



TUGAS AKHIR - TL 184834

**PENGARUH VARIASI MASSA REDUCED
GRAPHENE OXIDE TERHADAP SIFAT
FOTOKATALITIK KOMPOSIT ZnO/REDUCED
GRAPHENE OXIDE UNTUK DEGRADASI
METHYLENE BLUE**

ILHAM TAUFIQURRAHMAN UNTORO
NRP. 02511540000074

Dosen Pembimbing :
Diah Susanti, Ph. D.
Haniffudin Nurdiansah, M.T.

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2019



TUGAS AKHIR - TL 184834

**PENGARUH VARIASI MASSA REDUCED
GRAPHENE OXIDE TERHADAP SIFAT
FOTOKATALITIK KOMPOSIT ZnO/REDUCED
GRAPHENE OXIDE UNTUK DEGRADASI
METHYLENE BLUE**

ILHAM TAUFIQURRAHMAN UNTORO
NRP. 02511540000074

Dosen Pembimbing
Diah Susanti, Ph.D.
Haniffudin Nurdiansah, M.T.

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2019

(halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT - TL 184834

EFFECT OF REDUCED GRAPHENE OXIDE MASS VARIATION TO THE PHOTOCATALYTIC PROPERTIES OF ZnO/REDUCED GRAPHENE OXIDE COMPOSITE FOR METHYLENE BLUE DEGRADATION

ILHAM TAUFIQURRAHMAN UNTORO
NRP. 02511540000074

Advisor
Diah Susanti, Ph.D.
Haniffudin Nurdiansah, M.T.

MATERIALS ENGINEERING DEPARTMENT
Faculty of Industrial Technology
Sepuluh Nopember Institute of Technology
Surabaya 2019

(halaman ini sengaja dikosongkan)

**PENGARUH VARIASI MASSA REDUCED
GRAPHENE OXIDE TERHADAP SIFAT
FOTOKATALITIK KOMPOSIT ZnO/REDUCED
GRAPHENE OXIDE UNTUK DEGRADASI
METHYLENE BLUE**

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat

Memperoleh Gelar Sarjana Teknik

pada

Bidang Studi Material Inovatif

Program Studi S-1 Departemen Teknik Material

Fakultas Teknologi Industri

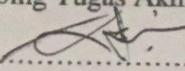
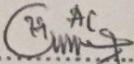
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

ILHAM TAUFIQURRAHMAN UNTORO

NRP. 02511540000074

Disetujui Oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir :

1. Diah Susanti, Ph.D..........(Pembimbing I)
2. Haniffudin Nurdiansah, M.T..........(Pembimbing II)



(halaman ini sengaja dikosongkan)

PENGARUH VARIASI MASSA REDUCED GRAPHENE OXIDE TERHADAP SIFAT FOTOKATALITIK KOMPOSIT ZnO/REDUCED GRAPHENE OXIDE UNTUK DEGRADASI METHYLENE BLUE

Nama : Ilham Taufiqurrahman Untoro
NRP : 02511540000074
Departemen : Teknik Material
Dosen Pembimbing : Diah Susanti, Ph.D.
Haniffudin Nurdiansah, M.T.

Abstrak

Methylene Blue adalah salah satu jenis pewarna yang digunakan dalam industri tekstil. Dalam penggunaannya, limbah pabrik tekstil dapat menyebabkan pencemaran air dan dampak bagi kesehatan sangatlah buruk. Penelitian ini dilakukan untuk mendegradasi zat warna beracun yaitu Methylene Blue menggunakan material komposit semikonduktor ZnO/rGO yang bertujuan untuk menganalisa pengaruh penambahan massa grafit oksida 3 %, 6%, dan 9% terhadap sifat fotokatalitik komposit tersebut untuk degradasi Methylene Blue. Metode sintesis grafit oksida menggunakan metode Hummers yang dimodifikasi. ZnO/reduced graphene oxide berhasil disintesis menggunakan metode reduksi hidrotermal. Dari hasil XRD didapatkan bahwa telah terbentuk reduced graphene oxide pada peak $2\theta=26^\circ$. ZnO dengan struktur kristal hexagonal wurtzite pada peak tertinggi $2\theta=35.8^\circ$. Hasil FTIR didapatkan adanya gugus hidroksil yang bertambah pada grafit oksida ketika proses oksidasi, dan peak yang menghilang ketika proses reduksi. Hasil SEM menunjukkan morfologi ZnO berbentuk ZnO microsphere dan reduced graphene oxide yang berbentuk lapisan tipis. Hasil fotokatalitik maksimumnya didapatkan pada material ZnO/rGO 9% dengan mencapai 94% degradasi.

Kata Kunci : Degradasi, Fotokatalitik, Methylene Blue (MB), Reduced Graphene Oxide, ZnO/rGO

(halaman ini sengaja dikosongkan)

EFFECT OF REDUCED GRAPHENE OXIDE MASS VARIATION TO THE PHOTOCATALYTIC PROPERTIES OF ZnO/REDUCED GRAPHENE OXIDE COMPOSITE FOR METHYLENE BLUE DEGRADATION

| | |
|-------------|--|
| Name | : Ilham Taufiqurrahman Untoro |
| NRP | : 02511540000074 |
| Departement | : Material Engineering |
| Advisor | : Diah Susanti, Ph.D. Haniffudin Nurdiansah, M.T. |

Abstract

Methylene Blue is one type of dye used in the textile industry. In their use, waste of textile plants can cause water pollution and impact for health is very dangerous. This study was conducted to degrade toxic dyes namely Methylene Blue using semiconductor composite material ZnO/reduced graphene oxide that purposed to analyzing the influence of 3%, 6%, and 9% graphite oxide addition to the photocatalytic properties of this composite for Methylene Blue degradation. The graphite oxide was synthesis by modified Hummers methods. ZnO/reduced graphene oxide was successfully synthesized using hydrotherman reduction method. From XRD result it was found that reduced graphene oxide at $2\theta=26^\circ$ peak was formed. The crystal structure of ZnO was hexagonal wurtzite at the highest peak at $2\theta=35.8^\circ$. The FTIR result showed that hydroxyl groups increase in graphite oxide during the oxidation process and the peaks that disappeared during the reduction process. The SEM result showed ZnO microspeheres morphology and reduced graphene oxide in the form of a thin layer, Its maximum photocatalytic result was obtained on 9% ZnO/rGO material by reaching 94% degradation.

Keywords: *Degradation, Methylene Blue (MB), Photocatalytic, Reduced Graphene Oxide, ZnO/rGO*

(halaman ini sengaja dikosongkan)

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT atas segala rahmat dan karunia yang telah diberikan kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan Tugas Akhir yang menjadi salah satu syarat kelulusan Sarjana Teknik (S.T.) Departemen Teknik Material Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada semua pihak yang telah memberikan dukungan dan bimbingan kepada penulis. Ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada:

1. Kedua orangtua dan keluarga penulis yang telah memberikan dukungan baik berupa moral, moril, materil dan doa.
2. Ibu Diah Susanti, Ph.D dan Bapak Haniffudin Nurdiansah, M.T. sebagai dosen pembimbing Tugas Akhir.
3. Dr. Agung Purniawan, S.T, M.Eng. selaku Ketua Departmen Teknik Material Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
4. Seluruh dosen Teknik Material yang telah memberikan ilmu yang dapat menjadi bekal untuk masa yang akan datang.
5. Seluruh pihak, pegawai dan petugas pengujii yang telah membantu dalam penulisan laporan ini.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penulisan Tugas Akhir ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Akhir kata, semoga tulisan ini dapat bermanfaat bagi semua.

Surabaya, Juli 2019

Penulis

(halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

| | |
|---|-------------|
| HALAMAN JUDUL..... | i |
| HALAMAN PENGESAHAN | v |
| ABSTRAK..... | vii |
| ABSTRACT | ix |
| KATA PENGANTAR | xi |
| DAFTAR ISI..... | xiii |
| DAFTAR GAMBAR | xv |
| DAFTAR TABEL..... | xvii |
| BAB I PENDAHULUAN | |
| 1.1 Latar Belakang..... | 1 |
| 1.2 Rumusan Masalah..... | 2 |
| 1.3 Batasan Masalah | 3 |
| 1.4 Tujuan Penelitian..... | 3 |
| 1.5 Manfaat Penelitian..... | 3 |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA | |
| 2.1 Zat Warna <i>Methylene Blue</i> | 5 |
| 2.2 Zinc Oxide (ZnO)..... | 6 |
| 2.3 Graphene | 7 |
| 2.3.1. Sintesis Graphene..... | 8 |
| 2.3.2. Karakterisasi Graphene | 9 |
| 2.4 Fotokatalitik | 12 |
| 2.5 Penelitian Sebelumnya..... | 16 |
| BAB III METODELOGI PENELITIAN | |
| 3.1 Bahan Penelitian | 21 |
| 3.2 Alat Penelitian | 21 |
| 3.3 Metode Penelitian | 23 |
| 3.3.1 Sintesis Grafit Oksida..... | 24 |
| 3.3.2 Sintesis Komposit ZnO/ <i>Reduced Graphene Oxide</i> | 27 |
| 3.4 Pengujian | 28 |
| 3.4.1 SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)..... | 28 |
| 3.4.2 XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>) | 30 |
| 3.4.3 FTIR (<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>) | 34 |
| 3.4.4 Spektrofotometri UV Vis | 35 |

| | |
|--|-----------|
| 3.4.5 Pengujian Fotokatalitik | 36 |
| BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN | |
| 4.1 Hasil Pengujian XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>) | 41 |
| 4.2 Hasil Pengujian FTIR (<i>Fourier Transform Infrared</i>) | 46 |
| 4.3 Hasil Pengujian SEM (<i>Scanning Electron Microscope</i>)..... | 49 |
| 4.4 Hasil Pengujian UV-Vis | 57 |
| 4.5 Hasil Pengujian Fotokatalitik..... | 59 |
| BAB V KESIMPULAN DAN SARAN | |
| 5.1 Kesimpulan | 67 |
| 5.2 Saran | 67 |
| DAFTAR PUSTAKA 69 | |
| LAMPIRAN | 77 |
| UCAPAN TERIMA KASIH | 97 |
| BIODATA PENULIS | 99 |

DAFTAR GAMBAR

| | | |
|--------------------|---|----|
| Gambar 2.1 | Struktur Molekul Kimia <i>Methylene Blue</i> | 5 |
| Gambar 2.2 | Struktur Wurtzite ZnO | 7 |
| Gambar 2.3 | Diagram Alir Sintesis <i>Reduced Graphene Oxide</i> dari Grafit | 8 |
| Gambar 2.4 | Pola XRD pada Grafit, Grafit Oksida, dan <i>Graphene</i> | 9 |
| Gambar 2.5 | Morfologi (a) Grafit (b) Grafit Oksida (c) <i>Graphene</i> Perbesaran 5000x..... | 10 |
| Gambar 2.6 | Pola FTIR Grafit Oksida dan <i>Graphene</i> | 12 |
| Gambar 2.7 | Mekanisme Fotokatalis | 13 |
| Gambar 2.8 | Mekanisme <i>Reduced Graphene Oxide</i> dalam Proses Fotokatalitik | 14 |
| Gambar 2.9 | (a) Reaksi Oksidasi pada proses Fotokatalitik (b) Reaksi Reduksi pada proses Fotokatalitik | 15 |
| Gambar 2.10 | Aktivitas Fotokatalitik | 18 |
| Gambar 3.1 | Flowchart Proses Sintesis Grafit Oksida | 24 |
| Gambar 3.2 | Flowchart Proses Sintesis Komposit ZnO/rGO ... | 27 |
| Gambar 3.3 | Alat uji SEM-EDX Inspect S-50 | 29 |
| Gambar 3.4 | Mekanisme <i>Scanning Electron Microscopy</i> | 30 |
| Gambar 3.5 | Difraksi sinar-X pada Jarak antar Atom <i>d</i> dan Sinar Datang θ | 31 |
| Gambar 3.6 | Instrumen XRD PAN Alytical | 32 |
| Gambar 3.7 | Alat uji FTIR..... | 34 |
| Gambar 3.8 | Skema Prinsip Kerja FTIR..... | 35 |
| Gambar 3.9 | Alat Uji UV-Vis..... | 35 |
| Gambar 3.10 | Diagram Alir Pengujian Fotokatalitik..... | 37 |
| Gambar 3.11 | Pengujian Fotokatalitik | 39 |
| Gambar 4.1 | Hasil XRD Grafit, Grafit Oksida, dan <i>Reduced Graphene Oxide</i> | 41 |
| Gambar 4.2 | Hasil Uji XRD sampel ZnO dan Komposit ZnO/rGO 3%, ZnO/rGO 6% dan ZnO/rGO 9% .. | 44 |
| Gambar 4.3 | Hasil FTIR Grafit, Grafit Oksida, dan <i>Reduced Graphene Oxide</i> | 47 |

| | | |
|--------------------|---|----|
| Gambar 4.4 | Hasil FTIR ZnO, ZnO/rGO 3%, ZnO/rGO 6%, dan ZnO/rGO 9% | 48 |
| Gambar 4.5 | Hasil SEM (a) Grafit (b) Grafit Oksida (c) <i>Reduced Graphene Oxide</i> | 50 |
| Gambar 4.6 | Hasil SEM (a) ZnO (b) ZnO/rGO 3% (c) ZnO/rGO 6% (d) ZnO/rGO 9% | 51 |
| Gambar 4.7 | Hasil Pengujian EDX Material ZnO | 53 |
| Gambar 4.8 | Hasil Pengujian EDX Komposit ZnO/rGO 3% ... | 54 |
| Gambar 4.9 | Hasil Pengujian EDX Komposit ZnO/rGO 6% ... | 55 |
| Gambar 4.10 | Hasil Pengujian EDX Komposit ZnO/rGO 9%.... | 56 |
| Gambar 4.11 | Kurva Hasil Uji UV Vis <i>Methylene Blue</i> | 57 |
| Gambar 4.12 | Kurva Regresi Linear <i>Methylene Blue</i> | 58 |
| Gambar 4.13 | Kurva Degradasi <i>Methylene Blue</i> Berdasarkan Absorbansi dan Lama Penyinaran | 60 |
| Gambar 4.14 | Kurva Degradasi <i>Methylene Blue</i> Berdasarkan Penurunan Konsentrasi dan Lama Penyinaran ... | 62 |
| Gambar 4.15 | Kurva Degradasi <i>Methylene Blue</i> Berdasarkan Persentase Degradasi dan Lama Penyinaran | 64 |

DAFTAR TABEL

| | |
|---|----|
| Tabel 2.1 Jenis Gugus Ikatan pada Grafit Oksida | 12 |
| Tabel 2.2 Perbandingan Penelitian Sebelumnya..... | 16 |
| Tabel 3.1 Informasi hasil Pengujian XRD (Pratapa, 2004) | 33 |
| Tabel 4.1 Perbedaan Jarak Antar Layer..... | 43 |
| Tabel 4.2 Hasil Perhitungan Nilai Ukuran Kristal dari Sampel ZnO, ZnO/rGO 3%, ZnO/rGO 6%, ZnO/rGO 9%, ... | 45 |
| Tabel 4.3 Komposisi Unsur Penyusun Senyawa ZnO | 53 |
| Tabel 4.4 Komposisi Unsur Penyusun Komposit ZnO/rGO 3% 54 | |
| Tabel 4.5 Komposisi Unsur Penyusun Komposit ZnO/rGO 6% 55 | |
| Tabel 4.6 Komposisi Unsur Penyusun Komposit ZnO/rGO 9% 56 | |
| Tabel 4.7 Nilai Absorbansi Larutan Methylene Blue | 58 |
| Tabel 4.8 Nilai Absorbansi <i>Methylene Blue</i> Setelah Penyinaran | 59 |
| Tabel 4.9 Konsentrasi Hasil Degradasi <i>Methylene Blue</i> Setelah Penyinaran | 61 |
| Tabel 4.10 Persentase Degradasi Methylene Blue Setelah Penyinaran..... | 64 |

(halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang

Saat ini pencemaran air merupakan masalah yang cukup serius, terlebih senyawa *non-biodegradable* dari limbah industri khususnya industri tekstil yang jumlah limbahnya pasti bertambah setiap harinya. Senyawa *non-biodegradable* dapat menjadi sumber pencemar serius sebab proses mikrobiologi hanya menguraikan senyawa *biodegradable*, sedangkan senyawa *non-biodegradable* tetap ada di dalam *sludge* (lumpur) yang akan kembali ke lingkungan. (Pons, 2007).

