



ITS
Institut
Teknologi
Sepuluh Nopember

SKRIPSI

**DEKOLORISASI METILEN BIRU MENGGUNAKAN
FOTOKATALIS NiO/ZSM-5 DI BAWAH
PENYINARAN UV-LED**

**GARCELINA RIZKY ANINDIKA
NRP. 012 1 15 4000 0043**

**Dosen Pembimbing
Dr. Yuly Kusumawati, S. Si., M. Si.
Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.**

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2019**



ITS
Institut
Teknologi
Sepuluh Nopember

SCRIPT

**DECOLOURIZATION OF METHYLENE BLUE
BY NiO/ZSM-5 PHOTOCATALYST UNDER UV-
LED IRRADIATION**

**GARCELINA RIZKY ANINDIKA
NRP. 012 1 15 4000 0043**

**Advisor Lecturer
Dr. Yuly Kusumawati, S. Si., M. Si.
Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.**

**CHEMISTRY DEPARTMENT
FACULTY OF SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2019**

**DEKOLORISASI METILEN BIRU MENGGUNAKAN
FOTOKATALIS NiO/ZSM-5 UNDER UV-LED
IRRADIATION**

SKRIPSI

Disusun untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar
Sarjana Program Studi S-1
Departemen Kimia
Fakultas Sains
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya

Oleh :

GARCELINA RIZKY ANINDIKA

NRP. 012 1 15 4000 0043

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2019**

LEMBAR PENGESAHAN

**DEKOLORISASI METILEN BIRU MENGGUNAKAN
FOTOKATALIS NiO/ZSM-5 DI BAWAH PENYINARAN
UV-LED**

SKRIPSI

Oleh:

GARCELINA RIZKY ANINDIKA

NRP. 012 1 15 4000 0043

Surabaya, 04 Juli 2019

Dosen Pembimbing,

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II



Dr. Yuly Kusumawati, S. Si., M. Si
NIP. 19810128 200812 2 003



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc
NIP. 19710616 199703 1 002



Mengetahui,
Kepala Departemen Kimia



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.
NIP. 19710616 199703 1 002

DEKOLORISASI METILEN BIRU MENGGUNAKAN FOTOKATALIS NiO/ZSM-5 DI BAWAH PENYINARAN UV-LED

Nama : Garcelina Rizky Anindika
NRP : 0121154000043
Departemen : Kimia
Pembimbing 1 : Dr. Yuly Kusumawati, S. Si., M.Si.
Pembimbing 2 : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

ABSTRAK

ZSM-5 merupakan zeolit yang banyak digunakan sebagai adsorben. Kemampuan ZSM-5 dapat ditingkatkan melalui modifikasi zeolit dengan pemuatan logam. Pada penelitian ini telah dilakukan modifikasi ZSM-5 dengan logam transisi yaitu nikel (Ni). Modifikasi ZSM-5 dilakukan dengan metode impregnasi basah. Modifikasi ini bertujuan untuk memberikan aktivitas fotokatalisis pada ZSM-5. XRD, FTIR, FESEM-EDX, dan teknik BET digunakan untuk karakterisasi sampel, sedangkan uji aktivitas fotokatalis dilakukan pada reaksi dekolourisasi zat warna. Hasil karakterisasi menunjukkan komposisi utama penyusun zeolit berbentuk amorf dengan ukuran partikel 1-2 μ m dan kadar Ni dalam komposit sebesar 6,3% w/w. Komposit yang dihasilkan memiliki aktivitas fotokatalisis yang cukup baik untuk reaksi fotokatalisis larutan metilen biru (MB) di bawah lampu UV LED 3 Watt. Hal tersebut ditunjukkan oleh penurunan warna yang diuji menggunakan spektroskopi UV-vis. Konsentrasi larutan metilen biru menurun setelah pengembunan logam nikel pada ZSM-5. ZSM-5 yang tidak ditambah oleh logam nikel menunjukkan efisiensi yang lebih rendah daripada ZSM-5 yang telah didukung. Pengurangan warna metilen biru 15 ppm selama waktu kontak 5 menit dengan katalis NiO/ZSM-5 adalah sebesar 92,95%.

Kata Kunci: Fotokatalisis, NiO, ZSM-5, Metilen Biru

DECOLOURIZATION OF METHYLENE BLUE BY NiO/ZSM-5 PHOTOCATALYST UNDER UV-LED IRRADIATION

Name : Garcelina Rizky Anindika
NRP : 0121154000043
Department : Chemistry
Advisor Lecturer 1 : Dr. Yuly Kusumawati, S. Si., M.Si.
Advisor Lecturer 2 : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

ABSTRACT

ZSM-5 is a zeolite that is widely used as a adsorbent. The ability of the ZSM-5 can be improved through modification of zeolite with metal growth. In this study a modification of the ZSM-5 with the transition metal nickel (Ni) was carried out. The method of modification is performs through the impregnation stage followed by calcination. This modification aims to give photocatalytic activity of ZSM-5. XRD, FTIR, FESEM-EDX, and BET techniques were used for sample characterization while photocatalyst activity tests were carried out on dyestuff decolorization reactions. The characterization results showed the main composition of zeolite is amorphous composers with particle sizes of 1-2 μ m and Ni content in composites about 6.3% (w/w). The resulting catalyst showed good photocatalytic activity for the reaction of photocatalytic methylene blue (MB) solution under the LED UV lamp (3 Watt). Color reduction was tested using UV-vis spectroscopy. Concentration of methylene blue solution was decrease after the development of nickel metal on the ZSM-5. Bare ZSM-5 shows lower efficiency than the NiO/ZSM-5. The removal percentage of the NiO / ZSM-5 catalyst at 15 ppm methylene blue during 5 minutes was 92.95%.

Keywords: Photocatalytic, NiO, ZSM-5, Methylene Blue

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa, karena atas izin, pertolongan, dan kehendak-Nya, tugas akhir dengan judul “DEKOLORISASI METILEN BIRU MENGGUNAKAN FOTOKATALIS NiO/ZSM-5” dapat diselesaikan dengan baik.

Tugas akhir ini dibuat sebagai syarat untuk mendapatkan gelar Sarjana di Departemen Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Dalam penyusunan dan penyelesaian tugas akhir ini, penulis menghadapi banyak kendala. Akan tetapi, penulis mendapatkan banyak dukungan dan bantuan dari banyak pihak yang membantu secara langsung maupun tidak langsung. Karena itu, penulis mengucapkan terima kasih dengan segala ketulusan dan kerendahan hati kepada:

1. Ibu Dr. Yuly Kusumawati, S. Si., M.Si. selaku dosen pembimbing yang telah memberikan arahan dan dukungan selama penulis mengerjakan tugas akhir serta fasilitas laboratorium yang telah diberikan sehingga tugas akhir ini dapat terselesaikan dengan baik
2. Bapak Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc. selaku Kepala Departemen Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya dan dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan bimbingan dan motivasi selama penyusunan tugas akhir
3. Ibu Dra. Ita Ulfin M. Si. selaku dosen wali yang telah memberikan dukungan dan bimbingan selama penulis menjadi mahasiswa departemen Kimia ITS
4. Bapak Dr. Djoko Hartanto selaku kepala Laboratorium Kimia Material dan Energi yang telah memberikan fasilitas dan pengarahan selama pengerjaan penelitian untuk penyelesaian tugas akhir
5. Dosen-dosen Departemen Kimia ITS atas ilmu dan bimbingannya yang diberikan selama penulis belajar di ITS

6. Orang tua penulis, Hari Wahyudi dan Yanti Fransiska atas bantuan, baik motivasi dan semangat kepada penulis dalam perjalanan mencapai cita-cita
 7. Keluarga besar penulis sebagai sumber semangat penulis dalam penyelesaian tugas akhir ini
 8. Cagar Irwin Bayu Pamungkas sebagai partner dan penyemangat dalam penyelesaian tugas akhir ini
 9. Nanda, Riki, dan Laily sebagai sahabat berbagi suka-duka dalam menyelesaikan tugas akhir
 10. Sasa, Fitri, Viklol, dan Maul sebagai sahabat yang selalu mendukung langkah penulis dalam menyusun tugas akhir
 11. Teman-teman Goldschmidt yang telah banyak membantu selama masa kuliah penulis.
 12. Semua anggota KME yang sangat membantu penulis dengan fasilitas, dukungan rohani maupun fisik selama penulis bekerja di Laboratorium KME
 13. Semua pihak yang membantu dalam penyelesaian tugas akhir ini, yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu
- Penulis menyadari sepenuhnya bahwa di dalam tugas akhir ini masih banyak terdapat kekurangan karena keterbatasan kemampuan, pengetahuan, dan pengalaman yang penulis miliki. Oleh karena itu, penulis memohon maaf dan juga mengharapkan saran dan kritik yang bersifat membangun terhadap tugas akhir ini.
- Akhir kata, penulis berharap agar tugas akhir ini dapat memberikan manfaat dan pengetahuan bagi para pembaca.

Surabaya, 04 Juli 2019

Garcelina Rizky Anindika

DAFTAR ISI

BAB I	PENDAHULUAN	1
1.1.	Latar Belakang	1
1.2.	Permasalahan	1
1.3.	Tujuan	4
1.4.	Manfaat Penelitian	4
BAB II	TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1	Fotokatalis	5
2.2	Semikonduktor	6
2.3	Methylene Blue	5
2.4	Zeolit	9
2.5	Karakterisasi	11
2.5.1	Scanning Electron Microscopy (SEM)	11
2.5.2	X-Ray Diffraction (XRD)	12
2.5.3	Fourier Transformation Infrared (FT-IR)	14
2.5.4	Spektroskopi UV-vis	17
BAB III	METODOLOGI PENELITIAN	21
3.1	Alat dan Bahan	21
3.1.1	Alat	21
3.1.2	Bahan	21
3.2	Prosedur Kerja	21
3.2.1	Pembuatan larutan Ni	21
3.2.2	Proses penghilangan template pada ZSM-5	22
3.2.3	Sintesis NiO/ZSM-5	22
3.2.4	Proses penghilangan warna pada Metilen Biru dengan UV-LED	22
3.3	Karakterisasi NiO/ZSM-5	23
3.3.1	Karakterisasi Struktur Kristal dengan X-Ray Diffraction (XRD)	24
3.3.2	Karakterisasi Ikatan Kimia dengan Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy	24
3.3.3	Karakterisasi dengan Field Emission Electron Microscopy- Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (FESEM-EDX)	24
3.3.4	Adsorpsi-desorpsi nitrogen	25
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	27

4.1	Sintesis Ni/ZSM-5 dengan metode impregnasi	27
4.2	Hasil Karakterisasi H-ZSM-5.....	28
4.2.1	X-Ray Diffraction (XRD)	28
4.2.2	Fourier Transform Infrared (FTIR)	30
4.2.3	Field Emission Electron Microscopy- Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (FESEM-EDX)	31
4.2.4	Isoterm Adsorpsi-Desorpsi N ₂	34
4.2.5	Uji Fotokatalisis Metilen Biru menggunakan ZSM-5 dan NiO/ZSM-5	36
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....		41
5.1	Kesimpulan	41
5.2	Saran	41
LAMPIRAN		53
BIOGRAFI PENULIS		65

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Peristiwa eksitasi dan de-eksitasi di bawah sinar UV	6
Gambar 2.2	Struktur molekul kimia <i>Methylene Blue</i>	8
Gambar 2.3	Struktur kimia tetrahedral zeolit	9
Gambar 2.4	Penampang muka zeolit MFI dan Struktur kanal ZSM-5	10
Gambar 2.5	Skema kerja instrumen SEM (Fansuri, 2010).....	11
Gambar 2.6	Morfologi permukaan hasil SEM ZSM-5	12
Gambar 2.7	Skema Kerja XRD.	13
Gambar 2.8	Contoh difraktogram ZSM-5	14
Gambar 2.9	Skema Kerja IR	15
Gambar 2.10	Pola adsorpsi dan desorpsi ZSM-5	17
Gambar 2.11	Skema Kerja Spektrofotometer UV-VIS	18
Gambar 2.12	Grafik absorbansi metilen biru	19
Gambar 3.1	Reaktor fotokatalisis dan proses adsorpsi	21
Gambar 4.1	NiO/ZSM-5(a) dan ZSM-5(b) setelah kalsinasi.	28
Gambar 4.2	Difraktogram dari ZSM-5(a) dan NiO/ZSM-5(b)....	29
Gambar 4.3	Pola spektra FTIR ZSM-5 (a) dan NiO/ZSM-5 (b)	31
Gambar 4.4	Morfologi sampel ZSM-5(a) dan NiO/ZSM-5(b)....	32
Gambar 4.5	Spektrum EDX sampel NiO/ZSM-5	32
Gambar 4.6	<i>Mapping</i> unsur dari sampel NiO/ZSM-5	33
Gambar 4.7	Grafik isoterm adsorpsi-desorpsi N ₂ dari sampel ZSM-5 mesopori	35
Gambar 4.8	Distribusi ukuran poridari kaolin dan sampel ZSM-5mesopori dengan metode BJH.....	36
Gambar 4.9	Metilen biru awal (a) dan metilen biru setelah perlakuan fotokatalisis	39
Gambar 4.10.	Pengaruh pemuatan semikonduktor NiO pada ZSM-5 pada reaksi penghilangan warna metilen biru.....	40
Gambar B.1	Difraktogram ZSM-5 setelah kalsinasi suhu 550° ..	59
Gambar B.2	Difraktogram NiO/ZSM-5 setelah kalsinasi suhu 550°	60

Gambar B.3 Spektra IR ZSM-5 setelah kalsinasi suhu 550°	61
Gambar B.4 Spektra IR NiO/ZSM-5 setelah kalsinasi suhu 550°	62
Gambar B.5 Kurva adsorpsi-desorpsi nitrogen dari ZSM-5	63
Gambar B.6 Grafik Kurva Kalibrasi.....	64

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Komposisi unsur-unsur dalam NiO/ZSM-5	34
Tabel 4.2	Penurunan absorbansi pada senyawa metilen biru	38
Tabel B.1	Volume metilen biru 1000 ppm yang dibutuhkan	57
Tabel B.2	Perhitungan konsentrasi akhir metilen biru	58
Tabel B.3	Puncak 2θ pada difraktogram ZSM-5	59
Tabel B.4	Puncak 2θ pada difraktogram NiO/ZSM-5	60
Tabel B.5	Puncak spektra IR ZSM-5	61
Tabel B.6	Puncak spektra IR ZSM-5	62
Tabel B.7	Absorbansi metilen biru	64

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A: SKEMA KERJA	53
LAMPIRAN B: PERHITUNGAN	55
LAMPIRAN C: DATA KARAKTERISASI	59

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pewarna adalah zat yang sering digunakan dalam industri makanan, tekstil terutama pakaian dan perabotan. Selama penggunaan pewarna, sisa pewarna dibuang ke dalam lingkungan dalam bentuk limbah cair. Setidaknya 20% dari pewarna yang tidak digunakan dapat masuk ke lingkungan melalui limbah dari pabrik pengolahan air limbah (Carneiro, dkk., 2004). Polutan air ini menimbulkan bahaya lingkungan bagi manusia, hewan air, dan mikroorganisme. Secara umum, ini merupakan ancaman bagi ekosistem karena toksisitas dan efek karsinogeniknya (Ahmed, dkk., 2013). Sehingga penelitian mengenai cara menghilangkan limbah tersebut dari lingkungan perairan sangat penting untuk dilakukan. Secara umum polutan organik air tidak dapat diurai oleh biodegradasi serta menghilangkannya secara sempurna dari lingkungan perairan/air limbah hanya dengan metode adsorpsi, ozonisasi, dan lain-lain (Derikvandi dan Ejhieh, 2017).

Metilen biru dipilih sebagai senyawa model untuk mengevaluasi kapasitas fotokatalis dalam menghilangkan zat warna dari lingkungan air. Metilen biru memiliki aplikasi yang luas, meliputi pewarna kertas, pewarna rambut sementara, pewarna kapas, wol, pelapis untuk stok kertas, dan lain sebagainya. Metilen biru memiliki efek yang cukup berbahaya. Paparan akut metilen biru akan menyebabkan peningkatan detak jantung, muntah, syok, kelainan tubuh yang disebut dengan “Tubuh Heinz”, sianosis, ikterus, quadripelgia, dan nekrosis jaringan pada manusia (Kumar dan Kumaran, 2005).

