berhubungan dengan jarak xy , seperti persamaan berikut:

$$xy = yz = d \sin \theta \quad (2.1)$$

sehingga,

$$xyz = 2 d \sin \theta \quad (2.2)$$

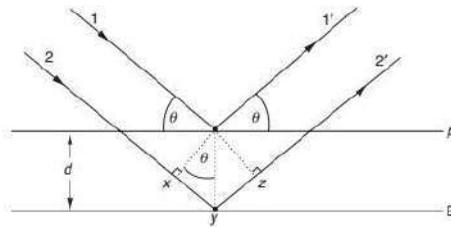
namun

$$xyz = n\lambda \quad (2.3)$$

sehingga,

$$2 d \sin \theta = n\lambda \quad (2.4)$$

Persamaan 2.4 disebut dengan Hukum Bragg. Dimana $n = 1, 2, 3$, dan seterusnya.

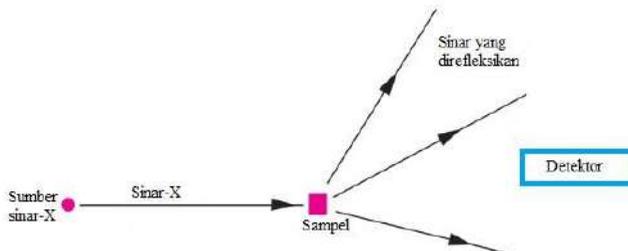


Gambar 2.9 Ilustrasi Hukum Bragg

(West, 2014)

Dalam praktiknya, difraksi sinar-X membutuhkan sumber sinar-X, sampel yang akan dianalisis dan sebuah detektor seperti yang ditampilkan pada Gambar 2.15. Sehingga, tiga variabel yang menentukan dalam analisis menggunakan difraksi sinar-X adalah :

- (a) Radiasi – monokromatik atau variabel panjang gelombang
- (b) Sampel – kristal tunggal, bubuk atau padatan
- (c) Detektor – penghitung radiasi



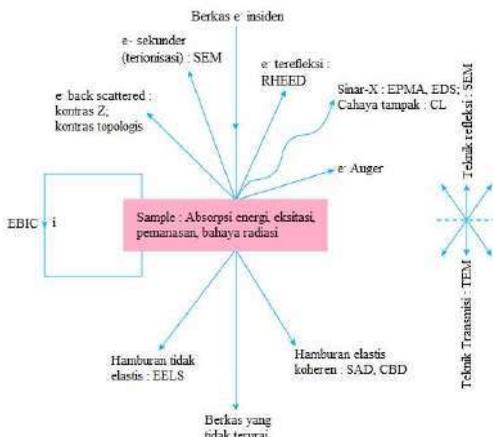
Gambar 2. 10 Ilustrasi Eksperimen Difraksi Sinar-X

(West, 2014)

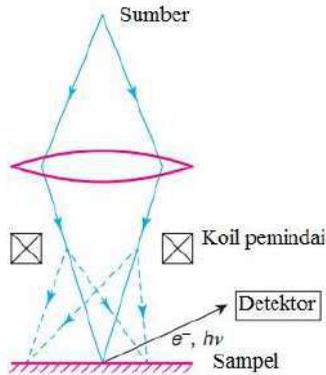
2.5.2 SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Dalam SEM, elektron dari *elektron gun*, yang dipercepat dengan energi 5-50 keV, difokuskan pada titik kecil pada permukaan sampel yang berdiameter 50-500 Å. Berkas elektron

memindai sampel, seperti bercak pada layar televisi; Berkas elektron biasanya mampu menembus sampel sampai kedalaman 1 μm . Kedalaman yang ditempuh oleh elektron dan radiasi yang keluar dari sampel bergantung pada energinya. Elektron *back-scattered*, bisa keluar dari daerah sampel yang lebih tebal asalkan mereka menghindari tumbukan sekunder setelah terjadi *back-scattering* awal (Gambar 2.18). Kedalaman yang ditempuh oleh elektron sekunder terionisasi atau radiasi yang dipancarkan (sinar-X dan cahaya tampak) menjadi lebih dangkal karena memiliki energi yang jauh lebih sedikit daripada berkas sinar datang. Elektron yang masuk menembus sampel lebih dalam kehilangan energinya karena getaran kisi atau kerusakan radiasi dan tidak dapat keluar dari sampel. Dalam SEM, elektron yang masuk tidak bisa menembus sampel secara keseluruhan seperti instrumen TEM dan STEM. Untuk itu, digunakan sampel yang lebih tipis (TEM) atau elektron yang masuk dengan energi yang lebih tinggi (STEM). Batas bawah resolusi instrumen SEM adalah mendekati 100 \AA . Instrumen STEM mengombinasikan fitur pemindaian SEM dengan resolusi lebih tinggi yang sejatinya bisa didapat dengan TEM.

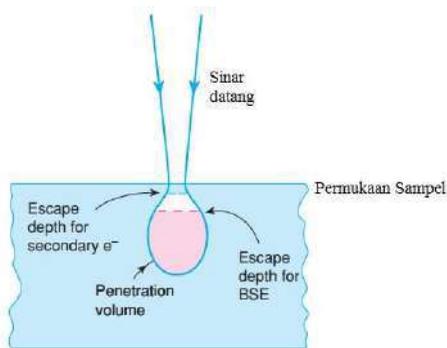


Gambar 2. 11 Sinyal Refleksi Dan Transmisi Pada SEM
(West, 2014)



Gambar 2.12 Prinsip SEM

(West, 2014)

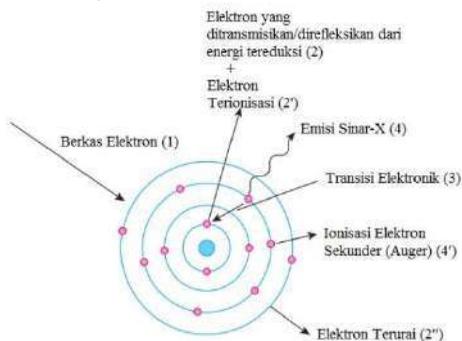


Gambar 2.13 Kedalaman yang Ditembus oleh SE dan BSE

(West, 2014)

Saat penembakan elektron pada sampel dalam SEM, partikel dan radiasi dengan rentang energi yang lebar, yang keluar dari sejumlah proses bisa dideteksi (Gambar 2.19 dan Gambar 2.16). Termasuk juga elektron sekunder yang keluar dari proses absorpsi dan re-emisi; elektron *back-scattered*, dengan sedikit kehilangan energi; elektron yang disebarkan secara atau yang diuraikan; elektron Auger dengan energi khas; sinar X,

karakteristik dan radiasi putih (atau Bremsstrahlung); dan cahaya tampak (West, 2014).



Gambar 2.14 Proses yang Terjadi saat Elektron Ditembakkan ke Sampel

(West, 2014)

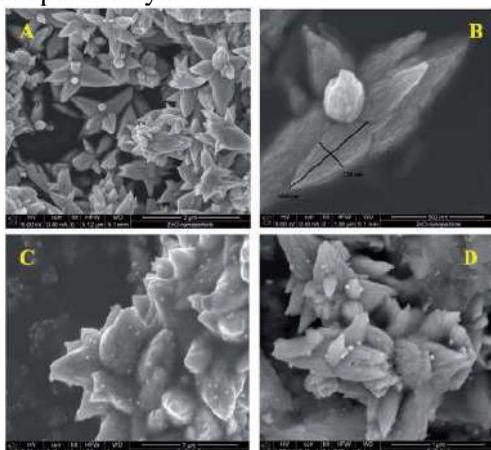
2.6 *Recycle* Fotokatalis

Recycle fotokatalis dilakukan untuk mengetahui apakah fotokatalis dapat digunakan berkali-kali atau tidak. Untuk melakukan *recycle* pada fotokatalis, harus dilakukan beberapa langkah, yaitu *treatment* awal (pemisahan fotokatalis dari larutan, pencucian, dan pengeringan) serta pengujian fotokatalitik kembali. Apabila hasil nilai degradasi zat warna dari fotokatalis ini sama atau hampir sama dengan sebelum di-*recycle*, maka fotokatalis dapat digunakan lebih dari 1 kali (Yang, 2011).

2.7 Penelitian Terdahulu

Beberapa tahun belakangan ini banyak peneliti yang meneliti ZnO sebagai bahan semikonduktor yang memiliki banyak keuntungan, yang dimana ZnO digunakan sebagai fotokatalis untuk meningkatkan nilai efisiensi dari ZnO itu sendiri. Banyak cara yang dapat dilakukan, sebagai contoh yaitu dengan mengubah struktur dari ZnO itu sendiri ataupun dengan menambahkan logam mulia. Salah satu penelitian untuk meningkatkan efisiensi dari ZnO dilakukan oleh Frageria et al.

pada tahun 2014 dengan metode *one-step synthesis* yang disebut oleh Frageria et al. dengan metode *surfactant mediated route* dimana digunakan bubuk ZnO dan CTAB (*cetyltrimethylammonium bromide*) yang digunakan sebagai agen kontrol untuk membentuk partikel *nanoflower* ZnO, kemudian ditambahkan *hydrazine hydrate* sebagai agen pereduksi yang kemudian ditambahkan AgNO_3 atau HAuCl_4 agar Ag atau Au dapat tertempel pada permukaan ZnO. Hasil yang didapatkan adalah partikel berbentuk seperti bunga dengan adanya Ag atau Au di permukaan partikelnya.



Gambar 2.15 Hasil analisa SEM dari ZnO (A) (B) Perbesaran Partikel ZnO (C) Partikel ZnO yang Ditambahkan Au (D) Partikel ZnO yang Ditambahkan Ag (Frageria et al., 2014)

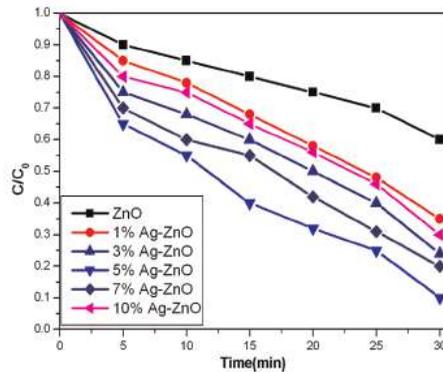
Untuk hasil pada fotokatalis, didapatkan hasil dimana ZnO murni memiliki waktu yang paling lama untuk mendegradasi *Methylene Blue* jika dibanding dengan Ag/ZnO dan Au/ZnO dan juga didapatkan bahwa Au/ZnO memiliki efisiensi 20x lebih besar dibanding Ag/ZnO dibawah lampu tungsten (sumber sinar tampak) dan bila pada degradasi polutan organik yaitu fenol didapat nilai efisiensi Au/ZnO 2.5x lebih besar dibanding

Ag/ZnO dibawah sinar matahari dengan hasil degradasi selama 6 jam untuk Au/ZnO sebesar 96% dan Ag/ZnO sebesar 72%

Penelitian lainnya dalam memodifikasi permukaan ZnO dilakukan oleh Bouzid et al. pada tahun 2014 dengan membuat kristal Ag/ZnO yang mesoporus dengan metode sol-gel. Dimana didapat hasil bahwa semakin besar penambahan Ag pada ZnO maka nilai *band gap* nya akan semakin kecil dan didapatkan nilai banyaknya penambahan Ag yang optimum pada permukaan ZnO sebesar 1% berat. Hal ini didapatkan setelah dilakukan penelitian degradasi MB dengan penambahan Ag pada ZnO sebesar 0.5%, 1%, 3% dan 10% berat dan didapatkan hasil yang hanya memiliki beda yang sangat tipis antara 1%, 3% dan 10%.

Penelitian lainnya dilakukan oleh Zhai et al. pada tahun 2014 dengan menggunakan metode *solvothermal process* dengan variabel perbandingan rasio mol Ag terhadap ZnO yaitu 0%, 1%, 3%, 5%, 7%, dan 10%. Dan didapat hasil bahwa 5% mol rasio Ag/ZnO mendapatkan hasil terbaik dibanding penambahan Ag yang lebih sedikit maupun yang lebih banyak. Banyaknya penambahan Ag mengurangi efektifitas, hal ini dikarenakan Ag memiliki kemungkinan untuk menjadi pusat rekombinasi *photo-generated electron* dan lubang sehingga menjadi tidak konduktif untuk pemisahan lubang elektron sehingga mengurangi kemampuan fotokatalis.

Sample	ZnO	1%Ag-ZnO	3%Ag-ZnO	5%Ag-ZnO	7%Ag-ZnO	10%Ag-ZnO
AgNO_3 ; $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$	0	1:99	3:97	5:95	7:93	10:90
Degradation rate (30 min)	35%	65%	82%	90%	80%	75%



Gambar 2.16 Hasil Degradasi RhB oleh ZnO dan Ag/ZnO Selama 30 Menit

(Zhai et al., 2014)

Penelitian selanjutnya dilakukan oleh Sohrabnezhad dan Seifi pada tahun 2016 dengan menggunakan ekstrak dari tanaman *urtica dioica* sebagai agen pereduksi. Dilakukan juga

penambahan perak (Ag) dan 1% MMT (*montmorillonite*) untuk meningkatkan efisiensi dari aktifitas fotokatalis ZnO dan didapatkan hasil degradasi dari MB dalam waktu 50 menit yang paling besar adalah dengan menggunakan Ag/ZnO-MMT dengan hasil degradasi sebesar 82.5% dibanding dengan Ag/ZnO yang hanya sebesar 37.57%.

Selain penelitian diatas banyak penelitian mengenai semikonduktor fotokatalis UVLD (*UV-Light Driven*) terutama ZnO untuk meningkatkan efisiensi dari aktifitas fotokatalisnya agar dapat juga digunakan pada sinar tampak atau *visible light*. Tabel dibawah menunjukkan ringkasan dari penelitian-penelitian sebelumnya untuk ZnO yang dimodifikasi untuk meningkatkan kemampuan fotokatalisnya :

Tabel 2.1 Penelitian Sebelumnya

Peneliti	Judul	Hasil / Keterangan
Hongju Zhai et al. (2014)	“Direct sunlight responsive Ag–ZnO heterostructure photocatalyst: Enhanced degradation of rhodamine B”	Sintesis dilakukan dengan metode <i>solvothermal</i> , dengan hasil laju degradasi tertinggi terjadi pada variabel 5%, yaitu sebesar 90%. Fotokatalis dapat di- <i>recycle</i> beberapa kali dengan efisiensi fotokatalitik (daya degradasi) yang tidak berbeda jauh.
Libo Wang et al. (2012)	“Microwave-assisted synthesis and photocatalytic performance of Ag-doped hierarchical ZnO architectures”	Sintesis dilakukan dengan metode radiasi gelombang mikro dengan hasil laju degradasi tertinggi terjadi pada variabel 3%, dengan dilakukan uji pada <i>rhodamine B</i> di bawah sinar UV. Fotokatalis Ag-ZnO menghasilkan laju degradasi yang lebih besar dibandingkan menggunakan fotokatalis ZnO murni.
Olfa Bechambi (2015)	“Photocatalytic activity of ZnO doped with Ag on the degradation of endocrine disrupting under UV irradiation and the investigation of its	Sintesis dilakukan dengan metode <i>hydrothermal</i> dengan hasil laju degradasi <i>bisphenol A</i> dan <i>nonylphenol</i> di bawah sinar UV tertinggi terjadi pada variabel 1%. Ukuran kristal Ag-ZnO mulai berkurang (dari ukuran pada variabel penambahan Ag > 1%.

	antibacterial activity”	
Liu et al. (2015)	“Synthesis of Spherical Ag/ZnO Heterostructural Composites with Excellent Photocatalytic Activity Under Visible Light and UV Radiation”	Sintesis dilakukan dengan <i>two-steps chemical</i> dengan hasil aktifitas fotokatalitik degradasi pewarna <i>rhodamineI</i> (RhB) dari Ag/ZnO tiga kali lebih cepat dibanding ZnO-MSs murni di bawah sinar UV.
Yang et al. (2011)	“Facile Synthesis of Ag/ZnO Heterostructures Assisted by UV Irradiation: Highly Photocatalytic Property and Enhanced Photostability”	Sintesa nanopartikel Ag/ZnO dilakukan menggunakan metode <i>UV-Assisted</i> . Dari hasil yang telah didapat, diketahui bahwa efisiensi degradasi <i>methylene blue</i> terbesar terjadi pada variabel penambahan doping Ag 5%. <i>Recycle</i> yang telah dilakukan 3 kali terhadap variabel ini menunjukkan tidak terjadinya penurunan yang signifikan terhadap efisiensi degradasi <i>methylene blue</i> .
Steven, et al. (2017)	‘Fabrikasi Ag/ZnO Nanocomposite dengan Menggunakan Pirolisa Flame untuk Aplikasi Material	Sintesis dilakukan dengan pirolisa flame, dengan hasil semakin tinggi konsentrasi ZnO semakin tinggi kemampuan mendegradasi <i>methylene blue</i> . Partikel

	Fotokatalitik'	teraglomerasi karena larutan di nebulizer yang tidak dijaga konstan.
Herlinda, et al. (2018)	'Pengaruh Penambahan Ag terhadap Performa dari Aktivitas Fotokatalitik ZnO yang Disintesa dengan Metode Pirolisa Flame'	Sintesis dilakukan dengan pirolisa flame, dengan hasil daya fotokatalitik paling baik pada konsentrasi doping 5%, semakin besar doping Ag, diameter partikel semakin besar (pada konsentrasi 20%)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis partikel nanokomposit Ag-ZnO dengan menggunakan metode *flame pyrolysis*, serta untuk mengetahui pengaruh dari variasi konsentrasi *doping* Ag terhadap ukuran, bentuk partikel dan sifat *optic* partikel. Larutan prekursor dipersiapkan dengan cara membentuk *Zinc Oxide* dari *Zinc Acetate Dihydrate* dan *Silver Nitrate*. Setelah itu, larutan diletakkan ke *Ultrasonic Nebulizer* untuk dihasilkan droplet dan partikel yang terbentuk dikumpulkan dalam *Powder Collector* dengan menggunakan *Electrostatic Precipitator*. Hasil partikel yang terbentuk kemudian divalidasi secara kualitatif dan kuantitatif melalui beberapa analisa yaitu SEM, XRD dan Uji fotokatalitik. Aktivitas fotokatalitik dari partikel yang terbentuk juga dianalisa dengan cara mengukur daya degradasi fotokatalitik larutan *Methylene Blue* di bawah sinar UV.

3.1 Bahan dan Peralatan Penelitian

3.1.1 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain:

1. Kristal *Zinc Acetate Dihydrate* ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 99,5% (E. Merck, D-6100 Darmstadt, F.R. Germany)
2. Kristal *Silver Nitrate* (AgNO_3)
3. Gas LPG 12 kg (propana 30% dan butana 70%)
4. Udara bebas
5. *Methylene Blue* bubuk ($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S}$)
6. Silika gel
7. Aquades

3.1.2 Peralatan Penelitian

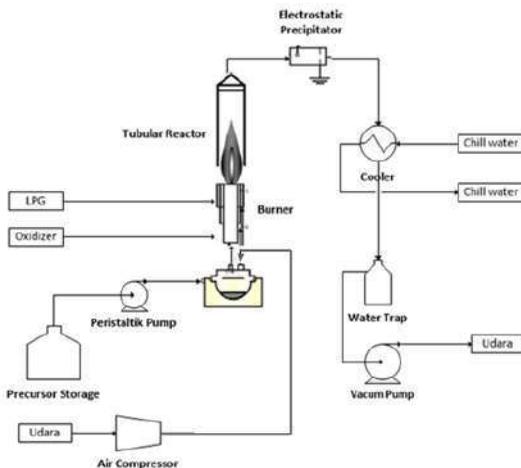
3.1.2.1 Peralatan Reaktor *Flame Pyrolysis*

Rangkaian alat *flame pyrolysis* yang digunakan di dalam penelitian ini adalah :

1. *Flowmeter* (KOFLOC 1200) berfungsi sebagai pengukur

- laju aliran udara (*carrier gas*) dan LPG.
2. *Ultrasonic Nebulizer* (Omron, NE-U17) berfungsi sebagai penghasil *droplet* larutan *precursor* yang akan dialirkan menuju *burner*. Alat ini dioperasikan pada frekuensi 1,7 MHz dan dihubungkan dengan aliran udara dari kompresor.
 3. *Peristaltic Pump* (Eyela Micro Tube Pump MP-3N) berfungsi untuk mengalirkan larutan prekursor ke dalam *nebulizer*.
 4. *Tubular Glass Reactor* berfungsi sebagai badan *reactor* utama dalam proses *pyrolysis*.
 5. *Burner* yang berfungsi sebagai sumber api pada *reactor* yang dibutuhkan untuk reaksi *pyrolysis*. *Burner* yang digunakan adalah *tubular burner* yang dilengkapi dengan *side entering fuel* dan *oxygen*, dan *co-current droplet flow*.
 6. *Powder Collector* yang berfungsi untuk menangkap partikel yang dihasilkan pada proses *flame pyrolysis*. Alat ini dilengkapi dengan *electrostatic precipitator* yang dialiri *voltase* tinggi dengan bantuan DC *High Voltage* serta dilakukan pemanasan dengan bantuan *heater jacket*.
 7. *Condensor* yang berfungsi untuk mendinginkan udara panas yang keluar dari *Powder Collector*, berupa *spiral glass condenser* yang dilengkapi dengan pompa dan *chiller*.
 8. *Water trap (homemade)* berfungsi untuk menampung kondensat dan menangkap uap air, larutan serta partikel yang masih lolos dari *electrostatic precipitator* sehingga tidak merusak *vacuum pump*.
 9. Kompresor (Hitachi Bebicon) yang dilengkapi dengan *oil filter* dan *lubricator* berfungsi sebagai sumber udara dan meningkatkan tekanan udara sehingga udara sebagai *carrier gas* dapat mengalir menuju *ultrasonic nebulizer*.
 10. *Magnetic Vacuum Pump* (Gast P504 BN) yang berfungsi menciptakan aliran pada rangkaian alat *flame pyrolysis*.

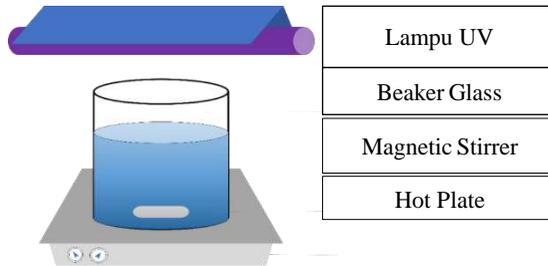
11. *Hot Plate* (Thermo Scientific) yang berfungsi untuk menghomogenkan larutan saat dilakukan proses sintesa partikel.
12. *Lightmeter* (Lutron LX 1102) yang berfungsi mengukur intensitas cahaya UV pada uji fotokatalitik.