Dalam perkembangannya, industri tekstil selalu menghasilkan limbah, salah satunya zat warna *Methylene Blue* (metilen biru) dimana merupakan zat warna yang sering digunakan. Zat warna metilen biru adalah zat warna dasar yang penting dalam proses pewarnaan kulit, kain mori, kain katun, maupun tannin. (Ayu, *et al.*, 2011). Apabila tubuh terpapar oleh *Methylene Blue* dapat mengakibatkan dampak buruk bagi kesehatan, diantaranya yaitu trauma mata seperti luka bakar hingga mengakibatkan kebutaan permanen, gejala mual dan muntah bila tertelan dan timbul iritasi pada kulit jika ada kontak secara langsung. (Hamdaoui, *et al.*, 2006).

Beberapa metode yang dapat dilakukan untuk meminimalisir kandungan zat warna dalam limbah industri tekstil antara lain metode biologi, koagulasi, elektrokoagulasi, adsorpsi, ozonisasi, dan klorinasi (Modirshahla, 2011) (Ali dan Siew, 2008). Beberapa metode tersebut membutuhkan biaya operasional yang tidak murah sehingga kurang efektif jika diterapkan di Indonesia (Fatimah, *et al.*, 2006). Salah satu metode yang relatif murah dan mudah diterapkan di Indonesia adalah metode fotodegradasi. Prinsip fotodegradasi menggunakan fotokatalis yang berasal dari bahan semikonduktor, seperti TiO₂, ZnO, Fe₂O₃, CuO, dan sebagainya. Fotokatalis berperan sebagai proses reaksi kimia yang dibantu oleh cahaya dan katalis padat. Di antara bahan

semikonduktor, TiO₂ dan ZnO adalah bahan yang sering dipakai di dalam proses fotokatalis (Sakthivel *et al.*, 2003).

Semikonduktor ZnO memiliki keuntungan dibandingkan dengan TiO₂ karena ZnO mampu menyerap spektrum matahari dan kuantum cahaya lebih banyak dibandingkan dengan TiO₂ (Hutabarat, 2012). Material ZnO memiliki jarak celah pita yang lebih besar yaitu 3,4 eV daripada TiO₂ sebesar 3,2 eV (Singh, 2009). Semikonduktor ZnO merupakan oksida logam yang sifatnya stabil secara kimia, tidak beracun, mudah didapatkan, lebih murah, *biodegradable* dan bersahabat dengan lingkungan. (Shao *et al.*, 2013; Sun *et al.*, 2013).

Untuk material adsorbansi dalam penelitian ini menggunakan *reduced graphene oxide* yang nantinya menjadi komposit ZnO/rGO. Pemilihan *reduced graphene oxide* sebagai modifikasi ZnO karena *reduced graphene oxide* memiliki sifat yang menjanjikan yaitu konduktivitas listrik yang sangat baik, luas permukaan spesifik yang tinggi (Shen, 2009). Selain itu, *graphene* mempengaruhi komposit dalam penyerapan aktif dengan jumlah besar karena luas permukaan yang besar (2630 m²/g), yang menyebabkan kapasitas penyerapan polutan organik yang sangat baik (Zhao *et al.*, 2012; Lazar *et al.*, 2013), sehingga hal ini sangat mendukung dalam upaya peningkatan sifat fotokatalisis untuk mendegradasi limbah pabrik *Methylene Blue*.

Dalam penelitian ini akan dibahas pengaruh penambahan *reduced graphene oxide* pada ZnO yang bertujuan untuk meningkatkan sifat fotokatalitik dalam proses mengurai limbah pabrik *Methylene Blue*.

I.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini yaitu:

1. Bagaimana karakteristik komposit ZnO/*reduced graphene oxide* setelah penambahan *reduced graphene oxide*?
2. Bagaimana pengaruh variasi massa *reduced graphene oxide* pada ZnO dalam peningkatan sifat fotokatalitik untuk degradasi *methylene blue*?

I.3 Batasan Masalah

Terdapat beberapa batasan masalah yang digunakan agar penelitian ini lebih terarah adalah sebagai berikut:

1. Pengotor serbuk diabaikan
2. Ukuran serbuk grafit dianggap sama
3. Kecepatan *stirring* dan *magnetic stirring* dianggap konstan
4. Temperatur dan tekanan udara sekitar dianggap konstan
5. pH aquades dianggap netral
6. Tekanan dari *Autoclave* dianggap sama
7. Volume air dan konsentrasi *Methylene Blue* dianggap konstan
8. Fluktiasi temperatur pada *furnace* diabaikan
9. *Material loss* dianggap tidak ada saat reaksi.

I.4 Tujuan Penelitian

Adapun penelitian ini bertujuan untuk:

1. Menganalisis karakteristik komposit ZnO/*reduced graphene oxide* setelah penambahan *reduced graphene oxide*.
2. Menganalisis pengaruh variasi massa *reduced graphene oxide* pada ZnO dalam peningkatan sifat fotokatalitik untuk degradasi *methylene blue*.

I.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat dalam bidang aplikasi nanomaterial pada pengolahan limbah industri tekstil dan dapat bermanfaat bagi siapapun yang meneliti nanomaterial khususnya ZnO maupun material *graphene* untuk berikutnya.

(halaman ini sengaja dikosongkan)

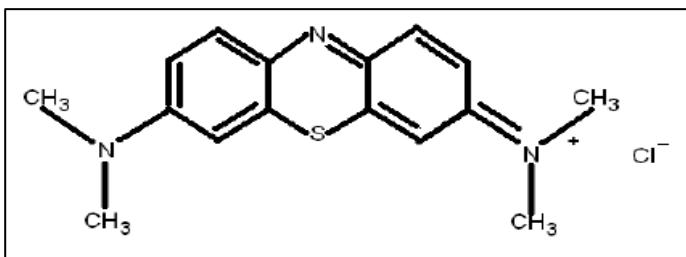
BAB I PENDAHULUAN

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zat Warna Methylene Blue

Methylene Blue (MB) merupakan salah satu zat warna *thiazine* yang sering digunakan karena harganya ekonomis dan mudah diperoleh (Falahiyah, 2015). Senyawa ini termasuk senyawa aromatik heterosiklik dan merupakan zat warna kationik dengan daya adsorpsi yang kuat. *Methylene Blue* memiliki rumus molekul $C_{16}H_{18}N_3ClS$ dengan berat molekul sebesar 319 g/mol. Kelarutan *Methylene Blue* dalam air mencapai 35,5 g/L (Miclescu, 2010). Gambar 2.1 menunjukkan struktur molekul kimia dari *Methylene Blue*.



Gambar 2.1 Struktur Molekul Kimia Methylene Blue
(Miclescu, 2010)

Methylene blue mempunyai warna komplementer berupa warna biru mempunyai spektrum cahaya pada panjang gelombang daerah visibel yaitu antara 500-700 nm, sehingga pada penentuan panjang gelombang maksimumnya digunakan range pada daerah panjang gelombang tersebut (Day dan Underwood, 2002).

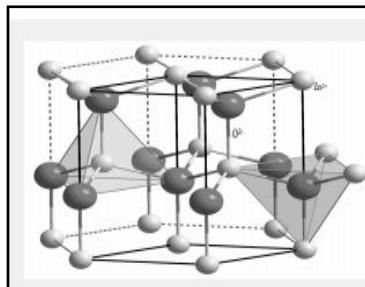
Methylene blue dapat mengakibatkan dampak buruk bagi kesehatan, diantaranya yaitu trauma mata seperti luka bakar hingga mengakibatkan kebutaan permanen, gejala mual dan muntah bila tertelan dan timbul iritasi pada kulit jika ada kontak secara langsung (Hamdaoui, et al., 2006).

2.2 Zinc Oxide (ZnO)

Seng (Zn) adalah salah satu jenis logam yang tahan terhadap serangan udara dan air pada temperatur kamar, tetapi pada temperatur tinggi Zn dapat bereaksi dengan oksigen di udara menghasilkan oksida dalam bentuk ZnO (Darajat, 2008). Saat ini, ZnO sering dimanfaatkan sebagai aditif bermacam bahan dan produk termasuk kaca, semen, plastik, keramik, karet, dan pelumas (Hernandezbattez *et al*, 2008). ZnO hampir tidak larut dalam air dan alkohol namun larut dalam berbagai asam, contohnya asam klorida (Greenwood *et al*, 1997). Seng mudah bereaksi dengan asam bukan pengoksida, melepaskan H₂ dan menghasilkan ion divalensi. Seng mudah bereaksi bilamana dipanaskan dalam O₂ menghasilkan oksida, seng juga dapat larut dalam basa kuat karena kemampuannya membentuk ion zinkat yang biasa ditulis ZnO₂²⁻ (Paulina, 2005). Zinc oxide termasuk ke dalam jenis material semikonduktor (Ozgur, 2005), yaitu jenis semikonduktor tipe-n dengan lebar pita energi 3,2 eV – 3,3 eV pada temperatur kamar. Logam ini keras dan rapuh pada kebanyakan temperatur, namun dapat ditempa antara 100°C sampai dengan 150 °C. Pada temperatur 210 °C keatas, logam ini kembali menjadi rapuh dan dapat dihancurkan menjadi. Logam ini memiliki transmisi optik yang tinggi serta cukup baik dalam menghantarkan listrik (Paulina, 2005). Keuntungan Zinc oxide dari bahan-bahan semikonduktor pita lebar (*wide band* semikonduktor) yang populer sebelumnya (SiC dan GaN) karena dia bisa dioperasikan dalam lingkungan yang keras dan bertemperatur tinggi, resistansi yang lebih tinggi untuk keadaan radiasi energi tinggi (Nugroho P, 2004). Dalam beberapa tahun kebelakang, Zinc oxide menjadi bahan yang sangat serbaguna dalam aplikasi nano-material. Diketahui bahwa ZnO memiliki semikonduktor senyawa pita lebar (3,37 eV) yang berguna untuk aplikasi optoelektronik seperti LED, diode, dan laser (Djurišić, 2010 dan Hassan, 2014).

ZnO transparan terhadap cahaya tampak dan bisa dibuat sangat konduktif dengan cara doping. Karena sifat

karakteristiknya struktur kristal yang unik, dan kurangnya pusat simetri dalam struktur *wurtzite* dan memiliki elektromekanik besar menghasilkan sifat piezoelektrik dan piroelektrik yang kuat dan menunjukkan aplikasi dominan dalam sensor piezoelektrik, sensor kimia, serta sel matahari. ZnO memiliki struktur dengan parameter kisi $a = 0,3296$ dan $c = 0,52065$ nm. Struktur ZnO dapat digambarkan sebagai bidang tetrahedral terkoordinasi, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2



Gambar 2.2 Struktur Wurtzite ZnO (Guo, 2017)

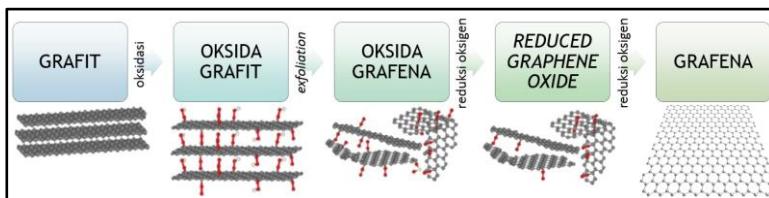
2.3 *Graphene*

Grafena (*Graphene*) merupakan material dua dimensi (2D) monoatomik dari satu lapis grafit yang ditemukan oleh Andre K. Geim dan Konstantin Novoselov pada tahun 2004. Saat ini banyak penelitian *graphene* yang dilakukan para peneliti dari berbagai bidang di seluruh dunia karena tertarik dengan keunggulan dan sifat unik yang dimilikinya. Dengan ketebalan sekitar satu atom karbon, *graphene* memiliki transparansi optik hingga 97,7% (Nair *et al.*, 2008). Meskipun sangat tipis, kekuatan *graphene* melebihi baja. Ikatan kovalen antar karbon yang kuat menyebabkan *graphene* sulit untuk diregangkan, sehingga memiliki *modulus young* hingga 1,1 TPa (Lee *et al.*, 2008). Salah satu karakteristik dari *graphene* yang paling menarik yaitu susunan atom karbon yang sangat teratur dan hampir mendekati sempurna. Kisi *graphene* tersusun atas dua lapisan atom karbon yang memiliki ikatan σ . Terrones *et al.*, (2010) menyatakan bahwa setiap atom karbon pada lapisan ini memiliki orbital π .

Berdasarkan sifatnya yang unik ini, *graphene* telah banyak digunakan secara luas dalam pengembangan material nanokomposit untuk aplikasi yang berbeda seperti superkapasitor (Stoller et al., 2008), sensor (S. Kochmann, 2013), *solar panel* (Wang et al., 2008), dan sebagai adsorben (Xu et al., 2012).

2.3.1. Sintesis *Graphene*

Graphene dapat disintesis melalui pengolahan grafit, menjadi lembaran-lembaran tunggal *graphene* seperti yang diilustrasikan pada Gambar 2.3 Secara sederhana grafit dioksidasi menjadi oksida grafit. Kemudian lembaran-lembaran oksida grafit tersebut dikelupas dalam air hingga terbentuk oksida *graphene*. Konsentrasi oksigen dalam oksida *graphene* dapat direduksi hingga habis meninggalkan lapisan *graphene*. Oksida *graphene* diyakini dapat menjadi prekursor yang menjanjikan untuk produksi *graphene* dalam skala besar. (Norman, et al, 2015)



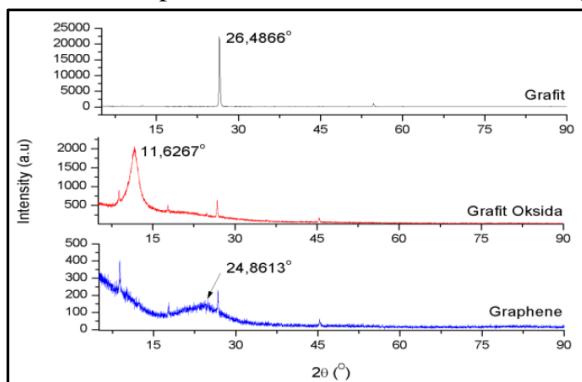
Gambar 2.3 Diagram alir Sintesis *Reduced Graphene Oxide* dari Grafit (Shao et al., 2012)

Untuk memperoleh *reduced graphene oxide*, maka sebelumnya harus dibentuk grafit oksida. *Graphite oxide* yang dikenal sebagai *graphitic acid* telah ditemukan sejak tahun 1859 setelah Brodie mengoksidasi Ceylon graphite dengan campuran kalium klorida ($KClO_3$) dan asam nitrat (HNO_3) (Hummers et al, 1958). Kelebihan metode Hummers untuk mensistesis grafit oksida yaitu dapat memeroleh jumlah grafit oksida yang cukup banyak. Pula untuk alat dan bahan tidak terlalu susah mendapatkannya. Akan tetapi metode ini memiliki kekurangan yaitu grafit oksida yang dihasilkan cenderung memiliki tingkat

cacat yang cukup tinggi karena permukaan oksida sering bersentuhan langsung dengan senyawa kimia asam baik itu oksidator maupun reduktor. Sehingga menyebabkan banyak pengotor dan menyebabkan strukturnya kurang sempurna. Juga proses pencucian dengan aquades yang berkali-kali menyebabkan permukaan *graphene* tergoyang.