Beberapa metode penghilangan polutan meliputi; sedimentasi, presipitasi kimia dan beberapa cara biologis belum mencapai hasil maksimal (Adeleke, dkk., 2018). Metode *Advanced Oxidation Processes* (AOPs) adalah metode penghilangan zat warna yang bekerja atas dasar produksi komponen reaktif seperti radikal hidroksil telah banyak digunakan sebagai metode yang lebih efisien untuk menghilangkan polutan dalam lingkungan

akuatik selama dua dekade terakhir (Bahrami dan Ejhieh, 2014). Proses eksitasi semikonduktor termasuk sulfida atau oksida dari beberapa logam transisi oleh UV atau radiasi vis menghasilkan pasangan lubang elektron pada permukaan katalis yang dapat bereaksi dengan molekul air atau oksigen untuk menghasilkan $\cdot\text{OH}$ atau radikal super oksida. Radikal reaktif ini dapat menyerang molekul polutan dan menghancurkannya (Nezamzadeh-Ejhieh dan Shams-Ghahfarokhi, 2015).

Tujuan utama dari AOPs adalah mengkonversi polutan organik yaitu CO_2 dan H_2O . Proses fotokatalisis heterogen, dalam kategori metode AOPs yang paling terkenal, besar energi cahaya sama dengan atau lebih tinggi dari energi celah pita semikonduktor akan menghasilkan pasangan lubang elektron pada permukaan katalis yang disebut *hole* (h^+). Lubang-lubang yang dihasilkan oleh foton (h^+) dapat mengoksidasi H_2O atau OH^- sehingga menghasilkan $\cdot\text{OH}$. Elektron-elektron yang dihasilkan oleh foton akan mengubah molekul O_2 menjadi ion-ion radikal superoksida (O_2^-). Radikal ini dapat bereaksi dengan molekul polutan dan kemudian menguraikannya menjadi CO_2 serta H_2O (Arabpour dan Ejhieh, 2015).

Katalis ZSM-5 merupakan salah satu zeolit sintesis yang banyak digunakan di industri. ZSM-5 memiliki keasaman permukaan yang tinggi, telah banyak digunakan sebagai pendukung katalis dan adsorben. (Durmus, 2005). ZSM-5 lebih hidrofobik daripada yang lain. Sejauh yang kita tahu, radikal hidroksil dengan waktu hidup yang sangat singkat, sekitar beberapa nanodetik, harus bereaksi segera setelah produksi. Oleh karena itu, adsorpsi permukaan polutan ke permukaan katalis memainkan peran penting dalam kasus ini. Hidrofobitas tinggi dari ZSM-5 menyebabkan untuk mencapai lebih banyak molekul zat warna mengelilingi permukaan katalis di mana radikal hidroksil akan dihasilkan (Nezamzadeh-Ejhieh dan Shams-Ghahfarokhi, 2015).

Semikonduktor yang didukung lebih efektif daripada yang tidak didukung dalam proses fotodegradasi (Woo, dkk., 2009).

Penambahan logam telah terbukti menjadi pendekatan yang efektif untuk meningkatkan aktivitas fotokatalisis pada ZSM-5. Zhang dkk. (2016) melaporkan bahwa penambahan logam nikel secara efektif dapat meningkatkan aktivitas fotokatalisis untuk degradasi metilen biru. Katalis NiO/ZSM-5 menunjukkan perubahan merah pada pita absorpsi di wilayah yang terlihat dan celah pita sempit (2,35 eV). Penambahan logam nikel meningkatkan aktivitas fotokatalisis untuk degradasi metilen biru (MB) di bawah iradiasi cahaya tampak. Struktur nano NiO dapat memberikan beberapa keuntungan dalam menyerap substrat tertentu karena permukaan kutubnya. Permukaan NiO memiliki momen dipol dalam unit berulang tegak lurus ke permukaan, dan dianggap mempengaruhi proses adsorpsi (Hu et al., 2008). Oleh karena itu, sejumlah peneliti telah menghasilkan struktur nano NiO dan menginvestigasi sifat adsorben mereka dalam pengobatan polusi zat warna; Congo Red dye (Song et al., 2009, Cheng et al., 2011, Wang et al., 2012, Ai dan Zeng, 2013), penghilang zat warna asam X-3B dan Fuchsin yang cemerlang dan reaktif dari air limbah (Song et al. , 2009), penghapusan zat warna Mono azo orange II dalam pengolahan air limbah (Nateghi et al., 2012).

Katalis NiO/ZSM-5 telah disintesis menggunakan metode pertukaran ion oleh Nezamzadeh-Ejhih dan Shams-Ghahfarokhi (2015). Akan tetapi metode tersebut kurang efektif untuk menempelkan logam pengemban pada permukaan zeolit. Dalam karya ini, disintesis komposit NiO/ZSM-5 dengan metode impregnasi. Peningkatan aktivitas fotokatalisis yang diperoleh akan digunakan dalam proses pengurangan dan penghilangan warna Metilen Biru (MB) pada larutan berair. Setelah karakterisasi katalis NiO/ZSM-5, efek penambahan semikonduktor NiO diamati pada hasil fotokatalisis MB (Derikvandi dan Ejhih, 2017).

ZSM-5 sebagai adsorben memiliki kemampuan adsorpsi yang cukup baik. Kemampuan ZSM-5 dapat pula dikombinasi dengan semikonduktor yang memiliki sifat fotokatalisis. Pada penelitian ini dilakukan modifikasi NiO/ZSM-5 melalui metode impregnasi dan kalsinasi. ZSM-5 hasil sintesis pada penelitian

terdahulu digunakan sebagai katalis pendukung. Katalis NiO/ZSM-5 dianalisa dan dievaluasi untuk mengetahui pengaruh impregnasi NiO terhadap aktivitas fotokatalitik NiO/ZSM-5 .

1.2 Tujuan

Penelitian ini bertujuan untuk memberikan aktifitas fotokatalisis pada ZSM-5 dengan memodifikasi menggunakan semikonduktor, yaitu nikel oksida (NiO).

1.3 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini adalah untuk memberikan informasi ilmiah mengenai pengaruh penambahan logam NiO dalam katalis ZSM-5 dan pengaruh penambahannya terhadap aktivitas fotokatalisis.

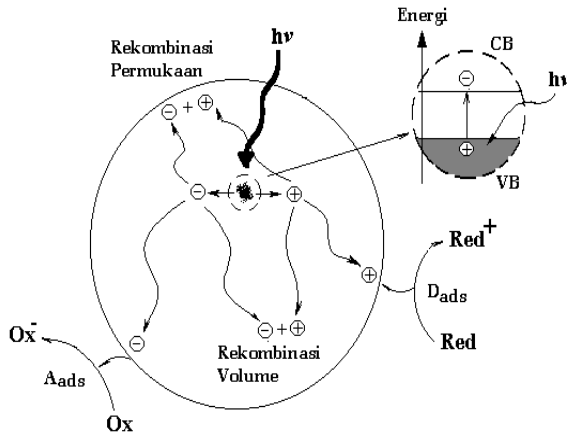
BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Fotokatalisis

Fotokatalisis adalah suatu reaksi kimia yang melibatkan proses fotokimia dan katalis. Penggunaan fotokatalis pada degradasi limbah aquos menunjukkan hasil yang baik dalam penghapusan berbagai kontaminan organik termasuk obat-obatan. Fotokatalisis dianggap sebagai metode degradasi limbah yang cukup menjanjikan karena sifatnya yang bebas bahan kimia (Ye dkk, 2018). Sehingga fotokatalisis digunakan dalam pengolahan limbah dengan dasar material oksida yang bersifat semikonduktor. Prinsip kerja dari fotokatalisis ini adalah penyerapan foton (Fox M, 1988). Pada metode ini tidak menghasilkan polutan lainnya sehingga hasil degradasi aman terhadap lingkungan. Selain itu fotokatalisis juga dapat mendegradasi semua jenis limbah industri. Metode yang dimanfaatkan pada fotokatalisis adalah penyinaran dengan sinar UV-Vis.

Pada proses fotokatalisis, dibutuhkan senyawa sebagai katalis yang bersifat semikonduktor. Modifikasi katalis mempengaruhi aktivitas fotokatalis tersebut, misalnya modifikasi penambahan logam transisi pada material berpori. *Band gap* yang berbeda secara signifikan diantara keduanya akan meningkatkan efisiensi fotokatalisis (Bahrami dan Ejhieh, 2014). Penambahan material pendukung pada semikonduktor adalah cara cepat untuk meningkatkan aktivitas fotokatalisis (Shirzadi dan Ejhieh, 2016).

Pinsip fotokatalisis yaitu apabila suatu semikonduktor dikenai cahaya ($h\nu$) maka elektron (e^-) pada pita valensi akan berpindah menuju pita konduksi, dan membentuk sebuah lubang positif (*hole*) pada pita valensi tersebut. Setelah itu, sebagian besar e^- dan h^+ akan berekombinasi kembali di permukaan semikonduktor. Sedangkan sebagian lainnya dari pasangan e^- dan h^+ dapat bertahan sampai pada permukaan semikonduktor, dimana pada akhirnya, h^+ dapat menginisiasi reaksi oksidasi dan dilain pihak e^- akan menginisiasi reaksi reduksi zat kimia yang ada disekitar permukaan semikonduktor (Arutanti dkk, 2009).



Gambar 2. 1 Peristiwa eksitasi dan de-eksitasi di bawah sinar UV

2.2 Semikonduktor NiO

Semikonduktor adalah material yang dicirikan dengan terisinya pita valensi dan kosongnya pita konduksi. Elektron tidak dapat berada pada daerah *band gap* antara pita valensi dan pita konduksi. Berdasarkan jumlah mayoritas partikel pembawa muatan, semikonduktor dibedakan dalam dua jenis, yaitu semikonduktor tipe-*p* dan tipe-*n*. Semikonduktor tipe-*p* merupakan semikonduktor yang mengalami kekurangan elektron sehingga semikonduktor ini bermuatan positif dengan lubang/hole sebagai pembawa muatan mayoritas. Semikonduktor tipe-*n* mengalami kelebihan elektron, menyebabkan semikonduktor ini bermuatan negatif dengan elektron sebagai pembawa muatan mayoritas (Marlupi, 2013).

Ketika disinari cahaya dengan panjang gelombang yang tepat, elektron pada pita valensi akan mengabsorpsi energi foton, tereksitasi, dan berpindah ke pita konduksi. Hasil eksitasi elektron ini adalah terbentuknya *hole* (muatan positif) pada pita valensi (h^+ v_B) dan elektron pada pita konduksi (e^- c_B). Pasangan elektron -

hole ini tidak stabil. Mereka dapat kembali ke tempat asalnya (berekombinasi) dengan melepaskan panas (Macias, 2003).

Secara termodinamik, level energi pita konduksi (E_{CB}) adalah ukuran kekuatan reduksi elektron pada semikonduktor, sedangkan level energi pita valensi (E_{VB}) adalah ukuran daya oksidasi *hole*. Semikonduktor yang berbeda memiliki level pita energi yang berbeda. Semakin tinggi potensial pita valensi, semakin tinggi daya oksidasi yang dimiliki oleh *hole*. Agar suatu semikonduktor mampu mendegradasi senyawa-senyawa organik yang berbeda, maka level energi valensinya harus terletak pada potensial yang relatif tinggi. Semikonduktor dengan bandgap kecil memiliki spektrum absorpsi yang cocok dengan spektrum emisi cahaya matahari. Semikonduktor dengan celah pita yang kecil merupakan pilihan yang lebih baik. Tapi, semikonduktor yang memiliki *band gap* kecil normalnya tidak memiliki potensial pita valensi yang tinggi (Jiang, dkk., 2004).

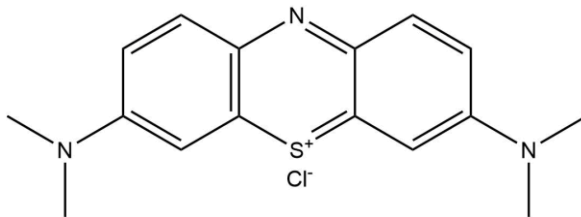
NiO merupakan oksida logam transisi dengan celah mayoritas yang terdiri dari lubang positif (Aplan dkk., 1980). Sangat sedikit penelitian yang telah dilakukan pada fotokatalisis. Terutama penelitian yang menentukan katalis semikonduktor terbaik pada penghapusan fenol dengan pemantaatan sinar dan NiO sebagai fotokatalis. NiO berupa bubuk kristal hitam kehijauan dengan kepadatan $6,67 \text{ g/cm}^3$ dan memiliki titik leleh 1984°C . Nikel oksida memiliki *band gap* lebih besar dari TiO_2 . Pita konduksi NiO [-0.5 eV] dan pita valensi [$+3.1 \text{ eV}$] sangat cocok untuk pemisahan air dan proses fotokatalisis. NiO adalah semikonduktor tipe-*p* dengan *band gap* mulai dari $3,6 \text{ eV}$ hingga $4,0 \text{ eV}$, transparan dengan sinar ultraviolet (UV), radiasi inframerah terlihat dan dekat (Venter dan Botha, 2011). Selain itu, NiO adalah katalis yang paling sedikit dipelajari untuk proses fotokatalis heterogen tetapi telah dipelajari dengan baik sebagai katalis hidrogenasi (Gondal dkk., 2008).

Ketika NiO, sebagai semikonduktor tipe-*p* bersentuhan dengan air, maka akan membentuk pita yang mengarahkan elektron fotogenerasi ke fase berair. Konduktivitas tipe-*p* hasil NiO

didapatkan dari adanya ion Ni^{3+} , lubang positif, dan kekosongan kationik karena adanya penggabungan dari oksigen yang diserap secara kimia ke dalam kisi NiO. NiO lebih terjangkau dibandingkan oksida lain dan menunjukkan stabilitas kimiawi pada kisaran pH yang wajar. Karenanya, NiO sebagai semikonduktor tipe-p sering digunakan sebagai ko-katalis yang didukung dengan fotokatalis berbeda karena proses pemuatannya sederhana dan terjangkau. Secara umum, fotokatalis yang melibatkan NiO menunjukkan efisiensi yang lebih tinggi untuk pemisahan air fotokatalisis (Nezamzadeh-Ejhih dan Shams-Ghahfarokhi, 2015).

2.3 Methylene Blue

Methylene Blue atau *methylthionine chloride* memiliki rumus molekul $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Metilen biru merupakan senyawa hidrokarbon aromatik heterosiklik dan kationik tiazin. Metilen biru (MB) akan berwarna biru gelap dalam keadaan teroksidasi dan akan tidak berwarna dalam keadaan tereduksi (Miclescu dan Wiklund, 2010). Senyawa ini berupa kristal berwarna hijau gelap. Memiliki berat molekul 319.86 gr/mol, dengan titik lebur di 105°C dan daya larut sebesar $4,36 \times 10^4$ mg/L. Senyawa MB merupakan senyawa yang sangat stabil sehingga sulit untuk diuraikan. Bila dilihat dari strukturnya, senyawa MB merupakan senyawa semi polar karena memiliki ikatan polar dan non-polar, sehingga akan sulit terurai menjadi ion-ion (Riyanto dan Julianto, 2009). Struktur metilen biru diperlihatkan pada Gambar 2.2.



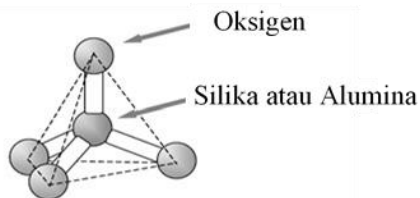
Gambar 2. 2 Struktur molekul kimia *Methylene Blue* (Sadhukhan dkk., 2016)

Metilen biru biasanya digunakan sebagai pewarna sutra, wool, tekstil, kertas, peralatan kantor dan kosmetik. Penggunaan zat warna ini dapat menimbulkan beberapa efek seperti iritasi saluran pencernaan jika tertelan, menimbulkan sianosis jika terhirup, dan iritasi pada kulit jika tersentuh (Widihati dkk., 2011)

2.4 Zeolit ZSM-5

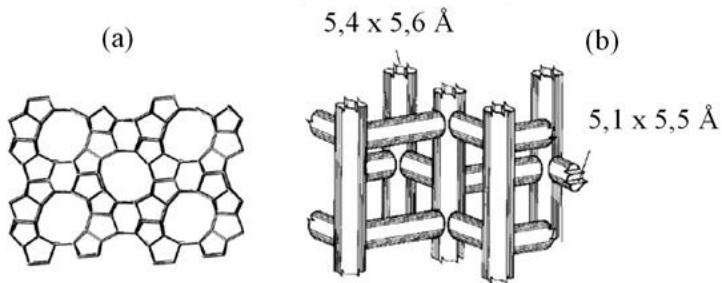
Zeolit adalah material terbaik untuk proses adsorpsi. Zeolit memiliki struktur berpori seperti saringan dan memiliki kemampuan menyerap untuk molekul kecil seperti air. Oleh sebab itu zeolit dimanfaatkan sebagai adsorber. Ada sekitar 40 jenis zeolit alam, meskipun sekitar 12 jenis yang memiliki nilai komersial, termasuk klinoptilolit, mordenit, filipsit, kabasit dan erionite (Wahono dkk, 2014).