Gambar 3.1 Skema Rangkaian Alat *Flame Pyrolysis*

3.1.2.2 Peralatan Analisa Fotokatalitik

1. *Centrifuge* (One Med 0805-I) digunakan untuk memisahkan *supernatant* dari *solid* pada tiap interval analisa sebelum diukur absorbansi-nya menggunakan spektrofotometer UV-Vis.
2. Spektrofotometer UV-Vis yang digunakan sebagai alat untuk mengukur absorbansi larutan *methylene blue* yang digunakan sebagai uji fotokatalitik.
3. Rangkaian alat pada uji fotokatalitik meliputi: Lampu UV (10 watt) sebagai sumber cahaya dan *Stirrer* sebagai media homogenasi larutan.



Gambar 3.2 Skema Rangkaian Alat Uji Fotokatalitik

3.2 Variabel dan Kondisi Operasi Penelitian

Variabel penelitian yang digunakan adalah konsentrasi *doping* Ag untuk tiap konsentrasi larutan sebesar 0; 1; 5% dan 10 % berat. Serta variasi *carrier gas* yaitu 1; 3; dan 5 L/menit.

Parameter kondisi operasi pada penelitian ini meliputi: laju alir LPG sebesar 0,3 L/menit dan laju alir *oxidizer* sebesar 2,8 L/menit, serta mengontrol *volume* larutan *precursor* sebesar 30 ml dalam *Ultrasonic Nebulizer*. Adapun untuk konsentrasi larutan prekursor adalah 0.1 M, tekanan operasi : 1 atm dan suhu *electrostatic precipitator* : 120°C.

3.3 Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian dibagi menjadi 3 tahap yaitu:

1. Persiapan Bahan Baku
2. Proses Pembuatan Partikel (*Flame Pyrolysis*)
3. Analisa Hasil Partikel
4. *Recycle* Uji Fotokatalitik

3.3.1 Prosedur Persiapan Bahan Baku

Larutan *precursor* dipersiapkan dengan melarutkan Kristal *Zinc Acetate Dihydrate* ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 0.1 M dengan *aquadest*, dengan proses homogenasi menggunakan sonikator selama 10 menit. Kemudian *Silver Nitrate* (AgNO_3) dengan variasi konsentrasi *doping* Ag untuk tiap konsentrasi larutan sebesar 0; 1; 5 dan 10% dilarutkan ke dalam larutan *Zinc Acetate Dihydrate* diikuti proses homogenasi kembali selama 10

menit. Larutan *precursor* kemudian dimasukkan ke dalam *Ultrasonic Nebulizer*.

3.3.2 Prosedur Pembuatan Partikel

Terlebih dahulu dilakukan pemanasan *powder collector* dengan bantuan *heater jacket* hingga mencapai suhu 120°C, kemudian menyalakan *condenser pump*, *vacuum pump*, dan kompresor untuk mengatur aliran LPG, *carrier gas*, dan *oxidizer* sesuai dengan parameter di atas untuk mendapatkan nyala api biru dan stabil. Lalu menyalakan *DC High Voltage*, mengatur *voltage* menjadi 40 kVa dan menyalakan *ultrasonic nebulizer*. Larutan *precursor* akan dinebulasi, menghasilkan *droplet* yang mengalir dan berkontak dengan api pada *burner*, sehingga terbentuk partikel Ag-ZnO yang ditangkap dengan adanya listrik tegangan tinggi pada *powder collector*. Pada *ultrasonic nebulizer* larutan *precursor* dijaga hingga *volume* konstan, sehingga diperlukan *peristaltic pump* untuk mengalirkan larutan *precursor*. Partikel yang tertangkap pada *powder collector* dikumpulkan untuk dianalisa lebih lanjut.

3.3.3 Prosedur Analisa Partikel

Terdapat beberapa Analisa yang dilakukan pada penelitian ini, yaitu: SEM, XRD, dan uji fotokatalitik. Analisa SEM digunakan untuk mengetahui morfologi partikel. Sedangkan XRD digunakan untuk mengetahui struktur partikel, dan uji fotokatalitik untuk mengetahui daya fotokatalis dari partikel Ag-ZnO dalam mendegradasi zat warna *methylene blue*.

Uji Fotokatalitik dilakukan dengan lampu UV. Sebelum dilakukan uji, terlebih dahulu dilakukan dengan membuat larutan induk *methylene blue* dengan konsentrasi 250 ppm, yang kemudian diencerkan untuk dibuat kurva kalibrasi dengan bantuan Spektrofotometer UV-Vis. Dalam membuat kurva kalibrasi, didapatkan panjang gelombang optimum untuk *methylene blue* sebesar 665 nm. Dengan panjang gelombang serupa, dibuat kurva kalibrasi dengan cara mengukur absorbansi

larutan *methylene blue* yang telah diencerkan menjadi 2, 4, 6, 8, 10, 12, dan 14 ppm. Kurva tersebut berguna untuk mengetahui konsentrasi larutan dengan absorbansi tertentu.

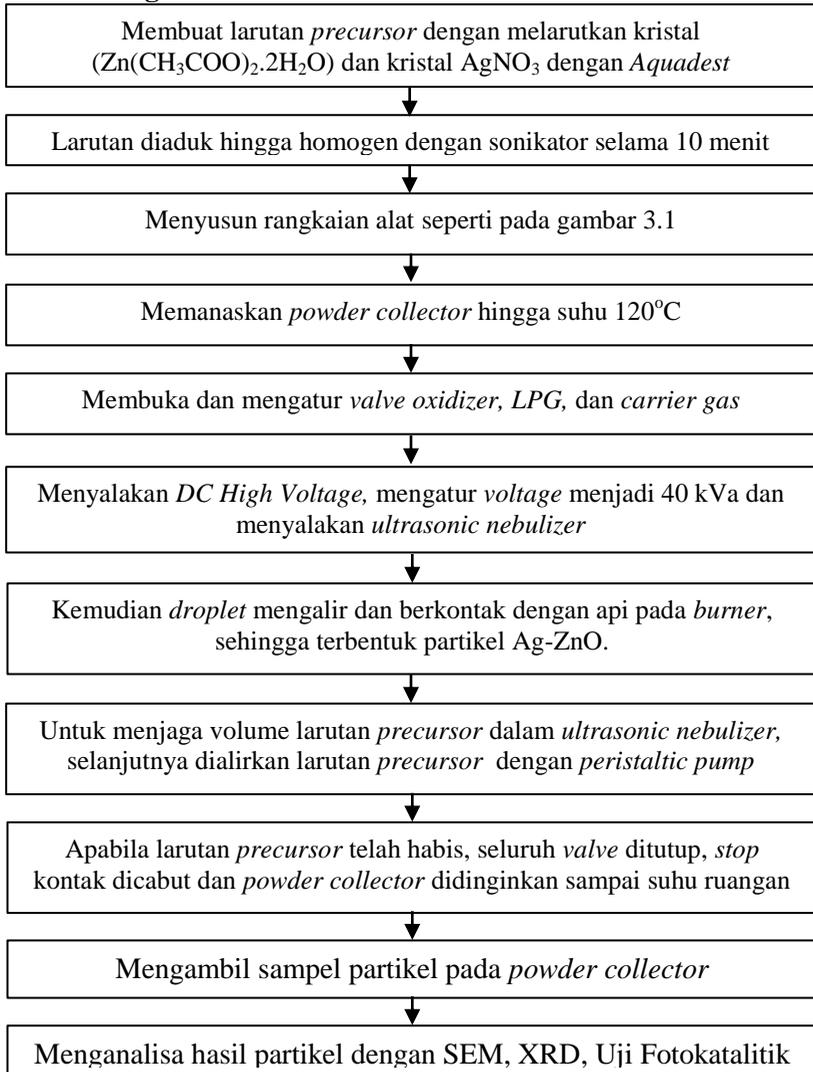
Proses uji fotokatalisis dilakukan dengan membuat 40 ml larutan *methylene blue* sebanyak variasi konsentrasi larutan Ag-ZnO dan variasi konsentrasi *doping* Ag. Larutan induk *methylene blue* diencerkan menjadi 10 ppm pada masing masing gelas dan ditambahkan partikel Ag-ZnO yang telah dibuat, lalu diaduk menggunakan *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 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 5 menit. *Supernatant* kemudian diukur absorbansi-nya dan dibuat grafik waktu vs. konsentrasi larutan untuk mendapatkan nilai konstanta laju reaksi degradasi *methylene blue*.

Setelah uji fotokatalitik selesai dilakukan, sampel (*methylene blue* + fotokatalis) dipisahkan dari larutannya (*methylene blue*). Sebelum dipisahkan, sampel diendapkan dahulu dengan bantuan *centrifuge* selama 5 menit dengan kecepatan 100 rpm. Setelah partikel mengendap, kemudian partikel dipisahkan dan dicuci menggunakan aquadest agar partikel tidak tertinggal di dalam *tube*. Selanjutnya, dimasukkan ke dalam oven agar aquadest yang digunakan untuk mencuci menguap. Selanjutnya, dilakukan pencucian ulang dengan etanol 98% agar partikel tidak mengandung *methylene blue* lagi. Hasil partikel dari proses pemisahan ini merupakan *recycle* fotokatalis pertama, yang selanjutnya digunakan kembali untuk mendegradasi *methylene blue* baru. Pengulangan dilakukan hingga 3 kali *recycle*.

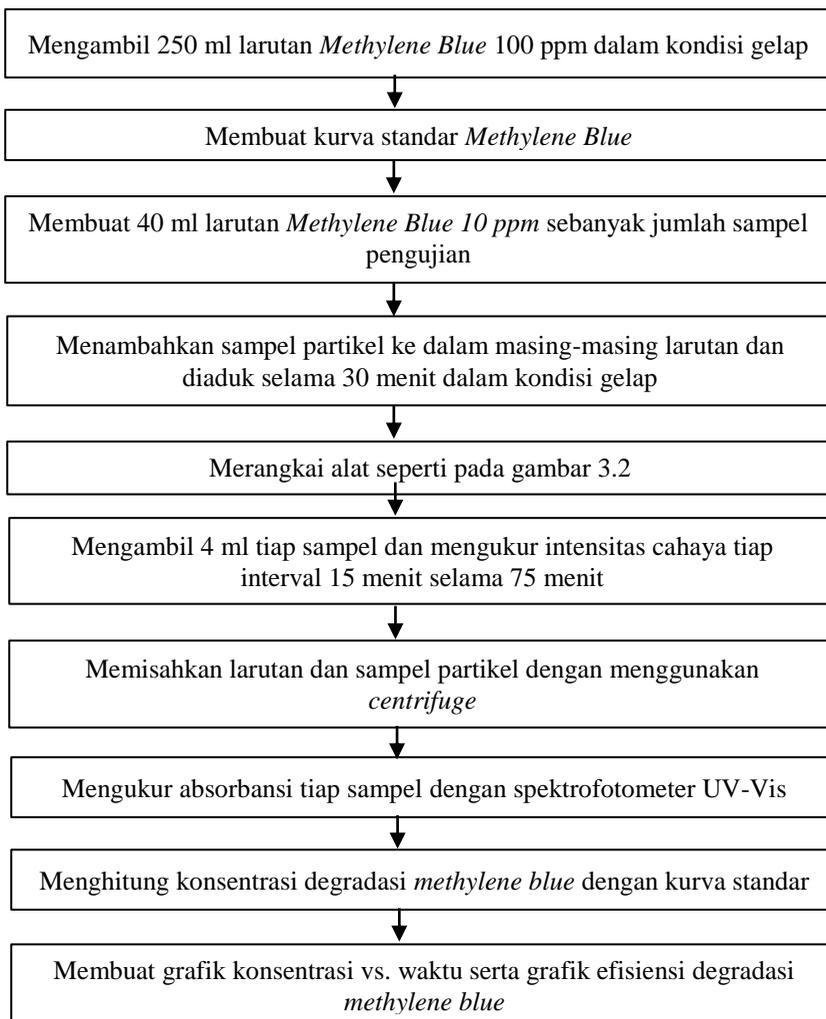
3.4 Diagram Alir Percobaan

3.4.1 Diagram Alir Pembuatan Partikel



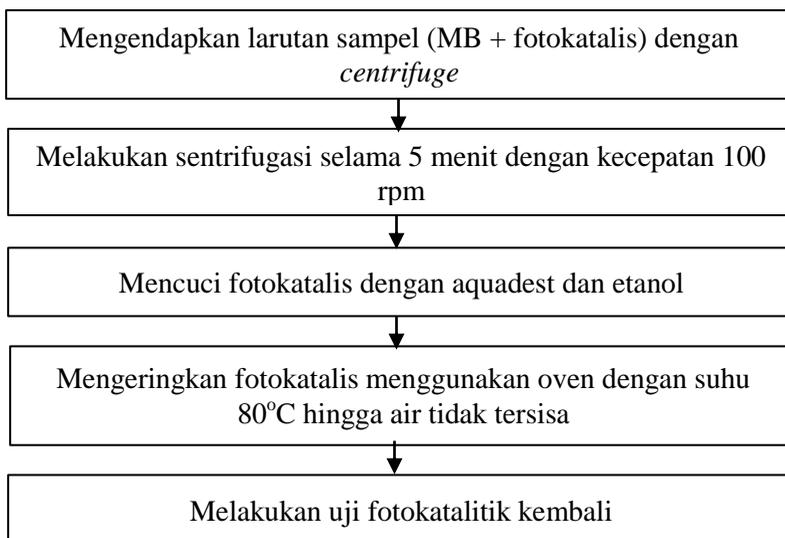
Gambar 3.3 Diagram Alir Pembuatan Partikel

3.4.2 Diagram Alir Uji Fotokatalitik



Gambar 3.4 Diagram Alir Uji Fotokatalitik

3.4.3 Diagram Alir *Recycle* Fotokatalis



Gambar 3.5 Diagram Alir *Recycle* Fotokatalis

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

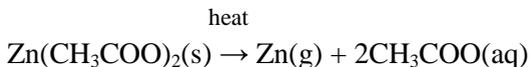
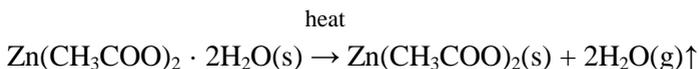
Penelitian ini mempelajari tentang pengaruh *recycle* terhadap performa dari aktifitas fotokatalitik nanopartikel ZnO dan Ag-ZnO serta pengaruh laju alir *carrier gas* terhadap ukuran partikel Ag-ZnO yang berasal dari $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (*zinc acetate dihidrate*) serta AgNO_3 (*silver nitrate*) dengan menggunakan metode *flame pyrolysis*.

Dalam penelitian ini variabel yang digunakan yaitu $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ pada konsentrasi 0.1 M dan untuk AgNO_3 digunakan 0%, 1%, 5%, dan 10% dari massa $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Selain itu, juga digunakan variabel laju alir *carrier gas* 1L/menit, 3L/menit, dan 5 L/menit. Hasil dari penelitian yang berupa nanopartikel kemudian diuji bentuk dan ukuran kristalnya serta diuji fotokatalis. Uji fotokatalis dilakukan untuk mengetahui kemampuan fotokatalis dari tiap nanopartikel dengan melihat laju degradasi dari *methylene blue* dengan cara memasukkan nanopartikel ZnO serta Ag-ZnO ke dalam larutan MB kemudian larutan ini diletakkan dibawah sinar UV. Selanjutnya yaitu mengukur absorbansi larutan *methylene blue* dengan menggunakan spektrofotometer UV Vis. Pengujian ini dilakukan hingga 3 kali *recycle* untuk masing masing variabel. Dimana hasil dari pengujian partikel awal hingga *recycle* yang ketiga, mempunyai hasil yang tidak jauh berbeda, walaupun hasil yang terbaik tetap pada partikel yang belum di-*recycle*. Selain itu, untuk mengetahui kristalinitas, kemurnian, morfologi, serta ukuran partikel, dilakukan analisa XRD, SEM, serta FTIR.

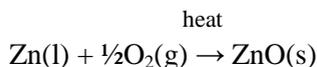
4.1 Pembuatan Larutan Prekursor

Pada eksperimen ini, larutan prekursor dibuat dari $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (zinc asetat dihidrat) dan akuades serta dengan *dopping* Ag dari kristal AgNO_3 (perak nitrat). Pada penelitian ini metode yang digunakan adalah pirolisa flame, sehingga kristal ZnO maupun Ag-ZnO dapat terbentuk.

Pembentukan kristal ZnO sendiri terjadi melalui reaksi sebagai berikut :

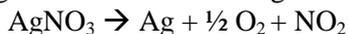


Dimana nantinya Zn^+ yang terbentuk akan bereaksi lebih lanjut dengan O_2 yang dihasilkan dari reaksi dekomposisi AgNO_3 , sebagai berikut.



(Wang, 2008)

Adapun reaksi dekomposisi AgNO_3 di dalam reaktor oleh karena adanya panas yang diberikan adalah sebagai berikut.



(Vogel, 1992)

Agar tidak terjadi aglomerasi pada partikel, dapat dilakukan dengan jalan mengontrol keseragaman konsentrasi larutan. Hal ini dilakukan dengan jalan menjaga aliran larutan prekursor agar tetap kontinyu menggunakan bantuan *peristaltic pump*. Serta untuk menjaga larutan tetap homogen, dapat digunakan *stirrer*. Dari penelitian yang dilakukan, ukuran diameter partikel dapat diperoleh dalam range < 100 nm. Makin kecil konsentrasi larutan maka makin sedikit jumlah zat terlarut dalam droplet yang menyebabkan makin kecil ukuran partikel yang dihasilkan. Jika konsentrasi droplet tidak terlalu tinggi maka setelah terbentuknya partikel, konsentrasi partikel di dalam aliran gas juga tidak tinggi. Peluang terjadinya tumbukan yang membuat partikel menyatu sangat kecil. Akibatnya tidak terjadi aglomerasi pada partikel yang dihasilkan (Khairurrijal, 2016).

4.2 Hasil Analisa XRD

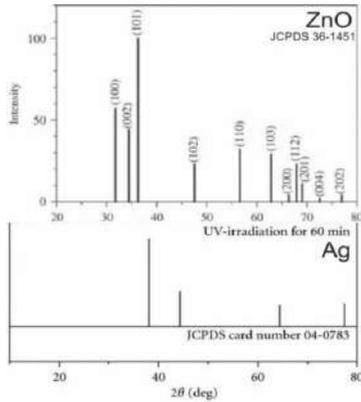
XRD dilakukan untuk mengetahui kristalinitas, fase dan kemurnian dari partikel yang ada didalamnya dengan bantuan

JCPDS serta digunakan juga untuk mengukur kemungkinan ukuran kristal (*crystalline size*). XRD dilakukan di Teknik Metalurgi dan Material-FTI Institut Teknologi Sepuluh Nopember dengan sudut pengukuran 20° hingga 80° . Perangkat yang digunakan untuk analisa derajat kristalinitas dalam penelitian ini adalah *X-Ray Diffraction* (XRD) 40 Kv, 30 mA, X'pert Philips.

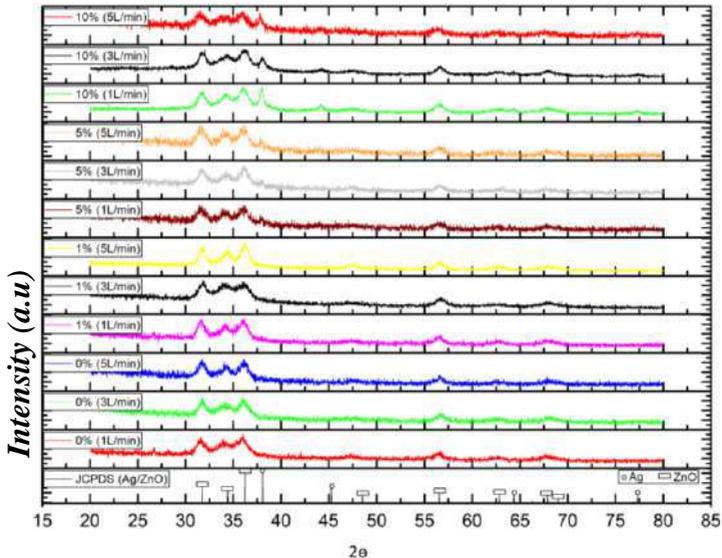
Kristalisasi merupakan proses perubahan struktur material dari fasa amorf menjadi kristal. Kristalisasi merupakan proses pembentukan kristal yang terjadi pada saat pembekuan yaitu perubahan dari fasa cair ke fasa padat. Pembentukan kristalisasi terjadi melalui dua tahapan, yaitu pembentukan inti atau nukleasi serta pertumbuhan kristal. Kristalisasi dapat terjadi dengan pengerjaan dingin maupun pengerjaan panas. Sebagai akibat dari pengerjaan dingin adalah sifat kekerasan, kekuatan tarik dan tahanan listrik akan naik, sedangkan keuletan akan menurun. Dalam keadaan cair, atom-atom tidak memiliki susunan yang teratur dan mudah bergerak. Dengan berkurangnya suhu, maka energi atom semakin rendah, sehingga atom sulit bergerak, selanjutnya atom mulai mengatur kedudukannya relatif terhadap atom lain. Hal ini terjadi pada daerah relatif dingin yang merupakan daerah awal terjadinya inti kristal. Proses pengintian selanjutnya terjadi pertumbuhan kristal yang berlangsung dari suhu rendah ke suhu yang lebih tinggi. Energi termal yang terus meningkat dapat mengakibatkan pertumbuhan kristal yang terus menerus hingga transformasi akhir, yaitu amorf menjadi kristal (Triwikantoro, 2002).

Dari eksperimen yang telah dilakukan dengan variabel 0.1 M $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan 0%, 0.1%, 1%, 5%, 10% AgNO_3 terhadap massa $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ didapatkan partikel ZnO serta Ag-ZnO. Hasil partikel yang diperoleh, dilakukan analisa XRD untuk mengetahui derajat kristalinitas dan kemudian dibandingkan dengan JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) sebagai referensi komposisi partikel dan fasa dari kristal, dimana untuk ZnO murni menggunakan JCPDS

36-1451 dan untuk Ag menggunakan JCPDS 04-0783 yang dapat dilihat dari hasil analisis XRD dibawah ini :



Gambar 4.1 Referensi JCPDS untuk ZnO dan Ag



Gambar 4.2 Hasil Analisa XRD Nanopartikel Ag-Zno dengan berbagai Laju Alir dan berbagai Penambahan Doping Ag

Gambar 4.2 menunjukkan hasil analisa XRD, dimana didapatkan kecocokan untuk JCPDS 36-1451 dengan hasil analisa XRD yang dapat dilihat dari adanya *peak* yang sangat mencolok antara sudut $30^\circ - 40^\circ$ yakni pada sudut 31.76° , 34.42° , 36.23° . Selain itu juga terlihat disekitar *peak* 47.54° , 56.60° , 62.87° , 66.38° , 67.96° , 69.10° , 72.67° , dan 76.96° . Hal ini menunjukkan adanya kandungan ZnO pada partikel yang dibuat dengan menggunakan metode *flame pyrolysis* sehingga dapat disimpulkan bahwa metode sintesis *flame pyrolysis* dapat digunakan untuk membentuk nanopartikel ZnO dengan kandungan yang murni. Dari hasil analisa XRD diatas serta dengan mencocokkan dengan JCPDS maka dapat diketahui bahwa bentuk dari partikel ZnO yang didapat memiliki bentuk *hexagonal wurtzite* (w-ZnO) dengan diameter kristal yang bervariasi. Dimana pada penelitian sebelumnya disebutkan bahwa w-ZnO adalah struktur yang paling stabil dan paling sering dijumpai pada tekanan ambien atau normal dan fase termodinamika yang stabil (Wang et al., 2012).