2.3.2. Karakterisasi *Graphene*

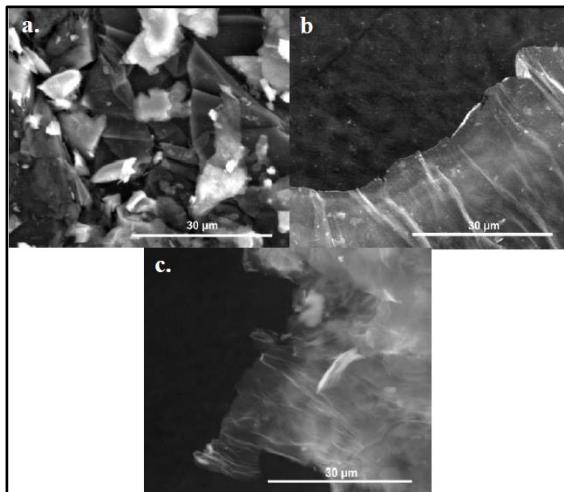
Terdapat beberapa pengujian yang dapat dilakukan untuk mengetahui struktur *Graphene*. Pada pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*) yang dilakukan oleh Suwandana dan Susanti pada tahun 2015 pada Gambar 2.4 menunjukkan adanya perbedaan letak puncak peak dari grafit, grafit oksida dan *graphene*. Pada grafit, terdapat puncak $2\theta = 26,4866^\circ$ dengan $d_{spacing} = 3,36527 \text{ \AA}$ sedangkan pada XRD grafit oksida, tampak puncak muncul pada $2\theta = 11,6267^\circ$ dengan $d_{spacing} = 7,61135 \text{ \AA}$. Hal tersebut menunjukkan bahwa setelah proses oksidasi, grafit telah berubah menjadi grafit oksida dengan $d_{spacing}$ yang lebih lebar karena memiliki gugus-gugus oksigen dalam lapisan struktur grafit. Gugus-gugus tersebut tidak hanya memperlebar jarak antar layer, tapi juga membuat lapisan atom hidrofilik (Pei dan Cheng, 2011).



Gambar 2.4. Pola XRD pada Grafit, Grafit Oksida, dan *Graphene* (Suwandana dan Susanti, 2015)

Sedangkan pada *graphene* terlihat perbedaan puncaknya dengan grafit oksida. XRD awal dari grafit oksida yang memiliki puncak pada $2\theta = 11,6267^\circ$ dengan $d\text{spacing} = 7,61135 \text{ \AA}$. Setelah proses reduksi menjadi *graphene*, data XRD *graphene* memiliki puncak pada $2\theta = 24,8613^\circ$ dengan $d\text{spacing} = 3,57801 \text{ \AA}$. Puncak *graphene* tersebut mempunya intensitas yang sangat rendah, menurun drastis dibandingkan dengan grafit maupun grafit oksida. Penurunan tersebut menandakan bahwa *graphene* cenderung memiliki struktur kristal yang amorf (Suwandana dan Susanti, 2015).

Pada pengujian SEM (*Scanning Electron Microscope*) yang dilakukan oleh Nugraha dan Susanti pada 2015 dapat dilihat perubahan morfologi selama proses sintesis *graphene*. Ketika sebelum proses sintesis, grafit yang digunakan sebagai bahan baku sintesis adalah berbentuk serbuk. Grafit merupakan tumpukan dari lembaran- lembaran tipis *graphene* sehingga ketika diamati dengan SEM, morfologi yang didapatkan berupa serpihan- serpihan yang tebal sebagaimana ditunjukkan pada

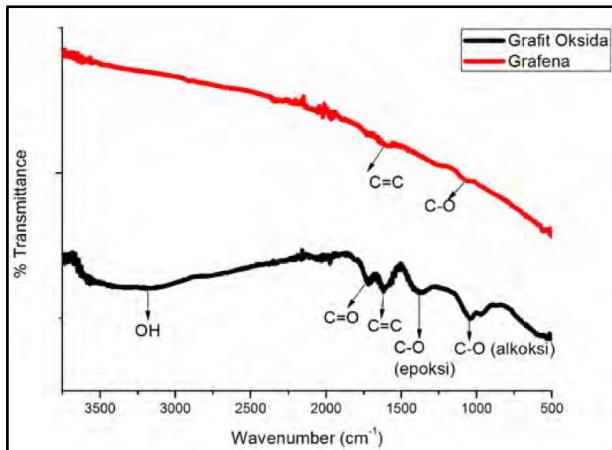


Gambar 2.5 Morfologi (a) Grafit (b) Grafit Oksida (c) Graphene Perbesaran 5000x (Nugraha dan Susanti, 2015)

Proses oksidasi yang dialami grafit selanjutnya dalam proses sintesis, menghasilkan grafit oksida yang morfologinya diamati dengan SEM tidak jauh berbeda dengan grafit. Namun demikian, karena *drying* yang dilakukan setelah proses oksidasi grafit menghasilkan grafit oksida berbentuk lembaran, morfologi *flake* yang ada pada grafit tidak lagi ditemui pada grafit oksida. Seiring dengan proses sintesis yang berjalan, proses reduksi, ultrasonikasi dan hidrotermal yang dilakukan mendapatkan *graphene* sebagai hasil akhir yang strukturnya berupa lembaran tipis transparan karena terkelupasnya lapisan-lapisan tebal grafit selama proses sintesis yang menjadi salah satu parameter dari berhasilnya proses sintesis *graphene* (Pradesar dan Susanti, 2013).

Selanjutnya untuk mengetahui karakterisasi lain dari *graphene* dan grafit oksida dilakukan pengujian FTIR (*Fourier-Transform Infrared Spectroscopy*). FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi jenis ikatan dan gugus fungsi. dan juga untuk membedakan antara grafit oksida dan *graphene*. Menurut penelitian yang dilakukan Nurdiansah pada 2014 yang membedakan antara grafit oksida dan *graphene* adalah terdapat gugus fungsional OH yang besar pada grafit oksida, menunjukkan banyaknya kandungan air pada material tersebut. Gambar 2.6 menunjukkan perbandingan hasil FTIR antara grafit oksida dan *graphene*. Untuk melihat jenis gugus ikatan pada grafit oksida terdapat pada Tabel 2.1.

Dari Tabel 2.1, dapat dilihat bahwa grafit oksida mempunyai banyak gugus yang berisi O dan H, yang menunjukkan masih banyaknya kandungan oksigen dan air di dalamnya, Hal yang paling nampak jelas membedakan antara *graphene* dan grafit oksida adalah, pada pola FTIR *graphene*, ikatan OH telah hilang sempurna, yang mengindikasikan pengurangan jumlah atom O dan H di dalamnya, yang berarti terjadi peningkatan kemurnian. (Nurdiansah *et al*, 2014).



Gambar 2.6 Pola FTIR Grafit Oksida dan *Graphene*
(Nurdiansah *et al*, 2014)

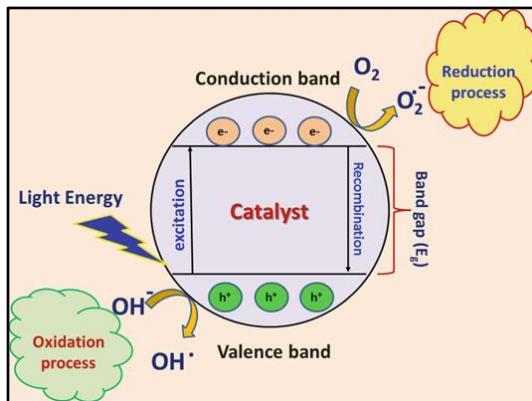
Tabel 2.1 Jenis Gugus Ikatan pada Grafit Oksida
(George Socrates, 2011)

| No. | Posisi Peak (cm ⁻¹) | Nama Peak |
|-----|---------------------------------|--------------|
| 1 | 3200.01 | -OH |
| 2 | 1718.88 | C=O |
| 3 | 1617.81 | C=C |
| 4 | 1363.94 | C-O (Epoksi) |
| 5 | 1042.42 | C-O (Alkosi) |

2.4 Fotokatalitik

Fotokatalis dapat diartikan proses dimana cahaya dan katalis bekerja bersamaan guna mempercepat suatu reaksi kimia sebagai kata lain cahaya mendorong percepatan reaksi katalis dengan induksi cahayanya (Saravanan, *et al*, 2017). Fotokatalis dibagi menjadi dua kategori, yaitu homogen dan heterogen (Rajeshwar *et al*, 2008; Rehman *et al*, 2009; Fujishima *et al*, 2000). Sebagai contoh, material semikonduktor (ZnO, TiO₂, SnO₂) termasuk fotokatalis *heterogeneous* karena struktur

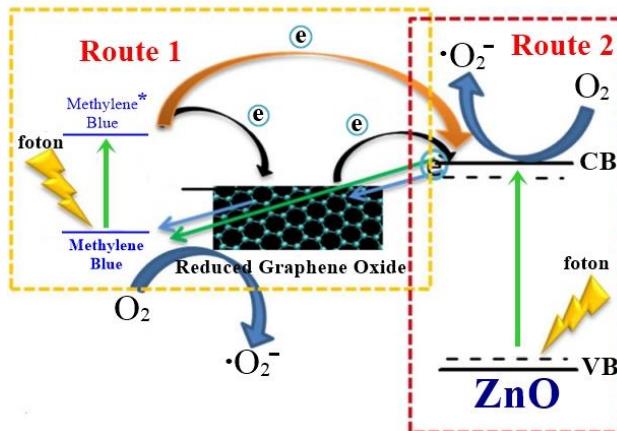
elektroniknya terdapat pita valensi yang terisi (*filled valence band*) dan pita konduksi kosong (*empty conduction band*), sifat penyerapan cahayanya dan eksitasi bersifat *lifetime*. Fotokatalis semikonduktor yang bagus harus fotoaktif, dapat memanfaatkan sinar UV dekat, murah, dan tidak beracun.



Gambar 2.7 Mekanisme Fotokatalis (Sarasvanan et al, 2017)

Secara umum, mekanisme fotokatalisis semikonduktor yang ditunjukkan pada Gambar 2.7. Ketika energi cahaya dalam hal ini adalah foton jatuh pada permukaan semikonduktor dan jika energi dari sinar yang datang setara atau lebih dari energi pada celah pita semikonduktor, elektron-elektron pada pita valensi menjadi terganggu kemudian bergerak menuju pita konduksi. Sehingga *holes* akan tertinggal dalam pita valensi semikonduktor. *Holes* ini dapat mengoksidasi molekul donor dan bereaksi dengan molekul air menghasilkan radikal hidroksil. Radikal hidroksil memiliki kekuatan oksidasi yang kuat yang bertanggung jawab atas degradasi polutan. Sedangkan elektron pada pita konduksi bereaksi dengan oksigen membentuk ion terlarut super oksida. Elektron-elektron ini menginduksi reaksi redoks. *Holes* dan elektron ini dapat mengalami reaksi oksidasi dan reduksi yang berurutan, yang mungkin teradsorpsi pada permukaan semikonduktor untuk memberikan produk yang diperlukan

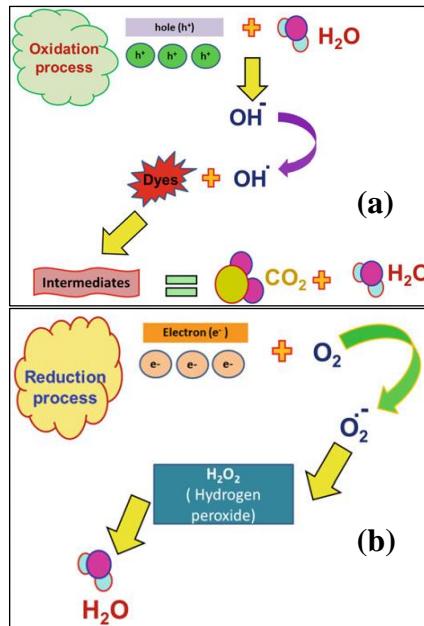
(Sarasvanan *et al*, 2017). Keberadaan *reduced graphene oxide* sendiri pada proses fotokatalitik yang ditunjukkan oleh Gambar 2.8 adalah sebagai *accelerator* eksitasi elektron karena sifat mobilitas elektronnya yang sangat baik (Qin *et al*, 2017).



Gambar 2.8 Mekanisme *Reduced Graphene Oxide* dalam Proses Fotokatalitik (Ahmad *et al*, 2013)

Proses oksidasi ditunjukkan pada Gambar 2.9 (a). Permukaan fotokatalis mengandung air, yang disebut “air yang terabsorbansi”. Air ini dioksidasi oleh *holes* positif yang dibuat di pita valensi (*valence band*) karena electron bergeser ke pita konduksi (*conduct band*) sebagai akibat iridiasi cahaya, sehingga membentuk radikal hidroksil (OH[·]) (agen kuat dalam penguraian oksidatif). Setelah itu, OH[·] bereaksi dengan bahan organik, dalam kasus fotokatalis adalah pewarna. Jika terdapat senyawa oksigen ketika proses ini terjadi, radikal *intermediate* dalam senyawa organic bersama dengan molekul oksigen mengalami reaksi berantai radikal. Di kasus seperti itu, bahan organik akhirnya terurai menjadi karbon dioksida dan air (Khan *et al*, 2015; Fujishima dan Honda, 1972; Rajeshwar *et al*, 2008). Dalam

kedaan seperti itu, senyawa organik dapat bereaksi langsung dengan *holes* positif, menghasilkan dekomposisi oksidatif.



Gambar 2.9 (a) Reaksi Oksidasi pada proses Fotokatalitik
(b) Reaksi Reduksi pada proses Fotokatalitik
(Sarasvanan, et al, 2017)

Pada Gambar 2.9 (b) menunjukkan proses reduksi oksigen yang ada di udara bebas terjadi sebagai reaksi berpasangan (Rajeshwar et al, 2008; Rehman et al, 2009). Penguraian oksigen terjadi sebagai alternatif untuk hidrogen karena fakta bahwa oksigen adalah zat yang mudah direduksi. Elektron pita konduksi (*conduction band*) bereaksi dengan oksigen terlarut untuk membentuk anion superoksida. Anion superoksida tadi menempel pada produk pada reaksi oksidasi, membentuk peroksida atau berubah menjadi hidrogen peroksida dan kemudian menjadi air. Reaksi reduksinya lebih mudah terjadi di bahan organik daripada

di air. Oleh karena itu, semakin tinggi konsentrasi bahan organik cenderung meningkatkan jumlah *holes* positif, maka akan mengurangi rekombinasi pembawa dan meningkatkan aktivitas fotokatalitik (Nakata dan Fujishima 2012; Rajeshwar et al. 2008; Khan et al. 2015b).

2.5 Penelitian Sebelumnya

Beberapa penelitian telah dilakukan untuk mendegradasi *methylene blue* dengan metode fotokatalitik komposit ZnO/reduced graphene oxide. Tabel 2.2 menunjukkan perbandingan yang dilakukan beberapa tahun belakangan.