Zeolit merupakan material dengan penyusun utama berupa Silika (Si), Alumina (Al) dan Oksigen (O) sehingga sering disebut sebagai material aluminosilikat. Zeolit tersusun dari struktur tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ membentuk kerangka tiga dimensi. Kedua tetrahedral di atas dihubungkan oleh atom oksigen dengan pemakaian bersama membentuk tetrahedron (Breck, 1974). Susunan tetrahedron menghasilkan struktur tiga dimensi terbuka dan berongga yang didalamnya diisi oleh molekul air yang dapat bergerak bebas dan atom-atom logam biasanya logam-logam alkali (IA) atau alkali tanah (IIA) yang dapat dipertukarkan (*ion exchangable*) (Chetam, 1992). Secara umum, struktur zeolit merupakan gabungan dari tetrahedral dengan unit TO_4 , dimana T adalah ion Si^{4+} atau Al^{3+} dengan atom O berada diantara atom T, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2. 3 Struktur kimia tetrahedral zeolit (Haag, 1984)

ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile 5*) merupakan kristal padatan aluminosilikat tinggi dengan struktur kerangka MFI. Zeolit dengan tipe MFI terdiri dari satuan unit pentasil yang terhubung satu sama lain melalui atom oksigen (O) membentuk rantai pentasil. Struktur zeolit MFI memiliki 10 cincin oksigen yang saling terhubung sehingga menghasilkan 2 jenis sistem kanal, yaitu kanal lurus dengan lubang pori $5,4 \times 5,6 \text{ \AA}$ dan kanal sinusoidal (elips) dengan lubang pori $5,1 \times 5,5 \text{ \AA}$ (Meng, 2018) seperti pada Gambar 2.4.



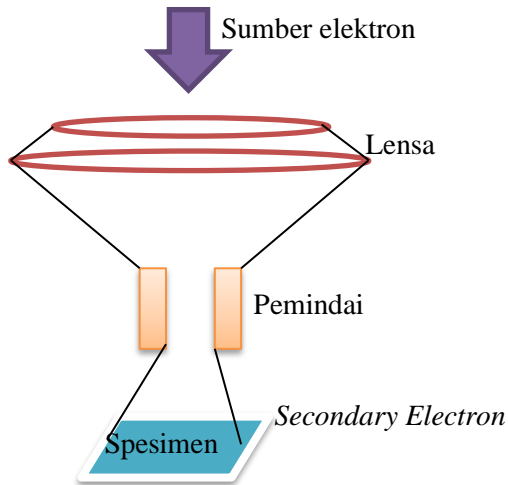
Gambar 2. 4 (a) Penampang muka zeolit MFI dan (b) Struktur kanal ZSM-5 (Meng, 2018)

ZSM-5 memiliki karakteristik yang khas seperti: luas permukaan yang besar, kemampuan pertukaran ion yang baik, sifat keasaman yang kuat, stabilitas termal yang baik, dan selektivitas yang tinggi (Zhang dan Ostraat, 2016). Menurut penelitian Xiao. dkk (2012) ZSM-5 merupakan material potensial yang digunakan sebagai *filler* dalam membran polimer separator baterai. Penambahan *filler* ZSM-5 mampu meningkatkan konduktivitas ionik matriks polimer melalui penurunan kristalinitas polimer serta memiliki stabilitas termal yang tinggi dengan tingkat dekomposisi yang rendah pada suhu $400 \text{ }^\circ\text{C}$. Selain itu, zeolit yang memiliki struktur mesopori dalam aluminosilikat bermanfaat dalam aplikasi katalitik (Qoniah dkk., 2015).

2.5 Karakterisasi

2.5.1 Field Emission Scanning Electron Microscopy – Energy Dispersion X-Ray (FESEM-EDX)

Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM) memiliki kelebihan fokus dengan resolusi yang lebih tinggi, kemampuan untuk mengukur sifat struktural dan mikromekanis serta potensi pencitraan dengan akurasi baik. Mekanisme uji FESEM dilakukan dengan melapisi sampel menggunakan emas terlebih dahulu. Langkah utama dari karakterisasi adalah meneteskan beberapa tetes sampel diatom tersuspensi metanol pada pemegang sampel aluminium untuk digunakan dalam SEM. Metanol diuapkan dari pemegang sampel, meninggalkan banyak frustrasi di permukaan pemegang. Pemegang sampel kemudian dimasukkan ke dalam FESEM untuk karakterisasi dan pencitraan.

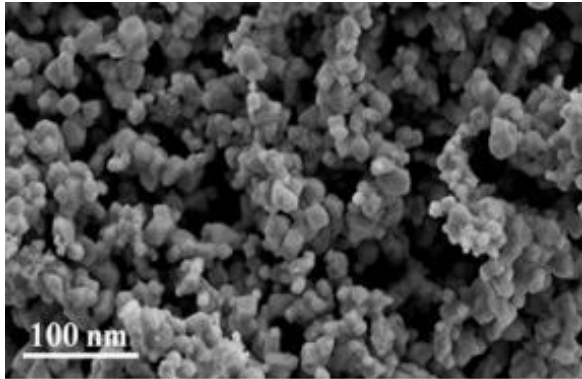


Gambar 2. 5 Skema kerja instrumen FESEM.

Field Emission Scanning Electron Microscope dioperasikan bersama spektroskopi sinar-X (EDS). Pencitraan FESEM dilakukan untuk membuat pengukuran struktur pori yang beragam. Komposisi unsur dapat dianalisis dengan detektor Si (Li) suatu spektrometer x-ray energi dispersif (EDS) (Reimer, 1993).

Metode pengoperasian FESEM dilengkapi dengan instrumen *energy dispersive X-Ray* (EDX) untuk emisi spektra X-ray. EDX digunakan untuk mendapatkan komposisi unsur yang terdapat pada sampel padatan. Instrumen FESEM yang dilengkapi dengan detektor EDX, sangat berperan untuk mengidentifikasi unsur dan memetakan distribusi unsur pada sampel (West, 2014).

Contoh mikrograf FESEM ZSM-5 ditunjukkan pada Gambar 2.6, dari mikrograf penampang melintang rata-rata ukuran partikel yang berbentuk balok dari ketiga sampel yaitu sekitar 1μ (1000 nm).



Gambar 2.6 Morfologi permukaan hasil FESEM ZSM-5 (Pududuky dkk., 2016)

2.5.2 X-Ray Diffraction (XRD)

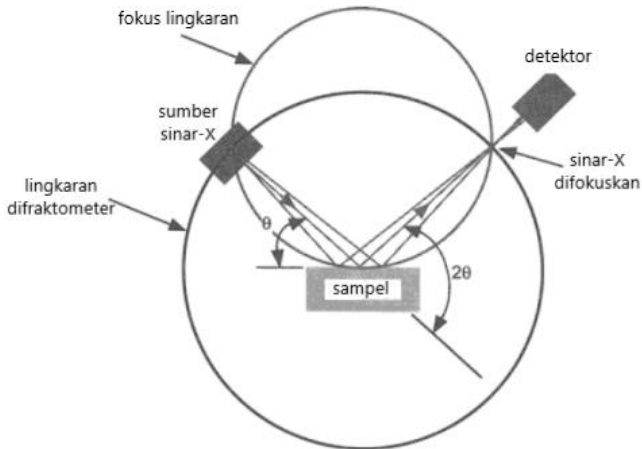
Instrumen yang digunakan untuk mengkarakterisasi suatu padatan atau kristal dengan hasil berupa puncak-puncak yang spesifik adalah *X-Ray Diffraction* (XRD). Kebanyakan dari katalis berbentuk padatan kristal seperti zeolit, oksida logam dan logam berpenyanga. XRD menjadi teknik yang cukup handal dan mendasar untuk mengevaluasi sifat-sifat fasa kristal dan ukuran kristal (Leofanti dkk, 1997) namun tidak dapat menampilkan sifat-sifat yang diperlukan untuk katalis-katalis yang bersifat bukan kristal. Metode ini akan menunjukkan rincian transisi struktural dari amorf ke fase nanokristalin pada saat yang sama meningkatkan

pemahaman kita tentang mekanisme anisotropi magnetik dan struktural dalam paduan nanokristalin (Nutor dkk, 2018).

Prinsip dari analisis XRD adalah kristal memantulkan sinar X yang dikirimkan dari sumber dan diterima oleh detektor. Prinsip kerja XRD dijelaskan pada Gambar 2.7. Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X di jatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Pola difraksi diplotkan berdasarkan intensitas puncak yang menyatakan peta parameter kisi kristal atau indeks Miller (hkl) sebagai fungsi 2θ dimana menyatakan sudut difraksi berdasarkan persamaan Bragg (Richardson, 1989). Interpretasi Hukum Bragg dilakukan berdasarkan asumsi bahwa permukaan dari sinar X dipantulkan adalah datar.

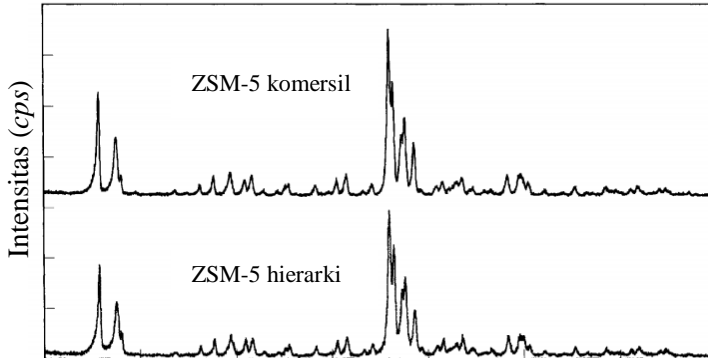
$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

$$\text{kristalinitas} = \frac{\text{intensitas puncak sampel}}{\text{intensitas puncak standar}} \times 100\%. \quad (2)$$



Gambar 2. 7 Skema Kerja XRD.

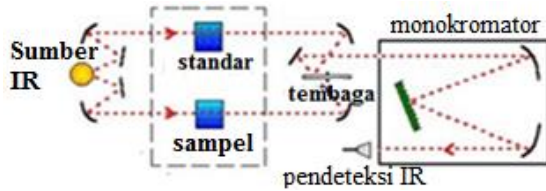
Gambar 2.8 merupakan contoh difraktogram ZSM-5 dimana dari difraktogram terlihat puncak-puncak khas ZSM-5 yang identik pada $2\theta = 7,89^\circ; 8,8^\circ; 23,04^\circ; 23,87^\circ; \text{ dan } 24,32^\circ$. (Hamid, 2015).



Gambar 2. 8 Contoh difraktogram ZSM-5 komersial dan ZSM-5 hierarki (Ogura dkk., 2001)

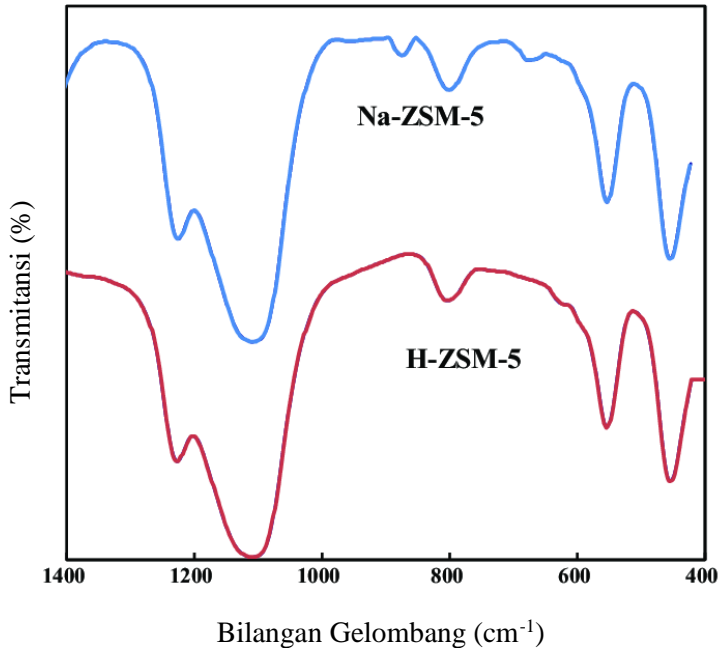
2.5.3 Fourier Transformation Infrared (FT-IR)

Spektrofometri ini berdasarkan kepada penyerapan panjang gelombang Inframerah. Cahaya inframerah, terbagi menjadi inframerah dekat, pertengahan dan jauh. Inframerah pada spektrofotometri adalah inframerah jauh dan pertengahannya yang mempunyai panjang gelombang 2,5-1000 mikrometer. Hasil analisa biasanya berupa 9 signalkromatogram hubungan intensitas IR terhadap panjang gelombang. Untuk identifikasi, signal sampel akan dibandingkan dengan signal standard. Pada spektro Infra Red (IR) meskipun bisa digunakan untuk analisa kuantitatif, namun biasanya lebih kepada analisa kualitatif. Umumnya spektro IR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada suatu senyawa, terutama senyawa organik. Setiap serapan pada panjang gelombang menggambarkan adanya suatu gugus fungsi spesifik (Ratih, 2013). Skema kerja instrumen ini ditunjukkan oleh Gambar 2.9.



Gambar 2. 9 Skema Kerja IR.

Analisis FTIR pada sampel padatan umumnya menggunakan campuran KBr dengan perbandingan tertentu. Senyawa KBr tidak memiliki serapan energi pada bilangan gelombang sinar inframerah namun dapat mendispersikan senyawa dalam padatan tanpa merusak strukturnya sehingga berfungsi untuk mengurangi kuat absorpsi senyawa dalam padatan (Leofanti dkk., 1997). Gambar 2.10 merupakan contoh spektra FTIR ZSM-5 dimana serapan khas muncul pada bilangan gelombang 445 cm^{-1} - 1300 cm^{-1} . Vibrasi tekuk Si-O dan Al-O muncul pada bilangan gelombang 445 cm^{-1} . Vibrasi unit struktur pentasil ZSM-5 muncul pada 550 cm^{-1} . Peregangan simetris eksternal muncul pada pada 1230 cm^{-1} . Peregangan asimetris internal dan asimetris eksternal muncul pada 1070 cm^{-1} dan 1120 cm^{-1} , sedangkan tetrahedral SiO_4 terdeteksi pada $1230\text{-}1070\text{ cm}^{-1}$. Gambar 2.10 merupakan spektra IR ZSM-5 yang dilakukan pada bilangan gelombang $1400 - 400\text{ cm}^{-1}$. Puncak-puncak karakteristik dari kaolin muncul pada bilangan gelombang $1107, 1029, 913, 791, 755, 692, 541, 466$ dan 428 cm^{-1} .



Gambar 2.10 Contoh spektra FTIR dan pita serapan khas pada Na-ZSM-5 dan H-ZSM-5 (Hosseinpour dkk., 2017).

2.5.4 Adsorpsi Desorpsi Nitrogen

Brunauer-Emmet-Teller (BET) adalah analisis area permukaan suatu molekul. Analisis ini ditemukan atau dikemukakan oleh tiga ilmuwan, yaitu Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmett, dan Edward Teller pada tahun 1938 serta merupakan perpanjangan dari teori Langmuir (Hwang dan Barron, 2011). Pada BET diasumsikan terjadi adsorpsi monolayer dan multilayer. Layer dari molekul-molekul yang teradsorb terbagi menjadi:

- Layer pertama dengan panas adsorpsi $\Delta H_{ad,1}$
- Layer kedua dan seterusnya dengan $H_{ad,2} = \Delta H_{cond}$

BET memiliki prinsip isothermal, yaitu bekerja pada suhu gas tetap dan mengikuti persamaan:

$$\frac{p}{V(p_0-p)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{C-1}{V_m C} \cdot \frac{p}{p_0} \dots \dots \dots (3)$$

V : jumlah gas yang teradsorb pada tekanan p

V_m : jumlah gas dalam monolayer

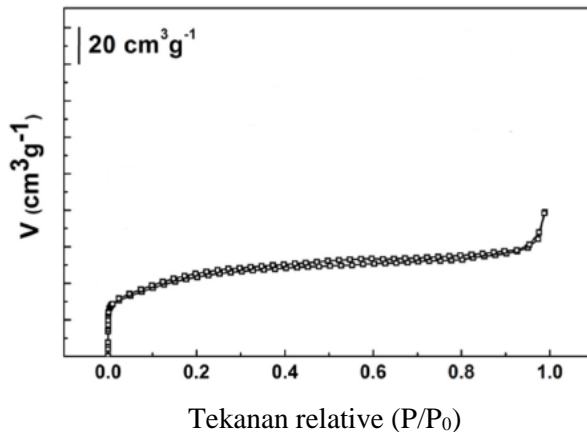
P_0 : tekanan penjenhuan

$V \rightarrow \infty$ pada $P = P_0$

C : konstanta yang didefinisikan sebagai berikut

H_{ad} dan H_{cond} adalah entalpi adsorpsi pada layer pertama dan seterusnya (Prasetyoko dkk, 2016).