Pada gambar 4.2 juga terlihat hasil dari nanokomposit Ag-ZnO, dimana untuk melihat adanya Ag pada ZnO dapat dicocokkan dari JCPDS 04 - 0783 pada sudut 38.07° , 44.25° , 64.36° , dan 77.30° . Pada konsentrasi 0.1 M ZnO dengan penambahan Ag 1% baik pada laju *carrier gas* 1, 3, maupun 5L/menit, belum muncul adanya *peak* Ag yaitu pada sudut 38.07° , 44.25° , 64.36° , dan 77.30° , belum terlihatnya *peak* dari Ag pada variabel ini dikarenakan kemungkinan konsentrasi dari *dopping* Ag yang masih terlalu kecil sehingga membuat *peak* dari Ag tidak terdeteksi oleh XRD. Namun pada penambahan Ag 5% dengan laju alir *carrier gas* 1, 3, serta 5L/menit, sudah terlihat adanya *peak* pada sudut 38.07° , 44.25° , dan 64.36° yang menunjukkan adanya Ag pada ZnO. Pengaruh penambahan konsentrasi Ag yang semakin tinggi yaitu sebesar 10% Ag akan menghasilkan intensitas yang semakin tinggi pada *peak* sudut 38.07° . Pada *dopping* Ag 10% terlihat adanya *peak* pada sudut 38.07° , 44.25° ,

64.36°, dan juga sudah terlihat *peak* pada sudut 77.48° yang menunjukkan adanya Ag pada ZnO. Dari hasil tersebut, dapat disimpulkan bahwa penggunaan metode *flame pyrolysis* dapat digunakan untuk membuat nanokomposit Ag-ZnO. Adanya Ag pada sudut 38.07° menunjukkan bahwa Ag berbentuk FCC (*Face Center Cubic*). Dimana FCC ini merupakan suatu atom yang membentuk suatu struktur kristal disetiap pojok kubus dan satu ditengah disetiap sisi kubus.

Dari hasil analisa XRD ini juga dapat digunakan pula *Scherrer equation* untuk mendapatkan diameter kristal dengan menggunakan rumus :

$$Dp = \frac{k \tau}{\beta \cos \theta} \quad (4.1)$$

Dimana k adalah konstan *Scherrer* yang memiliki angka 0.94, τ sendiri adalah panjang gelombang X-Ray dimana biasanya memiliki nilai 1.54178 Å, β adalah FWHM atau *Full Width Half Maximum* yang merupakan lebar maksimum dari peak pada $\frac{1}{2}$ total tinggi dari peak dan θ adalah sudut *bragg*.

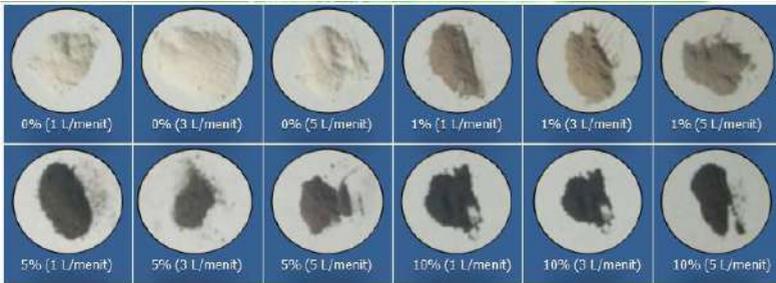
Tabel 4.1 Ukuran Diameter Kristal Ag-ZnO dengan Menggunakan *Scherrer Equation*

Sampel		Diameter Kristal (nm)	Diameter Partikel (nm)
Kandungan Ag (%)	Laju alir <i>carrier gas</i> (L/menit)		
0	1	1.899	34.21
	3	1.410	35.48
	5	1.332	36.21
1	1	1.202	35.12
	3	1.131	39.41
	5	1.109	39.71
5	1	1.230	37.21
	3	1.226	37.35

	5	0.929	39.65
10	1	0.885	48.46
	3	0.381	57.48
	5	0.261	62.51

Nilai diameter kristal diatas dihitung dengan menggunakan *Scherrer equation* dan dapat dilihat bahwa besarnya diameter kristal Ag-ZnO yang didapatkan sangat bervariasi. Hasil yang bervariasi ini memperlihatkan adanya kemungkinan partikel yang teraglomerasi sehingga tidak didapatkan hasil yang akurat dengan menggunakan *Scherrer equation*.

Pada penambahan Ag 0% hingga 10% didapatkan diameter Ag yang tidak jauh berbeda, hal ini dikarenakan penambahan Ag dengan komposisi yang kecil membuat Ag tidak begitu terlihat jelas dalam Ag-ZnO. Semakin tinggi komposisi doping Ag maka akan didapatkan diameter partikel yang semakin besar, dengan *crustalline size* yang kecil dengan *surface area* yang besar. Hal ini dikarenakan konsentrasi larutan (ZnO + Ag) semakin pekat, maka pembentukan kristal semakin memasuki ke zona tak stabil (suhu pada semua variabel sama) sehingga kristal yang terbentuk semakin kecil. Dilihat hasil partikel pada konsentrasi 0.1 M pada konsentrasi Ag 10% dengan laju *carrier gas* 5 L/menit, memiliki diameter kristal yang paling kecil dengan diameter 0.261 nm dimana memiliki luas permukaan yang paling luas dibanding dengan yang lain, namun dari hasil fotokatalis pada kondisi dibawah sinar UV tidak memiliki pengaruh terhadap kemampuan fotokatalisnya. Namun, dari grafik pada gambar 4.7 dengan penambahan Ag 5% dengan laju alir 1 L/menit pada Ag/ZnO memiliki kemampuan terbaik dalam mendegradasi *methylene blue*. Sehingga dapat disimpulkan bahwa tidak ada pengaruh yang signifikan pada perbedaan diameter dari perhitungan dengan *Scherrer equation* dengan kemampuan fotokatalitik dari partikel Ag-ZnO.



Gambar 4.3 Warna Partikel Ag-ZnO untuk 0% hingga 10% dengan laju alir 1 L/menit hingga 5 L/menit

Gambar diatas menunjukkan warna partikel yang semakin gelap dengan bertambahnya konsentrasi Ag dimana hasil ini menunjukkan adanya *doping* Ag yang dihasilkan melalui *flame pyrolysis*. Pada Gambar 4.3 dapat dilihat bahwa hasil doping Ag 0% memiliki warna putih, dimana warna putih ini menunjukkan adanya ZnO yang masih murni. Partikel dengan kandungan Ag 1% memiliki warna coklat muda seperti pada gambar diatas dan Ag 5% memiliki warna coklat kehitaman sedangkan Ag 10% memiliki warna paling gelap yaitu hitam. Berubah gelapnya warna partikel seiring dengan bertambahnya *doping* Ag ini disebabkan banyak Ag yang terbentuk pada lapisan. Hubungan antara gradasi warna dengan persentase % perak oksida yang terbentuk dapat menjadi ukuran kualitatif mengenai fasa lapisan yang terbentuk. Semakin berwarna ke-coklat-merah-hitam maka pembentukan perak oksida semakin mendominasi lapisan. Hal ini dapat dilihat dari reaksi dekomposisi dari perak nitrat melalui proses pemanasan pada reaktor *flame pyrolysis* sebagai berikut.

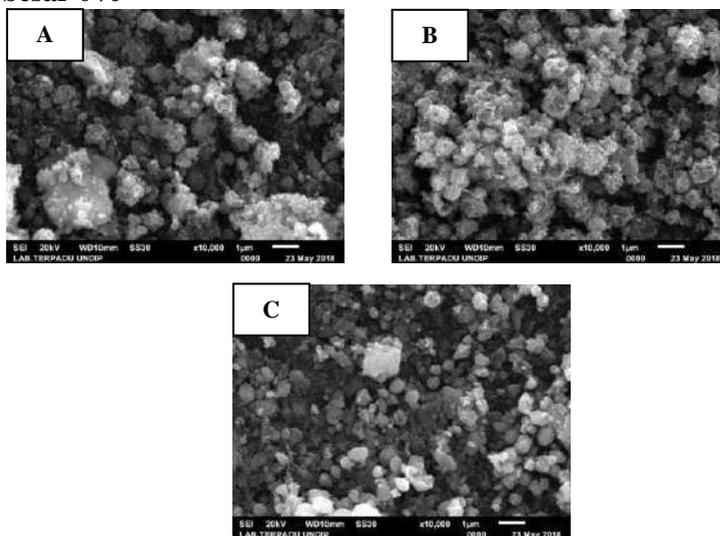


Semakin tinggi konsentrasi Ag maka warna partikel yang dihasilkan semakin gelap, dikarenakan reaksi endoterm yang menyerap panas dari lingkungan ke sistem (Heri, et al., 2015).

4.3 Analisa SEM

Analisa SEM (*Scanning Electron Microscope*) dilakukan untuk mengetahui morfologi partikel Ag/ZnO. Selain itu, analisa SEM juga digunakan untuk mengetahui diameter partikel dan distribusi diameter partikel yang dihasilkan. Analisa dilakukan oleh Laboratorium Terpadu Universitas Diponegoro, dengan menggunakan perbesaran 3000x, 10000x, 20000x, dan 30000x. Berikut ini merupakan hasil analisa SEM 0.1 M ZnO dengan perbesaran 10000x dengan hasil gambar yang terlihat paling jelas.

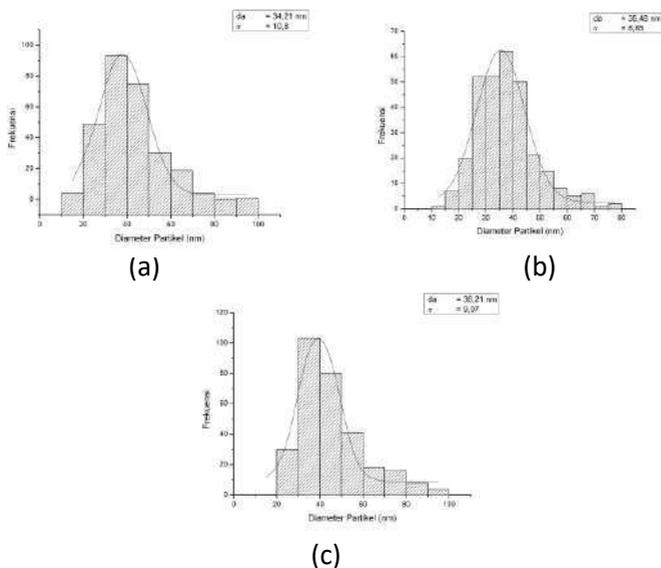
4.3.1 Hasil SEM pada Variabel Penambahan Doping Ag sebesar 0%



Gambar 4.4 Hasil Analisa SEM pada *Sample* 0.1 M ZnO dengan Penambahan Doping Ag sebesar 0% pada Variabel Laju Alir Carrier Gas (a) 1 L/menit (b) 3 L/menit (c) 5 L/menit

Berdasarkan hasil analisa SEM pada Gambar 4.4, diketahui bahwa morfologi partikel Ag/ZnO berbentuk *sphere*.

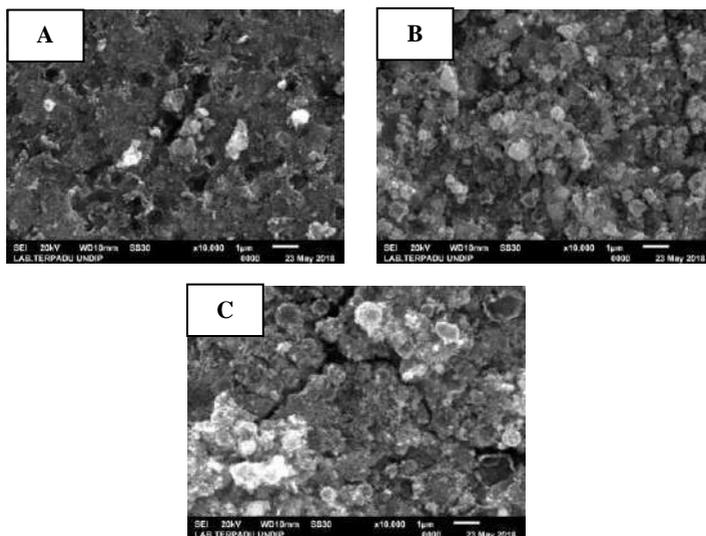
Partikel yang dihasilkan berbentuk *sphere* terjadi karena adanya pengaruh inti partikel yang berkembang menjadi partikel yang lebih besar (Iler, 1979). Namun bentuk partikel tersebut cenderung tidak beraturan dan bervariasi ukurannya, hal ini dikarenakan adanya kemungkinan terjadi aglomerasi. Aglomerasi dapat terjadi karena tingginya konsentrasi partikel yang ada didalam aliran *gas* saat melewati reaktor flame pyrolisis sehingga berpeluang terjadi tumbukan antar partikel (Khairurrijal, 2008). Aglomerasi juga dapat terjadi dikarenakan suhu reaktor yang tidak optimum, dimana suhu reaktor minimum agar reaksi pirolisis berjalan dengan optimal adalah sekitar 400°C (Widiyastuti et al., 2010). Rata-rata diameter partikel Ag/ZnO dan distribusi ukuran partikel dapat dilihat pada Gambar di bawah ini:



Gambar 4.5 Grafik Distribusi Partikel pada *Sample* 0.1 M ZnO dengan Penambahan Doping Ag sebesar 0% pada Variabel Laju Alir Carrier Gas (a) 1 L/menit (b) 3 L/menit (c) 5 L/menit

Perhitungan diameter partikel dilakukan dengan mengukur diameter partikel sebanyak 300 partikel secara *random* per sampel dengan menggunakan aplikasi *ImageJ*. Dari Gambar 4.5, dapat dilihat bahwa untuk setiap variabel penambahan doping Ag 0%, nilai dari diameter partikel naik seiring dengan naiknya laju alir *carrier gas*. Pada variabel laju alir *carrier gas* 5 L/menit, diameter rata-rata partikel memiliki nilai terbesar, yaitu 36,21 nm. Diameter rata-rata untuk variabel 3 L/menit lebih kecil dari variabel 5 L/menit, yaitu 35,48 nm, sedangkan variabel 1 L/menit memiliki diameter rata-rata terkecil, yaitu 34,21 nm. Perbedaan diameter pada setiap laju alir *carrier gas* ini akan mempengaruhi efisiensi degradasi fotokatalis nanopartikel pada *methylene blue*, dimana semakin kecil diameter, maka efisiensi degradasi akan semakin besar (Abdullah, 2008).

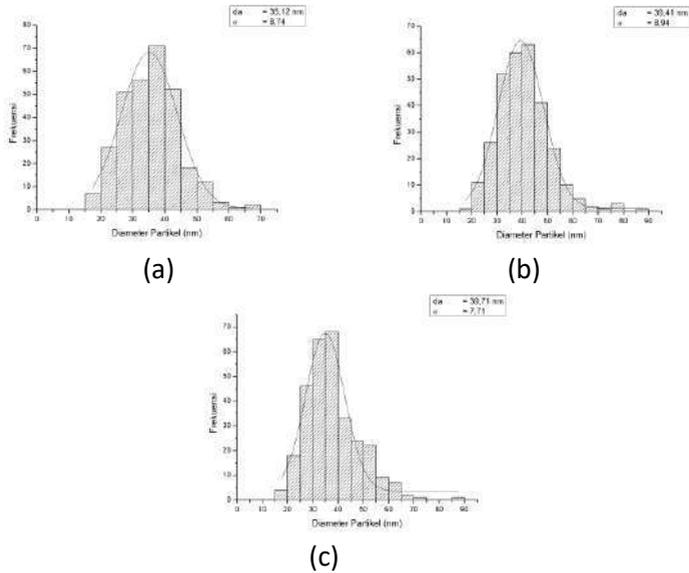
4.3.2 Hasil SEM pada Variabel Penambahan Doping Ag sebesar 1%



Gambar 4.6 Hasil Analisa SEM pada *Sample* 0.1 M ZnO dengan Penambahan Doping Ag sebesar 1% pada Variabel Laju Alir Carrier Gas (a) 1 L/menit (b) 3 L/menit (c) 5 L/menit

Berdasarkan hasil analisa SEM pada Gambar 4.6, diketahui bahwa morfologi partikel Ag/ZnO juga berbentuk *sphere*. Namun bentuk partikel tersebut cenderung tidak beraturan dan bervariasi ukurannya, hal ini dikarenakan adanya kemungkinan terjadi aglomerasi.

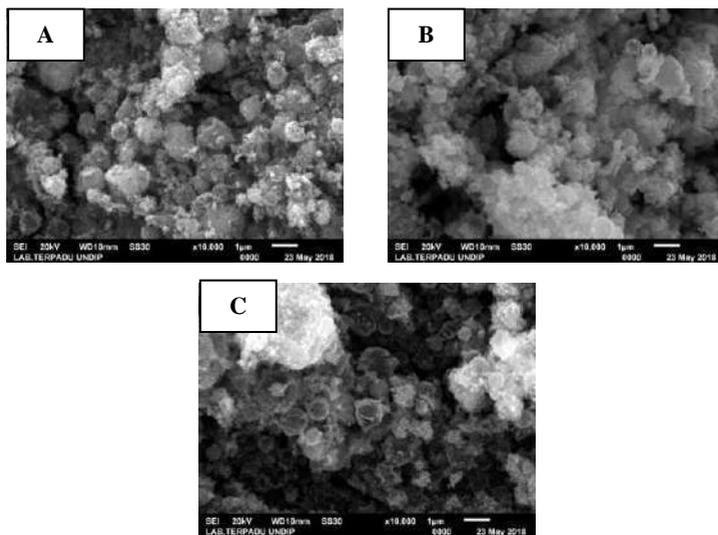
Adapun rata-rata diameter partikel Ag/ZnO dan distribusi ukuran partikel ditampilkan pada Gambar 4.7 di bawah ini:



Gambar 4.7 Grafik Distribusi Partikel pada *Sample* 0.1 M ZnO dengan Penambahan Doping Ag sebesar 1% pada Variabel Laju Alir Carrier Gas (a) 1 L/menit (b) 3 L/menit (c) 5 L/menit

Dari Gambar 4.7, dapat dilihat bahwa untuk setiap variabel penambahan doping Ag 1%, nilai dari diameter partikel naik seiring dengan naiknya laju alir *carrier gas*. Pada variabel laju alir carrier gas 5 L/menit, diameter rata-rata partikel memiliki nilai terbesar, yaitu 39,71 nm. Diameter rata-rata untuk variabel 3 L/menit lebih kecil dari variabel 5 L/menit, yaitu 39,41 nm, sedangkan variabel 1 L/menit memiliki diameter rata-rata terkecil, yaitu 35,12 nm.

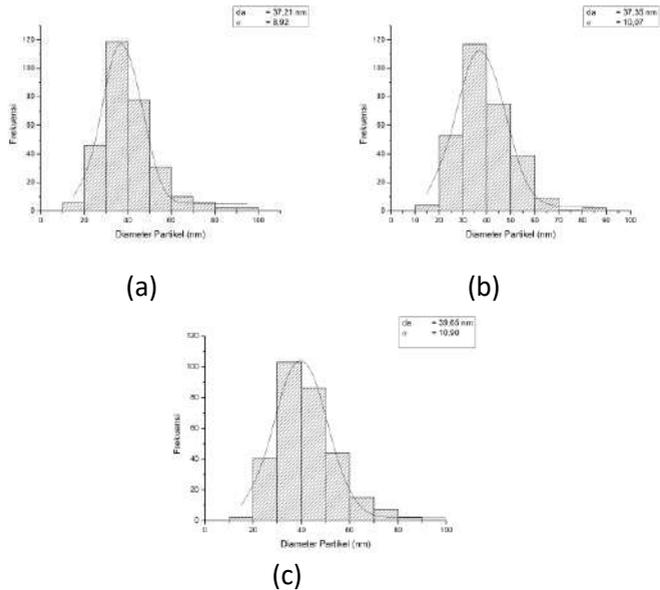
4.3.3 Hasil SEM pada Variabel Penambahan Doping Ag sebesar 5%



Gambar 4.8 Hasil Analisa SEM pada *Sample* 0.1 M ZnO dengan Penambahan Doping Ag sebesar 5% pada Variabel Laju Alir Carrier Gas (a) 1 L/menit (b) 3 L/menit (c) 5 L/menit

Berdasarkan hasil analisa SEM pada Gambar 4.8, diketahui bahwa morfologi partikel Ag/ZnO juga berbentuk *sphere*. Namun bentuk partikel tersebut cenderung tidak beraturan dan bervariasi ukurannya, hal ini dikarenakan adanya kemungkinan terjadi aglomerasi.

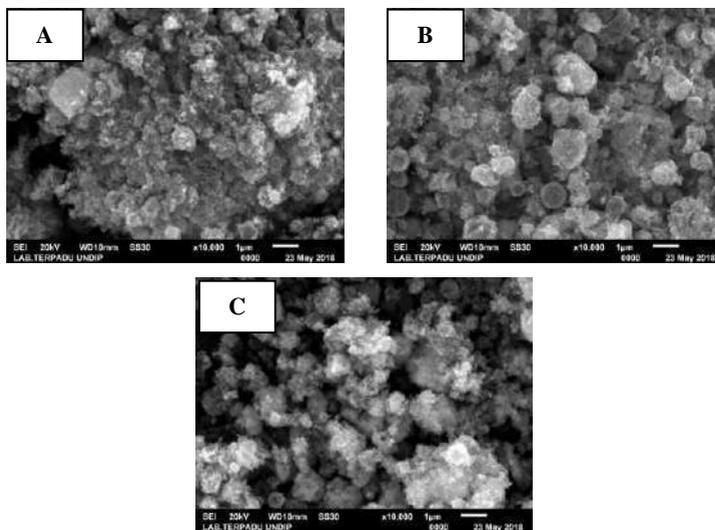
Adapun rata-rata diameter partikel Ag/ZnO dan distribusi ukuran partikel ditampilkan pada Gambar 4.9 di bawah ini.