Tabel 2.2 Perbandingan Penelitian Sebelumnya

| Material | Perlakuan | Aplikasi | Hasil | Peneliti |
|-------------------------------------|---|----------------------------------|---|-----------------------------|
| ZnO/G | Variasi rasio massa | Degrada-si <i>methylene blue</i> | Rasio massa 50:1 menghasilkan fotokatalitik terbaik | H. Fan, <i>et al</i> , 2012 |
| ZnO/rGO | Variasi penambah-an massa <i>graphene</i> | Degrada-si <i>methylene blue</i> | 4.02% wt. <i>graphene</i> memiliki <i>degradation rate</i> terbesar yaitu 0.21min^{-1} | J. Qin, <i>et al</i> , 2017 |
| TiO ₂ /rGO | Variasi rGO 3% wt. | Degrada-si <i>methylene blue</i> | 100% MB terdegradasi dengan ZnO/G sinar UV | H. Sun, <i>et al</i> , 2014 |
| Ta ₂ O ₅ /rGO | | | | |

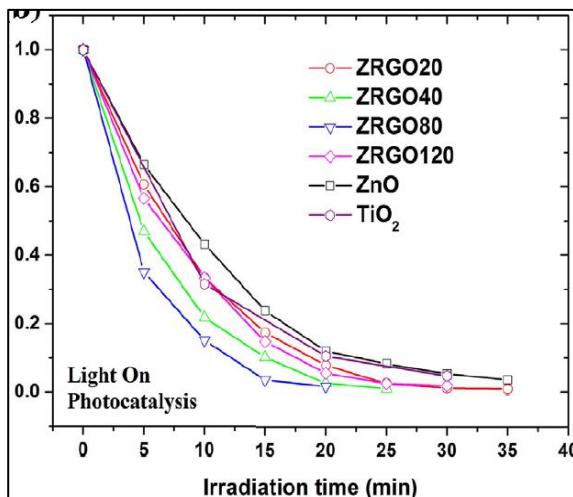
| | | | | |
|----------------|---|----------------------------------|---|------------------------------|
| ZnO/rGO | Penambah-an massa grafit oksida | Degrada-si <i>rhodamin-b</i> | 94.25% <i>rhodamin-b</i> terdegradasi selama 5 jam | Situmorang dan Susanti, 2018 |
| ZnO/rGO (3.8%) | Perban-dingan ZnO dan ZnO/rGO | Degrada-si <i>methylene blue</i> | 99% <i>methylene blue</i> terdegradasi dalam 30 menit | F. Fan, <i>et al</i> , 2015 |
| ZnO/rGO | Variasi penambah-an massa <i>graphene</i> | Degrada-si <i>methylene blue</i> | 1,1% wt. <i>graphene</i> mendegradasi sebanyak 88% | L. Pan, <i>et al</i> , 2011 |

pH memengaruhi efisiensi fotokatalis.
Diketahui pH $9 > \text{pH} 7 > \text{pH} 5$

H. Fan, *et al* (2012) melakukan penelitian tentang semikonduktor ZnO dalam menentukan sifat fotokatalitik yang baik dan efisien untuk mendegradasi *methylene blue*. Dengan menggunakan metode Hummers modifikasi, Fan mempersintesa GO. Kemudian ia menambahkan serbuk GO tadi ke dalam suspensi koloid ZnO. Kemudian suspensi tadi *distirring* selama 2 jam lalu

disonikasi selama 30 menit dengan temperatur 200°C untuk mendapatkan larutan koloid. Kemudian ia memvariasikan ZnO/G dengan rasio 100:1, 60:1, 50:1, 40:1. Dengan sinar UV, pengujian fotokatalis berjalan efisien. Terbukti rasio 50:1 memiliki $k=0.098\text{min}^{-1}$. Dengan *degradation rate* sebesar 72.1%.

J. Qin, *et al* (2017) juga melakukan penelitian yang sama. Ia mensintesis ZnO dari zink asetat dan ammonium hidrogen karbonat. Ia memvariasikan massa graphene dengan menambahkan dengan 20, 40, 80, 120 mL GO (0.5mg/mL) yang kemudian ia namakan ZRGO20, ZRGO 40, ZRO80, dan ZRO120, dengan kata lain ia memvariasikan 10, 20, 40, 60 mg. Untuk aktivitas fotokatalitik dibawah sinar UV dapat dilihat pada Gambar 2.10. Terlihat untuk ZRGO80 memiliki tingkat degradasi terbaik daripada lainnya. ZRGO80 diketahui memiliki 4.06 wt.% GO. Qin mengatakan bahwa *photogenerated h⁺* dan *superoxide radicals O₂⁻* mempunyai peran penting dalam proses fotokatalis.



Gambar 2.10 Aktivitas Fotokatalitik (Qin, *et al*, 2017)

H. Sun, *et al* (2014) juga melakukan penelitian komposit ZnO/rGO untuk degradasi pewarna *methylene blue*, akan tetapi ia

juga membandingkan dengan TiO_2/rGO dan Ta_2O_5/rGO untuk degradasi pewarna yang sama. Ia mengkomparasi ketiga komposit tersebut dengan *graphene* sebanyak 3% wt. Hasilnya TiO_2/rGO dan ZnO/rGO memiliki hasil yang memuaskan, tidak dengan Ta_2O_5/rGO . Akan tetapi ZnO/rGO membutuhkan waktu yang lebih sedikit untuk mendegradasi 100% *methylene blue*. Untuk ZnO sendiri Sun mengatakan bahwa ZnO/rGO tidak efisien untuk mendegradasi *methylene blue* dengan sinar tampak. Terbukti hanya 6% *methylene blue* yang terdegradasi dalam 120 menit. Akan tetapi ketika di bawah sinar UV, ZnO/rGO dapat mendegradasi 100% *methylene blue*.

Situmorang dan Susanti (2018) juga melakukan penelitian tetapi untuk degradasi pewarna yang berbeda, yaitu *rhodamin-b*. Dalam penelitiannya, ia menambahkan grafit oksida 5%, 10%, dan 15%. Dengan metode reduksi zink nitrat dan reduksi grafit oksida dengan metode reduksi *thermal* ia mendapatkan ZnO/rGO . Kemudian hasilnya menunjukkan bahwa ZnO/rGO dengan penambahan 15% mendapatkan hasil terbaik dengan 94.25% degradasi pada *rhodamine-b*.

F. Fan, *et al* (2015) melakukan penelitian yang tidak berbeda jauh. Ia juga menggunakan metode Hummers untuk sintesisnya. Hanya saja ia menggunakan prekusor $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ untuk membuat ZnO/rGO . Kemudian ia membandingkan ZnO dan ZnO/rGO dalam efisiensi mendegradasi *methylene blue*. Hasilnya hampir sekitar 99% *methylene blue* terdegradasi dalam jangka waktu 30 menit dibawah sinar UV. rGO memiliki peran sebagai pengadsorbansi yang baik.

L. Pan, *et al* (2014) melakukan penelitian yang sama pula dengan variasi 1.1% wt rGO. Hasilnya ZnO/rGO dapat mendegradasi *Methylene Blue* sebesar 88%. Pan mengatakan bahwa pH memengaruhi efisiensi fotokatalis. Efisiensi degradasi menaik secara signifikan dari 68.5% ke 88% dengan kenaikan pH dari 5 ke 7 dan mencapai nilai maksimal 91.7% pada pH 9. Hal ini disebabkan banyaknya kation *Methylene Blue* yang terabsorbsi

ke permukaan fotokatalis dengan muatan negative saat pHnya diatas nilai IEPnya (*Iso Electric Point*).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

1. Serbuk grafit dengan ukuran 150 μm (purity 99%)
2. Air suling / aquades (H_2O)
3. Larutan elektrolit asam sulfat 98% (H_2SO_4)
4. Natrium nitrat (NaNO_3)
5. Kalium permanganat (KMnO_4)
6. Hidrogen peroksida 30% (H_2O_2)
7. Asam klorida 5% (HCl)
8. Zink asetat ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$)
9. Barium klorida (BaCl_2)
10. Amonium Hidroksida 25% (NH_4OH)
11. Es
12. *Methylene Blue*

3.2 Alat Penelitian

Peralatan yang digunakan untuk penelitian ini:

1. Neraca Analitik (Mettler Toledo)
Alat ini digunakan untuk mengukur massa serbuk grafit, KMnO_4 , NaNO_3 , grafit oksida, dan $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$
2. Mikropipet
Pipet yang digunakan adalah mikropipet untuk mengambil larutan H_2O_2
3. Pengaduk (Spatula)
Digunakan untuk mengaduk larutan.
4. *Hot Plate with Magnetic Stirrer*
Alat ini digunakan untuk mencampur dan mengaduk larutan agar homogen serta untuk proses *drying reduced graphene oxide* dari hasil proses *hydrothermal*.
5. Furnace (Thermolyne)
Digunakan untuk proses pembuatan GO dan komposit $\text{ZnO}/\text{reduced graphene oxide}$.

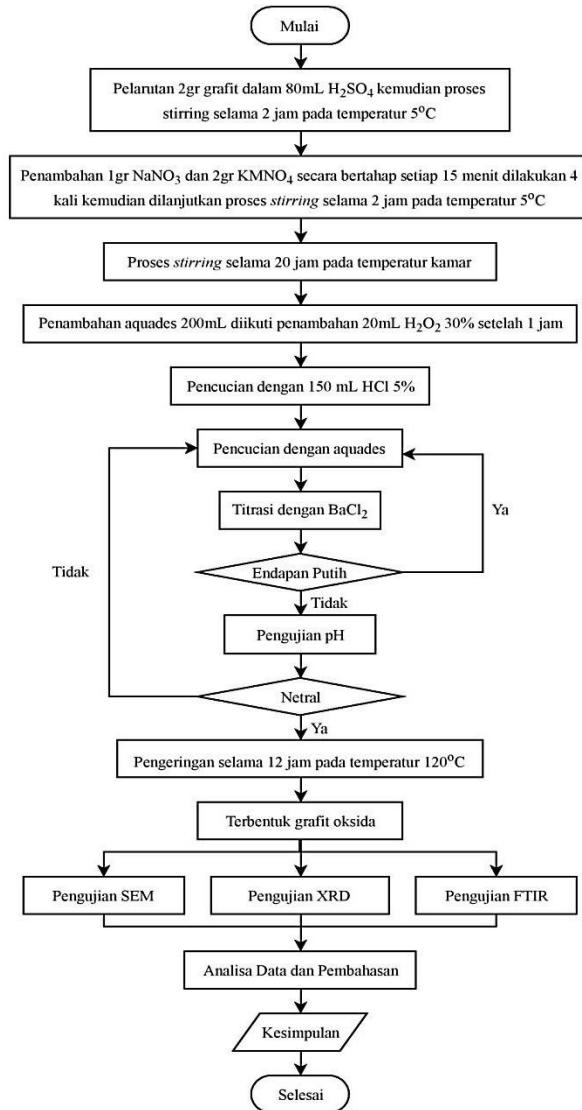
-
- 6. *Autoclave*
Digunakan untuk proses *hydrothermal*.
 - 7. *Erlenmeyer*
Digunakan sebagai tempat larutan.
 - 8. *Ice bath*
Digunakan untuk tempat peletakan es selama pembuatan grafit oksida.
 - 9. *Thermometer*
Digunakan untuk mengukur temperatur larutan.
 - 10. *Kotak styrofaom*
Digunakan untuk tempat pengujian fotokatalitik
 - 11. *Lampu UV*
Digunakan untuk menyinari larutan *Methylene Blue*
 - 12. *Centrifuge*
Digunakan untuk memisahkan partikel terdispersi.
 - 13. *Tabung Centrifuge*
Digunakan sebagai wadah larutan kimia yang ditempatkan pada mesin *centrifuge*
 - 14. *Ultrasonic Cleaner*
Digunakan untuk homogenisasi dan pengelupasan lembaran *graphite oxide* menjadi *Graphene oxide*.
 - 15. *Gelas Beaker*
Digunakan untuk tempat aktivitas kimia
 - 16. Instrumen Karakterisasi Material
 - a) *X-ray difraction* (XRD) untuk mengetahui senyawa yang terkandung dalam suatu sampel dan struktur kristalnya.
 - b) *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan EDS untuk menganalisis morfologi dan kadar unsur.
 - c) *Fourier Transform Infrared* untuk mengetahui jenis gugus fungsi yang terkandung pada material
 - d) UV Vis digunakan untuk mengeksplorasi sifat penyerapan cahaya dari sampel yang telah disiapkan

-
- e) *Gas Chromatography-Mass Spectrometer* untuk mengetahui jenis senyawa yang terbentuk setelah terjadinya degradasi *Methylene Blue*.

3.3 Metode Penelitian

Dalam penelitian ini terdapat berbagai proses untuk membuat komposit ZnO/*reduced graphene oxide*. Proses pertama yang dilakukan adalah proses sintesis grafit menjadi grafit oksida, metode yang digunakan adalah metode Hummer, kemudian grafit oksida direaksikan dengan prekusor zink asetat menggunakan metode hidrotermal sehingga nanti akan membentuk komposit ZnO/*reduced graphene oxide*.

3.3.1 Sintesis Grafit Oksida



Gambar 3.1 Flowchart Proses Sintesis Grafit Oksida

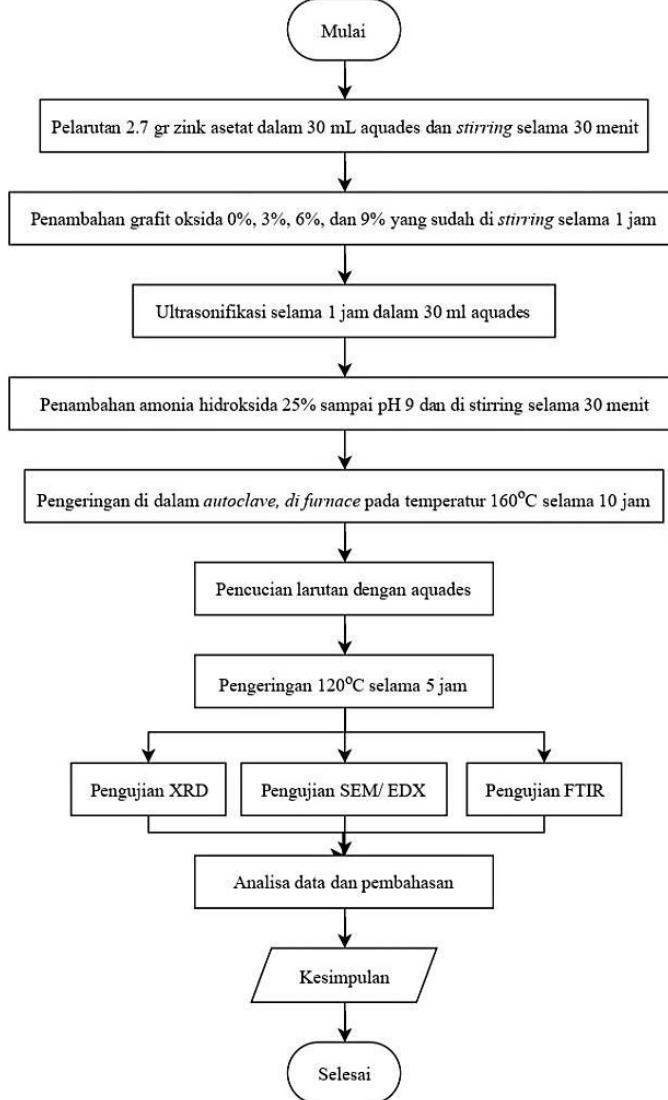
Grafit oksida merupakan bahan primer *reduced graphene oxide* yang dibuat dari proses oksidasi grafit dalam larutan asam. Grafit oksida disintesis dengan menggunakan modifikasi metode Hummer. Proses sintesis ini menggunakan serbuk grafit, KMnO₄, NaNO₃, dan H₂SO₄ sebagai bahan utama dan agen pengoksidasi grafit. Proses dimulainya sintesis grafit oksida ditunjukkan pada Gambar 3.1. Proses sintesis grafit oksida dimulai dengan *stirring* 2 gram serbuk grafit dengan ukuran sekitar 150 μm dengan 80 ml H₂SO₄ 98% selama 2 jam dengan kecepatan tinggi di dalam *ice bath* dengan temperatur rata-rata 5°C. Setelah proses *stirring* berjalan selama 2 jam 8 gram KMnO₄ dan 4 gram NaNO₃ mulai ditambahkan sedikit demi sedikit dan bergantian setiap 15 menit selama satu jam, larutan akan berubah warna menjadi hijau lumut keunguan selama proses penambahan zat tersebut. Lalu di biarkan teraduk selama 2 jam setelah penambahan agar larutan menjadi homogen.