Gambar 2.11 merupakan contoh pola adsorpsi dan desorpsi dapat disimpulkan secara umum bahwa sampel ZSM-5 menunjukkan profil isoterm tipe IV yang merupakan karakteristik padatan berpori meso dengan ukuran 2-50 nm.



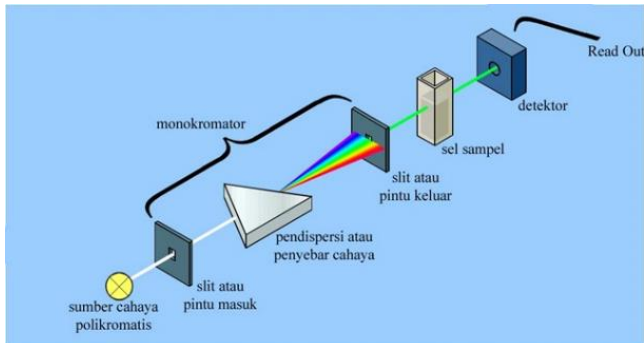
Gambar 2.11 Pola adsorpsi dan desorpsi ZSM-5 (Zhuang dkk., 2018)

2.5.6 Spektroskopi UV-vis

Spektroskopi adalah studi mengenai interaksi cahaya dengan atom dan molekul. Radiasi cahaya atau elektromagnet dapat dianggap menyerupai gelombang. Dasar spektroskopi UV-Vis adalah serapan cahaya pada daerah 300 nm – 700 nm. Bila

cahaya jatuh pada senyawa, maka sebagian dari cahaya diserap oleh molekul-molekul sehingga akan terjadi interaksi molekul yang akan menyebabkan transisi electron berupa eksitasi electron dari HOMO ke LUMO. Spektra UV-Vis dari senyawa-senyawa organik berkaitan erat dengan transisi-transisi diantara tingkatan-tingkatan tenaga elektronik. (Sastromidjojo, 1991)

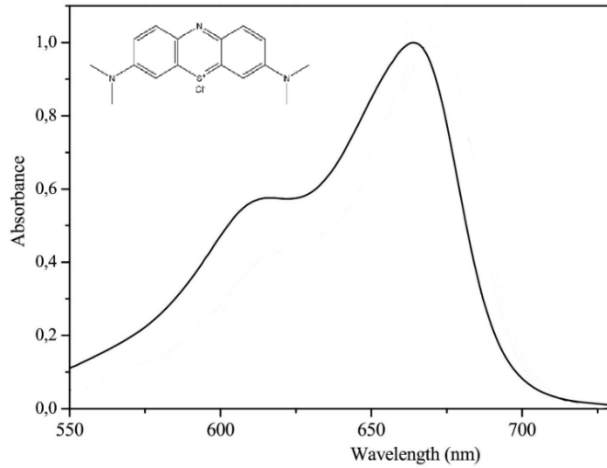
Spektrofotometri merupakan salah satu metode dalam kimia analisis yang digunakan untuk menentukan komposisi suatu sampel baik secara kuantitatif dan kualitatif yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan cahaya. Peralatan yang digunakan dalam spektrofotometri disebut spektrofotometer. Cahaya yang dimaksud dapat berupa cahaya visibel, UV dan inframerah, sedangkan materi dapat berupa atom dan molekul namun yang lebih berperan adalah elektron valensi. Secara sederhana Instrumen spektrofotometri yang disebut spektrofotometer terdiri dari : sumber cahaya – monokromator – sel sampel – detektor – read out (pembaca). (Khopkhar, 2003)



Gambar 2. 12 Skema Kerja Spektrofotometer UV-VIS

Spektrofotometri visible disebut juga spektrofotometri sinar tampak. Cahaya yang dapat dilihat oleh mata manusia adalah cahaya dengan panjang gelombang 400-700 nm. Cahaya yang diserap oleh suatu zat berbeda dengan cahaya yang ditangkap oleh mata manusia. Cahaya yang tampak atau cahaya yang dilihat dalam

kehidupan sehari-hari disebut warna komplementer. (Khopkhar, 2003). Gambar 2.13 merupakan contoh absorbansi metilen biru



Gambar 2. 13 Grafik absorbansi metilen biru.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, labu ukur yang digunakan untuk mengencerkan larutan. Botol timbang yang digunakan untuk menimbang padatan kristal $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sedangkan untuk penimbangan metilen biru menggunakan kaca arloji dan untuk proses menimbang menggunakan neraca analitik. Oven (BINDER Germany) digunakan dalam proses pengeringan sampel $\text{NiO}/\text{ZSM-5}$ pada suhu $\pm 110^\circ\text{C}$. Lampu UV-LED digunakan sebagai sumber sinar ultraviolet pada penelitian. *Magnetic stirrer* digunakan untuk pengadukan pada 250 rpm dengan suhu ruang. *Muffle furnace* digunakan untuk menghilangkan template organik pada ZSM-5. Pada karakterisasi, alat yang digunakan adalah *Fourier transform Infrared Spectroscopy* (Shimadzu Instrument Spectrum One 8400s), instrumen *X-ray Diffraction (X'Pert PRO)*, *Field Emission Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray* (Flexsem 1000 Hitachi), dan Reaktor fotokatalisis dengan lampu UV-LED (EPILEDS, $\lambda = 365 \text{ nm}$).

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah padatan Nikel(II) nitrat heksahidrat ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Merck), Aqua Demineralisasi, ZSM 5 hasil sintesis, Metilen Biru ($\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S}$, Merck Millpore).

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Pembuatan larutan Ni

Pembuatan larutan $\text{Ni}(\text{II})$ dilakukan menurut penelitian Derikvandi dan Nezamzadeh Ejjhieh (2017). Logam nikel yang digunakan adalah senyawa $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Larutan nikel dibuat dengan konsentrasi sebesar 0,3 M. Sebanyak 4,3619 gram senyawa $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ diambil dan ditimbang dalam botol menggunakan neraca analitik. Kemudian dilarutkan menggunakan aqua DM dalam

labu ukur 50 mL. Larutan yang telah siap kemudian disimpan dalam botol vial.

3.2.2 Proses penghilangan template pada ZSM-5

ZSM-5 memiliki template organik berupa CTABr sehingga membutuhkan perlakuan kalsinasi. Proses tersebut dilakukan menurut penelitian Chen dkk. (2018), yaitu pada suhu 550°C dengan *holding* selama enam jam. ZSM-5 disiapkan di dalam wadah krusibel panjang terlebih dahulu. Selanjutnya, ZSM-5 dimasukkan ke dalam *furnace* yang telah diatur pada suhu 550°C, setelah enam jam ZSM-5 diambil dari *furnace* dan disimpan dalam desikator.

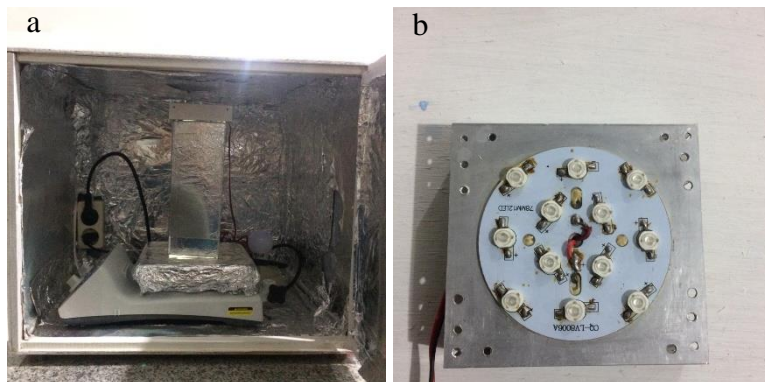
3.2.3 Sintesis NiO/ZSM-5

NiO/ZSM-5 disintesis dengan metode impregnasi yang diadopsi dari penelitian Derikvandi dan Nezamzadeh-Ejhih (2017). Serbuk zeolite ZSM-5 sebanyak 2 gram ditambahkan ke dalam larutan Ni dengan konsentrasi 0,3 M. Kemudian disiapkan sampel NiO/ZSM-5 (10 mL larutan Nikel, distirrer selama 8 jam pada suhu ruangan). Suspensi dioven dengan suhu 110 °C selama 12 jam. Sampel dikalsinasi pada suhu 550°C selama 3 jam untuk menyiapkan katalis NiO/ZSM-5.

3.2.4 Proses penghilangan warna pada Metilen Biru dengan UV-LED.

Sebanyak 20 mg NiO/ZSM5 dimasukkan kedalam gelas kimia 50 mL yang telah terisi 25 mL larutan metilen biru dengan konsentrasi 15 ppm, lalu dimasukkan *magnetic stirrer*. Setelah itu, diletakkan diatas *hot plate* dengan posisi diatas gelas kimia telah disiapkan lampu UV-LED dengan daya sebesar 3 Watt. Setelah itu dilakukan pengadukan pada 250 rpm selama sepuluh menit dengan posisi sinar UV menyala. Selain itu, diperlukan satu kondisi lagi dengan perlakuan yang sama, hanya saja tidak memakai sinar apapun atau dalam keadaan kedap cahaya, hal ini agar tidak ada intervensi dari cahaya yang lain. Berikutnya, tiap larutan hasil reaksi dengan bantuan cahaya maupun tidak, masing-masing

diambil 5 ml untuk diukur besar absorbansinya menggunakan instrumen UV-Vis.



Gambar 3. 1 Reaktor fotokatalisis (a) dan lampu UV-LED.

3.2.5 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru

Larutan metilen biru 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm dimasukkan ke dalam kuvet. Pengukuran absorbansi menggunakan instrumen UV-Vis dengan *setting* panjang gelombang 605 – 725 nm pada range 10 nm. Aquademineralisasi digunakan sebagai blanko selama penentuan besar absorbansi.

3.2.6 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan metilen biru 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm dimasukkan ke dalam kuvet. Pengukuran absorbansi menggunakan instrument UV-Vis dengan *setting* panjang gelombang maksimal yang telah ditentukan sebelumnya. Data yang diperoleh kemudian di plot ke dalam grafik konsentrasi vs absorbansi.

3.2.7 Penentuan Absorbansi Larutan Metilen Biru

Absorbansi dari larutan metilen biru yang telah melewati proses reaksi dengan ZSM-5 ataupun NiO/ZSM-5 (dengan cahaya dan kedap cahaya), diukur pada panjang gelombang maksimum.

3.3 Karakterisasi NiO/ZSM-5

3.3.1 Karakterisasi Struktur Kristal dengan *X-Ray Diffraction (XRD)*

Karakterisasi struktur kristal ZSM-5 dan NiO/ZSM-5 hasil sintesis dilakukan dengan instrumen *X-Ray Diffraction (XRD)*. Difraksi sinar X (XRD) digunakan untuk memperoleh informasi tentang struktur, komposisi, dan tingkat kristalinitas material (Putro dan Prasetyoko, 2007). Hasil padatan sintesis NiO/ZSM-5 dan ZSM-5 diletakkan pada *sample holder* yang telah dibersihkan sebelumnya dan diratakan permukaanya. Pada pengambilan data dengan instrumen XRD digunakan sumber radiasi CuK_α ($\lambda = 1,54\text{\AA}$) dan pengukuran sudut 2θ pada $5\text{-}40^\circ$ dengan inkremen $0,05^\circ$ (Ogura dkk., 2001).

3.3.2 Karakterisasi Ikatan Kimia dengan *Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy*

Karakterisasi ikatan kimia hasil sintesis NiO/ZSM-5 ditentukan dengan instrumen spektrofotometer FTIR. Padatan zeolite (masing - masing, NiO/ZSM-5 dan ZSM-5) dan KBr dengan perbandingan 1:9 dicampurkan kemudian digerus dengan mortar agat hingga homogen. Campuran tersebut dibuat pelet dengan cara ditekan menggunakan alat penekan hidrolik. Selanjutnya pelet yang terbentuk dianalisis dengan spektrofotometer FTIR pada bilangan gelombang $1400\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ (Hassaninejad-Darzi dkk., 2017).

3.3.3 Karakterisasi dengan *Field Emission Electron Microscopy- Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (FESEM-EDX)*

Karakterisasi morfologi pada ZSM-5 dilakukan dengan instrumen *Field Emission Electron Microscopy (SEM)*. Sampel dipreparasi dengan meletakkan pada karbon *tape* dalam sampel holder. Kemudian dilakukan coating dengan material campuran Au-Pd pada permukaan sampel yang akan diamati.

3.3.4 Adsorpsi-desorpsi nitrogen

Padatan ZSM-5 sebelum dan setelah dimodifikasi dengan metode post-synthesis desilikasi hidroksida dikarakterisasi dengan Adsorpsi-Desorpsi isothermal N₂. Sampel di-degass pada suhu 300°C selama 10 jam sebelum pengujian untuk menghilangkan gas yang teradsorpsi pada sampel. Metode Brunauer-Emmett-Teller (BET) digunakan untuk menentukan luas area spesifik (SBET). Untuk mengukur distribusi pori digunakan metode Barrett-Joyner-Halenda (BJH) pada hasil fisisorpsi N₂.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Ni/ZSM-5 dengan metode impregnasi

Sintesis NiO/ZSM-5 dilakukan dengan metode impregnasi. Metode impregnasi merupakan proses pemuatan logam transisi dengan melakukan perendaman material mesopori silika dalam larutan logam. Larutan logam yang telah dimuatkan tidak disaring setelah proses pengadukan, namun langsung dikeringkan pemilihan metode impregnasi memungkinkan untuk mengontrol jumlah logam yang dimuatkan pada prekursor (Trisunaryanti, 2015).

Prekursor yang digunakan adalah ZSM-5 dari hasil sintesis Hamid (2015). ZSM-5 terlebih dahulu dikalsinasi dalam *furnace* pada suhu 550°C selama 3 jam. Hal tersebut dilakukan untuk menghilangkan template organik yang terdapat pada prekursor. Kemudian ZSM-5 dan larutan Ni(NO₃)₂ 0,3 M dimasukkan di dalam gelas beaker dengan berat padatan sebesar dua gram dan volume larutan sebesar 10 mL. Proses pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* dilakukan selama 8 jam pada suhu ruang (Derikvandi dan Nezamzadeh-Ejhieh, 2017). Campuran yang dihasilkan dipanaskan dalam oven pada suhu 110°C selama 12 jam (Hu, dkk., 2018). Campuran yang telah melalui proses pengeringan kemudian di kalsinasi pada suhu 550°C selama 4 jam. Kalsinasi dilakukan untuk mendekomposisi (NO₃)₂.

Proses sintesis diperoleh padatan berwarna putih kehijauan yang disebut NiO/ZSM-5. Setelah proses kalsinasi, padatan NiO/ZSM-5 memiliki warna abu-abu gelap sedangkan ZSM-5 setelah dan sebelum kalsinasi memiliki warna putih kekuningan seperti pada Gambar 4.1 Seperti oksida logam biner lainnya, NiO umumnya bersifat non-stoikiometrik, yang berarti bahwa rasio Ni: O menyimpang dari 1: 1. Oksida nikel non-stoikiometri ini ditandai dengan perubahan warna, NiO yang semula hijau menjadi abu-abu gelap (Greenwood, 1984).

Setelah seluruh tahap kalsinasi selesai, padatan yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD)

untuk mengetahui fase dan kristalinitasnya, spektroskopi inframerah (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi dan ikatan cincin rangkap lima yang merupakan karakteristik untuk struktur pentasil ZSM-5, adsorpsi-desorpsi N_2 untuk mengetahui luas permukaan dan distribusi ukuran pori, serta FESEM-EDX untuk mengetahui morfologi permukaan juga pesebaran unsurnya.



Gambar 4.1 NiO/ZSM-5(a) dan ZSM-5(b) setelah kalsinasi.