Gambar 4.9 Grafik Distribusi Partikel pada *Sample* 0.1 M ZnO dengan Penambahan Doping Ag sebesar 5% pada Variabel Laju Alir Carrier Gas (a) 5 L/menit (b) 3 L/menit (c) 1 L/menit

Dari Gambar 4.9, dapat dilihat bahwa untuk setiap variabel penambahan doping Ag 1%, nilai dari diameter partikel naik seiring dengan naiknya laju alir *carrier gas*. Pada variabel laju alir carrier gas 5 L/menit, diameter rata-rata partikel memiliki nilai terbesar, yaitu 39,65 nm. Diameter rata-rata untuk variabel 3 L/menit lebih kecil dari variabel 5 L/menit, yaitu 37,35 nm, sedangkan variabel 1 L/menit memiliki diameter rata-rata terkecil, yaitu 37,21 nm.

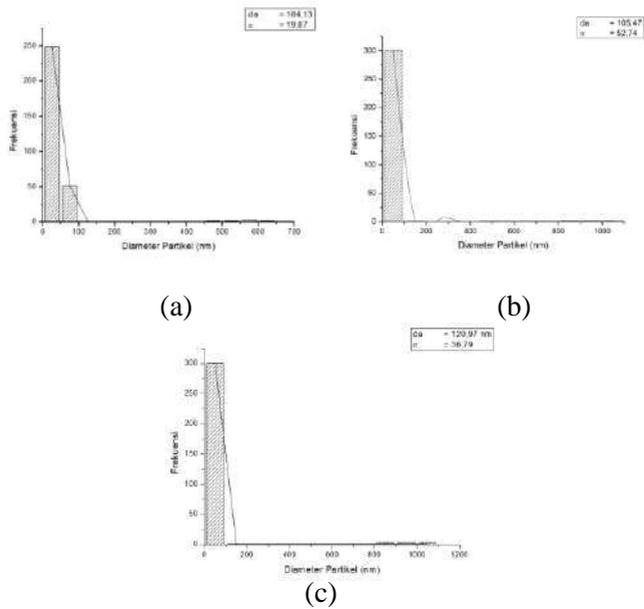
4.3.4 Hasil SEM pada Variabel Penambahan Doping Ag sebesar 10%



Gambar 4.10 Hasil Analisa SEM pada *Sample* 0.1 M ZnO dengan Penambahan Doping Ag sebesar 10% pada Variabel Laju Alir Carrier Gas (a) 1 L/menit (b) 3 L/menit (c) 5 L/menit

Berdasarkan hasil analisa SEM pada Gambar 4.10, diketahui bahwa morfologi partikel Ag/ZnO juga berbentuk *sphere*. Namun bentuk partikel tersebut cenderung tidak beraturan dan bervariasi ukurannya, hal ini dikarenakan adanya kemungkinan terjadi aglomerasi.

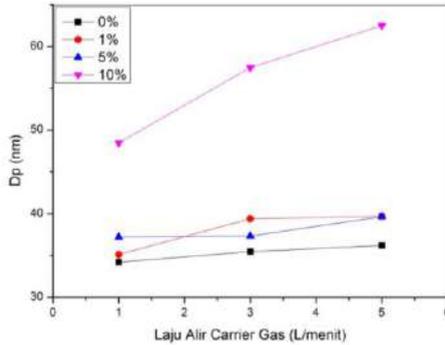
Adapun rata-rata diameter partikel Ag/ZnO dan distribusi ukuran partikel ditampilkan pada Gambar 4.11 di bawah ini.



Gambar 4.11 Grafik Distribusi Partikel pada *Sample* 0.1 M ZnO dengan Penambahan Doping Ag sebesar 10% pada Variabel Laju Alir Carrier Gas (a) 5 L/menit (b) 3 L/menit (c) 1 L/menit

Dari Gambar 4.11, dapat dilihat bahwa untuk setiap variabel penambahan doping Ag 10%, nilai dari diameter partikel naik seiring dengan naiknya laju alir *carrier gas*. Pada variabel laju alir carrier gas 5 L/menit, diameter rata-rata partikel memiliki nilai terbesar, yaitu 62,51 nm. Diameter rata-rata untuk variabel 3 L/menit lebih kecil dari variabel 5 L/menit, yaitu 57,48 nm, sedangkan variabel 1 L/menit memiliki diameter rata-rata terkecil, yaitu 48,46 nm.

Hubungan antara diameter partikel dengan besarnya laju alir *carrier gas* pada setiap variabel penambahan doping Ag dapat dilihat pada Gambar 4.12 di bawah ini :

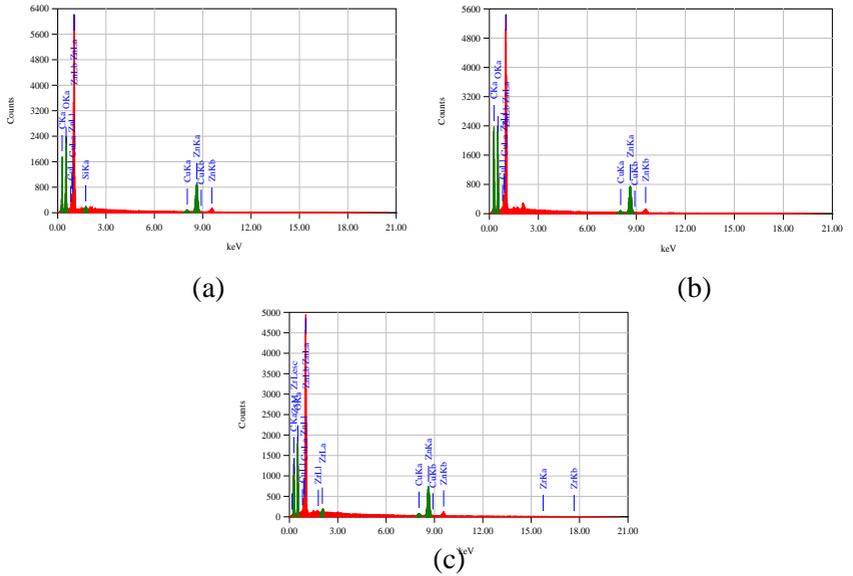


Gambar 4.12 Grafik Hubungan Diameter Partikel terhadap Laju Alir *Carrier Gas*

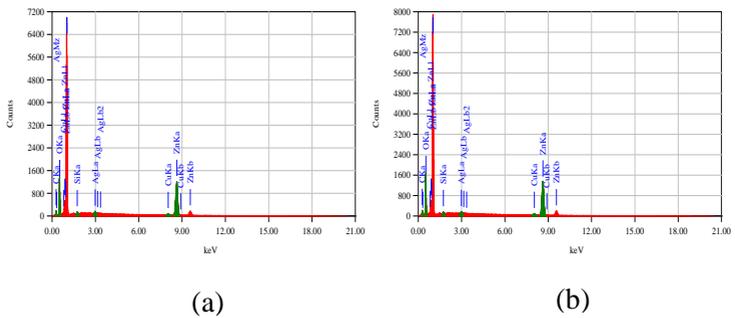
Dari Gambar 4.12, dapat dilihat bahwa untuk setiap variabel penambahan doping Ag, nilai dari diameter partikel naik seiring dengan naiknya laju alir *carrier gas*. Variabel 10% pada laju alir *carrier gas* 5 L/menit memiliki diameter rata-rata terbesar, yaitu sebesar 62,51 nm, sedangkan variabel 0% pada laju alir *carrier gas* 1 L/menit memiliki diameter rata-rata terkecil, yaitu sebesar 34,21 nm.

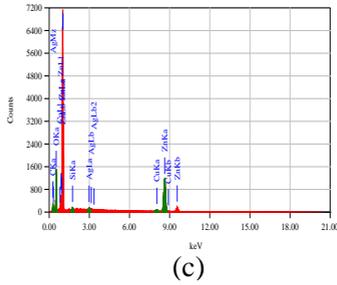
Dari Gambar 4.12 di atas juga dapat diketahui bahwa semakin tinggi doping Ag maka diameter partikel cenderung semakin besar. Hal ini dikarenakan, semakin banyak doping Ag yang ditambahkan, maka kemungkinan terjadinya aglomerasi akan semakin besar. Terjadinya aglomerasi ini dapat mengakibatkan ukuran atau diameter partikel menjadi besar. Hal ini dapat terlihat pada Gambar 4.12, dimana variabel penambahan doping Ag 10% memiliki diameter rata-rata terbesar di antara variabel yang lain pada laju alir *carrier gas* yang sama (Saraswati et al., 2014).

4.4 Analisa EDX

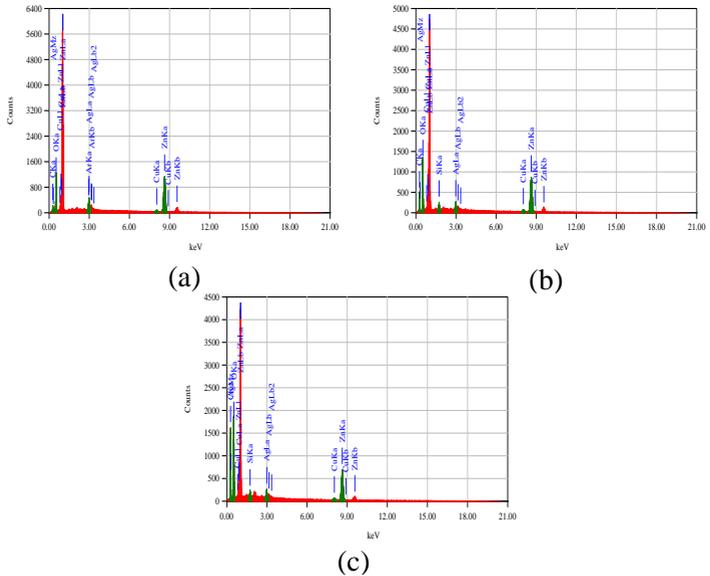


Gambar 4.13. Grafik Spektra EDX dari Ag-ZnO 0% dengan Laju Alir (a). 1 L/menit, (b). 3 L/menit, (c). 5 L/menit

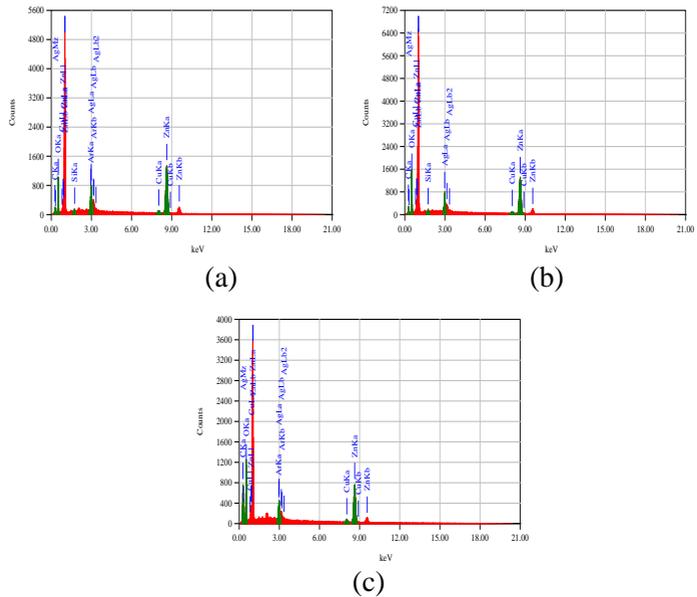




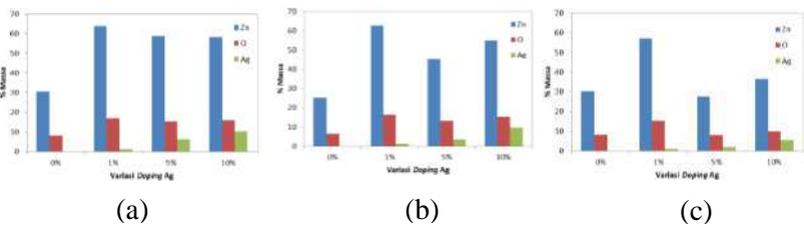
Gambar 4.14 Grafik Spektra EDX dari Ag-ZnO 1% dengan Laju Alir (a). 1 L/menit, (b). 3 L/menit, (c). 5 L/menit



Gambar 4.15 Grafik Spektra EDX dari Ag-ZnO 5% dengan Laju Alir (a). 1 L/menit, (b). 3 L/menit, (c). 5 L/menit



Gambar 4.16 Grafik Spektra EDX dari Ag-ZnO 10% dengan Laju Alir (a). 1 L/menit, (b). 3 L/menit, (c). 5 L/menit



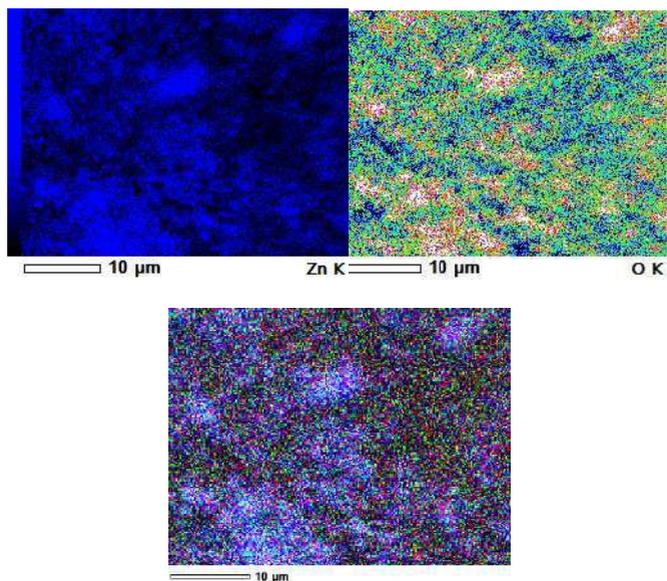
Gambar 4.17. Grafik Persebaran Massa dari Ag-ZnO dengan Berbagai Variasi *doping* pada Laju Alir (a). 1 L/menit, (b). 3 L/menit, (c). 5 L/menit

Dari hasil grafik spektra EDX di atas dapat dilihat adanya *peak* ZnO pada *doping* 0% yang ditunjukkan *peak* pada energi 0.50 keV dan 1.00 keV. Selain itu, terlihat pula adanya *peak* ZnO dan Ag yang terdeteksi pada 1% hingga 10% yang dapat ditunjukkan dengan adanya *peak* pada energi 0.5 keV, 1 keV, serta 3.00 keV sehingga dapat disimpulkan bahwa pembentukan nanokomposit Ag/ZnO berhasil dengan adanya *peak* yang menunjukkan adanya ZnO dan Ag. Adanya *peak* pada energi 3.00 keV menunjukkan terbentuknya partikel Ag. Dapat dilihat pula dari grafik, bahwa semakin besar *doping* yang digunakan, semakin tinggi pula tinggi *peak* Ag, hal ini menunjukkan semakin banyak jumlah partikel Ag yang terbentuk di dalam Ag-ZnO. Hal ini sesuai juga dengan gambar 4.12. Namun pada variabel Ag-ZnO 10% dengan laju alir 1 L/menit memiliki *peak* yang lebih rendah dari laju alir 3 L/menit, hal ini disebabkan partikel yang terbentuk pada variabel Ag-ZnO 10% dengan laju alir 1 L/menit belum terbentuk dengan sempurna. Dari grafik di atas, dapat dilihat pula semakin besar laju alir *carrier gas*, menyebabkan semakin rendah *peak* yang terbentuk. Hal ini menunjukkan bahwa semakin besar laju alir *carrier gas*, partikel yang terbentuk semakin sedikit. Komposisi dari partikel yang terbentuk dapat dilihat pada gambar 4.17. Pada analisa EDX, adanya Ag dapat terdeteksi mulai *doping* 1%, namun pada XRD mulai terlihat pada variabel *doping* 5%, hal ini disebabkan distribusi partikel yang sangat merata dari Ag-ZnO dengan variabel 1%, sehingga adanya Ag yang hanya 1% tidak dapat terdeteksi menggunakan analisa XRD.

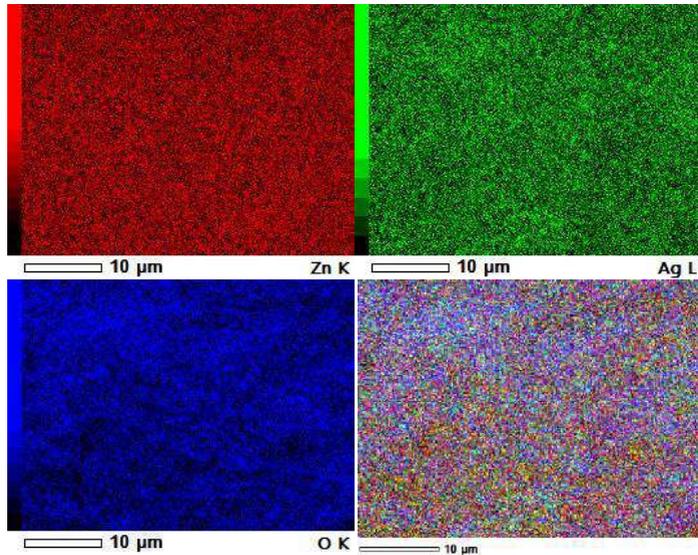
4.5 Analisa Mapping SEM-EDX

Berdasarkan analisa SEM-EDX yang telah dilakukan dapat diketahui morfologi dan komposisi dari partikel, selain itu SEM-EDX juga dapat digunakan untuk membuat elemental *mapping* (pemetaan elemen) dengan jalan memberi warna berbeda-beda dari masing-masing elemen di permukaan bahan, di

bawah ini adalah hasil dari *mapping* dari variabel Ag-ZnO 0% dan Ag-ZnO 5% dengan laju alir yang sama yaitu 1 L/menit :



Gambar 4.18. Persebaran Zn dan O dalam Partikel Ag/ZnO 0% Laju Alir 1 L/menit



Gambar 4.19. Persebaran Zn, O, dan Ag dalam Partikel Ag/ZnO 5% Laju Alir 1 L/menit

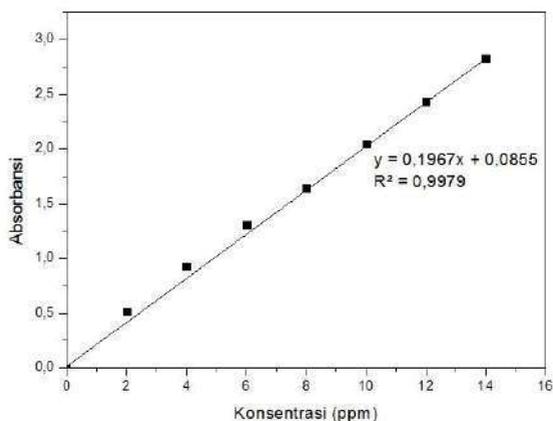
Dari gambar 4.18 dan 4.19 di atas dapat dilihat hasil analisa *mapping* SEM-EDX, pada variabel Ag-ZnO 0% dengan laju alir 1 L/menit dapat terlihat persebaran dari Zn dan O telah merata dengan baik. Namun pada partikel Ag-ZnO 5% dengan laju alir 1 L/menit memiliki persebaran Zn, O serta Ag yang lebih baik.

4.6 Hasil Analisa Fotokatalitik

4.6.1 Kalibrasi *Methylene Blue*

Kalibrasi *methylene blue* dilakukan untuk menemukan kurva standarisasi antara absorbansi dengan konsentrasi dari *methylene blue* sehingga dapat diketahui konsentrasi *methylene blue* pada absorbansi tertentu. Kurva ini digunakan untuk analisa fotokatalitik dalam mendegradasi *methylene blue* oleh Ag-ZnO pada konsentrasi Ag tertentu. Dari penelitian yang telah dilakukan

didapatkan hasil kurva kalibrasi dengan persamaan $y = 0.2053x$ dengan $R^2 = 0.9952$ pada panjang gelombang 665 nm dengan nilai konsentrasi *methylene blue* maksimal adalah sebesar 14 ppm. Berikut ini hasil standarisasi yang ditunjukkan dalam Gambar 4.20.

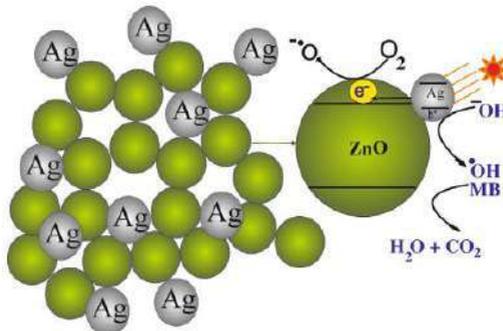
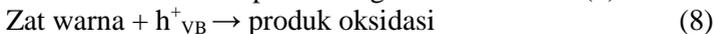
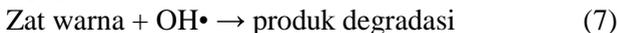
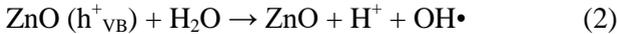
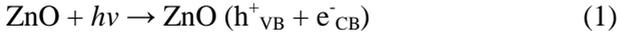


Gambar 4.20 Kurva standarisasi *Methylene Blue*

4.6.2 Analisa Fotokatalitik

Proses fotokatalitik berlangsung melalui fotoinduksi senyawa oksida katalis yang menghasilkan spesies-spesies oksidatif yang mampu mendestruksi zat warna. Reaksi fotokatalitik diaktivasi oleh absorpsi foton dengan level energi yang sama atau lebih tinggi dari energi celah pita (*band-gap*) pada katalis. Reaksi tersebut diinisiasi oleh pemisahan muatan yang dihasilkan oleh promosi elektron (e^-) dari pita valensi ke pita konduksi pada katalis, yang menghasilkan lubang (h^+) pada pita valensi. Elektron yang dihasilkan mampu mereduksi warna atau bereaksi dengan akseptor electron seperti O_2 yang teradsorpsi pada permukaan katalis atau terlarut dalam air, untuk membentuk anion radikal superoksida ($O_2^{\cdot-}$). Lubang yang dihasilkan mampu mengoksidasi molekul organik atau bereaksi dengan OH^- atau H_2O untuk memproduksi OH^{\cdot} . $O_2^{\cdot-}$ dan OH^{\cdot} adalah spesies yang

sangat kuat yang mampu mendegradasi hampir seluruh zat warna metilen blue menjadi produk-produk akhir mineral. Persamaan dibawah ini menggambarkan mekanisme umum dari fotokatalitik.