Setelah proses *ice bath* selesai dilakukan, dilanjutkan dengan proses *stirring* pada temperatur kamar selama 20 jam, larutan yang awalnya berwarna hijau lumut keunguan akan secara perlahan berubah menjadi cokelat dan mengental. Kemudian 200 ml aquades ditambahkan secara bertahap kedalam larutan agar mengurangi kekentalan, dalam tahap ini larutan akan melepas kalor. Penambahan 200 ml aquades tersebut larutan akan berubah menjadi coklat tua, lebih pekat dari sebelum ditambahkan aquades. Setelah larutan menjadi homogen yang membutuhkan waktu sekitar 1 jam lalu ditambahkan 20 ml hidrogen peroksida (H₂O₂) 30% secara bertahap sampai larutan berwarna coklat muda dan menjadi homogen.

Larutan kemudian dibiarkan dalam keadaan terstirring selama 30 menit. Selanjutnya dilakukan pencucian dengan HCl 5% (0,1 M) untuk menghilangkan ion logam-logam yang tersisa. Proses pencucian selanjutnya menggunakan aquades secara berkala untuk menetralkan pH. Untuk mengetahui keberadaan ion sulfat dilakukan titrasi BaCl₂ 1 M, Jika muncul endapan putih bersih maka diindikasikan bahwa masih terdapat ion sulfat di

dalamnya. Larutan yang sudah netral dan tanpa pengotor (endapan) lain dilakukan *centrifuge* lagi untuk memisahkan grafit yang belum teroksidasi dengan grafit oksida. Ketika pH endapan sudah mencapai netral yaitu pH aquades dan sudah tidak ada ion sulfat maka dilakukan *drying* pada temperatur 120 °C selama 12 jam untuk mendapatkan grafit oksida dalam wadah *ceramic crucible*.

3.3.2 Sintesis Komposit ZnO/*Reduced Graphene Oxide*



Gambar 3.2 Flowchart Proses Sintesis Komposit ZnO/rGO

Proses selanjutnya adalah membuat produk utama yaitu ZnO/*Reduced Graphene Oxide*. Gambar 3.2 menunjukkan proses sintesis ZnO/rGO. Pertama, zink asetat sebanyak 2.7 gram dilarutkan kedalam 60 mL aquades dan di *stirring* selama 30 menit, larutan akan berwarna bening kemudian ditambahkan dengan grafit oksida yang telah di *stirring* selama 1 jam. Penambahan yang dilakukan sebanyak 0%, 3%, 6% dan 9%. Kemudian masing-masing larutan diultrasonikasi selama 1 jam agar lembaran grafit oksida terlepas dari grafit. Guna ultrasonifikasi adalah untuk melepaskan layer-layer grafit oksida sehingga menjadi *graphene oxide* yang nantinya disebut GO. Setelah ultrasonikasi grafit oksida akan menjadi bentuk serbuk yang kecil-kecil. Kemudian larutan ditambahkan dengan ammonia secara perlahan sampai pH larutan menjadi 9, penambahan ammonia berguna sebagai *linker* antara ZnO dan *reduced graphene oxide*. Selanjutnya larutan kembali di *stirring* selama 30 menit agar lebih homogen. Kemudian larutan dimasukkan kedalam autoclave dan dipanaskan dalam furnace pada temperatur 160 °C selama 10 jam. Hasil yang didapat setelah difurnace akan membentuk serbuk yang berwarna abu-abu. Serbuk ini kemudian dicuci dengan aquades untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang tersisa. Kemudian dikeringkan selama 5 jam pada temperatur 120°C. Maka akan didapatkan komposit ZnO/*reduced graphene oxide*.

3.4 Pengujian

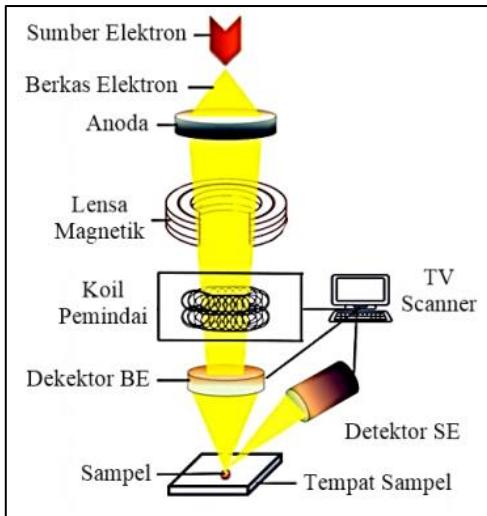
Pada penelitian ini dilakukan beberapa pengujian untuk menganalisa hasil dari serangkaian proses sintesis. Mulai dari grafit, grafit oksida, komposit ZnO/rGO, dan juga pastinya untuk menganalisa hasil degradasi komposit ZnO/rGO dalam proses degradasi pewarna *Methylene Blue*. Bermacam-macam pengujian dilakukan untuk mengetahui karakterisasi dari material sintesis tersebut, berikut jenis-jenis pengujian yang dilakukan:

3.4.1 SEM (Scanning Electron Microscopy)

Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi dari material tersebut. Pada prinsipnya *Scanning Electron Microscopy* (SEM), sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 3.3, berfungsi sebagai *tools* (peralatan) untuk melihat struktur permukaan material dengan resolusi tinggi. Skema alat uji SEM ditunjukkan pada Gambar 3.4. Adapun cara kerja dari SEM adalah *electron gun* memproduksi *electron beam*, anoda menangkap *electron beam* untuk kemudian diarahkan ke sampel kemudian serangkaian lensa magnetik memfokuskan beam ini dan menembakkan ke sampel, *scanner* membaca struktur permukaan sampel selanjutnya menangkap sinyal dari *secondary* dan *back scattered electron* untuk dikirim ke sistem kontrol sehingga dapat dilihat gambarnya pada monitor dan dapat dicetak bila diperlukan.



Gambar 3.3 Alat uji SEM-EDX Inspect S-50 (Dokumen Pribadi, 2019)



Gambar 3.4 Mekanisme Scanning Electron Microscopy
(Setianingsih, 2017)

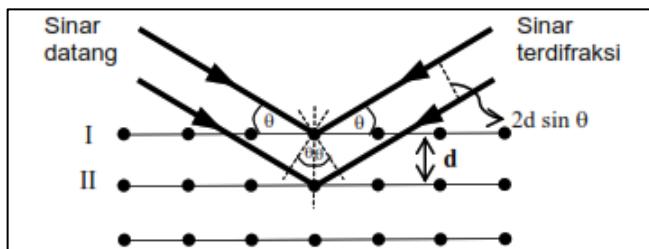
Pengujian SEM dilakukan terhadap hasil ekstraksi silika dari sekam padi untuk mengetahui morfologi dari material tersebut. Pengujian SEM dilakukan dalam 2 tahap:

1. Tahap preparasi
Sampel berupa serbuk diletakkan pada *holder* yang telah disiapkan.
2. Tahap pengujian
Serbuk yang telah diletakkan pada *holder* dimasukkan ke dalam mesin uji, kemudian gambar muncul pada layar komputer.

3.4.2 XRD (X-Ray Diffraction)

XRD merupakan alat yang digunakan untuk mengkarakterisasi struktur kristal, ukuran kristal dari suatu bahan padat. Semua bahan yang mengandung kristal tertentu ketika dianalisa menggunakan XRD akan memunculkan puncak-puncak yang spesifik. Sehingga kelemahan alat ini tidak dapat untuk mengkarakterisasi bahan yang bersifat *amorf*. Metode difraksi

umumnya digunakan untuk mengidentifikasi senyawa yang belum diketahui yang terkandung dalam suatu padatan dengan cara membandingkan dengan data difraksi dengan database yang dikeluarkan oleh JCPDS (*Joint Committee of Powder Diffraction Standard*).



Gambar 3.5 Difraksi sinar-X pada Jarak antar Atom d dan Sinar Datang θ (Alfarisa, 2018)

Difraksi sinar-X atau *X-Ray diffraction* (XRD) merupakan metode yang digunakan untuk mengetahui struktur kristal, perubahan fase dan derajat kristalinitas. Difraksi sinar-X oleh atom-atom yang tersusun di dalam kristal akan menghasilkan pola yang berbeda tergantung pada konfigurasi yang dibentuk oleh atom-atom dalam kristal. Prinsip XRD yaitu didasarkan pada difraksi sinar-X, hamburan cahaya dengan panjang gelombang λ saat melewati kisi kristal dengan sudut datang θ dan jarak antar bidang kristal sebesar d seperti pada Gambar 3.5. Data yang diperoleh dari metode karakterisasi XRD adalah sudut hamburan (sudut Bragg) dan intensitas. Berdasarkan teori difraksi, sudut difraksi bergantung kepada lebar celah kisi sehingga mempengaruhi pola difraksi, sedangkan intensitas cahaya difraksi bergantung dari berapa banyak kisi kristal yang memiliki orientasi yang sama.

XRD dapat memberikan informasi secara umum baik secara kuantitatif maupun kualitatif tentang komposisi fase-fase dalam kristal. Ada tiga informasi yang perlu diperhatikan yang dapat digunakan untuk meng-identifikasi fase-fase dalam suatu

bahan yakni posisi sudut difraksi maksimum, intensitas puncak dan distri-busi intensitas sebagai fungsi dari sudut difraksi. Setiap bahan memiliki pola difraksi yang khas seperti sidik jari manusia.

Puncak-puncak pola difraksi sinar-X berhubungan dengan jarak antar bidang. Syarat terjadinya difraksi harus memenuhi hukum Bragg pada Persamaan 3.1.

dimana,

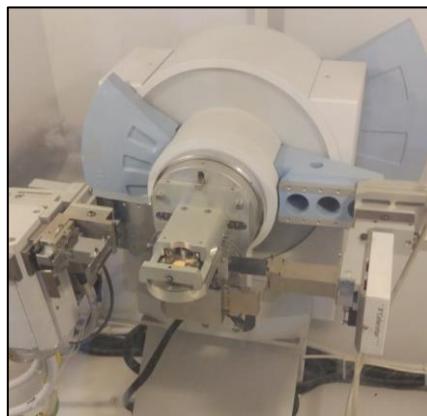
n = orde difraksi (1,2,3,...)

λ = panjang sinar-X

d = jarak kisi

θ = sudut difraksi

Karakterisasi material menggunakan XRD menggunakan alat instrumen XRD PAN Alytical yang ditunjukkan pada Gambar 3.6. Karakterisasi XRD menghasilkan beberapa data baik data kualitatif maupun data kuantitatif seperti pada Tabel 3.1



Gambar 3.6 Instrumen XRD PAN Alytical (Dokumen Pribadi, 2019)

Data hasil keluaran XRD dapat memberikan informasi untuk melihat ukuran kristal sampel. Hal ini dapat didapatkan dengan persamaan Scherrer pada Persamaan 3.2 (Culity, 1956)

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \dots \quad (3.2)$$

dimana,

D = Ukuran Kristal

λ = Panjang gelombang Cu-K α (1.54060 Å)

$$B = \text{FWHM} (\text{rad})$$

K = konstanta Scherrer dengan nilai 0.9

Bentuk keluaran dari difraktometer dapat berupa data analog atau digital. Rekaman data analog berupa grafik garis-garis yang terekam per meninya, dengan detektor dalam sudut 2θ per menit sehingga sumbu-X setara dengan sudut 2θ . Sedangkan rekaman digital menginformasikan intensitas sinar-X terhadap jumlah intensitas cahaya per detik.

Tabel 3.1 Informasi hasil Pengujian XRD (Pratapa, 2004)

| No | Karakter | Informasi dari Material |
|----|----------------------------|---|
| 1 | Posisi Puncak (20) | <ul style="list-style-type: none"> -Fasa -Identifikasi Kristal -Struktur Kristal -Parameter Kisi -Regangan Seragam |
| 2 | Tinggi Puncak (Intensitas) | <ul style="list-style-type: none"> -Identifikasi -Komposisi -Hamburan tak Koheren -Extinction -Preferred orientation |
| 3 | Lebar dan Bentuk Puncak | <ul style="list-style-type: none"> -Ukuran Kristal (bukan partikel atau grain) |

3.4.3 FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy)

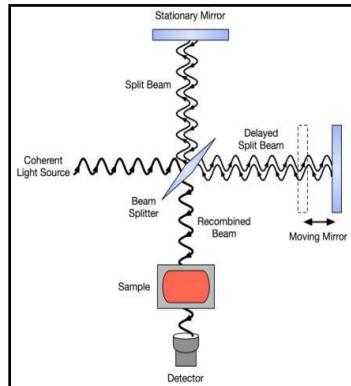
FTIR merupakan salah satu instrumen spektroskopi. Pada spektroskopi infra merah, radiasi inframerah dipancarkan mengenai sampel. Sebagian radiasi infra merah diserap oleh sampel sebagian yang lain ditransmisikan. Hasil spektrum infra merah menggambarkan penyerapan molekul dan transmisi, menggambarkan ciri khas sampel. Setiap molekul memiliki penyerapan berbeda sesuai dengan pola vibrasi dan pola ikatan antar atomnya. Tidak ada dua molekul yang menghasilkan spektrum infra merah yang sama. Oleh karena itu spektroskopi infra merah sangat berguna untuk berbagai analisis. FTIR dapat memberikan informasi mengenai material yang belum diketahui (teridentifikasi), mengenai kualitas sampel, dan mengetahui jumlah komponen dalam suatu campuran. Gambar 3.7 memperlihatkan instrumen uji FTIR.



Gambar 3.7 Alat uji FTIR (Dokumen Pribadi, 2019)

Prinsip kerja FTIR adalah berdasarkan penyerapan radiasi inframerah. Infra merah dipancarkan melalui interferometer kemudian dipancarkan melalui sampel, sebagian radiasi *infrared* diserap sampel dan sebagian lain dipancarkan kembali dan tertangkap oleh *detector*. Besarnya radiasi infra merah yang tertangkap oleh detektor kemudian diubah menjadi spektrum oleh

Interferogram. Mekanisme kerja FTIR ini diperlihatkan pada Gambar 3.8.



Gambar 3.8 Skema Prinsip Kerja FTIR (Steven Voughan, 2009)

3.4.4 Spektrofotometri UV Vis

Spektrofotometri Sinar Tampak (UV-Vis) adalah pengukuran energi cahaya oleh suatu sistem kimia pada panjang gelombang tertentu (Day, 2002).