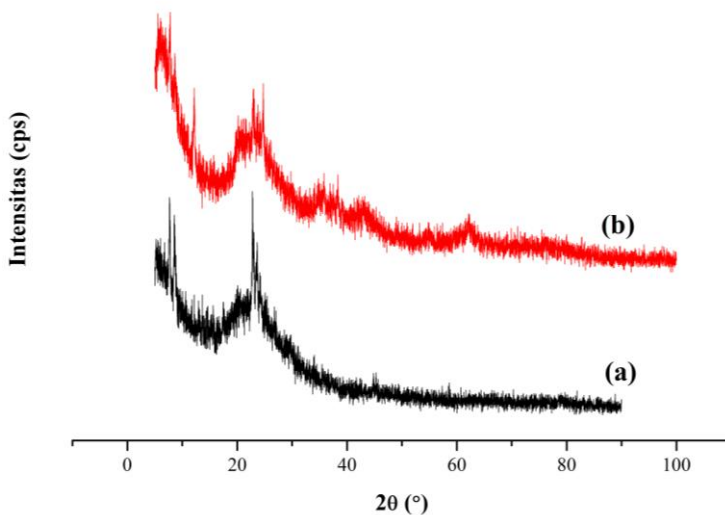
4.2 Hasil Karakterisasi ZSM-5

4.2.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi sampel dengan metode XRD didasarkan pada suatu sampel yang mempunyai bidang kristal. Suatu kristal memiliki bidang yang dibentuk oleh atom-atom yang tersusun

secara teratur. Difraksi sinar-X yang disebabkan oleh suatu bidang kristal tertentu ditandai dengan sudut difraksi yang khas. Setiap padatan yang mempunyai struktur kristal tertentu akan memiliki pola difraksi tertentu juga, sehingga struktur suatu padatan dapat diperkirakan berdasarkan pola difraksinya (Sibilia, 1996).

Padatan NiO/ZSM-5 yang didapatkan dari hasil sintesis dan ZSM-5 dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk melihat struktur kristal dan kristalinitasnya. Hasil XRD yang diharapkan dari penelitian ini adalah adanya perubahan struktur kristal sebelum dan sesudah proses impregnasi yang ditandai dengan adanya puncak baru yang terdapat pada difraktogram NiO/ZSM-5. Material ZSM-5 merupakan zeolit dengan struktur MFI yang memiliki puncak karakteristik yang khas pada $2\theta = 7,89$; $8,8$; $23,04$; $23,87$ dan $24,32^\circ$ (Treacy, dkk., 2001). Terlihat dari hasil difraktogram pada Gambar 4.2 (a) terdapat beberapa puncak yang muncul pada $2\theta = 7,72$; $8,57$; $22,80$; $23,69$ dan $24,19^\circ$. Pada Gambar 4.2 (b) terlihat beberapa puncak baru yang menandakan adanya NiO, yaitu $2\theta = 35,83$, $38,36$, dan $62,31^\circ$.



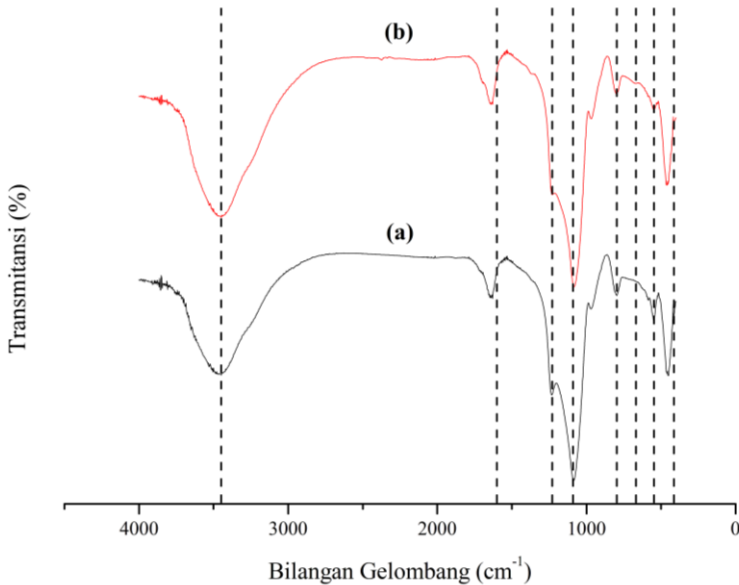
Gambar 4.2 Difraktogram dari ZSM-5(a) dan NiO/ZSM-5(b)

Pola difraksi dari semua sampel juga menunjukkan adanya gundukan dari 2θ antara $15-35^\circ$ selain terlihat puncak karakteristik ZSM-5 pada $23-25^\circ$. Gundukan tersebut mengindikasikan fase amorf pada padatan. menunjukkan adanya gundukan dari 2θ antara $15-35^\circ$ selain terlihat puncak karakteristik ZSM-5 pada $23-25^\circ$. Pola XRD ZSM-5 dan NiO/ZSM-5 ditunjukkan pada Gambar 4.2 dimana terdapat puncak-puncak baru yang menandakan adanya logam Nikel pada struktur kristal ZSM-5.

4.2.2 *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Karakterisasi FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dari suatu sampel. Sampel yang digunakan biasanya berupa material dalam keadaan padat, cair, atau gas (Sibilia, 1996). Karakterisasi ikatan kimia pada sampel NiO/ZSM-5 dan ZSM-5 dilakukan dengan spektrofotometer FTIR pada bilangan gelombang $1400-400\text{ cm}^{-1}$. Hal ini dilakukan untuk mengetahui terbentuknya pori berukuran meso pada sampel. Terbentuknya pori berukuran meso ditandai dengan gugus silanol (Si-OH) pada bilangan gelombang sekitar 960 cm^{-1} (Goncalves dkk., 2008).

Hasil spektra dari NiO/ZSM-5 dan ZSM-5 ditunjukkan pada Gambar 4.3. Spektra FTIR kedua sampel memiliki nilai puncak identik pada pita serapan $414, 547, \text{ dan } 796\text{ cm}^{-1}$. Terdapat pula puncak yang lain yaitu sekitar $1228-1232\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi ulur dalam tetrahedral SiO_4 atau AlO_4 , puncak sekitar $1084 \text{ dan } 1085\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi ulur Si-O-Si pada bidang (*Si-O-Si in plane stretching*) (Castellano dkk., 2010). Puncak sekitar $968 \text{ dan } 970\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi tekuk Al-O-H. Puncak di sekitar 796 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan Si-O-Si (Temuujin dkk., 2001). Puncak pada 669 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur simetri T-O dimana T adalah Si atau Al, puncak sekitar 547 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ulur Si-O-Al (Tang dkk., 2012). Puncak sekitar $449, \text{ dan } 461\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi tekuk TO. Puncak 455 cm^{-1} menunjukkan adanya peregangan NiO (Sheena dkk., 2014). Puncak 669 cm^{-1} menunjukkan pergeseran NiO (Qiao dkk., 2009).



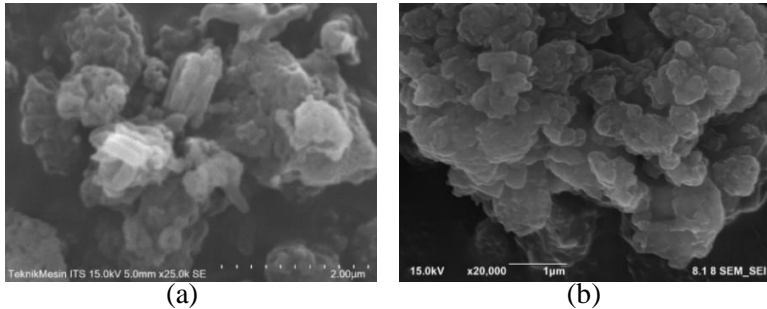
Gambar 4.3 Pola spektra FTIR ZSM-5 (a) dan NiO/ZSM-5 (b)

Hasil spektra FTIR dari kedua sampel menunjukkan kemiripan puncak-puncak pada bilangan gelombang tertentu serta terdapat puncak baru yang muncul yang menandakan adanya NiO.

4.2.3 Field Emission Electron Microscopy- Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (FESEM-EDX)

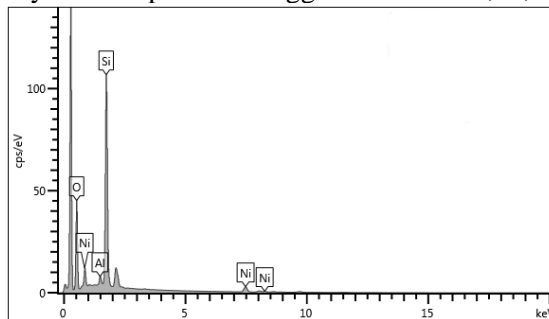
Karakterisasi FESEM digunakan untuk mengetahui morfologi, pengukuran ketebalan dan analisis struktural dari sampel ZSM-5 dan NiO/ZSM-5. Sedangkan untuk mengetahui kandungan unsur-unsur yang terdapat pada sampel digunakan Energy Dispersive X-ray (EDX) (West, 1984). Gambar 4.5 menunjukkan mikrograf morfologi permukaan ZSM-5 dan NiO/ZSM5. Morfologi masing-masing sampel ditunjukkan pada Gambar 4.4. Secara umum, morfologi dari sampel ZSM-5 hampir menyerupai balok dan juga terlihat kristal yang membentuk agregat. Morfologi dari kedua sampel tidak jauh berbeda, tetapi

sampel NiO/ZSM-5 cenderung membentuk agregat (partikel yang bergerombol). Semua sampel menunjukkan pori seragam dengan ukuran pori yang bervariasi.

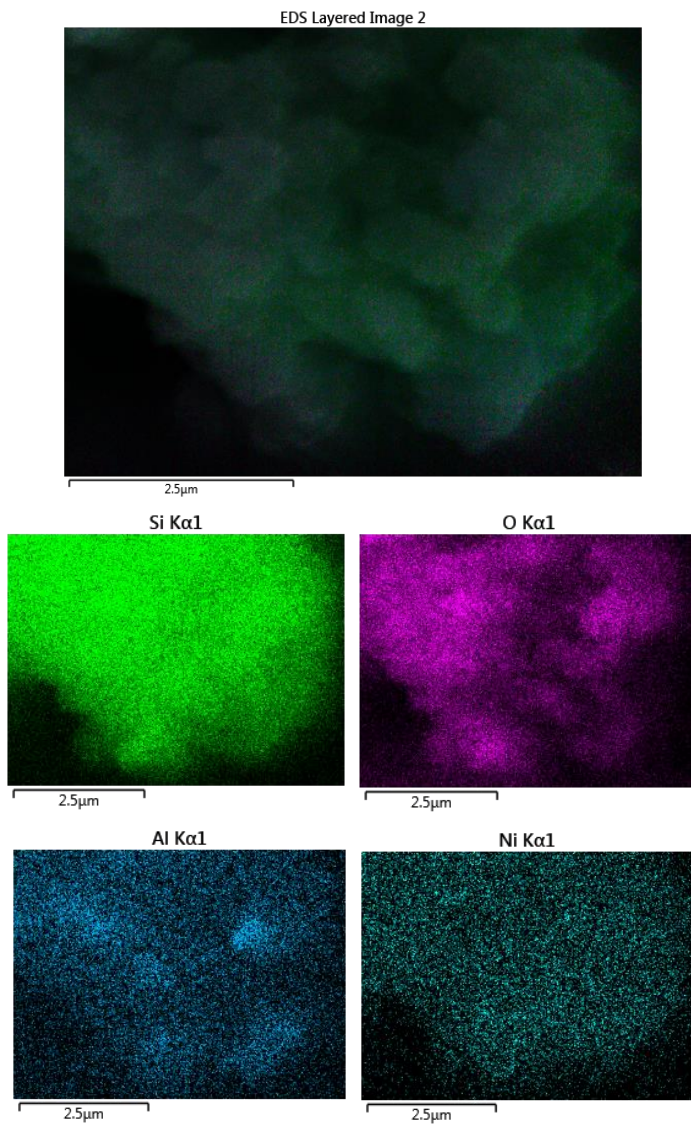


Gambar 4.4 Morfologi sampel ZSM-5(a) dan NiO/ZSM-5(b).

Hasil dari karakterisasi FESEM didapatkan rata-rata ukuran partikel ZSM-5 sekitar 2μ (2000 nm) dan partikel NiO/ZSM-5 sekitar 1μ (1000 nm). Instrumen FESEM yang dilengkapi dengan EDX dapat digunakan untuk mengetahui komposisi unsur-unsur yang terkandung dalam bahan yang diamati menggunakan FESEM. EDX mengukur pancaran sinar X selama penembakan elektron pada FESEM untuk menentukan komposisi kimia dalam skala mikro dimana setiap unsur akan mempunyai puncak yang spesifik (West, 1984). Gambar 4.5 Hasil Karakterisasi FESEM-EDX dari masing-masing sampel menunjukkan seperti yang diharapkan yaitu komposisi tertinggi terdiri dari Si, O, Al dan Ni.



Gambar 4.5 Spektrum EDX sampel NiO/ZSM-5



Gambar 4.6 *Mapping* unsur dari sampel NiO/ZSM-5

Komposisi unsur-unsur penyusun sampel NiO/ZSM-5 juga bisa dilihat dari hasil mapping instrumen FESEM. Gambar 4.6 merupakan *mapping* dari sampel NiO/ZSM-5. Gambar tersebut memperlihatkan persebaran masing-masing unsur penyusun sampel NiO/ZSM-5. Semua sampel menunjukkan adanya Si, Al, O, dan Ni. Hasil Spektrum EDX juga menunjukkan bahwa sampel ZSM-5 terdiri atas unsur-unsur yang digunakan sebagai prekursornya yaitu Si dan Al. Hal ini menunjukkan bahwa tidak ada unsur lain yang terbentuk selama proses sintesis, selain itu tidak didapatkan adanya unsur lain dengan kadar unsur yang relatif tinggi yang mengindikasikan bahwa tidak adanya pengotor dalam sampel hasil sintesis. Komposisi unsur-unsur yang terdapat pada sampel ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Komposisi unsur-unsur dalam NiO/ZSM-5

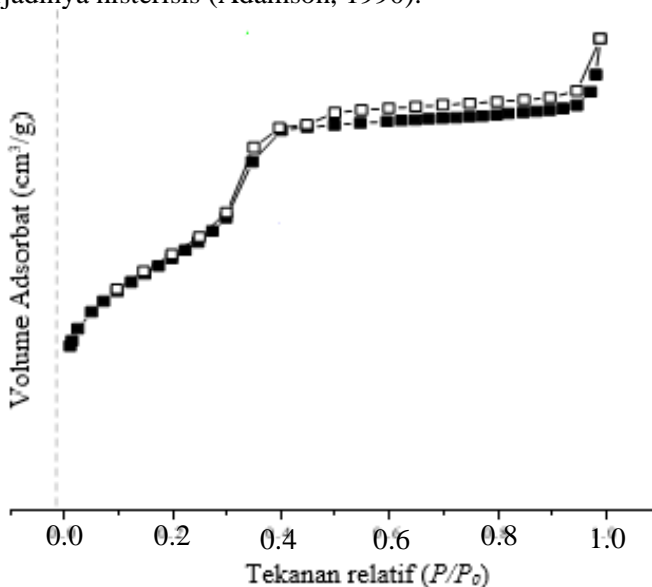
Sampel	Kadar unsur (% berat)		
	Si	Al	Ni
NiO/ZSM-5	38,0	1,6	6,3

4.2.4 Isoterm Adsorpsi-Desorpsi N₂

Adsorpsi-Desorpsi nitrogen digunakan untuk menentukan luas permukaan dan distribusi ukuran pori dari suatu sampel. Luas permukaan spesifik diamati dengan metode BET (S_{BET}) (Storck dkk., 1998). Pada penelitian ini, data luas permukaan pori didapatkan dari penelitian yang dilakukan oleh Hamid (2015).

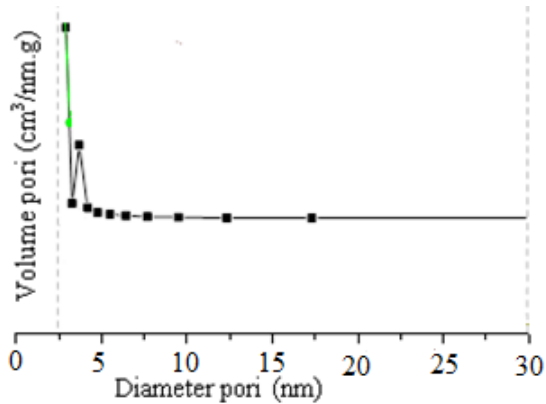
Pada Gambar 4.7 tersebut, dapat dilihat bahwa isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen dari sampel ZSM-5 menunjukkan pola yang serupa dimana terjadi adsorpsi molekul nitrogen dalam jumlah yang rendah pada tekanan relatif P/P_0 sebesar nol hingga tekanan relatif P/P_0 sekitar 0,3. Pada $P/P_0 < 0,3$ permukaan padatan akan tertutupi oleh molekul nitrogen sehingga membentuk lapisan tunggal monolayer (Chorkendorff dkk, 2003). Pada tekanan relatif P/P_0 sekitar 0,3-0,45 terdapat penambahan volume molekul nitrogen yang teradsorpsi cukup banyak ($P/P_0 > 0.3$) yang menunjukkan terjadinya pengisian mesopori. Adanya pori pada permukaan padatan akan menyebabkan terjadi fenomena

kondensasi kapiler. Kondensasi kapiler ini menyebabkan terjadinya histerisis (Adamson, 1990).