Gambar 4.21 Mekanisme degradasi *methylene blue*

Pada penelitian ini reaksi fotokatalisis berlangsung dalam sistem heterogen dan laju reaksinya dipengaruhi oleh adsorpsi reaktan pada permukaan katalis ZnO. Kinetika reaksi fotokatalisis mengikuti persamaan Langmuir- Hinshelwood, yaitu:

$$r = \frac{-dC}{dt} = \frac{kr \cdot K \cdot C}{1 + K \cdot C}$$

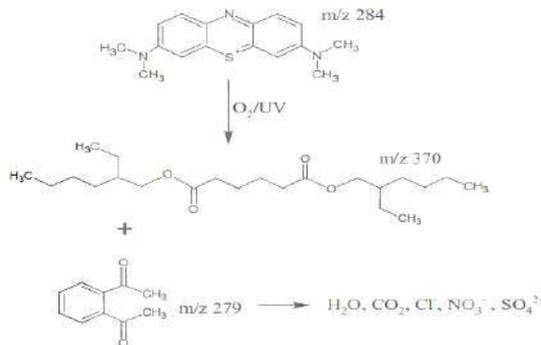
Dimana kr adalah tetapan laju reaksi, K adalah tetapan adsorpsi reaktan dan C adalah konsentrasi reaktan setiap waktu. Untuk dapat menghitung laju reaksi dalam system heterogen, diperlukan nilai tetapan adsorpsi reaktan (K) pada permukaan katalis. Karena

dalam penelitian ini tidak dilakukan percobaan untuk menghitung nilai K, maka perhitungan dilakukan dengan pendekatan sistem homogen. Persamaan laju reaksinya adalah (Atkin, 1990) :

$$r = \frac{-dC}{dt} = k \cdot C^n$$

Dimana k adalah tetapan laju reaksi dan n adalah orde reaksi. Orde reaksi dan tetapan laju reaksi ditentukan dengan mengintegrasikan persamaan laju reaksi menjadi persamaan linier. Reaksi yang terjadi diasumsikan pada kondisi temperatur konstan dan pada kondisi reaksi elementer.

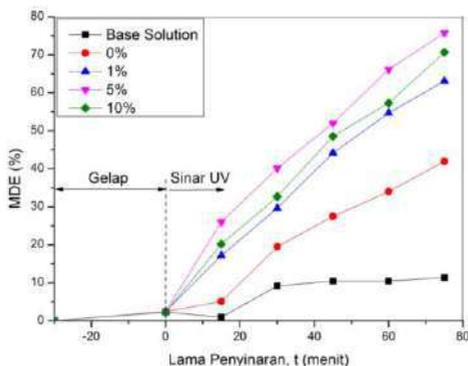
Pada proses fotokatalitik pemilihan material semikonduktor ZnO dikarenakan mampu menyerap kuantum cahaya lebih banyak dan memiliki jarak celah pita yang lebih besar (3,4 eV). Selain itu sumber ion logam Zn^{2+} memiliki kelarutan yang tinggi dan sisa ion O^{2-} akan terdekomposisi dalam proses fotokatalitik. Sedangkan logam Zn dipilih sebagai zat aktif katalis karena katalis tersebut mampu memberikan aktivitas dan selektivitas yang tinggi pada suhu operasi rendah dibandingkan dengan katalis berbasis logam lainnya. Sehingga dalam proses fotokatalitik akan terjadi reaksi heterogen dengan penambahan katalis ZnO kedalam larutan metilen blue, hal ini dapat dilihat dengan adanya endapan dalam larutan metilen blue. Persamaan reaksi degradasi dari pewarna metilen biru secara singkat ditunjukkan pada Gambar 4.22.



Gambar 4.22 Persamaan reaksi degradasi metilen biru

Analisa fotokatalitik dilakukan dalam 1 kondisi yaitu kondisi pada ruangan tertutup dan gelap serta hanya diberikan sinar ultraviolet (UV) sebagai sumber cahaya utamanya. Lampu UV yang digunakan adalah EVACO dengan spesifikasi 220V; 50Hz; T8 10W; 365 nm dengan intensitas maksimal yang diukur dengan lux meter sebesar 1190 lux. Sebelum dilakukan penyinaran dibawah sinar ultraviolet dilakukan pengadukan selama 30 menit yang bertujuan agar terjadi kondisi kesetimbangan (equilibrium adsorpsi-desorpsi). Hasil analisis fotokatalitik dengan menggunakan larutan *methylene blue* selama 75 menit dalam kondisi pengadukan dibawah sinar UV dengan interval pengambilan sampel setiap 15 menit yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh reaksi fotokatalitik dalam mendegradasi larutan organik. Analisa fotokatalitik dilakukan dengan cara menghitung degradasi larutan *methylene blue* dengan asumsi *pseudo-first order* (Liu et al., 2015). Aktifitas fotokatalitik ditentukan dengan cara mengukur *methylene blue degradation efficiency* (MDE) dengan *rate constant* $\ln(C/C_0)$. Hasil dari analisa *methylene blue* pada sinar UV seperti berikut :

4.6.2.1 Pengaruh Variasi Penambahan Doping Ag terhadap Daya Degradasi *Methylene Blue* di bawah Sinar UV pada Variabel Laju Alir *Carrier Gas* sebesar 1 L/min



Gambar 4.23 Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada *Methylene Blue* terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Variabel Penambahan Doping Ag pada Variabel Laju Alir *Carrier Gas* 1 L/menit

Dari hasil uji fotokatalitik yang telah dilakukan di bawah radiasi sinar UV, didapatkan hasil nilai degradasi *methylene blue* pada setiap interval waktu (15 menit selama 75 menit) pada variabel laju alir *carrier gas* sebesar 1 L/menit yang diplot seperti pada Gambar 4.23. Pada gambar tersebut, dapat dilihat bahwa nilai degradasi *methylene blue* terbesar dapat dicapai pada variabel penambahan Ag 5%, yaitu sebesar 75,76%, sedangkan pada variabel yang lain, daya degradasi dari yang terbesar ke yang terkecil selanjutnya yaitu variabel 10%, 1%, 0%, dan *base solution*. Variabel 5% dapat mendegradasi *methylene blue* lebih baik daripada variabel 10% yang hanya dapat mendegradasi sebesar 70,65%. Hal ini dikarenakan oleh 2 hal: (1) Banyaknya partikel Ag dapat menutupi permukaan dari fotokatalis Ag/ZnO, dimana dengan tertutupnya permukaan fotokatalis ini dapat menghalangi masuknya energi foton dari sinar UV, sehingga

proses fotokatalitik berjalan kurang maksimal. (2) Banyaknya partikel Ag ini juga dapat mengakibatkan menurunnya pembentukan ion radikal, sehingga proses degradasi *methylene blue* menjadi menurun. Hal ini dikarenakan tertutupnya permukaan aktif dari fotokatalis, sehingga kemungkinan terjadinya kontak antara fotokatalis dengan zat organik akan menurun dikarenakan luas kontak pada fotokatalis yang kecil (Yang, 2011).

Pada variabel 1%, nilai degradasi *methylene blue* hanya sebesar 63,09 %, lebih rendah daripada variabel 10%. Hal ini dikarenakan kurangnya penambahan doping Ag, sehingga proses fotokatalitik kurang maksimal. Untuk variabel 0% atau ZnO murni, dimana larutan *methylene blue* didegradasi dibawah sinar UV dengan fotokatalis ZnO tanpa doping Ag, didapat hasil degradasi *methylene blue* yang lebih rendah dari variabel 1%, yaitu 41,91%. Hal ini dikarenakan tidak adanya doping Ag yang berfungsi sebagai aseptor elektron menyebabkan terjadinya rekombinasi dari elektron yang bermuatan negatif (-) ke *hole* yang bermuatan positif (+), sehingga produksi ion radikal menjadi menurun. Degradasi pada *base solution*, yaitu degradasi tanpa adanya bantuan dari fotokatalis, menunjukkan hasil yang terendah, yaitu 11,4%. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan fotokatalis dapat meningkatkan daya degradasi *methylene blue* dibantu dengan radiasi dari sinar UV. Dari Gambar 4.16 juga dapat disimpulkan bahwa variabel penambahan doping Ag yang paling optimum adalah variabel 5%.

Peran Ag dalam proses degradasi zat warna menggunakan fotokatalis nanopartikel sangatlah penting. Saat fotokatalis nanopartikel menerima energi dalam bentuk foton dari sebuah sumber energi atau sinar, dimana energi ini lebih besar dari band gap partikel tersebut, maka elektron di dalam partikel tersebut akan tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi. Tereksitasinya elektron ini akan meninggalkan lubang atau *hole* yang bermuatan positif di pita valensi. Air (H_2O) di dalam limbah atau larutan zat warna dapat terdegradasi menjadi hidroksil

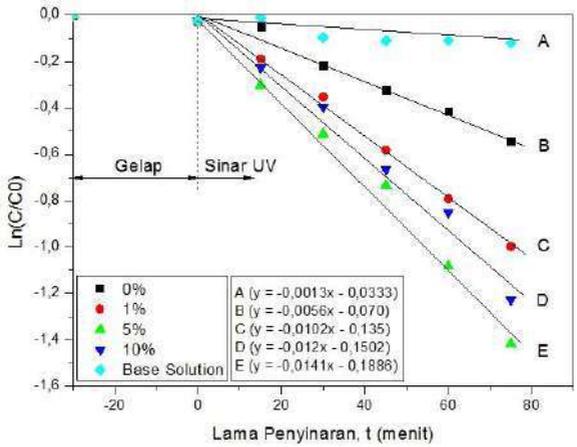
radikal (OH^*) saat bereaksi dengan *hole*, sedangkan elektron pada pita konduksi dapat mengubah oksigen terlarut menjadi oksigen radikal (O^*), dimana ion-ion radikal inilah yang dapat mendegradasi zat warna menjadi zat-zat yang tidak berbahaya, seperti air dan karbon dioksida (CO_2). Akan tetapi, apabila elektron terus menerus tereksitasi dan terakumulasi di pita konduksi, maka suatu ketika elektron pada pita konduksi akan memasuki kondisi jenuh, sehingga elektron ini akan kembali ke pita valensi dan menutup *hole*, dimana peristiwa ini disebut rekombinasi. Rekombinasi ini dapat menyebabkan *hole* yang terbentuk tidak maksimal sehingga ion radikal yang terbentuk akan menurun diikuti dengan menurunnya efisiensi degradasi zat warna. Untuk mencegah rekombinasi, digunakan logam mulia sebagai doping, dalam penelitian ini Ag, dimana Ag akan berperan sebagai anseptor elektron pada pita konduksi, sehingga elektron tidak akan terakumulasi dan rekombinasi dapat dihindari. Ag dapat berfungsi sebagai anseptor elektron karena muatannya yang positif dapat menarik elektron yang bermuatan negatif. (Abdullah et al., 2009)

Dari Gambar 4.23 juga dilihat bahwa daya degradasi *methylene blue* di bawah sinar UV meningkat seiring lamanya waktu penyinaran, dimana nilai degradasi pada *methylene blue* terjadi saat lama penyinaran sebesar 75 menit.

Pengukuran absorbansi saat uji fotokatalitik dilakukan mulai sebelum dilakukan pengadukan di ruang gelap, seperti yang terlihat pada Gambar 4.23. Menit ke (-30) merupakan saat sebelum dilakukan pengadukan di ruang gelap tanpa penyinaran sinar UV. Di menit ke (-30) ini absorbansi larutan mulai dihitung. Menit 0 merupakan waktu selesainya pengadukan di ruang gelap, dilanjutkan dengan penyinaran larutan *methylene blue* menggunakan sinar UV. Tujuan dilakukan pengadukan selama 30 menit ini adalah agar larutan *methylene blue* dan fotokatalis yang telah ditambahkan mencapai kesetimbangan adsorpsi dan desorpsi (Yang, 2011). Dari Gambar 4.16, dapat dilihat bahwa perubahan nilai degradasi dari $t = (-30)$ menit ke $t = 0$ menit tidak

terlalu signifikan, hanya sekitar 2%. Hal ini mengindikasikan bahwa degradasi pada larutan *methylene blue* bukan dikarenakan efek dari adsorpsi atau desorpsi dari fotokatalis terhadap larutan *methylene blue*, melainkan dari efek fotokatalis itu sendiri.

Daya degradasi pada larutan base tidak bernilai 0 dikarenakan degradasi di bawa hsiar UV tetap terjadi, akan tetapi degradasi yang yang berlasung tidak cepat atau optimum dikarenakan tidak adanya penambahan katalis.



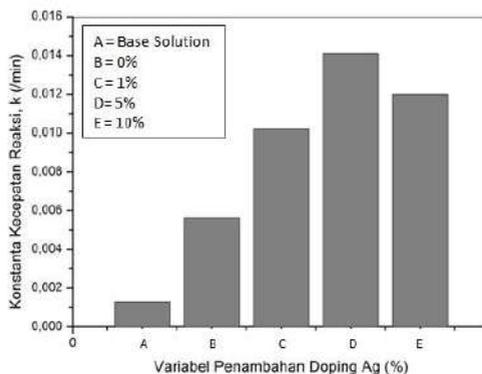
Gambar 4.24 Grafik Hubungan Nilai $\ln(C/C_0)$ terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Variabel Penambahan Doping Ag pada Variabel Laju Alir *Carrier Gas* 1 L/menit

Gambar 4.24 merupakan grafik hubungan $\ln(C/C_0)$ dengan waktu penyinaran sinar UV pada variabel laju alir *carrier gas* 1 L/min. Grafik ini dibuat berdasarkan reaksi *pseudo first order*, dimana pada reaksi orde 1 ini, $C = C_0^{-kt}$, sehingga $\ln(C/C_0) = -kt$. Setelah diplot dengan $\ln(C/C_0)$ sebagai absis dan t (waktu) sebagai ordinat, didapatkan nilai k (konstanta kecepatan reaksi) sebagai *slope*. C_0 sendiri merupakan konsentrasi larutan *methylene blue* pada saat t_0 dan C merupakan konsentrasi larutan

methylene blue pada saat t_n . Orde 1 dipilih dikarenakan setelah dilakukan *plotting* berdasarkan orde 1, 2, dan 3, orde 1 menghasilkan grafik yang cenderung lebih lurus dibandingkan orde 2 dan 3, sehingga asumsi bahwa reaksi yang terjadi merupakan reaksi orde 1 dapat diterima.

Dari Gambar 4.24, dapat dilihat bahwa nilai $\ln(C/C_0)$ menurun seiring dengan lamanya waktu penyinaran. Dari Gambar 4.24 juga dapat diamati bahwa pada variabel penambahan doping Ag, didapatkan nilai $\ln(C/C_0)$ terkecil yaitu variabel 5%, lalu nilainya bertambah dari variabel 10%, 1%, 0%, dan *base solution*.

Gambar 4.25 di bawah ini merupakan grafik nilai konstanta kecepatan reaksi, k (menit^{-1}) untuk setiap variabel penambahan doping Ag pada variabel laju alir *carrier gas* 1 L/menit.

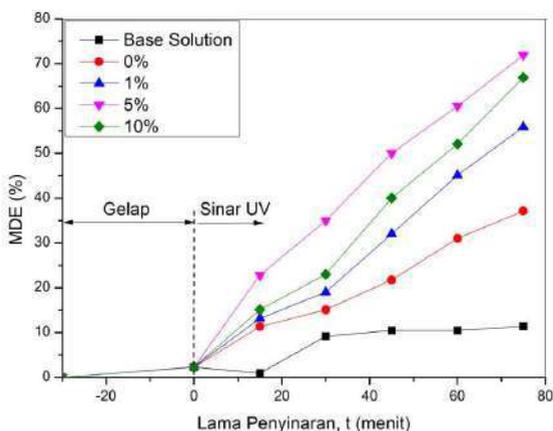


Gambar 4.25 Grafik Nilai Konstanta Kecepatan Reaksi, k (menit^{-1}) untuk setiap Variabel Penambahan Doping Ag pada Variabel Laju Alir *Carrier Gas* 1 L/menit

Nilai konstanta reaksi yang besar menggambarkan kecepatan reaksi yang besar juga, dimana pada Gambar, dapat dilihat bahwa nilai konstanta kecepatan reaksi terbesar (k) adalah pada variabel 5%, yaitu 0,0141/menit. Nilai konstanta reaksi untuk variabel *base solution*, 0%, 1%, dan 10% berturut-turut yaitu 0,0013/menit; 0,0056/menit; 0,0102/menit; dan 0,012/menit.

Semakin cepat reaksi, itu artinya bahwa semakin cepat pula produksi ion radikal, dimana ion radikal ini dapat mendegradasi zat warna (*methylene blue*) dengan cepat. Pada variabel 5% dengan konstanta laju reaksi yang paling besar, Ag yang ter-doping pada permukaan ZnO menangkap elektron, sehingga rekombinasi pada *hole* dapat dihindari. Pada pita konduksi akan terbentuk oksigen radikal dan pada *hole* akan terbentuk hidroksil radikal, dimana ion-ion radikal ini terbentuk dalam laju yang cepat dikarenakan konsentrasi doping Ag yang optimum.

4.6.2.2 Pengaruh Variasi Penambahan Doping Ag terhadap Daya Degradasi *Methylene Blue* di bawah Sinar UV pada Variabel Laju Alir *Carrier Gas* sebesar 3 L/menit

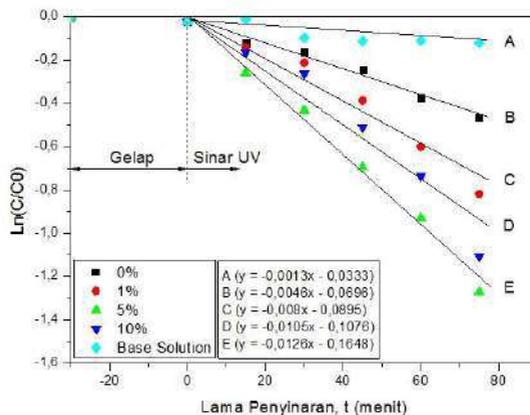


Gambar 4.26 Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada *Methylene Blue* terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Variabel Penambahan Doping Ag pada Variabel Laju Alir *Carrier Gas* 3 L/menit

Gambar 4.26, dapat dilihat bahwa nilai degradasi *methylene blue* terbesar juga dapat dicapai pada variabel

penambahan Ag 5%, yaitu sebesar 71,92%, sedangkan pada variabel daya degradasi dari yang terbesar ke yang terkecil selanjutnya yaitu variabel 10%, 1%, ZnO murni, dan *base solution*. Seperti halnya pada Gambar 4.23 pada variabel laju alir *carrier gas* 1L/menit, variabel 5% dapat mendegradasi *methylene blue* lebih baik daripada variabel 10% yang hanya dapat mendegradasi sebesar 66,92%. Dalam hal ini dapat dikatakan juga bahwa variabel penambahan doping Ag 5% juga menjadi variabel yang paling optimum.

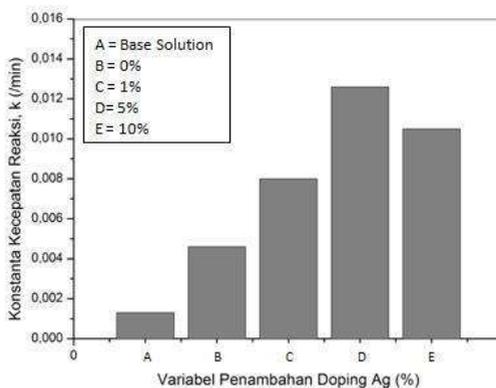
Pada variabel 1%, nilai degradasi *methylene blue* hanya sebesar 55,87 %, lebih rendah daripada variabel 10%. Untuk variabel ZnO murni, dimana larutan *methylene blue* didegradasi dibawah sinar UV dengan fotokatalis ZnO tanpa doping Ag, didapat hasil degradasi *methylene blue* yang lebih rendah dari variabel 1%, yaitu 36,89%. Degradasi pada *base solution*, yaitu degradasi tanpa adanya bantuan dari fotokatalis, menunjukkan hasil yang terendah, yaitu 11,4%.



Gambar 4.27 Grafik Hubungan Nilai $\ln(C/C_0)$ terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Variabel Penambahan Doping Ag pada Variabel Laju Alir *Carrier Gas* 3 L/menit

Dari Gambar 4.27, dapat dilihat bahwa nilai $\ln(C/C_0)$ menurun seiring dengan lamanya waktu penyinaran. Dari Gambar 4.27 juga dapat diamati bahwa pada variabel penambahan doping Ag, didapatkan nilai $\ln(C/C_0)$ terkecil yaitu pada variabel 5%, lalu nilainya bertambah dari variabel 10%, 1%, ZnO murni, dan *base solution*.

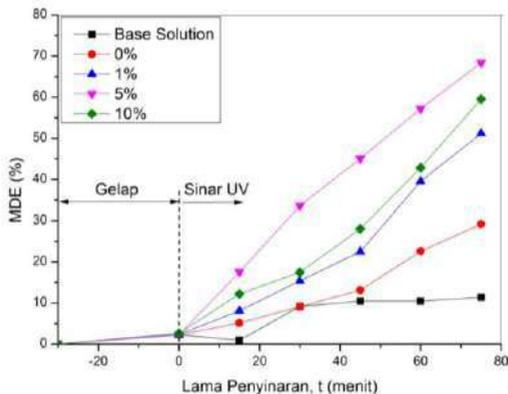
Gambar 4.28 di bawah ini merupakan grafik nilai konstanta kecepatan reaksi, k (menit^{-1}) untuk setiap variabel penambahan doping Ag pada variabel laju alir *carrier gas* 3 L/menit.



Gambar 4.28 Grafik Nilai Konstanta Kecepatan Reaksi, k (menit^{-1}) untuk setiap Variabel Penambahan Doping Ag pada Variabel Laju Alir *Carrier Gas* 3 L/menit

Nilai konstanta reaksi yang besar menggambarkan kecepatan reaksi yang besar juga, dimana pada Gambar, dapat dilihat bahwa nilai konstanta kecepatan reaksi terbesar (k) adalah pada variabel 5%, yaitu 0,0126/menit. Nilai konstanta kecepatan reaksi untuk variabel *base solution*, 0%, 1%, dan 10% berturut-turut yaitu berturut-turut yaitu 0,0013/menit; 0,0046/menit; 0,008/menit; dan 0,0105/menit.

4.6.2.3 Pengaruh Variasi Penambahan Doping Ag terhadap Daya Degradasi *Methylene blue* di bawah Sinar UV pada Variabel Laju Alir *Carrier Gas* sebesar 5 L/menit

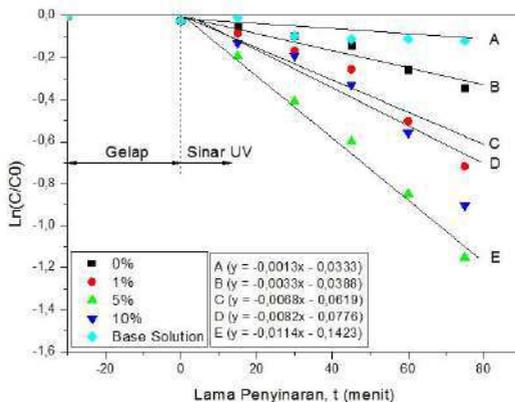


Gambar 4.29 Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada *Methylene Blue* terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Variabel Penambahan Doping Ag pada Variabel Laju Alir *Carrier Gas* 5 L/menit

Gambar 4.29, dapat dilihat bahwa nilai degradasi *methylene blue* terbesar juga dapat dicapai pada variabel penambahan Ag 5%, yaitu sebesar 68,37%, sedangkan pada variabel daya degradasi dari yang terbesar ke yang terkecil selanjutnya yaitu variabel 10%, 1%, ZnO murni, dan *base solution*. Seperti halnya pada Gambar 4.23 pada variabel laju alir *carrier gas* 1L/menit, variabel 5% dapat mendegradasi *methylene blue* lebih baik daripada variabel 10% yang hanya dapat mendegradasi sebesar 59,51%. Dalam hal ini dapat dikatakan juga bahwa variabel penambahan doping Ag 5% juga menjadi variabel yang paling optimum.