Gambar 3.9 Alat Uji UV-Vis (Dokumen Pribadi, 2019)

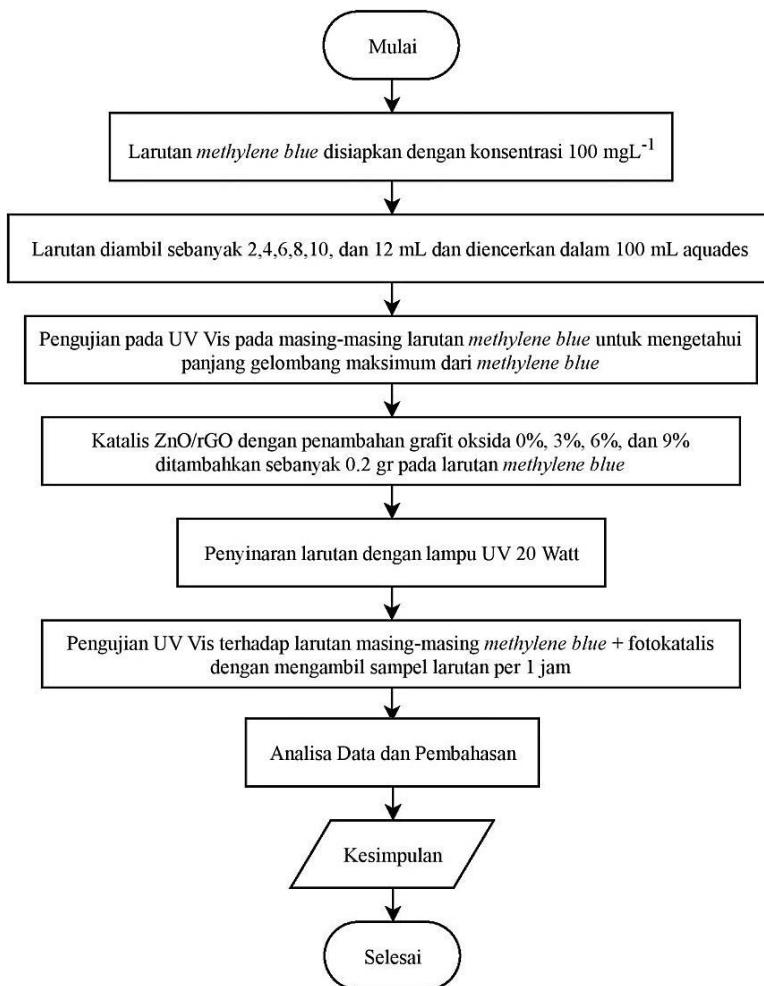
Spektrofotometri UV-Vis merupakan pengukuran interaksi antara radiasi elektromagnetik panjang gelombang tertentu yang sempit dan mendekati monokromatik, dengan molekul atau atom dari suatu zat kimia. Hal ini didasari pada molekul selalu

mengabsorbsi cahaya elektromagnetik jika frekuensi cahaya tersebut sama dengan frekuensi getaran dari molekul tersebut. Elektron yang terikat dan elektron yang tidak terikat akan tereksitasi pada suatu daerah frekuensi, yang sesuai dengan cahaya ultraviolet dan cahaya tampak (UV-Vis). Gambar 3.9 menunjukkan alat uji UV-Vis

Spektrum absorbsi UV-Vis adalah sekitar 220 nm sampai 800 nm dan dinyatakan sebagai spektrum elektron. Suatu spektrum ultraviolet meliputi daerah bagian ultraviolet (190-380 nm), spektrum *visible* bagian sinar tampak (380-780 nm). Pengukuran menggunakan alat spektrofotometri UV-Vis ini didasari pada hubungan antara berkas radiasi elektromagnetik yang ditransmisikan (diteruskan) atau yang diabsorbsi dengan tebalnya cuplikan dan konsentrasi dari komponen penyerap. Berdasarkan hal inilah maka untuk dapat mengetahui konsentrasi sampel berdasarkan data serapan (A) sampel, perlu dibuat suatu kurva kalibrasi yang menyatakan hubungan antara berkas radiasi yang diabsorbsi (A) dengan konsentrasi (C) dari serangkaian zat standar yang telah diketahui.

3.4.5 Pengujian Fotokatalitik

Pengujian fotokatalitik ini digunakan untuk mengamati seberapa besar pengaruh penambahan *reduced graphene oxide* pada komposit ZnO/*reduced graphene oxide* untuk degradasi *methylene blue*. Adapun pengujian dilakukan seperti Gambar 3.11.



Gambar 3.10 Diagram Alir Pengujian Fotokatalitik

a. Pembuatan Larutan Uji dan Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Serbuk *methylene blue* ditimbang sebanyak 0,01gram kemudian dilarutkan ke dalam 100 mL aquades hingga didapatkan larutan *methylene blue* dengan konsentrasi $100\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$. Larutan baku $100\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$. Selanjutnya dipipet masing-masing 2, 4, 6, 8, dan 10mL ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan akuades sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 2; 4; 6; 8; 10 dan $12\text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$. Selanjutnya ditentukan panjang gelombang maksimum *Methylene Blue* dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

b. Penentuan Kurva Standar *Methylene Blue*

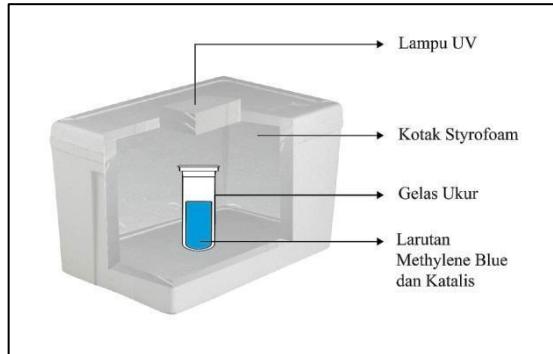
Larutan *methylene blue* dengan konsentrasi 2, 4, 6, 8, dan 10 mg.L⁻¹ ditentukan nilai absorban dari masing-masing konsentrasi menggunakan panjang gelombang maksimum yang telah ditentukan sebelumnya. Kurva standar dibuat dengan menghubungkan antara konsentrasi dengan absorbansi.

c. Uji Degradasi Zat Warna *Methylene Blue* dengan Variasi Penambahan *Reduced graphene oxide*

Degradasi *methylene blue* dilakukan dengan menggunakan variasi penambahan *reduced graphene oxide*. Variasi penambahan *reduced graphene oxide* yang dipilih adalah 0%, 3%, 6% dan 9%. 4 buah gelas kimia berukuran 500 mL, masing-masing dimasukkan 100 mL larutan *methylene blue*, Selanjutnya masing-masing gelas dimasukkan katalis ZnO/*reduced graphene oxide*, seperti pada Gambar 3.12. Reaktor disinari lampu UV dengan pengambilan sampel per 1 jam, hasil degradasi dianalisis absorbansnya dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang maksimum 665 nm. Hasil analisis dibandingkan dengan konsentrasi zat warna hasil degradasi secara fotokatalisis ditentukan persentase degradasi zat warna dengan Persamaan 3.3. Persentase degradasi *methylene blue* ditentukan dengan persamaan berikut:

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

dimana C_0 adalah konsentrasi awal zat warna sebelum iradiasi, C_t adalah konsentrasi zat warna pada t. Berdasarkan hasil analisis, dibuat profil hubungan antara waktu degradasi dengan presentase degradasi.



Gambar 3.11 Pengujian Fotokatalitik
(Dokumen Pribadi, 2019)

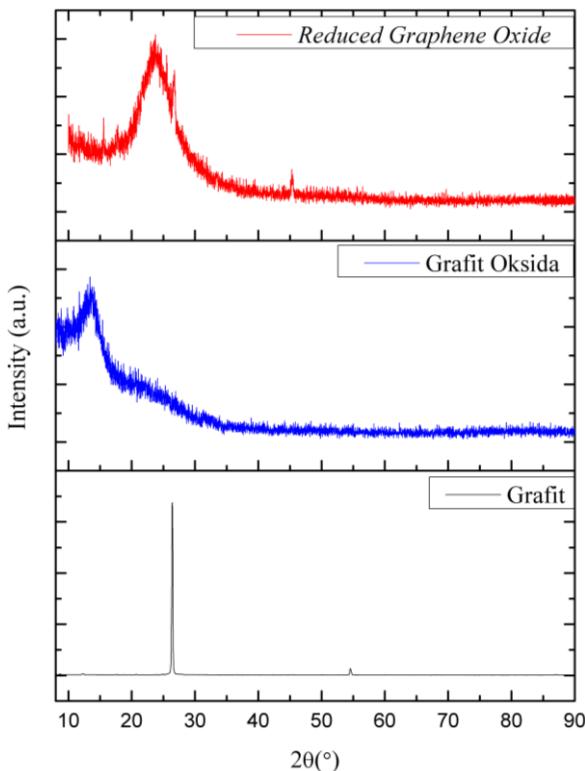
(halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Pengujian XRD (*X-Ray Difraction*)

Pengujian *X-Ray Difraction* (XRD) pada penelitian ini menggunakan alat XRD Philip Analytical dengan parameter sudut $2\theta = 5^\circ - 90^\circ$ dan panjang gelombang Cu-K α 1.5406 Å. Pengujian dilakukan untuk mengetahui perbedaan posisi puncak (*peak*) dari sampel grafit, grafit oksida, dan *reduced graphene oxide* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Hasil XRD Grafit, Grafit Oksida,
dan *Reduced Graphene Oxide*

Berdasarkan Gambar 4.1 menunjukkan adanya perbedaan posisi puncak dari sampel grafit, grafit oksida, sampai menjadi *reduced graphene oxide*. Pada mulanya sampel grafit memiliki puncak [002] yang tajam dan intensitas yang tinggi pada $2\theta = 26.45^\circ$ dengan nilai $d_{spacing}$ sebesar 3.37 \AA yang menunjukkan *peak* grafit dengan struktur hexagonal sesuai dengan JCPDS 03-065-6212. Selain itu terdapat juga *peak* grafit dengan puncak [004] pada $2\theta = 54.51^\circ$. Dari hasil XRD tersebut menunjukkan kristalinitas grafit sangat baik dilihat dari *peak* yang tajam dan intensitasnya yang tinggi.

Kemudian setelah dilakukan proses oksidasi terhadap grafit maka grafit berubah menjadi grafit oksida yang memiliki puncak [001] berbeda dengan grafit pada posisi $2\theta = 13.73^\circ$ dengan intensitas yang lebih rendah dari grafit dan nilai $d_{spacing}$ yang lebih besar menjadi 6.44 \AA . Tidak ada indikasi *peak* grafit yang menandakan bahwa proses oksidasi terjadi secara sempurna. (Hidayah *et al*, 2017). Kemudian adanya penurunan nilai intensitas dan kenaikan $d_{spacing}$ disebabkan proses oksidasi pada material grafit yang menyebabkan grafit berikatan dengan oksigen membentuk oksida. Hal ini sesuai dengan penelitian Hidayah 2017 yang menyatakan bahwa peningkatan $d_{spacing}$ dihasilkan dari adanya gugus fungsional oksida pada grafit oksida seperti *epoxy, hydroxyl, carbonyl, and carboxyl* selama reaksi oksidasinya. Karena proses itulah, jarak antara lapisan ($d_{spacing}$) karbon jadi meningkat.

Setelah gugus fungsional yang mengandung oksigen direduksi, grafit oksida berubah menjadi *reduced graphene oxide*. Dari hasil XRD menunjukkan *reduced graphene oxide* didapatkan pada puncak [002] pada posisi $2\theta = 26.79^\circ$ dengan nilai $d_{spacing} = 3.32 \text{ \AA}$. Terdapat pula *peak* [001] pada $2\theta = 45.3^\circ$ yang disebabkan oleh pita turbostratik dari bahan karbon yang tidak stabil (Low *et al*, 2015). Nilai *peak* dari grafit oksida dan *reduced graphene oxide* ini sudah sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Ahmad (2013) Adanya puncak yang luas menandakan bahwa fase kristal [002] diatur secara acak (*amorf*)

dibandingkan dengan struktur kristal yang dimiliki grafit dimana memiliki puncak yang tajam. Struktur *amorf* disebabkan karena pembentukan *single one layer* yang dimiliki oleh *reduced graphene oxide* setelah proses oksidasi. (Low *et al*, 2015; Thakur *et al*, 2012).

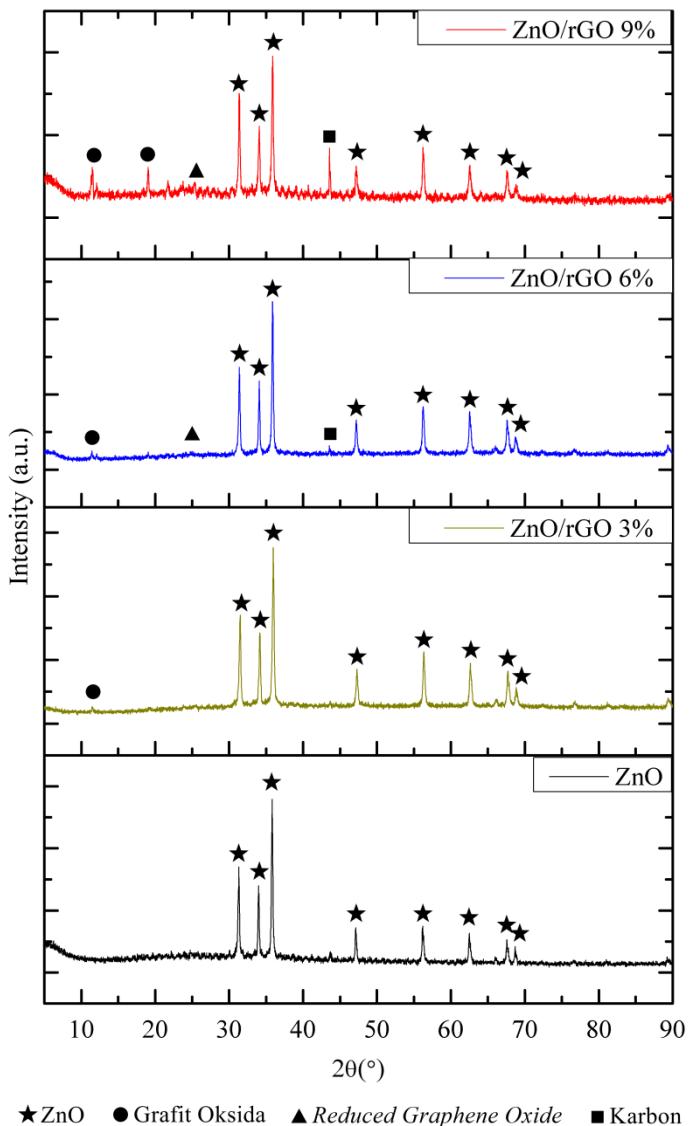
Perhitungan jarak antar layer dari grafit, grafit oksida, dan *reduced graphene oxide* dilakukan dengan menggunakan Hukum Bragg seperti pada Persamaan 3.1. Hasil perhitungan tersebut ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Perbedaan Jarak Antar Layer

| Sampel | 2θ (°) | $d_{spacing}$ (Å) |
|-------------------------------|---------------|-------------------|
| Grafit | 26.45 | 3.37 |
| Grafit Oksida | 13.73 | 6.44 |
| <i>Reduced Graphene Oxide</i> | 26.79 | 3.32 |

Berdasarkan penghitungan pada Tabel 4.1 nilai jarak antar layer($d_{spacing}$) pada grafit mengalami kenaikan ketika menjadi grafit oksida karena terdapat gugus fungsional oksigen. Kemudian pada nilai jarak antar layer($d_{spacing}$) pada *reduced graphene oxide* menurun dibandingkan grafit oksida yang menunjukkan bahwa gugus fungsional oksigen dihilangkan secara efisien. (Lee *et al*, 2017).

Selanjutnya dilakukan pengujian XRD pada material ZnO dan komposit ZnO/*reduced graphene oxide* dengan variasi penambahan grafit oksida sebanyak 3%, 6%, dan 9%. Perbedaan *peak* hasil uji XRD ditunjukkan pada Gambar 4.2



Gambar 4.2 Hasil Uji XRD sampel ZnO dan Komposit ZnO/rGO 3%, ZnO/rGO 6% dan ZnO/rGO 9%

Hasil perbandingan dari ZnO dan komposit ZnO/*reduced graphene oxide* hampir tidak memiliki perbedaan yang signifikan. Dapat dilihat pada gambar adanya *peak* ZnO ditandai dengan simbol bintang (*) yang berada pada $2\theta=31.34^\circ$, 33.98° , 35.83° , 47.11° , 56.13° , 62.49° , 67.57° , dan 68.68° sesuai dengan puncak [100], [002], [101], [102], [110], [103], [112], dan [201] yang menunjukkan bahwa struktur kristal ZnO adalah *hexagonal wurtzite* sesuai dengan JCPDS No. 79-0208.

Untuk *peak reduced graphene oxide* sangat sedikit jumlahnya pada komposit ZnO/rGO 3%. Qin *et al*, 2017 mengatakan bahwa sangat sulit melihat *peak* dari *reduced graphene oxide* ketika memang jumlahnya sedikit. Kemudian pada komposit ZnO/rGO 6% dan ZnO/rGO 9% terlihat terdapat *peak* grafit oksida yang ditandai dengan simbol lingkaran (●) pada $2\theta=11.4^\circ$ dan pada $2\theta=19.03^\circ$ menandakan bahwa proses reduksi kurang sempurna. (Fan, *et al*, 2015). Sedikit *peak reduced graphene oxide* ditandai dengan segitiga (▲) terdapat pada $2\theta=26^\circ$. Terdapat pula *peak* pada $2\theta=43.5^\circ$ ditandai dengan simbol persegi (■) menandakan unsur karbon yang tidak stabil.