Gambar 4.7 Grafik isoterm adsorpsi-desorpsi N₂ dari sampel ZSM-5 mesopori

Selanjutnya pada Gambar 4.7, Loop histerisis teramati saat desorpsi pada tekanan relatif P/P_0 0,45-1 pada sampel ZSM-5. Histerisis terjadi karena pada tekanan relatif P/P_0 yang sama, jumlah molekul nitrogen yang terdesorpsi menunjukkan perbedaan dibandingkan dengan jumlah molekul nitrogen yang teradsorpsi. Berdasarkan pola adsorpsi dan desorpsi dapat disimpulkan secara umum bahwa sampel ZSM-5 menunjukkan profil isoterm tipe IV yang merupakan karakteristik padatan berpori meso dengan ukuran 2-50 nm. Mesoporositas ZSM-5 pada Gambar 4.7 menunjukkan loop histerisis tipe-H4 (Rownaghi dkk., 2012). Hal ini mengindikasikan bahwa luas permukaan ZSM-5 yang diperoleh sebesar 755,34 m²/g.



Gambar 4. 8 Distribusi ukuran poridari kaolin dan sampel ZSM-5mesopori dengan metode BJH

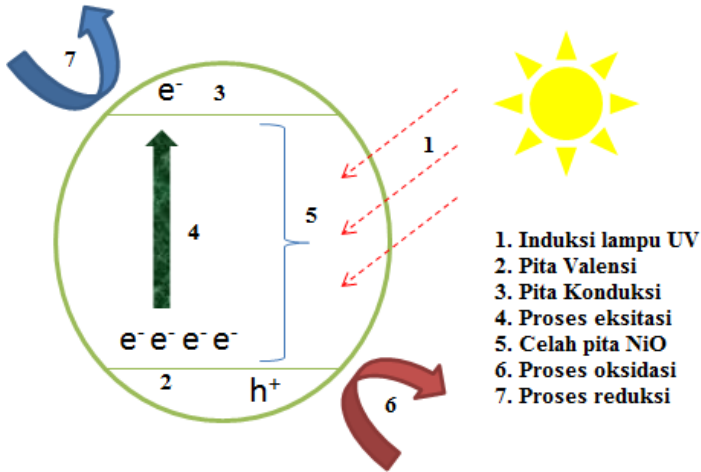
Data distribusi ukuran pori dari sampel dengan metode BJH (Barret, Joiner, Halenda) ditunjukkan pada Gambar 4.8. Metode BJH digunakan untuk mengetahui distribusi pori berukuran meso. Pada Gambar tersebut menunjukkan ukuran pori dari sampel ZSM-5. Sampel menunjukkan pori berukuran meso dengan teramatinya grafik distribusi ukuran pori pada diameter pori sekitar 2-5 nm tepatnya pada 3,06 dan 3,8 nm. Hal ini mengindikasikan bahwa ukuran pori sampel terdapat pada daerah mesopori.

4.2.5 Uji Fotokatalisis Metilen Biru menggunakan ZSM-5 dan NiO/ZSM-5

Penghilangan warna pada senyawa metilen biru dilakukan dengan reaksi fotokatalisis dan adsorpsi. Perlakuan yang diterapkan yaitu menggunakan cahaya (dinotasikan ZSM-5C dan NiO/ZSM-5C) serta kedap cahaya (dinotasikan ZSM-5TC dan NiO/ZSM-5TC). Penyinaran oleh cahaya energi yang cukup, menghasilkan pasangan lubang elektron dalam fotokatalis semikonduktor, di mana *hole* bertindak sebagai oksidan kuat, menghasilkan zat radikal hidroksil yang dapat mendegradasi polutan organik (Zouzelka dkk., 2016). Fotokatalisis dengan menggunakan material NiO yang diimpregkan pada ZSM-5

dengan bantuan cahaya, menunjukkan penurunan konsentrasi sekitar 92,95% dengan waktu kontak selama 5 menit. NiO/ZSM-5 dalam mendegradasi zat warna ini tak lepas dari kemampuan nikel oksida (Ni) yang merupakan suatu material semikonduktor dengan struktur elektronik yang khas yaitu memiliki pita valensi yang berisi elektron dan pita konduksi yang masih kosong.

Penambahan semikonduktor pada ZSM-5 akan menggeser celah pita, baik dengan menciptakan keadaan baru di bawah pita konduksi atau di atas pita valensi (Wellia dkk., 2017). Hal ini mengakibatkan saat komposit NiO/ZSM-5 dikenai sinar UV, elektron akan mengalami eksitasi dari pita valensi ke pita konduksi (menghasilkan ec_b^-) yang menyebabkan adanya kekosongan atau hole (hc_b^+) yang dapat berperan sebagai muatan positif. Selanjutnya hole (hc_b^+) akan bereaksi dengan hidroksida logam yaitu hidroksida nikel dalam larutan membentuk radikal hidroksida logam yang merupakan oksidator kuat untuk mengoksidasi metilen biru. Elektron (ec_b^-) pada permukaan semikonduktor dapat terjebak dalam hidroksida logam dan dapat bereaksi dengan penangkap elektron yang ada dalam larutan misalnya H_2O atau O_2 membentuk radikal hidroksil ($\cdot OH$) atau superoksida (O_2^-) yang akan mengoksidasi metilen biru dalam larutan (Fatimah dkk, 2006). Skema proses degradasi metilen biru oleh katalis NiO/ZSM-5 dapat dilihat pada Gambar 4.9 berikut.

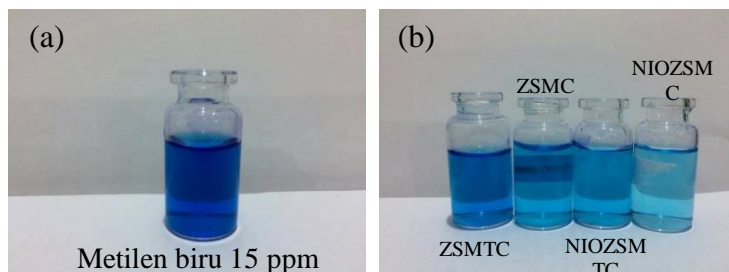


Gambar 4. 9 Reaksi Fotokatalisis pada NiO

Setelah mengetahui hasil % terdegradasi menggunakan NiO/ZSM-5, kemudian hasil tersebut dibandingkan dengan % terdegradasi menggunakan ZSM-5 tanpa impreg logam. Perbandingan ini dilakukan untuk mengetahui apakah dengan adanya NiO sebagai material berpendukung terhadap ZSM-5 (NiO/ZSM-5) memiliki kemampuan degradasi yang lebih besar dalam mendegradasi metilen biru. Hasil degradasi metilen biru dapat dilihat pada Tabel 4.2 dan Gambar 4.10.

Tabel 4.2 Penurunan absorbansi pada senyawa metilen biru

Perlakuan	Katalis	Konsentrasi		Removal (%)
		Awal (ppm)	Akhir (ppm)	
Cahaya	ZSM-5C	15	0,3571	96,16
	NiO/ZSM-5C	15	0,1818	92,95
Kedap Cahaya	ZSM-5TC	15	0,3522	86,35
	NiO/ZSM-5TC	15	0,3489	86,47



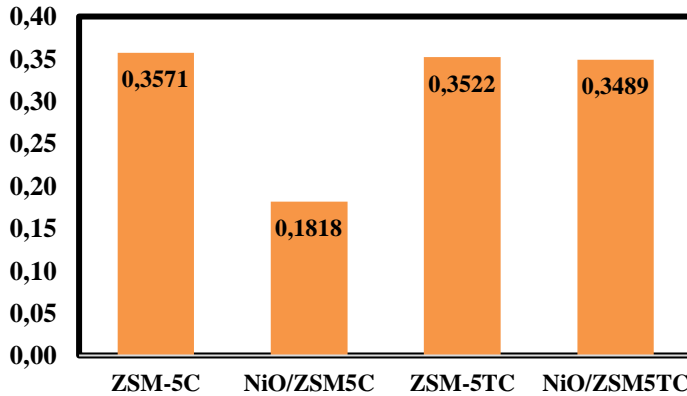
Gambar 4.10 Metilen biru awal (a) dan metilen biru setelah perlakuan fotokatalisis (b)

Berdasarkan hasil tersebut, perubahan ZSM-5 menjadi NiO/ZSM-5 menyebabkan warna senyawa metilen biru lebih hilang atau berkurang. Pada penelitian ini, penambahan material NiO pada komposit ZSM-5 secara signifikan mempengaruhi aktivitas fotokatalisis dari ZSM-5. Umumnya, semua material pendukung memiliki aktivitas yang lebih baik daripada material *bulk*. Peran positif dari material pendukung zeolitik untuk meningkatkan aktivitas fotokatalisis dari semikonduktor yang digunakan dibahas dalam bagian pengantar. Penurunan konsentrasi masing-masing larutan metilen biru selama proses fotokatalisis dengan material ZSM-5 dan NiO/ZSM5 di bawah lampu LED serta tanpa lampu, didukung dengan grafik konsentrasi akhir pada Gambar 4.12 dan endapan komposit hasil fotokatalisis pada Gambar 4.11



Gambar 4.11 Endapan hasil proses fotokatalisis.

Pada Gambar 4.12 juga terlihat adanya perbedaan hasil degradasi yang tipis antara degradasi metilen biru menggunakan NiO/ZSM-5 dengan menggunakan zeolit. Penelitian ini membuktikan proses fotokatalisis oleh ZSM-5 dalam larutan metilen biru tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap proses degradasi maupun dekolonisasi. Hal ini diduga karena proses yang terjadi pada degradasi zat warna metilen biru adalah proses adsorpsi yang berasal dari ZSM-5.



Gambar 4.12 Pengaruh pemuatan semikonduktor NiO pada ZSM-5 pada reaksi penghilangan warna metilen biru.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian ini, sintesis NiO/ZSM-5 telah berhasil dilakukan dengan analisa XRD dan FTIR yang menunjukkan kemiripan pada puncak-puncak khas ZSM-5. Metilen biru berhasil di turunkan konsentrasinya melalui reaksi fotokatalisis. Penggunaan katalis NiO dapat meningkatkan kemampuan fotokatalisis ZSM-5, sedangkan pada ZSM-5 yang tidak didukung hanya mampu mengadsorb dengan efisiensi yang tidak terlalu besar. Penurunan konsentrasi dan penurunan absorbansi dari metilen biru dari proses fotokatalisis menggunakan katalis NiO/ZSM-5 yaitu sebesar 92,75% dan 98,84%.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya adalah perlu dilakukan uji aktivitas katalitik NiO/ZSM-5 secara lanjut dalam konsentrasi larutan metilen biru yang lebih jenuh.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Adamson, A.W., (1990), *Physical Chemistry of Surfaces*, John Wiley & Sons, Inc, New York.
- Adeleke, J. T., Theivasanthi, T., Thiruppathi, M., Swaminathan, M., Akomolafe, T., dan Alabi, A. B. (2018). Photocatalytic degradation of methylene blue by ZnO/NiFe₂O₄ nanoparticles. *Applied Surface Science*, Vol 455. 195-200.
- Ahmed, M. A., El-Katori, E. E., dan Gharni, Z. H. (2013). Photocatalytic degradation of methylene blue dye using Fe₂O₃/TiO₂ nanoparticles prepared by sol-gel method. *Journal of Alloys and Compounds*, Vol 553. 19-29.
- Ai, L., Zeng, Y., (2013). Hierarchical porous NiO architectures as highly recyclable adsorbents for effective removal of organic dye from aqueous solution. *Chemical Engineering Journal*, Vol 215–216. 269–278.
- Aplan, F. F., Spearin, E. Y., dan Simkovich, G. (1980). Flotation of the p-type semiconductor NiO as a function of point defects. *Colloids Surf*, Vol 1. 316-371.
- Aplan, F.F. dan Spearin, E. Y. (1980). Flotation of the P-type semiconductor NiO as a function of point defects. *Colloids and Surfaces*, Vol 1. 361-371.
- Arabpour, N., dan Nezamzadeh-Ejhieh, A. (2015). Modification of clinoptilolite nano-particles with iron oxide: Increased composite catalytic activity for photodegradation of cotrimaxazole in aqueous suspension. *Materials Science in Semiconductor Processing*, Vol 31. 684-692.
- Arutanti, O., Abdullah, M., Hkairurrijal. Mahfudz, H. (2009). Penjernihan Air dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalis pada Permukaan Titanium Dioksida (TiO₂). *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*.

- Bahrami M., Nezamzadeh-Ejhih A. (2014). Effect of supporting and hybridizing of FeO and ZnO semiconductors onto an Iranian clinoptilolite nano-particles and the effect of ZnO/FeO ratio in the solar photodegradation of fish ponds waste water. *Materials Science in Semiconductor Processing*. 833-840.
- Breck, D. W. (1974). *Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry and Use*. New York: Wiley.
- Carneiro, P. A., Osugi, M. E., Sene, J. J., Anderson, M. A., dan Zanoni M. V. B. (2004). Evaluation of color removal and degradation of a reactive textile azo dye on nanoporous TiO₂ thin-film electrodes. *Electrochimica Acta*, Vol 49. 3807-3820.
- Castellano, M., Turturro, A., Riani, P., Montanari, T., Finocchio, E., Ramis, G., Busca, G. (2010). Bulk and surface properties of commercial kaolins. *Applied Clay Science*, Vol 48, 446–454.
- Cheng B, Le Y, Cai W, Yu J. (2011) Synthesis of hierarchical Ni(OH)₂ and NiO nanosheets and their adsorption kinetics and isotherms to Congo red in water. *Journal of Hazardous Materials*, vol 185 (2-3). 889-97.
- Chetam, D.A. (1992). *Solid State Compound*, Oxford University Press : Oxford.
- Chorkendorff, I. and Niemantsverdriet, J.W. (2003). *Concepts of Modern Catalysis and Kinetics*, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim.
- Derikvandi, H., Nezamzadeh-Ejhih, A. (2017). Increased photocatalytic activity of NiO and ZnO in photodegradation of a model drug aqueous solution: Effect of coupling, supporting, particles size and

- calcination temperature. *Journal of Hazardous Materials*. 629-638.
- Durmuş, A., Koç, S. N., Pozan G. S., dan Kaşgöz, A. (2005). Thermal-catalytic degradation kinetics of polypropylene over BEA, ZSM-5 and MOR zeolites. *Applied Catalysis B: Environmental*, Vol 61. 316-322.
- Fox, M. (1988). Photocatalytic Oxidation of Organic Substances. In: Kluwer (ed.) *Photocatalysis and Environment: Trends and Applications*. New York Academic Publishers. 445–467.
- Goncalves, M.L., Dimitrov, Ljubomir D., Jorda, M.H., Wallau, M., Urquieta-Gonzalez, E.A., (2008), "Synthesis of Mesoporous ZSM-5 by Crystallisation of Aged Gels in The Presence of Cetyltrimethylammonium Cations", *Catalysis Today*, 133–135, 69–79.
- Gondal M. A., dkk. (2008). Laser enhanced photo-catalytic removal of phenol from water using p-type NiO semiconductor catalyst. *Journal of Hazardous Materials*. 83-89.
- Greenwood, Norman N.; Earnshaw, Alan (1984). Chemistry of the Elements. Pergamon Press: Oxford. 1336–37. ISBN 978-0-08-022057-4.
- H. Chen, Y. Wang, C. Sun, X. Wang, and C. Wang. (2018). Synthesis of hierarchical ZSM-5 zeolites with CTAB-containing seed silicalite-1 and its catalytic performance in methanol to propylene. *Catal. Commun*, vol 112. 10–14.
- Haag, W. O., Lago, R. M., Weisz, P. B., (1984). The active site of acidic aluminosilicate catalysts, *Nature*, Vol 309. 589-591.