Pada variabel 1%, nilai degradasi *methylene blue* hanya sebesar 59,19 %, lebih rendah daripada variabel 10%. Untuk variabel ZnO murni, dimana larutan *methylene blue* didegradasi

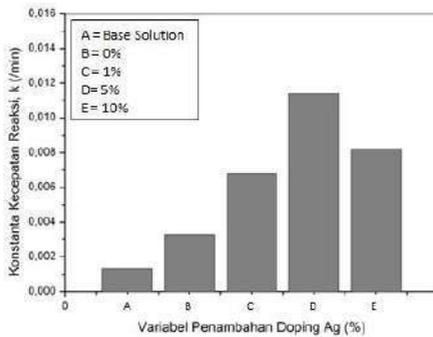
dibawah sinar UV dengan fotokatalis ZnO tanpa doping Ag, didapatkan hasil degradasi *methylene blue* yang lebih rendah dari variabel 1%, yaitu 29,18%. Degradasi pada *base solution*, yaitu degradasi tanpa adanya bantuan dari fotokatalis, menunjukkan hasil yang terendah, yaitu 11,4%.



Gambar 4.30 Grafik Hubungan Nilai ($\ln(C/C_0)$) terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Variabel Penambahan Doping Ag pada Variabel Laju Alir *Carrier Gas* 5 L/menit

Dari Gambar 4.30, dapat dilihat bahwa nilai $\ln(C/C_0)$ menurun seiring dengan lamanya waktu penyinaran. Dari Gambar 4.30 juga dapat diamati bahwa pada variabel penambahan doping Ag, didapatkan nilai $\ln(C/C_0)$ terkecil yaitu pada variabel 5%, lalu nilainya bertambah dari variabel 10%, 1%, ZnO murni, dan *base solution*.

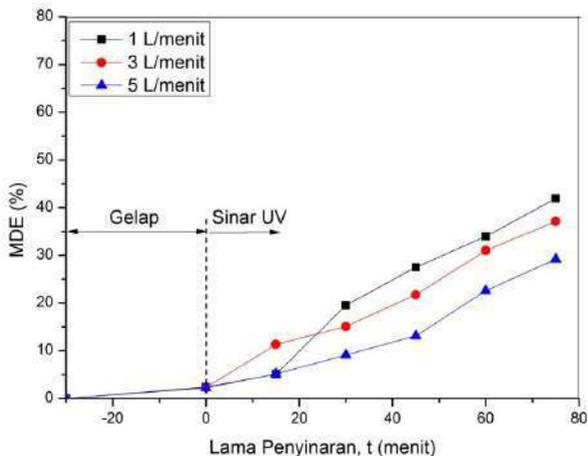
Gambar 4.31 di bawah ini merupakan grafik nilai konstanta kecepatan reaksi, k (menit^{-1}) untuk setiap variabel penambahan doping Ag pada variabel laju alir *carrier gas* 5 L/menit.



Gambar 4.31 Grafik Nilai Konstanta Kecepatan Reaksi, k (menit^{-1}) untuk setiap Variabel Penambahan Doping Ag pada Variabel Laju Alir *Carrier Gas* 5 L/menit

Nilai konstanta reaksi yang besar menggambarkan kecepatan reaksi yang besar juga, dimana pada Gambar, dapat dilihat bahwa nilai konstanta kecepatan reaksi terbesar (k) adalah pada variabel 5%, yaitu 0,0114/menit. Nilai konstanta kecepatan reaksi untuk variabel *base solution*, 0%, 1%, dan 10% berturut-turut yaitu 0,0013/menit; 0,0033/menit; 0,0068/menit; dan 0,0082/menit.

4.6.2.4 Pengaruh Laju Alir *Carrier Gas* terhadap Daya Degradasi *Methylene Blue* pada Variabel Penambahan Doping Ag sebesar 0%



Gambar 4.32 Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada *Methylene Blue* terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Laju Alir *Carrier Gas* pada Variabel Penambahan Doping Ag 0%

Gambar 4.32 merupakan grafik hubungan antara daya degradasi pada *methylene blue* terhadap lama waktu penyinaran UV pada variabel penambahan doping Ag sebesar 0% dengan variasi laju *carrier gas* sebesar 1 L/menit, 3 L/menit, dan 5 L/menit. Dari Gambar 4.35 dapat diamati bahwa daya degradasi pada larutan *methylene blue* naik seiring dengan lamanya penyinaran. Daya degradasi tertinggi terjadi saat laju alir *carrier gas* 1 L/menit, yaitu sebesar 41,92%. Daya degradasi pada variabel laju alir *carrier gas* 3 L/menit lebih rendah dari variabel 1 L/menit, yaitu sebesar 37,13%. Sedangkan variabel laju alir *carrier gas* 5 L/menit memiliki daya degradasi pada *methylene blue* yang paling rendah, yaitu hanya sebesar 29,18%.

Perbedaan daya degradasi pada variabel laju alir *carrier gas* ini, dimana laju alir *carrier gas* 1 L/menit menghasilkan daya degradasi yang paling tinggi, disebabkan oleh perbedaan waktu tinggal reaktan dalam reaktor. Reaktan di sini merupakan larutan prekursor yang mengalami reaksi pirolisis di dalam reaktor. Dengan mengetahui volume dari reaktor, waktu tinggal dapat diketahui pada setiap variabel. Tabel 4.2 dibawah ini merupakan dimensi dari reaktor yang digunakan.

Tabel 4.2 Dimensi Reaktor *Flame Pyrolysis*

Tinggi (dm)	7,5
Diameter dalam (dm)	1,05
Volume (L)	6,491

Dengan menggunakan persamaan $t = V/v$, dimana t adalah waktu tinggal, V adalah volume reaktor, dan v adalah laju alir *carrier gas*, waktu tinggal untuk setiap variabel dapat dihitung seperti yang telah disajikan dalam Tabel 4.3 dibawah ini.

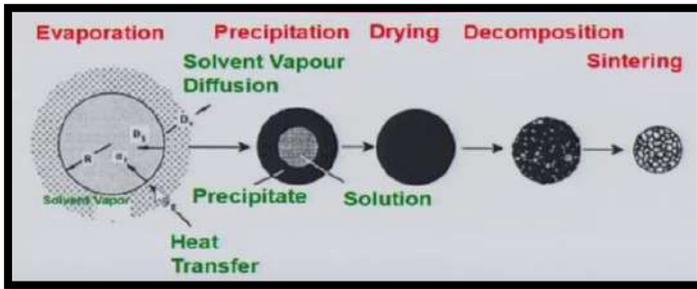
Tabel 4.3 Waktu Tinggal pada setiap Variabel Laju Alir *Carrier Gas*

Laju Alir (L/min)	Waktu Tinggal (menit)
1	6,49096875
3	2,16365625
5	1,29819375

Dari Tabel 4.3, dapat terlihat bahwa semakin tinggi laju alir *carrier gas*, maka waktu tinggal di dalam reaktor akan semakin rendah. Laju alir 1 L/menit menunjukkan waktu tinggal yang terlama, yaitu 6,49 menit. Besarnya degradasi *methylene blue* berhubungan dengan waktu tinggal di dalam reaktor, dimana semakin lama waktu tinggal, artinya reaksi pirolisis yang berjalan

akan semakin lama dan optimal, sehingga ukuran partikel yang terbentuk semakin kecil dalam ukuran nanometer. Apabila waktu tinggal terlalu cepat, maka reaksi pirolisis yang berjalan kurang optimal, sehingga dikhawatirkan ada partikel Ag/ZnO yang belum berukuran nanometer dan juga aglomerasi partikel dapat terjadi dikarenakan lama reaksi yang kurang optimal. Semakin cepatnya waktu tinggal di dalam reaktor juga dapat mengakibatkan transfer panas dari sumber api ke reaktan tidak merata, sehingga energi panas yang dibutuhkan reaksi pirolisis agar larutan prekursor terdekomposisi menjadi nanopartikel tidak tercukupi. (Abdullah, 2018).

Adapun mekanisme pembentukan nanopartikel adalah seperti pada gambar di bawah ini.



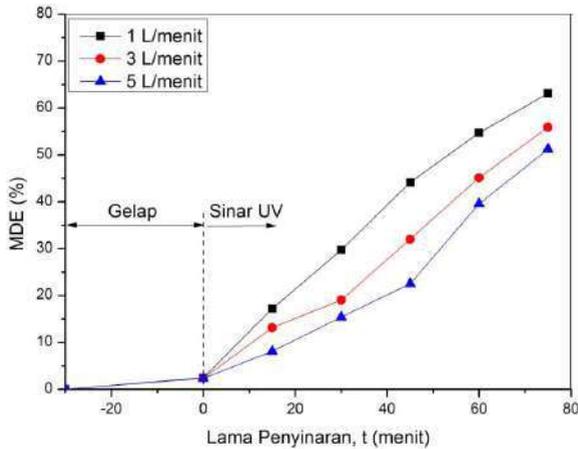
Gambar 4.33 Mekanisme Pembentukan Nanopartikel (Messing et al, 1993)

Droplet yang terbentuk oleh *nebulizer* akan menerima energi panas, dimana pelarut akan menguap dengan cepat dan partikel di dalam droplet akan mengalami presipitasi. Lalu nanopartikel yang telah mengalami presipitasi akan dikeringkan lebih lanjut untuk selanjutnya mengalami dekomposisi menjadi nanopartikel yang berukuran lebih kecil. Selanjutnya, nanopartikel ini akan mengalami sintering, dimana pada proses ini densitas nanopartikel akan meningkat dikarenakan tingginya panas yang diberikan di dalam reaktor, sehingga ukuran nanopartikel akan menjadi lebih kecil lagi. Pada hasil penelitian ini, semakin lama waktu tinggal reaktan di dalam reaktor, maka

proses sintering yang berjalan kurang optimal dikarenakan heat transfer yang kurang optimal pula, sehingga semakin cepat laju alir *carrier gas*, maka ukuran nanopartikel yang terbentuk akan semakin besar.

Semakin rendah laju alir *carrier gas*, maka ukuran diameter partikel akan semakin kecil. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 4.5, 4.7, 4.9, dan 4.11, dimana untuk setaip variabel penambahan doping Ag, nilai dari diameter partikel turun seiring dengan turunnya laju alir *carrier gas*. Partikel berdiameter kecil ini memiliki luas kontak permukaan yang besar, sehingga efisiensi dalam proses degradasi *methylene blue* akan meningkat. Oleh karena itu, untuk setiap variabel penambahan doping Ag, laju alir *carrier gas* 1 L/menit dapat mendegradasi *methylene* dalam nilai yang paling tinggi, diikuti oleh laju alir 3 L/menit dan 5 L/menit, seperti yang terlihat pada Gambar 4.32.

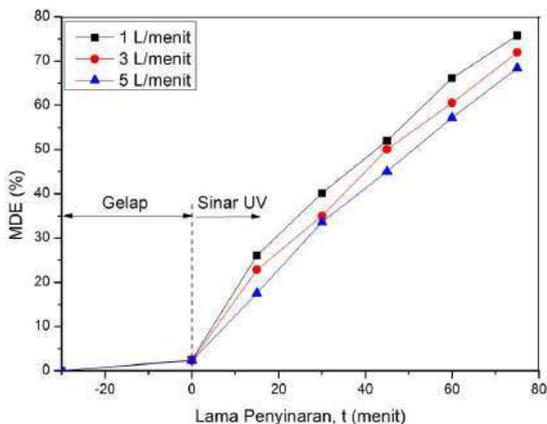
4.6.2.5 Pengaruh Laju Alir *Carrier Gas* terhadap Daya Degradasi *Methylene Blue* pada Variabel Penambahan Doping Ag sebesar 1%



Gambar 4.34 Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada *Methylene Blue* terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Laju Alir *Carrier Gas* pada Variabel Penambahan Doping Ag 1%

Gambar 4.34 merupakan grafik hubungan antara daya degradasi pada *methylene blue* terhadap lama waktu penyinaran UV pada variabel penambahan doping Ag sebesar 1% dengan variasi laju *carrier gas* sebesar 1 L/menit, 3 L/menit, dan 5 L/menit. Dari Gambar 4.34 dapat diamati bahwa daya degradasi pada larutan *methylene blue* naik seiring dengan lamanya penyinaran. Daya degradasi tertinggi terjadi saat laju alir *carrier gas* 1 L/menit, yaitu sebesar 63,09%. Daya degradasi pada variabel laju alir *carrier gas* 3 L/menit lebih rendah dari variabel 1 L/menit, yaitu sebesar 55,87%. Sedangkan variabel laju alir *carrier gas* 5 L/menit memiliki daya degradasi pada *methylene blue* yang paling rendah, yaitu hanya sebesar 51,19%.

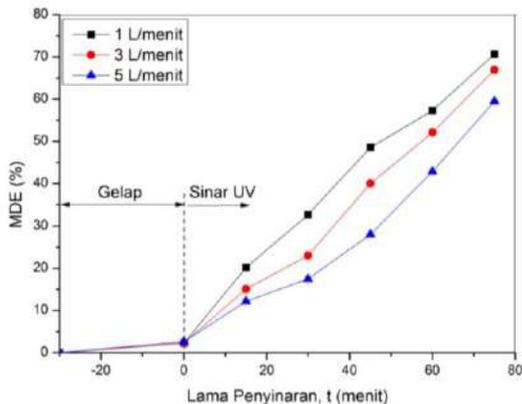
4.6.2.6 Pengaruh Laju Alir *Carrier Gas* terhadap Daya Degradasi *Methylene Blue* pada Variabel Penambahan Doping Ag sebesar 5%



Gambar 4.35 Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada *Methylene Blue* terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Laju Alir *Carrier Gas* pada Variabel Penambahan Doping Ag 5%

Gambar 4.35 merupakan grafik hubungan antara daya degradasi pada *methylene blue* terhadap lama waktu penyinaran UV pada variabel penambahan doping Ag sebesar 5% dengan variasi laju *carrier gas* sebesar 1 L/menit, 3 L/menit, dan 5 L/menit. Dari Gambar 4.35 dapat diamati bahwa daya degradasi pada larutan *methylene blue* naik seiring dengan lamanya penyinaran. Daya degradasi tertinggi terjadi saat laju alir *carrier gas* 1 L/menit, yaitu sebesar 75,76%. Daya degradasi pada variabel laju alir *carrier gas* 3 L/menit lebih rendah dari variabel 1 L/menit, yaitu sebesar 71,92%. Sedangkan variabel laju alir *carrier gas* 5 L/menit memiliki daya degradasi pada *methylene blue* yang paling rendah, yaitu hanya sebesar 68,37%.

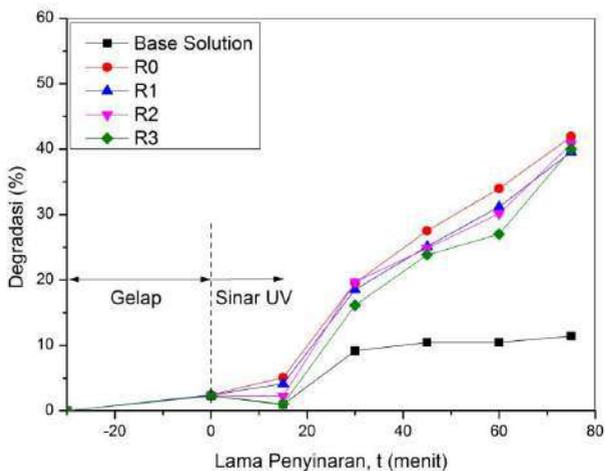
4.6.2.7 Pengaruh Laju Alir *Carrier Gas* terhadap Daya Degradasi *Methylene Blue* pada Variabel Penambahan Doping Ag sebesar 10%



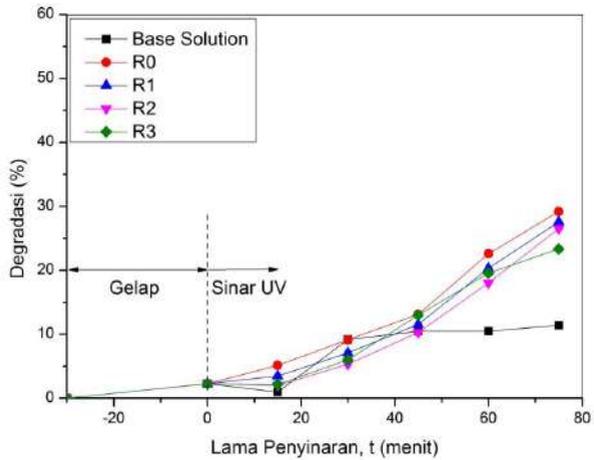
Gambar 4.36 Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada *Methylene Blue* terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap Laju Alir *Carrier Gas* pada Variabel Penambahan Doping Ag 10%

Gambar 4.36 merupakan grafik hubungan antara daya degradasi pada *methylene blue* terhadap lama waktu penyinaran UV pada variabel penambahan doping Ag sebesar 10% dengan variasi laju *carrier gas* sebesar 1 L/menit, 3 L/menit, dan 5 L/menit. Dari Gambar 4.36 dapat diamati bahwa daya degradasi pada larutan *methylene blue* naik seiring dengan lamanya penyinaran. Daya degradasi tertinggi terjadi saat laju alir *carrier gas* 1 L/menit, yaitu sebesar 70,65%. Daya degradasi pada variabel laju alir *carrier gas* 3 L/menit lebih rendah dari variabel 1 L/menit, yaitu sebesar 66,92%. Sedangkan variabel laju alir *carrier gas* 5 L/menit memiliki daya degradasi pada *methylene blue* yang paling rendah, yaitu hanya sebesar 59,51%.

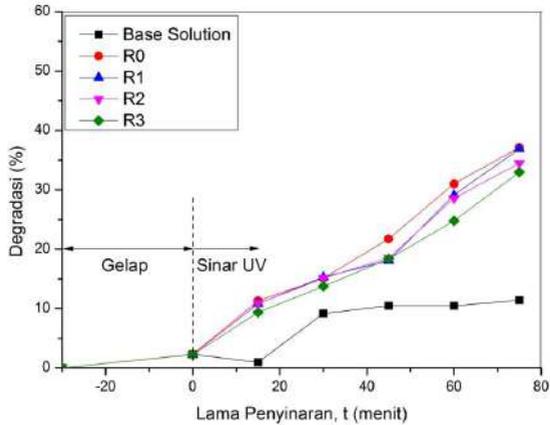
4.6.2.8 Pengaruh *Recycle* Fotokatalis terhadap Degradasi *Methylene Blue* di bawah Radiasi Sinar UV pada Variabel Penambahan Doping Ag 0%



Gambar 4.37 Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada *Methylene Blue* terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap *Recycle* pada Variabel Penambahan Doping Ag 0% & Laju Alir *Carrier Gas* 1 L/menit



Gambar 4.38. Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada *Methylene Blue* terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap *Recycle* pada Variabel Penambahan Doping Ag 0% & Laju Alir *Carrier Gas* 3 L/menit



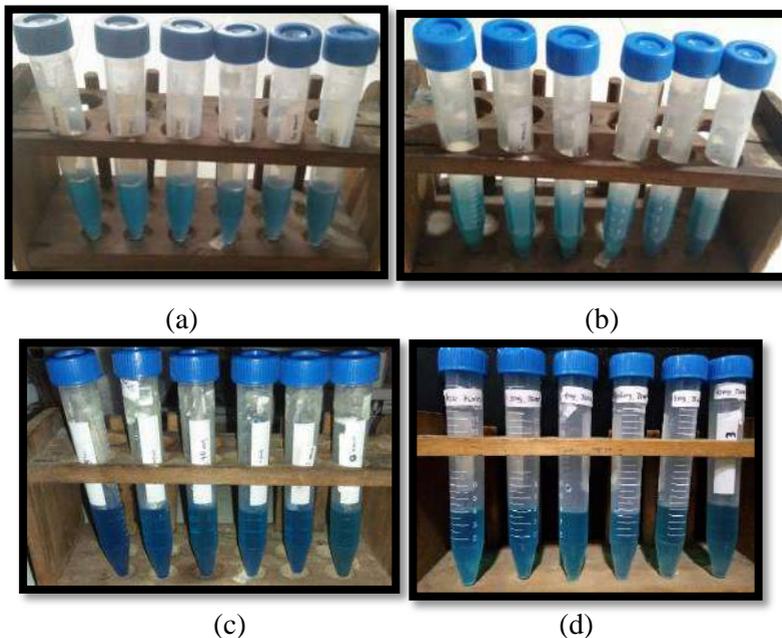
Gambar 4.39. Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada *Methylene Blue* terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap *Recycle* pada Variabel Penambahan Doping Ag 0% & Laju Alir *Carrier Gas* 5 L/menit

Gambar 4.37, 4.38, dan 4.39 di atas merupakan grafik hubungan antara daya degradasi *methylene blue* terhadap lama penyinaran UV pada variabel banyaknya *recycle* pada variabel doping Ag 0%. *Recycle* fotokatalis ini dilakukan untuk mengetahui apakah fotokatalis dapat digunakan untuk mendegradasi *methylene blue* berkali-kali atau tidak. *Recycle* yang telah dilakukan adalah sebanyak 3 kali. Untuk setiap variabel *recycle* dilakukan uji fotokatalisis yang sama dengan saat fotokatalis belum *directed*.

Pada Gambar 4.37 hingga 4.39, dapat dilihat bahwa daya degradasi dari recycle 1, 2, dan 3 cenderung sama pada variabel doping Ag 0% dengan laju alir *carrier gas* 1 L/menit, 3 L/menit, serta 5 L/menit. Akan tetapi, walaupun cenderung sama, ada sedikit penurunan daya degradasi walaupun tidak signifikan. Hal ini mungkin dikarenakan kurang maksimalnya proses pencucian pada metode *recycle*, sehingga masih ada *methylene blue* yang

tertinggal di fotokatalis. *Methylene blue* pada fotokatalis ini dapat menghambat energi foton dari sinar UV yang masuk ke dalam partikel, sehingga proses eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi akan terhambat. Hal ini mengakibatkan produksi ion radikal menjadi sedikit menurun, sehingga daya degradasi juga akan menurun.