Tabel 4.2 Hasil Perhitungan Nilai Ukuran Kristal dari Sampel ZnO, ZnO/rGO 3%, ZnO/rGO 6%, ZnO/rGO 9%,

| Sampel | FWHM (rad) | 2θ ($^\circ$) | Ukuran Kristal (nm) |
|------------|------------|------------------------|---------------------|
| ZnO | 0.00146 | 31.34 | 95.09 |
| | 0.00193 | 35.84 | 120.57 |
| ZnO/rGO 3% | 0.00263 | 31.51 | 52.80 |
| | 0.00350 | 35.96 | 61.25 |
| ZnO/rGO 6% | 0.00263 | 31.40 | 52.75 |
| | 0.00292 | 35.89 | 76.80 |
| ZnO/rGO 9% | 0.00263 | 31.37 | 52.76 |
| | 0.00292 | 35.91 | 76.03 |

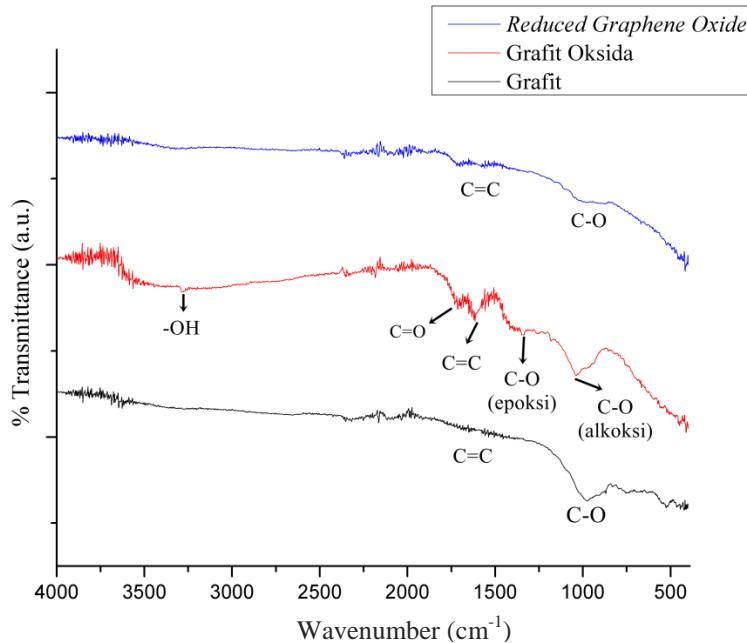
Pada Tabel 4.2 menunjukkan ukuran kristal pada ZnO dan komposit ZnO/rGO dengan variasi 3%, 6% dan 9% dengan menggunakan persamaan Scherrer pada Persamaan 3.2.

Untuk mengetahui ukuran rata rata kristal pada ZnO maka akan diambil 2 *peak* tertinggi dari hasil pengujian XRD. Adapun 2 *peak* tertinggi yaitu dengan puncak [100] dan [101]. Dari data diatas dapat diketahui bahwa ukuran kristal ZnO dari 2 *peak* tertinggi adalah 95.09 nm dan 120.57 nm. Ukuran kristal ZnO/*reduced graphene oxide* 3% dari 2 *peak* tertinggi adalah 52.80 nm dan 61.25 nm. Selanjutnya untuk ukuran kristal ZnO/*reduced graphene oxide* 6% dari 2 *peak* tertinggi adalah 52.75 nm dan 76.80 nm. Terakhir untuk ukuran kristal ZnO/*reduced graphene oxide* 9% dari 2 *peak* tertinggi adalah 52.76 nm dan 76.03 nm. Jika ditinjau dari ukuran kristalnya, maka penambahan massa grafit oksida merubah ukuran kristal ZnO menjadi semakin kecil. Hal ini sesuai dengan penelitian Labhane *et al*, 2016 bahwa penambahan *reduced graphene oxide* akan mengurangi ukuran kristal dari ZnO.

4.2 Hasil Pengujian FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

Pengujian FTIR (*Fourier Transform Infrared*) dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk selama proses sintesa. Pengujian ini menggunakan mesin Nicolet IS10 dengan *range* panjang gelombang sebesar 500-4000 cm⁻¹. Pengujian FTIR dilakukan terhadap grafit oksida, *reduced graphene oxide*, ZnO dan komposit ZnO/*reduced graphene oxide* dengan penambahan grafit oksida 3%, 6%, dan 9%.

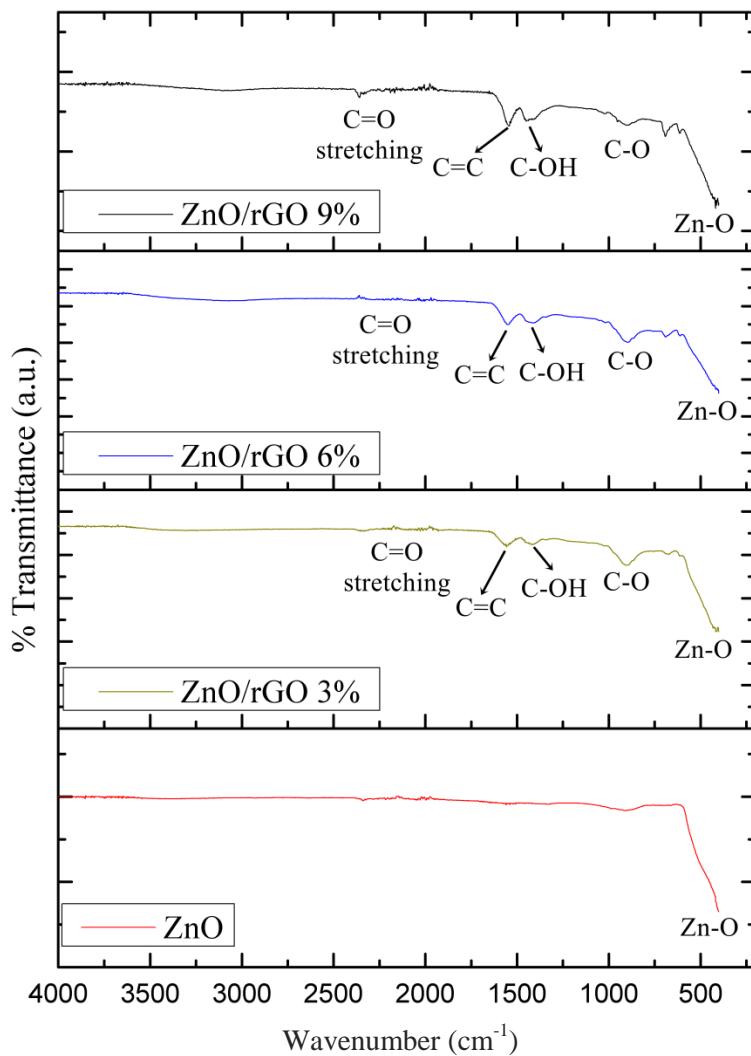
Gambar 4.3 menunjukkan hasil uji FTIR dari sampel grafit, grafit oksida dan *reduced graphene oxide*. Dari hasil FTIR yang dilakukan pada sampel grafit menunjukkan bahwa terdapat ikatan C=C pada gelombang 1500-1600 cm⁻¹ dan ikatan C-O pada *wavenumber* 972cm⁻¹ yang memungkinkan karena CO₂ dan O₂ berada banyak di udara bebas. Kemudian pada hasil FTIR sampel grafit oksida menunjukkan bahwa grafit oksida memiliki ikatan hidroksil -OH dengan panjang gelombang 3280 cm⁻¹.



Gambar 4.3 Hasil FTIR Grafit, Grafit Oksida, dan *Reduced Graphene Oxide*

Kemudian adanya ikatan C=O pada *wavenumber* 1714 cm⁻¹ dan C=C (*Aromatic*) pada *wavenumber* 1614 cm⁻¹. Hal ini sesuai dengan penelitian Ahmed *et al.*, 2013.

Proses reduksi grafit oksida menjadi *reduced graphene oxide* telah menghilangkan ikatan hidroksil -OH yang menunjukkan bahwa grafit oksida telah berhasil direduksi. Pada spektrum IR *reduced graphene oxide* dapat dilihat adanya ikatan C=C (*Aromatic*) dengan panjang gelombang 1654 cm⁻¹ yang mengindikasikan terbentuknya *reduced graphene oxide*. Pada spektrum IR *reduced graphene oxide* juga adanya ikatan C-O Alkosi dengan *wavenumber* 1012 cm⁻¹.



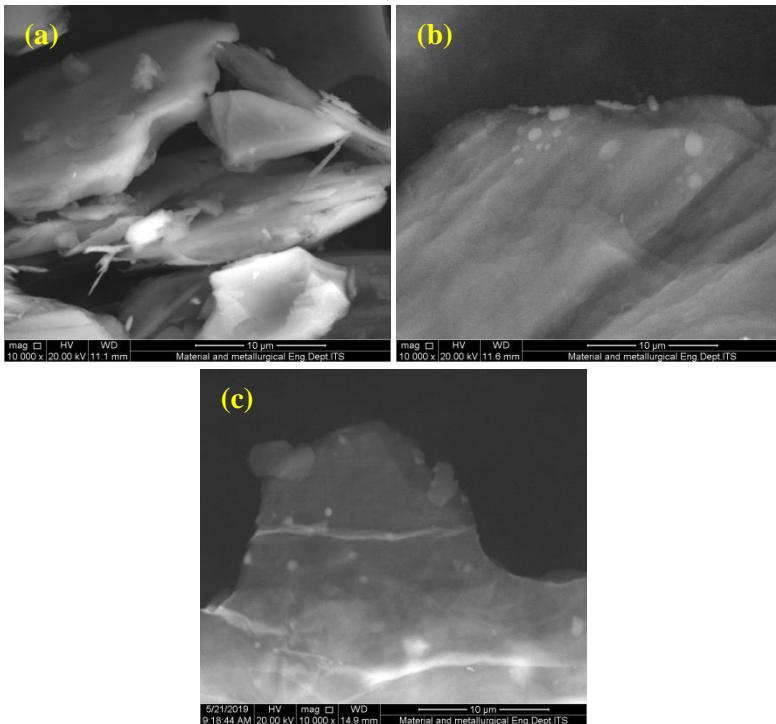
Gambar 4.4 Hasil FTIR ZnO, ZnO/rGO 3%, ZnO/rGO 6%, dan ZnO/rGO 9%

Selanjutnya dilakukan pengujian FTIR pada komposit ZnO/*reduced graphene oxide* dan didapatkan spectrum IR seperti pada Gambar 4.4. Dari gambar diatas dapat dilihat adanya ikatan C-O (alkoksi) dengan *wavenumber* ~900 cm⁻¹, ikatan C≡O stretching terdapat pada *wavenumber* 2000-3000 cm⁻¹, ikatan C-OH dengan *wavenumber* ~1410 cm⁻¹, ikatan C=C (*Aromatic*) dengan *wavenumber* ~1550 cm⁻¹ dan ikatan Zn-O dengan *wavenumber* ~450 cm⁻¹.

Dari data diatas adanya ikatan C=C (*Aromatic*) dengan *wavenumber* 1565 cm⁻¹ mengindikasikan terbentuknya *reduced graphene oxide* dan adanya ikatan Zn-O dengan *wavenumber* 480 cm⁻¹ mengindikasikan terbentuknya ZnO. Hal ini sesuai dengan penelitian M. Ahmad *et al.*, 2013.

4.3 Hasil Pengujian SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Pengujian *Scanning Electron Microscope* (SEM) dengan menggunakan alat INSPECT S50 dilakukan pada sampel grafit, grafit oksida, dan *reduced graphene oxide*, ZnO, komposit ZnO/*reduced graphene oxide* dengan variasi penambahan grafit oksida 3%, 6% dan 9%. Gambar 4.5 menunjukkan hasil uji SEM sampel grafit, grafit oksida dan *reduced graphene oxide*.

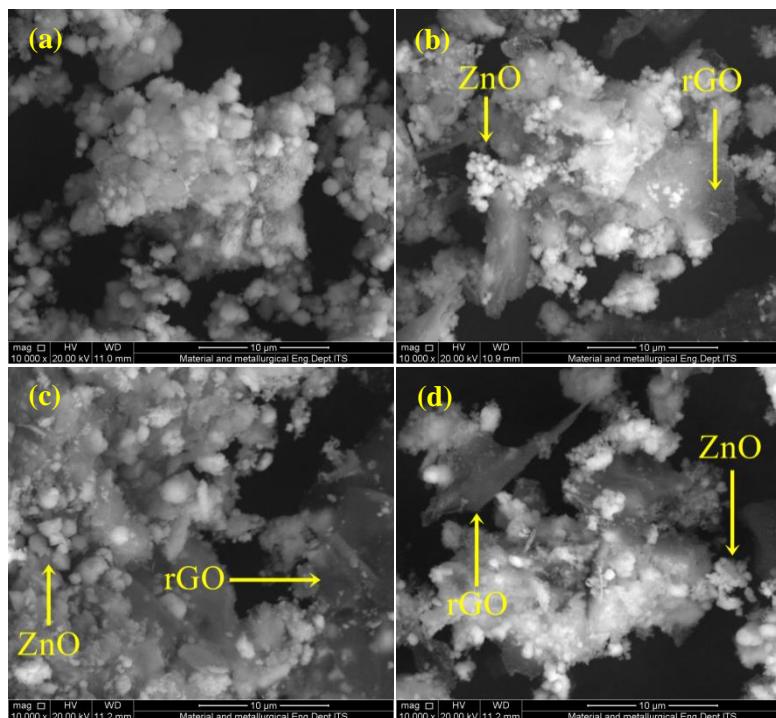


Gambar 4.5 Hasil SEM (a) Grafit (b) Grafit Oksida
(c) *Reduced Graphene Oxide* 10000x Perbesaran

Gambar 4.5 menunjukkan morfologi dari grafit, grafit oksida dan *reduced graphene oxide*. Pengujian dilakukan dengan perbesaran 10000x. Pada Gambar 4.5 (a) terlihat bahwa grafit memiliki morfologi dengan bentuk serpihan tebal (*flakes*) dan bentuk yang tidak teratur. Kemudian setelah proses oksidasi terhadap grafit, maka terjadi perubahan morfologi menjadi lembaran-lembaran tipis pada grafit oksida seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 4.5 (b). pembentukan lembaran tipis dari grafit oksida menandakan bahwa proses oksidasi terjadi secara sempurna (Munawaroh *et al*, 2018). Kemudian setelah

proses reduksi dilakukan, maka grafit oksida berubah menjadi *reduced graphene oxide* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.5 (c). Terdapat perubahan morfologi pada *layer reduced graphene oxide* menjadi lebih tipis dan transparan. *Layer* tipis ini terjadi akibat pengelupasan ketika proses reduksi. Hal ini sesuai dengan penelitian Hidayah *et al.*, 2017.