- Hamid, A. (2015). Sintesis ZSM-5 Mesopori dari Kaolin dan Silika Koloid dengan Dua Tahap Kristalisasi : Pengaruh Suhu dan Waktu Aging [Skripsi]. Surabaya (ID): Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Hassaninejad-Darzi, S. K., Kavyani, S., Torkamanzadeh, M., & Dianati Tilaki, R. (2017). Applicability of ZSM-5 nanozeolite to removal of ternary basic dyes: an adsorption study using high-accuracy UV/Vis-chemometric methods. *Monatshefte Für Chemie - Chemical Monthly*, Vol 148(12). 2037–2049.
- Hongxia Qiao,^{1,2} Zhiqiang Wei,^{2,3} Hua Yang,³ Lin Zhu,³ and Xiaoyan Yan³. (2009). Preparation and Characterization of NiO Nanoparticles by Anodic Arc Plasma Method. *Journal of Nanomaterials*.
- Hosseinpour, M., Golzary, A., Saber, M., Yoshikawa, K. (2017). Denitrogenation of Biocrude Oi from Agal Biomass in High Temperature Water and Formic Acid Mixture over H⁺ZSM-5 Nanocatalyst. *Fuel*, Vol 206. 628 – 637.
- Hu, Z., Weng, C., Yuan, G., Lv, X., Yuan, Z. (2018). Ni nanoparticles supported on mica for efficient decomposition of ammonia to CO_x-free hydrogen. *International Journal of Hydrogen Energy*, Vol 43. 9663-9676.
- Hwang, N., Barron, A. R. (2011). BET Surface Area Analysis of Nanoparticles. OpenStax-CNX.
- Jiang, D., dkk. (2004). Stuedies of Photocatalytic Processes at Nanoporous TiO₂ Film Electrodes By Photoelektrochemical Techniques and Development of A Novel Methodology for Rapid Determination of Chemical Oxygen Demand. *University Griffith, School of Environmental and Applied Sciences*.

- Khopkhar S.M. (2003). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. UI-Press: Jakarta.
- Kumar, K. V., dan Kumaran, A. (2005). Removal of methylene blue by mango seed kernel powder. *Biochemical Engineering Journal*, Vol 27. 83-93.
- Leofanti, G., Tozzola, G., Padovan, M., Petrini, G., Bordiga, S., & Zecchina, A. (1997). Catalyst characterization: characterization techniques. *Catalysis Today*, Vol 34. 307–327.
- Macias, L, T. (2003). *The Design and Evaluation of A Continuous Photocatalytic Reactor Utilizing Titanium Dioxide in Thin Film of Mesoporous Silica*. [Thesis]. Mississippi State University.
- Marlupi, I. 2003. *Desinfeksi Escherichia coli melalui fotokatalisis Titanium Dioksida (TiO₂) Bubuk Fase Rutil*. [Skripsi]. Bogor: Institut Pertanian Bogor, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
- Meng, L. (2018). *Hierarchical MFI zeolites: novel synthesis strategies and applications in catalysis*. Eindhoven: Technische Universiteit Eindhoven.
- Miclescu, A., dan Wiklund, L. (2010). Methylene Blue, an Old Drug with New Indication. *Jurnalul Roman de Anestezie Terapie intensive*, Vol 17. 35-41
- Nateghi, R., Bonyadinejad, G.R., Amin, M.M., Mohammadi, H. (2012). Decolorization of synthetic wastewaters by nickel oxide nanoparticle. *International Journal of Environmental Health Engineering*, vol 1. 1–25
- Nezamzadeh-Ejhih, A., dan Shams-Ghahfarokhi, Z. (2015). As-synthesized ZSM-5 Zeolite as a Suitable Support for Increasing The Photoactivity of Semiconductors in a

- Typical Photodegradation Process. *Materials Science in Semiconductor Processing*, Vol 39. 265-275.
- Nutor, R. W., Xu, X., Fan, X., Ren, S., He, X., Fang, Y. (2018). Structural Anisotropy in FeCuNbSiB Alloys : An Insitu Synchrotron XRD Study. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol 454. 51-56.
- Ogura, M., Shinomiya, S., Tateno, J., Nara, Y., Nomura, M., Kikuchi, E., & Matsukata, M. (2001). Alkali-treatment technique new method for modification of structural and acid-catalytic properties of ZSM-5 zeolites. *Applied Catalysis A: General*, Vol 219(1-2). 33–43.
- Putro, A. L, dan Prasetyoko, D. (2007). Abu sekam padi sebagai sumber silika pada sintesis zeolit ZSM-5 tanpa menggunakan templat organik. *Akta Kimia Indonesia*, Vol 3 (1). 33-36.
- Prasetyoko, D., Fansuri, H., Ni'mah, Y. L., dan Fadlan, A. (2016). Karakterisasi Struktur Padatan, Edisi I. Yogyakarta: Deepublish.
- Qiao H, Zh. Wei, H. Yang, L. Zhu, X. Yan, (2009). Preparation and characterization of NiO nanoparticles by anodic arc plasma method. *J. Nanomater.*
- Qoniah, I., Prasetyoko, D., Bahruji, H., Triwahyono, S., Jalil, A. A., Suprpto, Hartati, Urbaningtyas, T. E. (2015). Direct Synthesis of Mesoporous Alluminosilicates from Indonesian Kaolin Clay without Calcination. *Applied Clay Science*, Vol 118. 290-294.
- Ratih Utari. (2013) .Pengendapan.written by Chemical Analyst. Jakarta. Dikutip : 15 April 2013.
- Reimer, L. (1993). Image Formation in Low-Voltage Scanning Electron Microscopy. SPIE: Washington.

- Richardson, J. T. (1989). *Principles of Catalyst Development*. Plenum Press: New York
- Riyanto, dan Julianto, T. (2009). Degradasi Senyawa Metilen Biru dengan Metode Elektrolisis Menggunakan Elektroda Platinum. Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta.
- Rownaghi, A.A., Rezaei, F., and Hedlund, J., (2012), “Uniform Mesoporous ZSM-5 Single Crystals Catalyst with High Resistance to Coke Formation for Methanol Deoxygenation”, *Microporous and Mesoporous Materials*, Vol 151. 26–33
- Sastromidjojo, H. (1991). *Spektroskopi*. Liberty: Yogyakarta
- Sheena P. A., K.P. Priyanka, N. Aloysius Sabu, B. Sabu, Thomas Varghese,. (2014). Effect of calcinations temperature on the structural and optical properties of nickeloxide nanoparticles. *Nanosyst.: Phys. Chem. Math.*
- Shirzadi A., Nezamzadeh-Ejhih A., (2016). Enhanced photocatalytic activity of supported CuO–ZnO semiconductors towards the photodegradation of mefenamic acid aqueous solution as a semi real sample. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. 222-229.
- Sibilia, P. (1996). *Guide to Material Characterization and Chemical Analysis Second Edition*. New York: John Wiley VCH.
- Song, Z., Chen, L., Hu, J., Richards, R. (2009). NiO (111) nanosheets as efficient and recyclable adsorbents for dye pollutant removal from wastewater. *Nanotechnology*, Vol 20. 275707–275717.
- Storck, S., Bretinger, H., Maier, W. F., (1998), “Characterization of microand mesoporous solids by physisorption methods and pore-size analysis”, *Applied Catalysis A: General*, Vol 174. 137-146.

- Tang, A., Su, L., Li, C., (2012), "Effect of dry grinding on the physicochemical properties of silica materials prepared from kaolin residue", *Powder Technology*, Vol 218. 86–89.
- Temuujin, G. Burmaa, J. Amgalan, K. Okada, T. Jadambaa, K.J.D. MacKenzie, (2001), "Preparation of porous silica from mechanically activated kaolinite", *Journal of Porous Materials*, Vol 8 (3). 233–238.
- Treacy, M. M. J., Higgins, J. B., Von Balloms, R. (2001), *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolite, 4th edition*, Amsterdam: Elsevier.
- Trisunaryanti, W. (2015). *Material dan Karakterisasinya*. Yogyakarta : Gajah Mada University Press.
- Venter A., Botha J. R. (2011). Optical and electrical properties of NiO for possible dielectric applications. *South African Journal of Science*.
- Wahono, S. K., dkk. (2014). Characterization and Utilization of Gunungkidul Natural Zeolite for Bioethanol Dehydration. Conference and Exhibition Indonesia Renewable Energy & Energy Conservation.
- Wang, H.J., Wang, C.F., Sun, Y.Y., Cao, Y. (2012). Film-form dye adsorbents of NiO: Synthesis, biological activity and application on dye sorption. *Chemical Engineering Journal*. Vol 209, 442–450.
- Wellia, D. V., Kusumawati, Y., Diguna, L. J., Amal, M. I. 2017. Introduction of Nanomaterials for Photocatalysis. Nanocomposite for Visible Light-induced Photocatalysis, 1-17.
- West A.R., (1984), *Solid state chemistry and its applications*. John Wiley & Sons, New York.

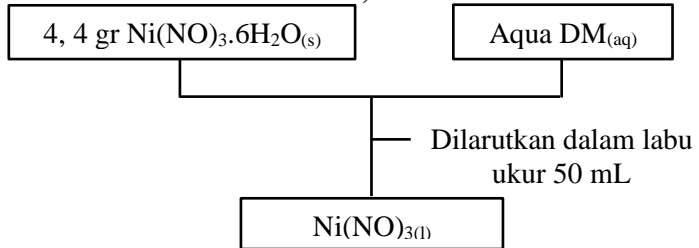
- Widihati, I., Diantariani, N., dan Nikmah, Y. (2011). Fotodegradasi Metilen Biru dengan Sinar UV dan Katalis Al_2O_3 . Jurusan Kimia FMIPA Universitas Udayana, Bukit Jimbaran. ISBN 1907-9850. 31-42.
- Woo, S., Kim, J., Cho, G., Kim, K., Lyu, H., dan Kim, Y. (2009). Influence of nickel oxide nanolayer and doping in organic light-emitting devices. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, Vol 15. 716-718.
- Xiao, W., Li, X., Guo, H., & Wang, Z. (2012). Properties on novel PVDF-HFP-based composite polymer electrolyte with vinyltrimethoxysilane-modified ZSM-5. *Polymer Composites*, Vol 33(4), 629–635.
- Ye Y., dkk., (2018). Photocatalytic degradation of metoprolol by TiO_2 nanotube arrays and UV-LED: Effects of catalyst properties, operational parameters, commonly present water constituents, and photo-induced reactive species. *Applied Catalysis B: Environmental*. 171-181.
- Zhang, K. dan Ostraat, M.L. (2016). Innovations in hierarchical zeolite synthesis. *Catalysis Today*, Vol 264, 3-15.
- Zhuang, S., Hu, Z., Huang, L., Qin, F., Huang, Z., Sun, C., Shen, W., Xu, H. (2018). Synthesis of ZSM-5 Catalysts with Tunable Mesoporosity by Ultrasound-assisted Method : A highly stable catalyst for methanol to propylene. *Catalyst Communication*, Vol 114. 2832.
- Zouzelka, R., Kusumawati, Y., Remzova, M., Rathousky, J., Pauporte, Th. 2016. Photocatalytic Activity of Porous Multiwalled Carbon Nanotube- TiO_2 Composite Layer for Pollutant Degradation. *Journal of Hazardous Materials*, 317: 52-59.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

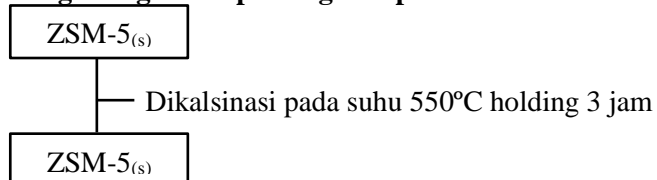
LAMPIRAN

LAMPIRAN A: SKEMA KERJA

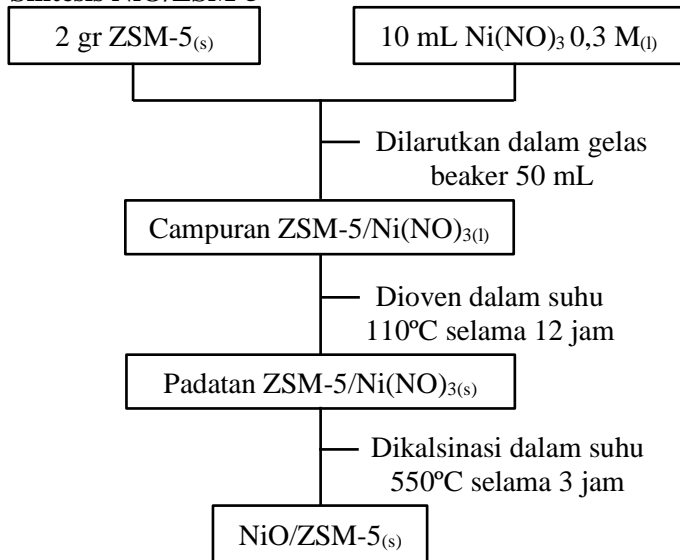
1. Pembuatan Larutan Nikel 0,3 M



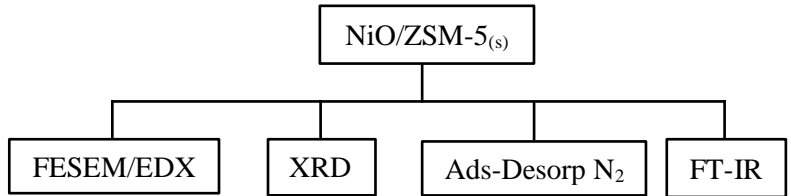
2. Penghilangan templet organik pada ZSM-5



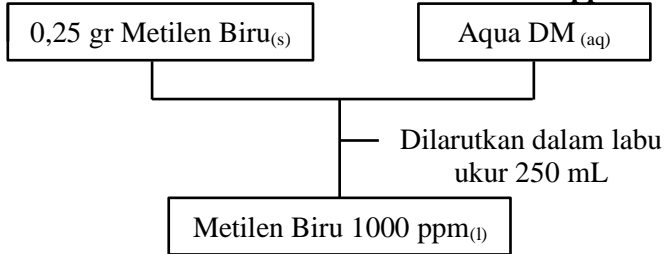
3. Sintesis NiO/ZSM-5



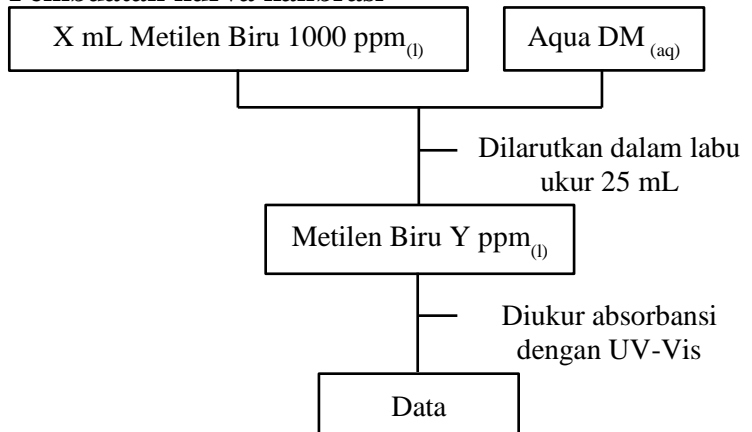
4. Karakterisasi NiO/ZSM-5



5. Pembuatan Larutan Stok Metilen Biru 1000 ppm

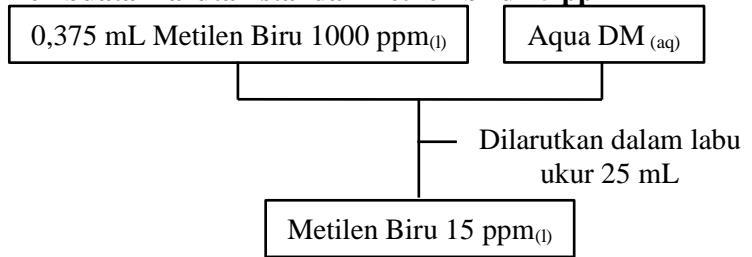
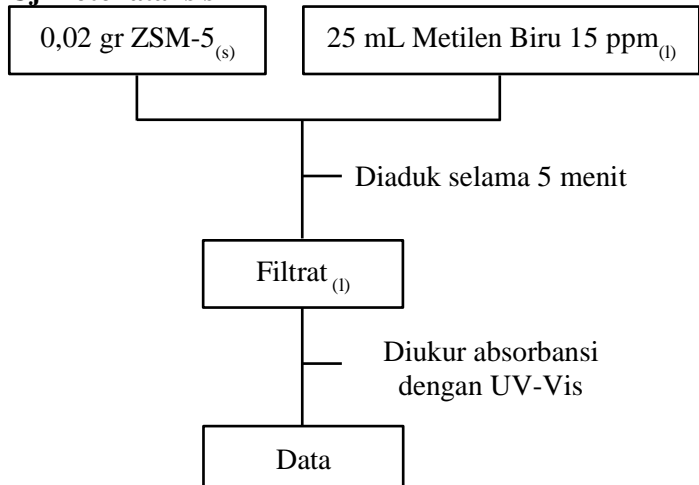


6. Pembuatan kurva kalibrasi



Dengan X = 0,025; 0,050; 0,075; 0,100; dan 0,125 mL

Dengan Y = 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm

7. Pembuatan larutan standar metilen biru 15 ppm**8. Uji Fotokatalisis**

LAMPIRAN B: PERHITUNGAN

1. Pembuatan Larutan Ni(II) 0,3M

Molaritas suatu larutan menyatakan jumlah mol suatu zat per liter larutan. Misalnya 1.0 liter larutan mengandung 0.5 mol senyawa X, maka larutan ini disebut larutan 0.5 molar (0.5 M). Umumnya konsentrasi larutan berair encer dinyatakan dalam satuan molar. Keuntungan menggunakan satuan molar adalah kemudahan perhitungan dalam stoikiometri, karena konsentrasi dinyatakan dalam jumlah mol

$$M = \frac{m}{M_r} \times \frac{1000\text{mL}}{V(\text{mL})}$$

$$0,3 = \frac{m}{290,79} \times \frac{1000\text{mL}}{50\text{mL}}$$

$$m = 4,3619 \text{ gram}$$

$$\text{Massa hasil penimbangan} = 4,3621$$

2. Pembuatan Stok Metilen Biru 1000 ppm

Larutan Stok adalah larutan yang konsentrasinya dipertatkan atau ditinggikan. Larutan stok dibuat dengan satuan ppm (*part per million*).

$$\text{ppm} = \frac{\text{massa (mg)}}{V(\text{L})}$$

$$1000 = \frac{\text{massa (mg)}}{0,25 \text{ L}}$$

$$\text{massa} = 250 \text{ mg}$$

$$\text{Massa hasil penimbangan} = 0,2506 \text{ gram}$$

2. Penentuan Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi ditentukan dari lima konsentrasi metilen biru. Pembuatan beberapa konsentrasi metilen biru dengan metode pengenceran dari larutan induk 1000 ppm. Berikut adalah volume yang dibutuhkan dari larutan induk untuk konsentrasi metilen biru 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm.