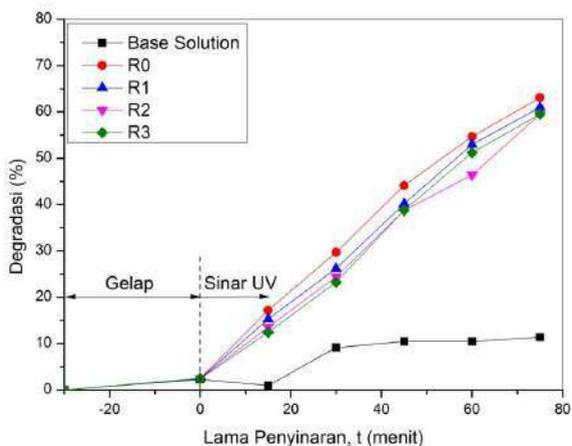
Dari hasil yang ditunjukkan pada ketiga gambar di atas, dapat ditarik kesimpulan bahwa fotokatalis dapat digunakan kembali untuk mendegradasi *methylene blue* pada variabel 0% dengan berbagai laju alir *carrier gas*.



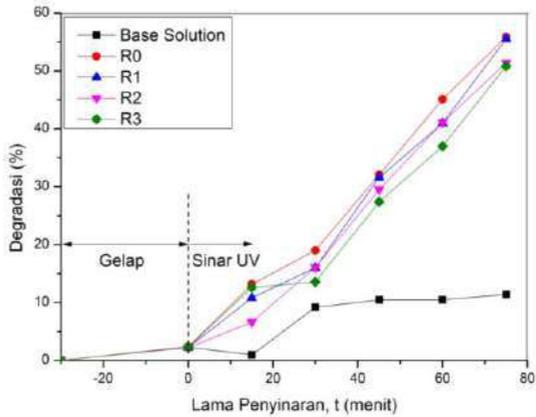
Gambar 4.40 Hasil Uji Fotokatalitik pada Variabel Penambahan Doping Ag 0% & Laju Alir *Carrier Gas* 1 L/menit (a) *Recycle* 0 (b) *Recycle* 1 (c) *Recycle* 2 (d) *Recycle* 3

Gambar 4.40 merupakan foto larutan hasil dari uji fotokatalitik untuk setiap waktu penyinaran sinar UV pada variabel penambahan doping Ag 0% & laju alir *carrier gas* 1 L/menit. Dari Gambar dapat diamati bahwa menurunnya warna larutan *methylene blue* seiring lamanya waktu penyinaran menandakan bahwa larutan *methylene blue* terdegradasi. Akan tetapi, penurunan intensitas warna yang terjadi tidak signifikan. Untuk variabel laju alir *carrier gas* 3 L/menit dan 5 L/menit juga menunjukkan perubahan warna yang tidak terlalu signifikan. Hal ini dikarenakan nilai lux lampu UV yang rendah, hanya 1190 lux sehingga degradasi yang terjadi tidak optimal. Untuk variabel laju alir *carrier gas* 3 L/menit dan 5 L/menit juga menunjukkan perubahan warna yang tidak terlalu signifikan.

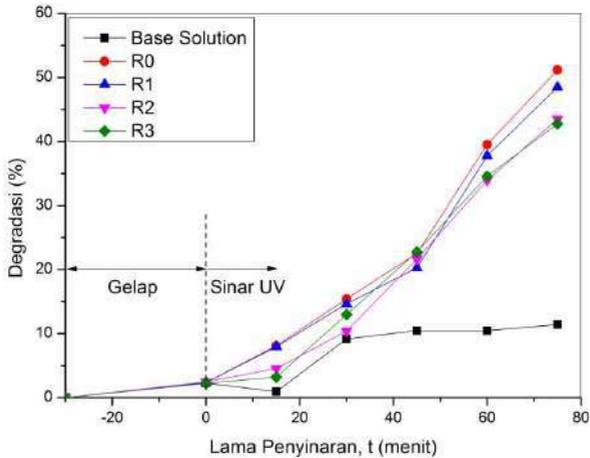
4.6.2.9 Pengaruh *Recycle* Fotokatalis terhadap Degradasi *Methylene Blue* di bawah Radiasi Sinar UV pada Variabel Penambahan Doping Ag 1%



Gambar 4.41 Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada *Methylene Blue* terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap *Recycle* pada Variabel Penambahan Doping Ag 1% & Laju Alir *Carrier Gas* 1 L/menit



Gambar 4.42 Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada *Methylene Blue* terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap *Recycle* pada Variabel Penambahan Doping Ag 1% & Laju Alir *Carrier Gas* 1 L/menit



Gambar 4.43 Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada *Methylene Blue* terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap *Recycle* pada Variabel Penambahan Doping Ag 1% & Laju Alir *Carrier Gas* 5 L/menit

Pada Gambar 4.41 hingga 4.43, dapat dilihat bahwa daya degradasi dari recycle 1, 2, dan 3 cenderung sama pada variabel *doping* Ag 1% dengan laju alir 1 L/menit, 3 L/menit, dan 5 L/menit. Akan tetapi, walaupun cenderung sama, ada sedikit penurunan daya degradasi walaupun tidak signifikan. Dari hasil yang ditunjukkan pada Gambar 4.41, 4.42, serta 4.43, dapat ditarik kesimpulan bahwa fotokatalis dapat digunakan kembali untuk mendegradasi *methylene blue* dengan variabel *doping* Ag 1% dengan berbagai laju alir.



(a)



(b)



(c)



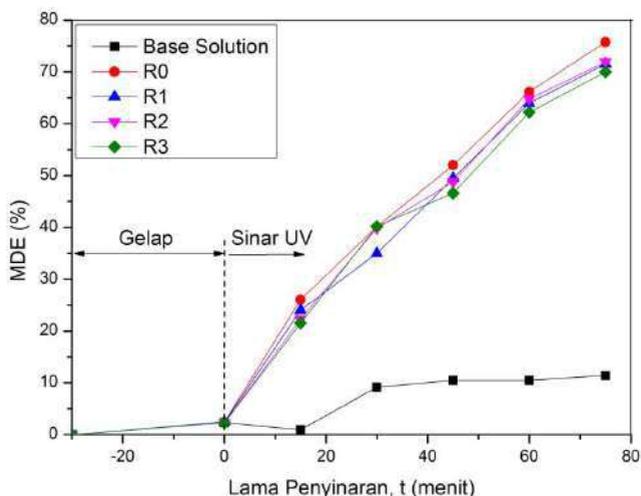
(d)

Gambar 4.44 Hasil Uji Fotokatalitik pada Variabel Penambahan Doping Ag 1% & Laju Alir *Carrier Gas* 1 L/menit (a) *Recycle* 0 (b) *Recycle* 1 (c) *Recycle* 2 (d) *Recycle* 3

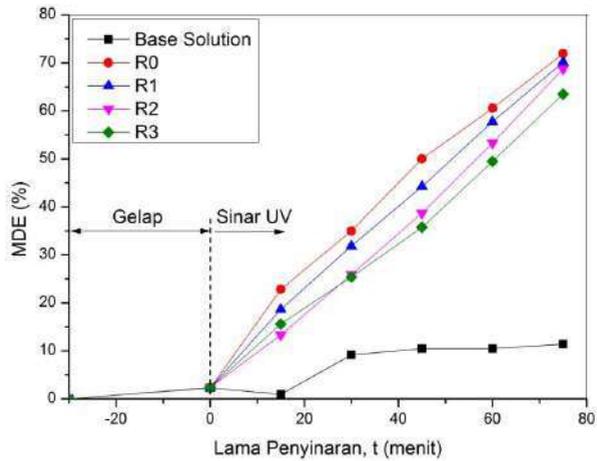
Gambar 4.44 merupakan foto larutan hasil dari uji fotokatalitik untuk setiap waktu penyinaran sinar UV pada variabel penambahan doping Ag 1% & laju alir *carrier gas* 1

L/menit. Dari Gambar dapat diamati bahwa menurunnya warna larutan *methylene blue* seiring lamanya waktu penyinaran menandakan bahwa larutan *methylene blue* terdegradasi. Akan tetapi, penurunan intensitas warna yang terjadi tidak signifikan. Untuk variabel laju alir carrier gas 3 L/menit dan 5 L/menit juga menunjukkan perubahan warna yang tidak terlalu signifikan.

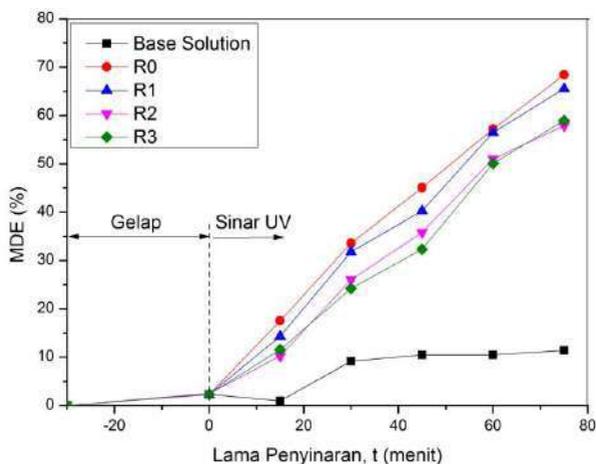
4.6.2.10 Pengaruh *Recycle* Fotokatalis terhadap Degradasi *Methylene Blue* di bawah Radiasi Sinar UV pada Variabel Penambahan Doping Ag 5%



Gambar 4.45 Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada *Methylene Blue* terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap *Recycle* pada Variabel Penambahan Doping Ag 5% & Laju Alir *Carrier Gas* 1 L/menit



Gambar 4.46 Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada *Methylene blue* terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap *Recycle* pada Variabel Penambahan Doping Ag 5% & Laju Alir *Carrier Gas* 3 L/menit



Gambar 4.47 Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada *Methylene Blue* terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap *Recycle* pada Variabel Penambahan Doping Ag 5% & Laju Alir *Carrier Gas* 5 L/menit

Pada Gambar 4.45 hingga 4.47, dapat dilihat bahwa daya degradasi dari recycle 1, 2, dan 3 cenderung sama. Akan tetapi, walaupun cenderung sama, ada sedikit penurunan daya degradasi walaupun tidak signifikan. Dari hasil yang ditunjukkan pada ketiga gambar di atas, dapat ditarik kesimpulan bahwa fotokatalis dapat digunakan kembali untuk mendegradasi *methylene blue* pada variabel *doping* 5% dan dengan berbagai laju alir *carrier gas*.



(a)

(b)



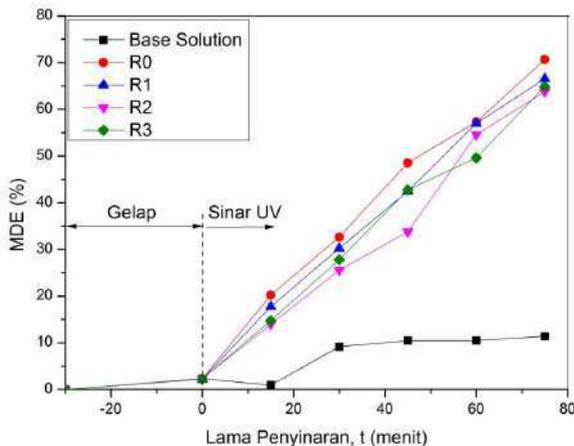
(c)

(d)

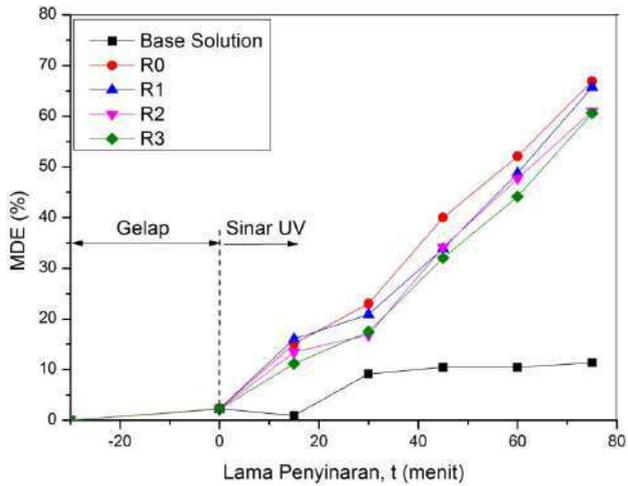
Gambar 4.48 Hasil Uji Fotokatalitik pada Variabel Penambahan Doping Ag 5% & Laju Alir *Carrier Gas* 1 L/menit (a) *Recycle* 0 (b) *Recycle* 1 (c) *Recycle* 2 (d) *Recycle* 3

Gambar 4.48 merupakan foto larutan hasil dari uji fotokatalitik untuk setiap waktu penyinaran sinar UV pada variabel penambahan doping Ag 5% & laju alir *carrier gas* 1 L/menit. Dari Gambar dapat diamati bahwa menurunnya warna larutan *methylene blue* seiring lamanya waktu penyinaran menandakan bahwa larutan *methylene blue* terdegradasi. Akan tetapi, penurunan intensitas warna yang terjadi tidak signifikan. Untuk variabel laju alir *carrier gas* 3 L/menit dan 5 L/menit juga menunjukkan perubahan warna yang tidak terlalu signifikan.

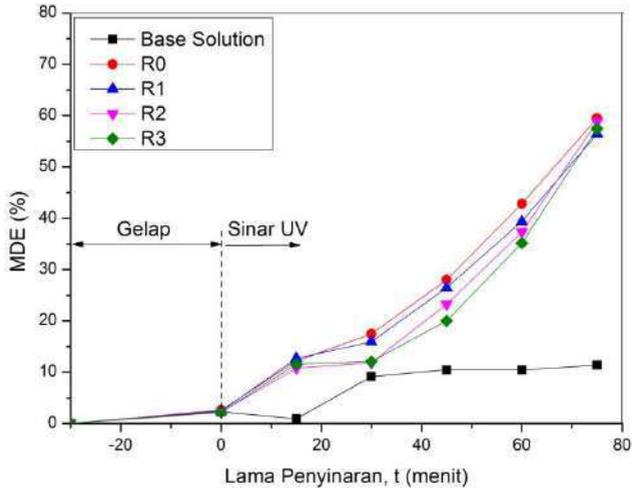
4.6.2.11 Pengaruh *Recycle* Fotokatalis terhadap Degradasi *Methylene Blue* di bawah Radiasi Sinar UV pada Variabel Penambahan Doping Ag 10%



Gambar 4.49 Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada *Methylene Blue* terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap *Recycle* pada Variabel Penambahan Doping Ag 10% & Laju Alir *Carrier Gas* 1 L/menit



Gambar 4.50 Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada *Methylene blue* terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap *Recycle* pada Variabel Penambahan Doping Ag 10% & Laju Alir *Carrier Gas* 3 L/menit

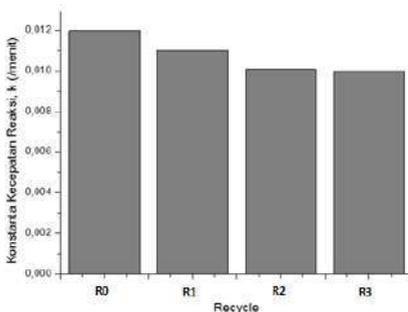


Gambar 4.51 Grafik Hubungan Nilai Degradasi pada *Methylene Blue* terhadap Waktu Penyinaran Sinar UV untuk setiap *Recycle* pada Variabel Penambahan Doping Ag 10% & Laju Alir *Carrier Gas* 5 L/menit

Pada ketiga gambar di atas, dapat diamati bahwa daya degradasi dari recycle 1, 2, dan 3 cenderung sama. Akan tetapi, walaupun cenderung sama, ada sedikit penurunan daya degradasi walaupun tidak signifikan. Dari hasil yang ditunjukkan pada Gambar 4.49, 4.50, dan 4.51 dapat ditarik kesimpulan bahwa fotokatalis dapat digunakan kembali (*di-recycle*) untuk mendegradasi *methylene blue* pada variabel *doping* 10% dengan berbagai laju alir *carrier gas*.

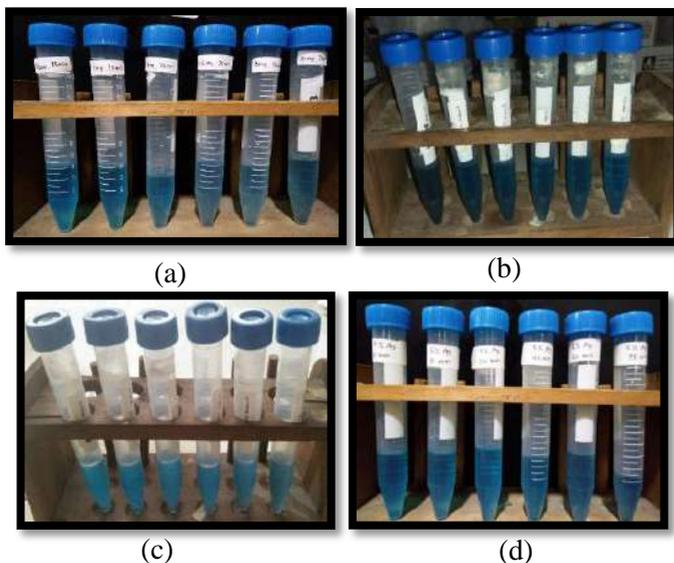
Pada Gambar 4.49 diatas, dapat diamati bahwa nilai MDE saat $t = 15, 30,$ dan 45 menit pada grafik *recycle* ke-2 lebih rendah nilainya dibanding *recycle* ke-3. Seharusnya, semakin banyak *recycle* yang dilakukan, maka nilai dari MDE sama atau turun tetapi tidak terlalu signifikan dari nilai *recycle* sebelumnya. Untuk mengetahui apakah nilai MDE dari *recycle* ke-2 secara

umum lebih rendah daripada *recycle* ke-3, maka dilakukan penghitungan nilai konstanta kecepatan reaksi (k) untuk setiap *recycle* menggunakan plot antara $\ln(C/C_0)$ dengan lama waktu penyinaran (t), dimana data nilai k yang didapat disajikan pada grafik di bawah ini.



Gambar 4.52 Grafik Nilai Konstanta Kecepatan Reaksi, k (menit^{-1}) untuk setiap *Recycle* pada Variabel Laju Alir *Carrier Gas* 1 L/menit dan Variabel Penambahan Doping Ag 10%

Dari Gambar 4.52 dapat dilihat bahwa seiring banyaknya nilai *recycle* yang dilakukan, maka nilai dari konstanta laju reaksi akan semakin menurun. Menurunnya nilai konstanta laju reaksi ini menandakan bahwa degradasi zat pewarna methylene blue semakin menurun, sehingga nilai dari MDE akan semakin menurun juga. Dari Gambar 4.52 juga dapat dilihat bahwa nilai konstanta kecepatan reaksi *recycle* ke-3 lebih kecil dari *recycle* ke-2, sehingga secara keseluruhan, nilai MDE dari *recycle* ke-2 lebih besar dari *recycle* ke-3



(b)

Gambar 4.53 Hasil Uji Fotokatalitik pada Variabel Penambahan Doping Ag 10% & Laju Alir *Carrier Gas* 1 L/menit (a) *Recycle* 0 (b) *Recycle* 1 (c) *Recycle* 2 (d) *Recycle* 3

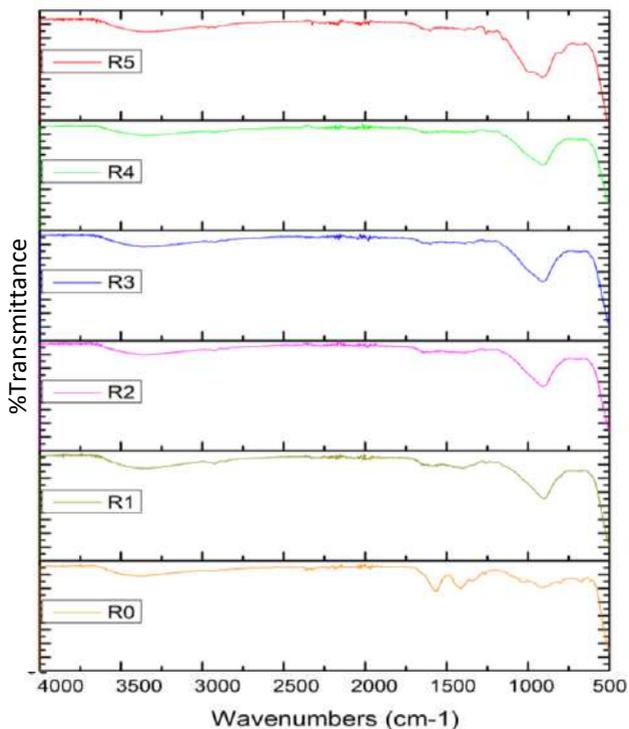
Gambar 4.53 merupakan foto larutan hasil dari uji fotokatalitik untuk setiap waktu penyinaran sinar UV, yaitu 0 menit, 15 menit, 30 menit, 45 menit, 60 menit, dan 75 menit pada variabel penambahan doping Ag 10% & laju alir *carrier gas* 1 L/menit. Dari Gambar dapat diamati bahwa menurunnya warna larutan *methylene blue* seiring lamanya waktu penyinaran menandakan bahwa larutan *methylene blue* terdegradasi. Akan tetapi, penurunan intensitas warna yang terjadi tidak signifikan.

4.7 Hasil Analisa FTIR

Fourier Transformed Infrared (FTIR) digunakan untuk mengetahui adanya ikatan kimia pada nanopartikel Ag-ZnO. FTIR dilakukan di Teknik Material dan Metalurgi-FTI Institut

Teknologi Sepuluh Nopember dengan range 500-4000 cm^{-1} pada suhu ruang. Spektra FTIR dari Ag-ZnO 5% dengan laju alir 1 L/menit yang telah dilakukan *recycle* sebanyak 5 kali, dapat dilihat pada Gambar 4.54 di bawah. Pada uji FTIR ini, yang diamati adalah adanya gugus O-H. Hal ini karena gugus O-H berperan penting dalam membentuk ion OH^* , dimana ion hidroksi radikal inilah yang akan bereaksi dengan molekul organik dan memecah ikatan organik dalam limbah sehingga menghasilkan CO_2 dan H_2O .

Dari gambar 4.54 di bawah ini, dapat dilihat adanya ikatan OH, dimana dapat diamati pada *range* 3100-3700. Adanya ikatan OH ini paling terlihat pada *recycle* ke-0 jika dibandingkan dengan *recycle* yang lain, hal ini menunjukkan bahwa pada *recycle* ke-0 Ag-ZnO mempunyai daya fotokatalitik yang paling baik, karena semakin banyak ikatan OH, semakin efektif kemampuan fotokatalis dalam mendegradasi limbah. Walaupun begitu, nilai *peak area* pada *recycle* yang lain memiliki perbedaan nilai yang sangat kecil. Sehingga, dapat disimpulkan bahwa fotokatalis Ag-ZnO dapat digunakan hingga *recycle* ke-5 tanpa kehilangan kemampuan fotokatalitiknya, namun yang paling efektif tetap pada *recycle* ke-0 atau pada saat katalis belum di-*recycle*.



Gambar 4.54 Hasil Uji FTIR pada Variabel Ag-ZnO 5% dengan Laju Alir 1 L/menit

Tabel 4.4 Peak Area OH dari Hasil uji FTIR

<i>Recycle ke-</i>	<i>Peak Area OH (cm²)</i>
0	2480,73211
1	2436,58023
2	2415,77783
3	2393,03249
4	2347,82289
5	2306,58023

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian, perhitungan, serta pembahasan yang telah dilakukan dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Fotokatalis Ag-ZnO dalam mendegradasi *methylene blue* pada *recycle* ke-0 hingga ke-3 memiliki daya degradasi yang hampir sama. Namun, paling bagus adalah pada *recycle* ke-0. Untuk daya fotokatalitik yang paling baik yaitu pada rasio konsentrasi doping Ag sebesar 5% dengan laju alir *carrier gas* 1 L/menit, didapatkan laju degradasi sebesar 75.76% dengan nilai *k* sebesar 0.0141/menit dibawah sinar UV.
2. Hasil Analisa SEM menunjukkan bahwa semakin tinggi doping Ag maka diameter partikel semakin besar, dan semakin besar laju alir *carrier gas* semakin besar pula diameter partikel yang dihasilkan. Dengan hasil diameter terbesar pada variabel *doping* Ag 10% dan laju alir *carrier gas* 5 L/menit.
3. Hasil Analisa XRD menunjukkan bahwa semakin tinggi doping Ag maka akan menghasilkan *peak* Ag, dengan *peak* Ag tertinggi pada 10%wt yaitu pada range sudut 30° - 40° .

5.2 Saran

Dari penelitian yang telah dilakukan, hasil yang didapatkan kurang optimal, terutama pada proses flame pyrolysis dimana hasil partikel yang didapat masih teraglomerasi. Maka kami menyarankan untuk penelitian selanjutnya dalam antara lain sebagai berikut:

1. Memperbaiki kinerja rangkaian alat flame pyrolysis seperti penggantian flowmeter LPG yang lebih akurat, rangkaian alat dibuat lebih tertutup, kondisi operasi dilakukan dalam keadaan vakum.

2. Memeriksa kembali temperatur pembakaran dalam reaktor flame pyrolysis.
3. Pastikan Electrostatic Precipitator terpasang dengan rapat untuk mencegah kebocoran aliran gas.
4. Segera lakukan karakterisasi produk dengan XRD untuk memastikan bahwa partikel yang terbentuk benar-benar nanokomposit Ag/ZnO yang diinginkan.
5. Lakukan trial and error uji fotokatalitik minimal 3 kali untuk masing-masing sampel.

DAFTAR PUSTAKA

- Arora, A., Devi, S., Jaswal, V., Singh, J., Kinger, M., & Gupta, V. (2014). Synthesis and characterization of ZnO nanoparticles. *Oriental Journal of Chemistry*, 30 (4), 1671–1679.
- Bechambi, O., Chalbi, M., Najjar, W., dan Sayadi, S. (2015). Photocatalytic Activity of ZnO Doped with Ag On the Degradation of Endocrine Disrupting Under UV Irradiation and The Investigation of Its Antibacterial Activity, *Applied Surface Science*, 347, 414-420
- Bouزيد, H., Faisal, M., Harraz, F. A., Al-Sayari, S. A., dan Ismail, A. A., (2015). Synthesis of Mesoporous Ag/ZnO Nanocrystals with Enhanced Photocatalytic Activity”, *Catalyst Today*, 252, 20-26.
- Demir, M. M., Espi, R. M., Lieberwirth, I., dan Wegner, G.,”Precipitation Of Monodisperse ZnO Nanocrystals Via Acid-Catalyzed Esterification Of Zinc Acetate”, *Journal Of Materials Chemistry*, 16 (2006), 2940-2947.
- Dimitriev, Y., Ivanova, Y., dan Iordanova, R., (2008). History of Sol-Gel Science and Technology. *Journal of The University of Chemical Technology and Metallurgy Vol. 43, 2*, 181-192
- Fageria, P., Gangopadhyay, S., dan Pande, S., (2014). Synthesis of ZnO/Au and ZnO/Ag Nanoparticles and Their Photocatalytic Application Using UV And Visible Light. *Royal Society of Chemistry Advances*, 4, 24962-24972.
- Guritno, Ario (2012). Sintesis dan Uji Kinerja Katalis Komposit Ag/TiO₂-Zeolit Alam Lampung-Karbon Aktif serta Reayasa Alat untuk Purifikasi Udara Ruang. Depok. Universitas Indonesia.
- Hidayat, D., Ogi, T., Iskandar, F., & Okuyama, K. 2008. Single crystal ZnO:Al nanoparticles directly synthesized using low-pressure spray pyrolysis. *Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced*

- Technology.
<https://doi.org/10.1016/j.mseb.2008.09.020>.
- Iler, R. K. (1979). The chemistry of silica: solubility, polymerization, colloid and surface properties, and biochemistry. Lavoisierfr.
<https://doi.org/10.1002/ange.19800920433>
- Kammler, H. K., Madler, L., dan Pratsinis, S. E. (2001). Flame Synthesis of Nanoparticles. *Chemical Engineering Technologies* Vol. 24, 6, 583-596
- Kusdianto, K. Jiang, D., Kubo, M., dan Shimada, M., (2017). Fabrication of TiO₂-Ag Nanocomposite Thin Films Via One-Step Gas-Phase Deposition. *Ceramics International*,1-5.
- Luo, P., Nieh, T.G. (1995), Synthesis of Ultrafine Hydroxyapatite Particles by a Spray Dry Method, *Mater. Sci. Eng., C* 3, 75–78.
- Morkoc, H. dan Özgür, Ü., (2009) *Zinc Oxide : Fundamentals, Materials and Device Technology*, Wiley-Vch Verlag GmbH & Co. KgaA : Weinheim.
- Okuyama, K., Abdullah, M., Lenggoro, I.W., Iskandar, F. (2006). Preparation of Functional Nanostructured Particles by Spray Drying, *Advanced Powder Technol.*, Vol. 17, No. 6, pp. 587–611
- Okuyama, K., Lenggoro, I.W. (2003). Preparation of Nanoparticles Via Spray Route. *Chemical Engineering Science*, 58, 537–547
- Prawithasari, R. E., Fadilah, I., Mudjijono, M., Saraswati, T. E., & Darwanto, D. H. (2014). PHOTOCATALYTIC ACTIVITY OF TiO₂ NANO SUPPORTED ON MEMBRANE CELLULOSE ACETATE/NATA DE COCO (CA/NDC) IN PHOTODEGRADATION OF METHYLENE BLUE. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 11, 113-117.
- Purwaningsih, S. Y., Pratapa, S., Triwikantoro, & Darminto. (2016). Synthesis of nano-sized ZnO particles by co-

- precipitation method with variation of heating time. AIP Conference Proceedings. <https://doi.org/10.1063/1.4941506>
- Strobel, R., (2006). Aerosol Flame Synthesis of Supported Metal Particles and Their Catalytic Applications, Swiss Federal Institute of Technology Zurich, Diss. ETH No. 16592.
- Tambe, Y. B., & Kothari, S. (2016). Oxidative Photodegradation of Evans Blue Dye Using N-Doped Zinc Oxide, 5(8), 1847–1851.
- Tani, T., Madler, L., dan Pratsinis, S. E., (2002). Homogenous ZnO Nanoparticles By Flame Spray Pyrolysis”, *Journal of Nanoparticle Research*, 4, 337-343
- Thongsuriwong, K., Amornpitoksuk, P., & Suwanboon, S. (2012). Photocatalytic and antibacterial activities of Ag-doped ZnO thin films prepared by a sol-gel dip-coating method. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. <https://doi.org/10.1007/s10971-012-2725-7>
- Wahyu, E., & Dini, P. (2014). Degradasi Metilen Biru Menggunakan Fotokatalis Zn-Zeolit. *Chem. Prog*, 7(1), 29–33.
- Wang, T., & Bristowe, P. D. (2017). Controlling Ag diffusion in ZnO by donor doping: A first principles study. *Acta Materialia*, 137, 115–122.
- Wang, L., Hu, Q., Li, Z., Guo, J., dan Li, Y.,”Microwave-Assisted Synthesis And Photocatalytic Performance Of Ag-Doped Hierarchical ZnO Architectures”, *Materials Letter*, 79 (2012), 277-280.
- West, A.R. (2014), *Solid State Chemistry and Its Applications*, John Wiley & Sons Ltd. : United Kingdom
- Widiyastuti, W., Hidayat, D., Purwanto, A., Iskandar, F., & Okuyama, K. (2010). Particle dynamics simulation of nanoparticle formation in a flame reactor using a polydispersed submicron-sized solid precursor. *Chemical Engineering Journal*, 2, 008-015.

- Widodo, S. (2010), Teknologi Sol Gel pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida untuk Aplikasi Sensor Gas, Seminar Rekayasa Kimia dan Proses.
- Yang, Z., Zhang, P., Ding, Y., Jiang, Y., Long, Z., & Dai, W. (2011). Facile synthesis of Ag/ZnO heterostructures assisted by UV irradiation: Highly photocatalytic property and enhanced photostability. *Materials Research Bulletin*, 10, 1625–1631.
- Yu, J., Xiong, J., Cheng, B., dan Liu, S., (2005). Fabrication and Characterization of Ag-TiO₂ Multiphase Nanocomposite Thin Films with Enhanced Photocatalytic Activity”, *Journal of Applied Catalysis B: Environmental*, 60, 211-221.
- Yuliah, Y., & Suryaningsih, S. (2016). Penentuan Ukuran Nanopartikel ZnO Secara Spektroskopik, SNF2016-MPS-123-SNF2016-MPS-128.
- Zhai, H., Wang, L., Sun, D., Han, D., Qi, B., Li, X., Chang, L., dan Yang, J., (2015). Direct Sunlight Responsive Ag-ZnO Heterostructure Photocatalyst: Enhanced Degradation of Rhodamine B. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 78, 35-40.
- Zhao, Cunyu, Andy Krall, Huilei Zao, Qianyi Zhang, dan Ying Li, (2012). Ultrasonic Spray Pyrolysis Synthesis of Ag/TiO₂ Nanocomposite Photocatalyst for Simultaneous H₂ Production and CO₂ Reduction”. Milwaukee.

DAFTAR NOTASI

Notasi	Keterangan	Satuan
BM	Berat Molekul	$[gram/mol]$
C	Konsentrasi zat	$[ppm]$
Co	Konsentrasi zat pada $t=0$	$[ppm]$
D_m	Diameter pori	$[nm]$
D_p	Diameter partikel	$[nm]$
K	Laju reaksi	$[Time^{-1}]$
m	Massa Zat	$[gram]$
M	Molaritas	$[mol/liter]$
n	Mol	$[mol]$
S_w	<i>Specific surface area</i>	$[m^2/g]$
V	Volume	$[liter]$
λ	Panjang gelombang	$[nm]$
β	<i>Full Width Half Maximum</i>	$[^{\circ}]$
κ	Konstanta <i>scherrer</i>	-
ρ	Densitas campuran	$[kg/m^3]$
τ	panjang gelombang X-Ray	\AA
θ	sudut <i>bragg</i>	$[^{\circ}]$

APPENDIKS

1. Pembuatan Larutan Prekursor 0.1 M $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 150 ml

$$M = \frac{\text{massa}}{BM} \times \frac{1000}{P}$$

$$0.1 \text{ M} = \frac{\text{massa}}{219.49} \times \frac{1000}{150}$$

$$\text{massa} = 3.292 \text{ gram}$$

$$\text{massa} = 3292 \text{ mg}$$

Menimbang 3292 mg $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ke dalam 150 ml aquadest

2. Menentukan Massa Doping Ag yang Digunakan

a) 1% Ag

$$\text{Massa Ag} = \frac{1}{100} \times 3292 \text{ mg} = 32.92 \text{ mg}$$

b) 5% Ag

$$\text{Massa Ag} = \frac{5}{100} \times 3292 \text{ mg} = 164.6 \text{ mg}$$

c) 10% Ag

$$\text{Massa Ag} = \frac{10}{100} \times 3292 \text{ mg} = 329.2 \text{ mg}$$

Menimbang sejumlah AgNO_3 sesuai dengan perhitungan diatas lalu melarutkannya ke dalam larutan prekursor (poin 1)

3. Perhitungan Kebutuhan Oksigen (O_2)

- Laju alir LPG = 0.2 L/menit maka konversi ke mol :

$$n = \frac{V}{24 \text{ L/mol}}$$
$$n = \frac{0.2 \text{ L/min}}{24 \text{ L/mol}}$$

Maka mol yang dihasilkan adalah 0.0083 mol/menit

Maka bila diasumsikan propana dan butana memiliki komposisi yang ekuivalen

Reaksi I :**Reaksi 2 :**

Sehingga kebutuhan O₂ per menit adalah 0.0664 mol/menit

Sehingga kebutuhan udara minimal adalah

$$\text{Mol udara} = \frac{\text{mol oksigen}}{0.21}$$

$$\text{Mol udara} = \frac{0.0664}{0.21}$$

$$\text{Mol udara} = 0.316 \text{ mol}$$

$$\text{Kebutuhan minimal udara} = 3.42 \text{ L/min}$$

Bila diinginkan excess O₂ adalah sebesar 90% maka didapatkan :

$$\% \text{ mol excess} = \frac{\text{mol excess} - \text{mol teoritis}}{\text{mol teoritis}} \times 100\%$$

$$200\% = \frac{\text{mol excess} - 0.1}{0.1} \times 100\%$$

Maka mol O₂ yang dibutuhkan dengan excess 100% = 0.3 mol/menit

Diasumsikan kandungan udara 21% O₂ dan 79% N₂ maka udara minimal yang dibutuhkan :

$$\text{Mol udara} = \frac{\text{mol oksigen}}{0.21}$$

$$\text{Mol udara} = \frac{0.3}{0.21}$$

$$\text{Mol udara} = 1.429 \text{ mol}$$

$$\text{Kebutuhan udara} = 34.3 \text{ L/menit}$$

- Contoh perhitungan pada mol dari carrier gas = 3L/menit
= 0.125 mol udara/menit

Diasumsikan 21% O₂ dan 79% N₂ maka didapatkan hasil :

$$\text{Mol } O_2 = \frac{21}{100} \times 0.125 = 0.027 \text{ mol/menit}$$

sehingga O₂ yang ikut terbakar adalah 0.65 L/menit maka keseluruhan O₂ yang ikut terbakar adalah sebesar 0.327 mol/menit atau setara 7.85 L/menit.

4. Membuat Larutan Methilen Blue untuk Analisa Fotokatalitik

- Membuat larutan induk 100 ppm dalam 100 ml

$$\frac{100 \text{ mg}}{1 \text{ L}} = \frac{x \text{ mg}}{0.1 \text{ L}}$$
$$x = 10 \text{ mg}$$

Menimbang 10 mg methilen blue ke dalam 100 ml aquadest

- Mengencerkan 100 ppm menjadi 10 ppm

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

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

5. Menghitung Diameter Kristal dengan menggunakan Scherrer's equation

$$D_p = \frac{K \times \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Dimana : D_p = Ukuran kristal rata-rata (nm)

K = Scherrer constant, $K = 0.94$

β = FWHM (Full Width at Half Maimum) pada XRD peak

λ = Panjang gelombang XRD Cu = 1.54178 Å

θ = Posisi XRD peak dari separuh 2θ (dalam radian)

Berikut diberikan perhitungan diameter kristal untuk 0% Ag pada laju alir 1 L/menit adalah sebagai berikut :

$$D_p = \frac{0.94 \times 1.54178}{0.4015 \cos \text{rad } (36.15)} = 3.8 \text{ nm}$$

Hasil perhitungan 0%; 1%; 5% dan 10% Ag pada laju alir 1 L/menit, 3 L/menit, dan 5 L/menit dapat dilihat pada tabel berikut:

Tabel A.1 Hasil Perhitungan Diameter Partikel

Sampel		Diameter Ukuran Kristal (nm)
Kandungan Ag (%)	Laju alir <i>carrier</i> gas (L/menit)	
0	1	1.899
	3	1.410
	5	1.332
1	1	1.202
	3	1.131
	5	1.109
5	1	1.230
	3	1.226
	5	0.929
10	1	0.885
	3	0.381
	5	0.261

6. Perhitungan Konsentrasi Metil Blue dan Koefisien Reaksi (k)

Menghitung Degradasi *Methylene Blue* dan $\ln(C/C_0)$ pada Sinar UV pada Variabel Penambahan Doping Ag 0% dan Laju Alir *Carrier Gas* 1 L/menit. Dari uji fotokatalitik yang telah dilakukan, didapatkan data sebagai berikut:

Absorbansi nol :		2,200						
Recycle		Absorbansi						
		-30	0	15	30	45	60	75
0.1 M	Base	2,2	2,2	2,2	2,0	2,0	2,0	2,0
	Recycle 0	2,1	2,0	2,0	1,7	1,5	1,4	1,2
	Recycle 1	2,1	2,0	2,0	1,7	1,6	1,4	1,3
	Recycle 2	2,2	2,1	2,1	1,7	1,6	1,5	1,3
	Recycle 3	2,2	2,1	2,1	1,8	1,6	1,6	1,3
Lux		200						

Dari data didapatkan kurva standar dengan persamaan sebagai berikut :

$$Y = 0.2053 X$$

Sehingga bila data menunjukkan absorbansi 2,200 maka hasil konsentrasi yang didapat :

$$2,200 = 0.2053 X$$

Maka konsentrasi yang didapatkan sebesar 10,716 ppm. Data konsentrasi yang telah dihitung dari data absorbansi selanjutnya dimasukkan ke dalam grafik di bawah ini:

Konsentrasi awal:				10,7160 ppm				
Recycle		Konsentrasi						
0.1 M		-30	0	15	30	45	60	75
	base	10,7	10,5	10,6	9,7	9,6	9,6	9,5
	Recycle 0	10,2	9,9	9,6	8,2	7,4	6,7	5,9
	Recycle 1	10,1	9,9	9,7	8,3	7,6	6,9	6,1
	Recycle 2	10,5	10,3	10,3	8,4	7,9	7,3	6,2
	Recycle 3	10,5	10,2	10,4	8,8	7,9	7,7	6,3
	Lux	200						

Selanjutnya, menghitung nilai $\ln \frac{C}{C_0}$ sehingga didapatkan grafik $\ln (C/C_0)$ vs waktu. Adapun nilai $\ln \frac{C}{C_0}$ ada dalam tabel di bawah ini.

Konsentrasi awal :				10,7160 ppm				
Recycle		Ln(C/C0)						
0.1 M		-30	0	15	30	45	60	75
	base	0	-0,02299	0,00959	0,09631	0,11042	0,11042	0,12114
	Recycle 0	0	-0,02425	0,05226	0,21729	0,32192	0,41509	0,54332

Recycle 1	0	- 0,0 24 32	- 0,042 2	- 0,205 17	- 0,289 45	- 0,373 78	- 0,504 12
Recycle 2	0	- 0,0 23 45	- 0,022 5	- 0,219 44	- 0,285 68	- 0,358 6	- 0,524 2
Recycle 3	0	- 0,0 23 51	- 0,010 28	- 0,175 84	- 0,272 31	- 0,314 69	- 0,510 98
Lux		20 0	200	200	200	200	200

Sehingga dari grafik $y = ax + b$ ($\ln C/C_0 =$ absis, $t =$ ordinat) ,
didapat nilai konstanta laju reaksi, dimana konstanta k adalah a .

Untuk perhitungan % degradasi digunakan rumus :

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{C_0 - C}{C_0} \times 100\%$$

Konsentrasi awal :		10,7160 ppm						
Recycle		% Degradasi						
		-30	0	15	30	45	60	75
0,1 M	base	0	2,3	0,9	9,2	10,4	10,5	11,4
	Recycle 0	0	2,4	5,1	19,5	27,5	33,9	41,9
	Recycle 1	0	2,4	4,1	18,5	25,1	31,2	39,6
	Recycle 2	0	2,3	2,2	19,7	24,8	30,1	40,8

Recycle 3	0	2,3	1,0	16,1	23,8	27,0	40,0
Lux	200						

Untuk variabel yang lain, dihitung dengan cara yang sama dengan langkah perhitungan di atas.

BIODATA PENULIS



Nurul Ika Damayanti, lahir di Kediri, 25 Juli 1997. Penulis menempuh pendidikan formal yang dimulai di SD Negeri Campurejo 2 (2003-2009), dilanjutkan sekolah menengah pertama di SMP Negeri 4 Kediri (2009-2012), kemudian pendidikan menengah atas di SMA Negeri 2 Kediri (2012–2014), kemudian dilanjutkan menempuh studi jenjang perguruan tinggi di S1 Teknik Kimia ITS Surabaya (2014-2018). Selama kuliah, penulis aktif dalam berorganisasi di HIMATEKK FTI-ITS. Pada tahun 2017, penulis melaksanakan Kerja Praktek di PT. Pupuk Kaltim. Pada tahun terakhir studi, 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 berjudul “*Pabrik Energi dari Bagasse*”. Pada semester akhir, penulis mengerjakan skripsi berjudul “*Pengaruh Recycle terhadap Fotokatalitik Performance dari Nanopartikel Ag/ZnO yang Disintesa dengan Metode Pirolisa Flame*” yang dibimbing oleh dosen pembimbing yang sama dengan Pra-Desain Pabrik, yaitu Dr. Kusdianto, S.T., M.Sc.Eng. dan Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng.

DATA PRIBADI PENULIS

Phone : +6287853259559
Email : nurulika58@gmail.com
Line : @nurulikadamayanti

BIODATA PENULIS



Ananta Galih Nusantara lahir di Semarang, 29 Oktober 1995. Penulis menempuh pendidikan formal yang dimulai di SD Negeri 2 Kebumen (2005-2010), dilanjutkan sekolah menengah pertama di SMP Negeri 3 Kebumen (2010-2012), dilanjutkan pendidikan menengah atas di SMA Negeri 1 Kebumen (2012–2014), kemudian dilanjutkan menempuh studi jenjang perguruan tinggi di S1 Teknik Kimia ITS Surabaya (2014-2018). Selama kuliah, penulis aktif dalam berorganisasi di HIMATEKK FTI-ITS dan juga komunitas sosial “GUBUK AKSARA”. Pada tahun 2017, penulis melaksanakan Kerja Praktek di PT. Styrindo Mono Indonesia. Pada tahun terakhir studi, 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 berjudul “*Pabrik Energi dari Bagasse*”. Pada semester akhir, penulis mengerjakan skripsi berjudul “*Pengaruh Recycle terhadap Fotokatalitik Performance dari Nanopartikel Ag/ZnO yang Disintesa dengan Metode Pirolisa Flame*” yang dibimbing oleh dosen pembimbing yang sama dengan Pra-Desain Pabrik, yaitu Dr. Kusdianto, S.T., M.Sc.Eng. dan Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng.

DATA PRIBADI PENULIS

Phone : +628986855666
Email : agnusantaraa@gmail.com
Line : @galihpoo