Tabel B.1 Volume metilen biru 1000 ppm yang dibutuhkan

Konsentrasi Akhir (ppm)	Volume MB 1000 ppm (mL)	Volume Akhir (mL)
1	0,025	25 mL
2	0,050	25 mL
3	0,075	25 mL
4	0,100	25 mL
5	0,125	25 mL

3. Tabel perhitungan konsentrasi akhir

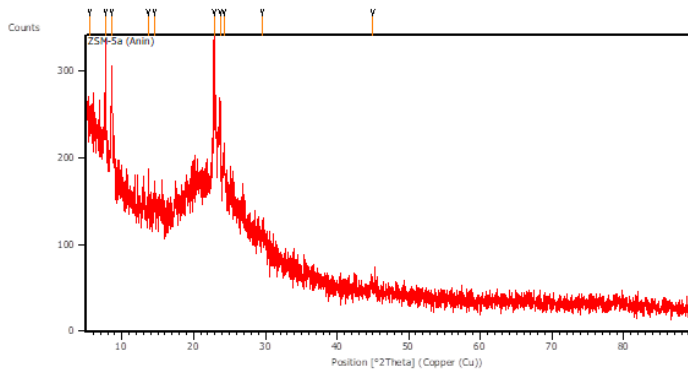
Tabel B. 2 Perhitungan konsentrasi akhir metilen biru

Konsentrasi awal (ppm)	a	b	Konsentrasi akhir (ppm)	Removal (%)
15	0,2035	0,007	0,3686	85,71
15	0,2035	0,007	0,3391	86,85
15	0,2035	0,007	0,3636	85,90
15	0,2035	0,007	0,1966	92,38
15	0,2035	0,007	0,1818	92,95
15	0,2035	0,007	0,1671	93,52
15	0,2035	0,007	0,3391	86,85
15	0,2035	0,007	0,3784	85,33
15	0,2035	0,007	0,3391	86,85
15	0,2035	0,007	0,4029	84,38
15	0,2035	0,007	0,2948	88,57

LAMPIRAN C: DATA

1. X-Ray Diffraction (XRD)

1.1 Difraktogram ZSM-5 setelah kalsinasi

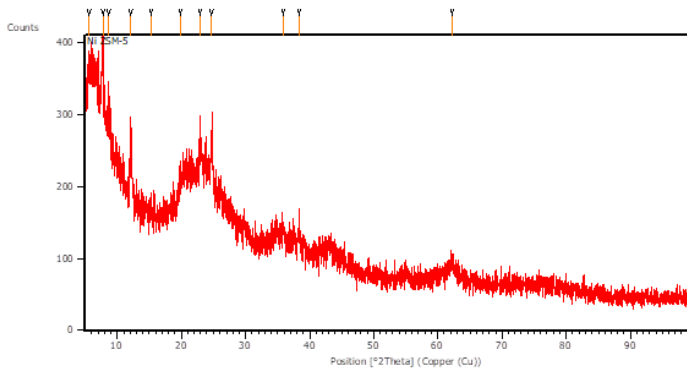


Gambar B. 1 Difraktogram ZSM-5 setelah kalsinasi suhu 550°

Tabel B. 3 Puncak 2θ pada difraktogram ZSM-5

Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
5.5040	73.73	0.8029	16.05681	41.09
7.7211	158.19	0.1673	11.45041	88.16
8.5722	115.54	0.1673	10.31539	64.39
13.6665	24.12	0.2007	6.47956	13.44
14.5609	24.04	0.2007	6.08347	13.40
22.8085	179.44	0.1004	3.89893	100.00
23.6947	94.67	0.1338	3.75508	52.76
24.1898	49.67	0.2007	3.67933	27.68
29.6019	12.96	0.8029	3.01782	7.22
45.0563	8.14	0.5353	2.01217	4.54

1.2 Difraktogram NiO/ZSM-5



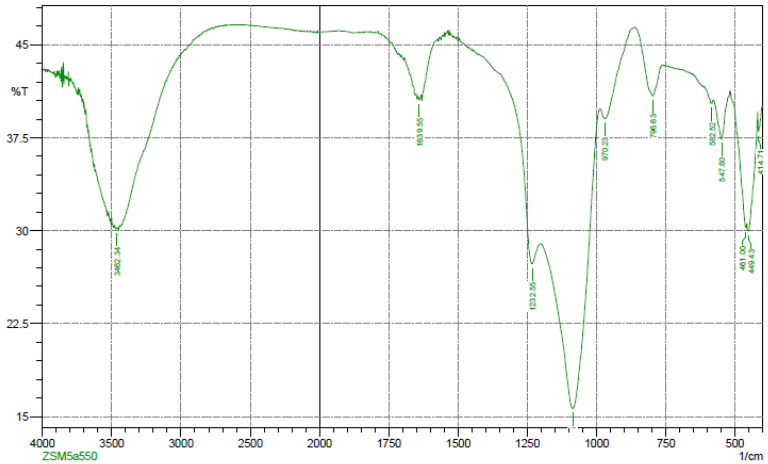
Gambar B. 2Difraktogram NiO/ZSM-5 setelah kalsinasi suhu 550°

Tabel B. 4 Puncak 2θ pada difraktogram NiO/ZSM-5

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.6749	128.11	0.8029	15.57360	73.86
7.8092	173.45	0.1338	11.32146	100.00
8.6734	104.17	0.1338	10.19526	60.06
12.1898	94.54	0.1673	7.26099	54.51
15.3279	7.06	0.3346	5.78075	4.07
19.8916	34.32	0.2342	4.46360	19.79
22.9082	74.24	0.2676	3.88219	42.81
24.7209	65.64	0.2676	3.60149	37.84
35.8314	27.34	0.4015	2.50616	15.76
38.3615	39.70	0.2676	2.34649	22.89
62.3155	16.84	0.8029	1.49003	9.71

2. Fourier Transform Infra Red (FT-IR)

2.1 Spektra ZSM-5 setelah kalsinasi

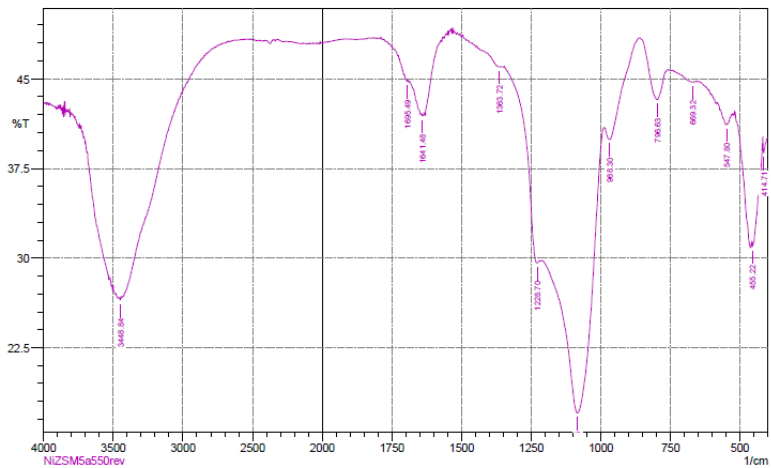


Gambar B. 3 Spektra IR ZSM-5 setelah kalsinasi suhu 550°

Tabel B. 5 Puncak spektra IR ZSM-5

	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	414.71	37.989	1.738	418.57	403.14	6.34	0.176
2	449.43	29.948	2.247	457.14	420.5	17.647	0.666
3	461	30.241	1.025	516.94	457.14	26.585	-0.296
4	547.8	37.393	3.308	578.66	524.66	22.032	0.938
5	582.52	40.242	0.326	653.89	580.59	27.962	0.045
6	796.63	40.863	3.614	860.28	759.98	36.729	1.783
7	970.23	39.043	1.597	985.66	862.21	45.722	0.728
8	1085.96	15.65	19.18	1201.69	987.59	132.461	32.153
9	1232.55	27.316	3.605	1427.37	1203.62	94.341	1.405
10	1639.55	40.567	0.335	1643.41	1633.76	3.769	0.025
11	3462.34	30.155	0.071	3466.2	3460.41	3.011	0.004

2.2 Spektra NiO/ZSM-5

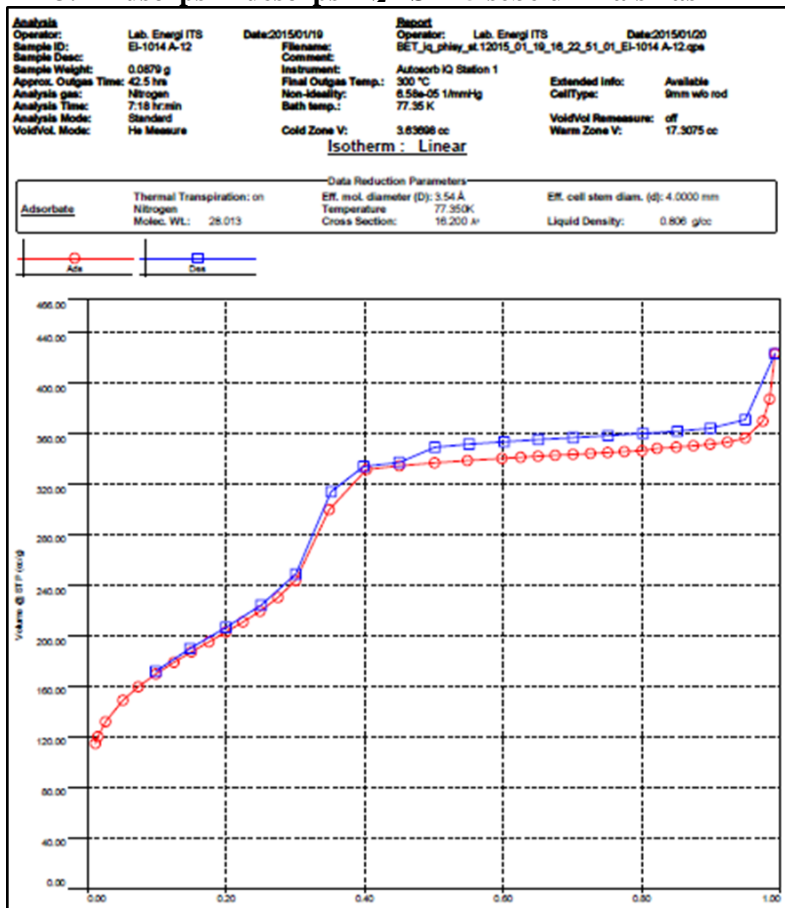


Gambar B. 4 Spektra IR NiO/ZSM-5 setelah kalsinasi suhu 550°

Tabel B. 6 Puncak spektra IR ZSM-5

	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	414.71	38.783	1.358	418.57	403.14	6.239	0.113
2	455.22	30.979	0.85	457.14	420.5	17.071	0.472
3	547.8	41.167	1.074	569.02	526.58	16.161	0.276
4	669.32	44.735	0.01	671.25	663.53	2.695	0.001
5	796.63	43.256	3.494	860.28	759.98	34.417	1.609
6	968.3	39.936	2.14	987.59	860.28	45.439	0.918
7	1084.03	17.042	19.131	1211.34	989.52	132.762	31.516
8	1228.7	29.586	2.077	1346.36	1213.27	54.863	0.608
9	1363.72	46.011	0.067	1408.08	1361.79	15.394	0.042
10	1641.48	41.908	0.11	1643.41	1639.55	1.455	0.002
11	1695.49	44.805	0.234	1705.13	1693.56	4.012	0.019
12	3448.84	26.488	0.281	3460.41	3444.98	8.866	0.028

3. Adsorpsi – desorpsi N₂ ZSM-5 sebelum kalsinasi

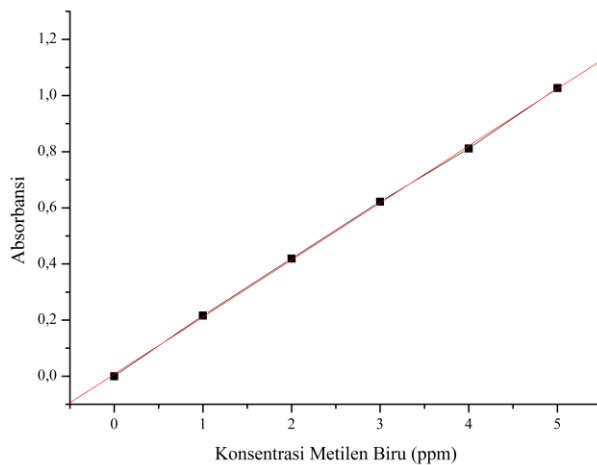


Gambar B. 5 Kurva adsorpsi-desorpsi nitrogen dari ZSM-5

4. Kurva Kalibrasi

Tabel B. 7 Absorbansi metilen biru

Konsentrasi (mg.L^{-1})	Absorbansi
0	0
1	0.2160
2	0.4190
3	0.6220
4	0.8110
5	1.0270



Gambar B. 6 Grafik Kurva Kalibrasi

BIOGRAFI PENULIS



Penulis dilahirkan di kota Surabaya pada tanggal 21 Juli 1997 pukul 04:11 WIB. Penulis merupakan anak perempuan pertama dari dua bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal di SDN I Bambe (2003-2009), SMPN 1 Driyorejo (2009-2012), dan SMAN 9 Surabaya (2012-2015). Penulis diterima di Departemen Kimia FS-ITS Surabaya melalui jalur SNMPTN pada tahun 2015 dan terdaftar dengan NRP 01211540000043. Di Departemen Kimia ini, penulis mendalami bidang penyimpanan energi pada Laboratorium Kimia Material dan Energi di bawah bimbingan Ibu Dr. Yuly Kusumawati, S. Si., M.Si. (y_kusumawati@chem.its.ac.id) dan Prof. Didik Prasetyoko, M.Sc., Ph.D. (didikp@chem.its.ac.id). Penulis sempat aktif di Himpunan Mahasiswa Kimia ITS (HIMKA-ITS) sebagai *staff* Departemen Pengembangan Sumber Daya Mahasiswa periode 2016/2017, *staff* Ahli Departemen Pengembangan Sumber Daya Mahasiswa periode 2017/2018, *staff Chemistry Week 8* tahun 2016, *Staff Ahli Chemistry Week 9* tahun 2017, aktif di kepanitiaan ITS EXPO sebagai *staff* sie *Recycle Art* tahun 2016, dan *Staff Ahli Recycle Art* ITS EXPO tahun 2017. Penulis pernah menjalani kerja praktek di PPSDM, Cepu selama satu bulan. Penulis dapat dihubungi melalui email garcelinaanindika@gmail.com atau **no HP 081231774913**.