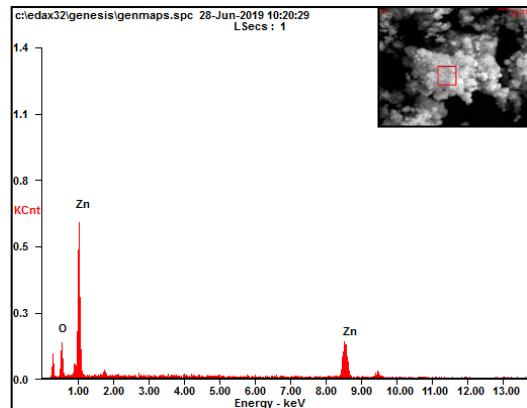
Kemudian pengujian SEM pada material ZnO, komposit ZnO/rGO 3%, ZnO/rGO 6%, dan ZnO/rGO 9% terdapat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Hasil SEM (a) ZnO (b) ZnO/rGO 3%
(c) ZnO/rGO 6% (d) ZnO/rGO 9% 10000x Perbesaran

Gambar 4.6 menunjukkan hasil pengujian SEM dari material ZnO, dan komposit ZnO/*reduced graphene oxide* dengan variasi massa. Pada Gambar 4.6(a) yang merupakan hasil SEM dari ZnO berbentuk *microsphere* yang tampak seperti kumpulan bola yang menggumpal. Fenomena ini sesuai dengan penelitian sebelumnya oleh Alomair *et al*, pada tahun 2018. Selain ZnO tampak pada Gambar 4.6 (b) (c) dan (d) merupakan hasil pengujian SEM dari komposit ZnO/*reduced graphene oxide* 3%, ZnO/*reduced graphene oxide* 6%, ZnO/*reduced graphene oxide* 9% secara berturut. Tidak adanya perbedaan yang signifikan dari ketiga gambar. *Reduced graphene oxide* memiliki ciri lembaran tipis transparan seperti tampak pada gambar yang telah ditandai. ZnO ditandai dengan bentuk *microsphere* seperti yang terlihat pada Gambar 4.6.

Selanjutnya, dilakukan pengujian SEM-EDX (*Energy Dispersive Spectroscopy*) untuk mengetahui kadar unsur-unsur yang berada pada sampel ZnO dan *reduced graphene oxide* seperti tampak pada gambar-gambar di bawah ini.

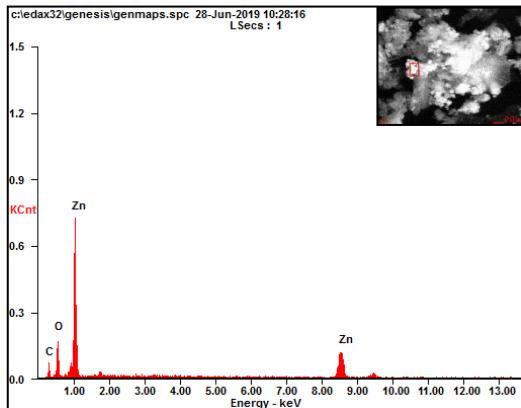


Gambar 4.7 Hasil Pengujian EDX Material ZnO

Tabel 4.3 Komposisi Unsur Penyusun Senyawa ZnO

| Element | Wt% | At% |
|----------------|------------|------------|
| OK | 15.67 | 43.15 |
| ZnK | 84.33 | 56.85 |

Gambar 4.7 merupakan kurva yang menunjukkan komposisi unsur hasil pengujian EDX terhadap katalis ZnO. Terlihat unsur Zn dan O sebagai unsur penyusun pada senyawa tersebut. Pada Tabel 4.3 dapat diketahui bahwa ZnO yang telah berhasil disintesis tersusun atas unsur zink dan oksigen. Dengan persentase atom zink sebesar 56.85% dan atom oksigen sebesar 43.15%. Perbandingan unsur atom zink dan oksigen seharusnya 1:1, namun data yang didapatkan setelah pengujian didapatkan hasil zink lebih besar dikarekan proses reduksi yang kurang sempurna.

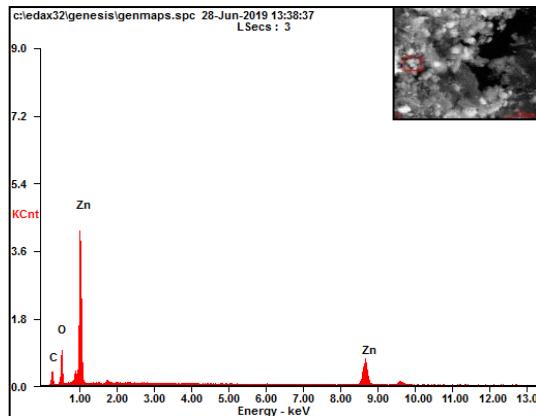


Gambar 4.8 Hasil Pengujian EDX Komposit ZnO/rGO 3%

Tabel 4.4 Komposisi Unsur Penyusun Komposit ZnO/rGO 3%

| <i>Element</i> | <i>Wt%</i> | <i>At%</i> |
|----------------|------------|------------|
| CK | 09.68 | 26.55 |
| OK | 17.98 | 37.01 |
| ZnK | 72.34 | 36.45 |

Gambar 4.8 menunjukkan kurva komposisi unsur hasil pengujian EDX terhadap komposit ZnO/*reduced graphene oxide* 3%. Terlihat unsur Zn, O, dan C sebagai unsur penyusun pada senyawa tersebut. Pada Tabel 4.4 menampilkan persentase atom zink sebesar 36.45%, oksigen sebesar 37.01%, dan karbon sebesar 26.55% . Perbandingan unsur atom zink dan oksigen hampir mencapai 1:1, membuktikan bahwa proses sintesanya dapat dikatakan hampir sempurna.

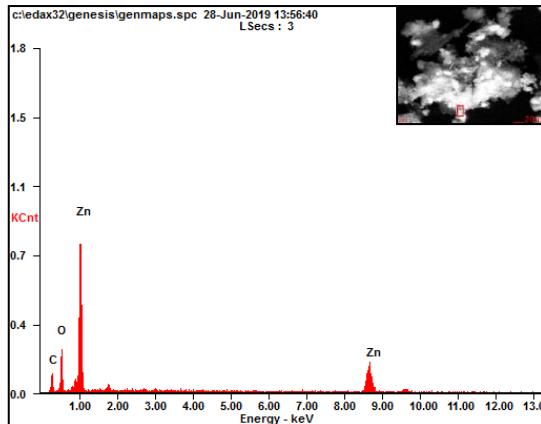


Gambar 4.9 Hasil Pengujian EDX Komposit ZnO/rGO 6%

Tabel 4.5 Komposisi Unsur Penyusun Komposit ZnO/rGO 6%

| Element | Wt% | At% |
|---------|-------|-------|
| CK | 13.33 | 32.64 |
| OK | 20.43 | 37.56 |
| ZnK | 66.24 | 29.80 |

Gambar 4.9 menunjukkan kurva komposisi unsur hasil pengujian EDX terhadap komposit ZnO/*reduced graphene oxide* 6%. Terdapat kenaikan unsur C dibandingkan komposit ZnO/*reduced graphene oxide* 3% karena adanya penambahan grafit oksida. Kemudian perbandingan unsur atom zink dan oksigen berurut-urut adalah 29.80 dan 37.56 yang terdapat pada Tabel 4.5. Hasil tersebut tidak mencapai 1:1 menunjukkan proses reduksi oksigen ketika sintesa kurang sempurna.



Gambar 4.10 Hasil Pengujian EDX Komposit ZnO/rGO 9%

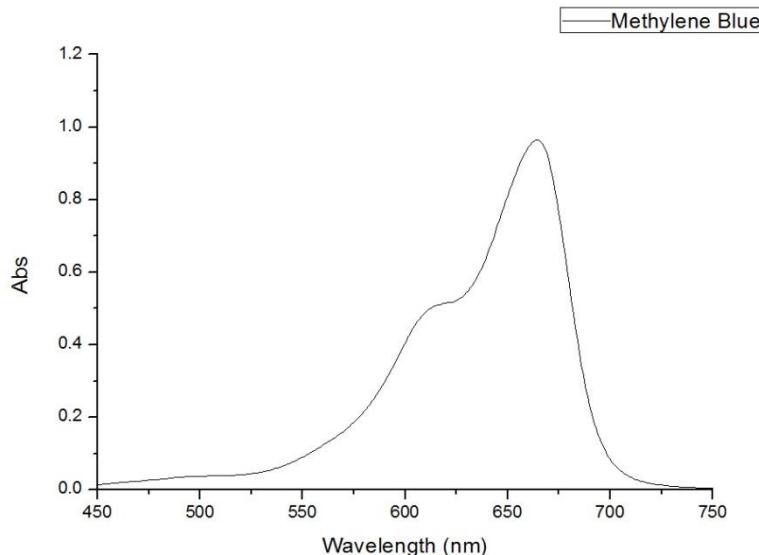
Tabel 4.6 Komposisi Unsur Penyusun Komposit ZnO/rGO 9%

| <i>Element</i> | <i>Wt%</i> | <i>At%</i> |
|----------------|------------|------------|
| CK | 15.13 | 35.46 |
| OK | 21.07 | 37.07 |
| ZnK | 63.80 | 27.47 |

Gambar 4.10 menunjukkan kurva komposisi unsur hasil pengujian EDX terhadap komposit ZnO/*reduced graphene oxide* 9%. Terdapat kenaikan unsur C dibandingkan komposit sebelum-sebelumnya karena penambahan grafit oksidanya terbanyak. Kemudian perbandingan unsur atom zink dan oksigen berurut-urut adalah 27.47 dan 37.07 yang terdapat pada Tabel 4.6. Hasil tersebut tidak mencapai 1:1 menunjukkan proses reduksi oksigen ketika sintesa kurang sempurna.

4.4 Hasil Pengujian UV-Vis

Pengujian UV Vis dilakukan untuk mengetahui panjang gelombang dari sampel *Methylene Blue*. Range panjang gelombang yang dipakai pada pengujian ini adalah 450-750 nm. Hasil uji UV Vis dari *Methylene Blue* dapat dilihat pada Gambar 4.11.



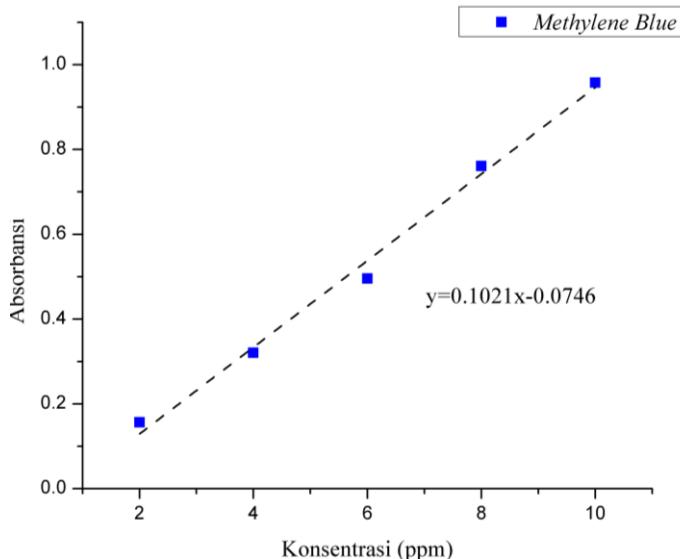
Gambar 4.11 Kurva Hasil Uji UV Vis *Methylene Blue*

Berdasarkan Gambar 4.11 menunjukkan bahwa *Methylene Blue* dengan konsentrasi 10 ppm memiliki panjang gelombang maksimum sebesar 665 nm dengan nilai absorbansinya adalah 0.9575. Dari nilai panjang gelombang yang didapatkan menunjukkan bahwa *Methylene Blue* berada pada range sinar tampak yaitu sekitar 400-700 nm. Dengan menggunakan panjang gelombang maksimum dari larutan *Methylene Blue*, digunakan untuk pengukuran nilai absorban pada larutan *Methylene Blue* sebagai pembuatan kurva kalibrasi dengan penentuan absorban hasil degradasi.

Tabel 4.7 Nilai Absorbansi Larutan *Methylene Blue*

| No | Ppm | Nilai Absorbansi |
|----|-----|------------------|
| 1 | 2 | 0.1564 |
| 2 | 4 | 0.3203 |
| 3 | 6 | 0.4957 |
| 4 | 8 | 0.7606 |
| 5 | 10 | 0.9575 |

Dari Tabel 4.7 menunjukkan data nilai absorbansi larutan *Methylene Blue* dari hasil pengujian UV Vis. Berdasarkan data pada tabel tersebut, maka didapatkan persamaan regresi linier yaitu $y = 0.1021x - 0.0746$ dengan koefisien korelasi yang hampir mendekati satu yaitu $R^2 = 0.9925$. Nilai R^2 menentukan kesesuaian kenaikan x diikuti kenaikan y secara linear. Dimana y menunjukkan nilai absorbansi dan x menunjukkan besar ppm. Kemudian dengan menggunakan data Tabel 4.7 dibuat kurva regresi linier pada Gambar 4.12



Gambar 4.12 Kurva Regresi Linear *Methylene Blue*

4.5 Hasil Pengujian Fotokatalitik

Pengujian fotokatalitik dilakukan untuk melihat besar pengaruh katalis ZnO/rGO dengan variasi penambahan massa *reduced graphene oxide* digunakan untuk mendegradasi *Methylene Blue*. Waktu iradiasi yang dilakukan adalah selama 5 jam dimana pengambilan sampel dilakukan per 1 jamnya dengan penyinaran lampu UV 20 Watt. Tabel 4.8 menunjukkan data nilai absorbansi dari semua sampel setelah dilakukan pengujian UV Vis.

Tabel 4.8 Nilai Absorbansi *Methylene Blue* Setelah Penyinaran

| No | Sampel | Nilai Absorbansi | | | | |
|----|------------|------------------|--------|--------|--------|--------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 1. | ZnO | 0.8578 | 0.8167 | 0.7429 | 0.7164 | 0.661 |
| 2. | ZnO/rGO 3% | 0.6823 | 0.5333 | 0.4938 | 0.3979 | 0.3053 |
| 3. | ZnO/rGO 6% | 0.5006 | 0.4372 | 0.3393 | 0.2329 | 0.1696 |
| 4. | ZnO/rGO 9% | 0.3909 | 0.3294 | 0.2012 | 0.1295 | 0.0612 |

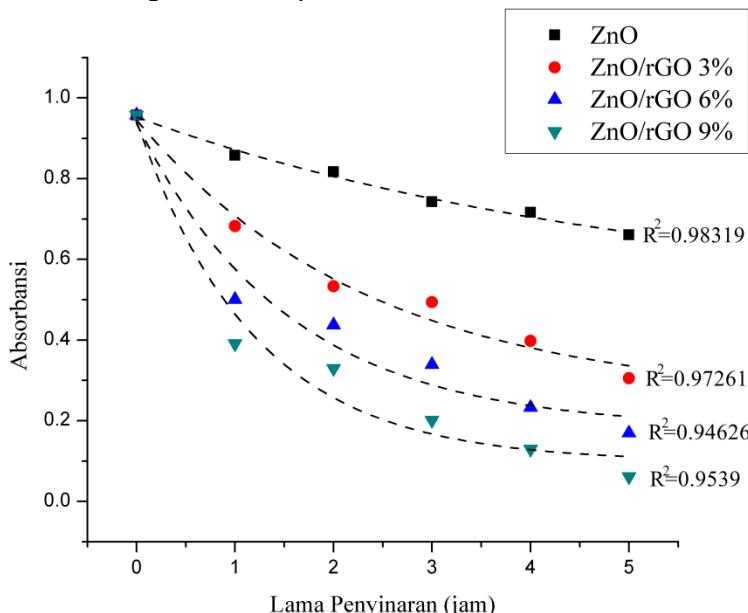
Tabel 4.8. menunjukkan data hasil pengujian UV Vis yaitu nilai absorbansi dari masing – masing sampel yang sudah ditambahkan katalis dan dilakukan penyinaran selama 5 jam. Selanjutnya data tersebut digunakan untuk membuat grafik degradasi *Methylene Blue* berdasarkan nilai absorbansinya seperti pada Gambar 4.13.

Gambar 4.13 menunjukkan adanya kesesuaian dengan penelitian Lonkar *et al* (2018) dimana semakin lama waktu penyinaran yang diberikan, maka degradasi terhadap zat warna juga semakin meningkat. Hal ini terlihat pada grafik tersebut yang menunjukkan adanya penurunan nilai absorbansi selama 5 jam.

Pada sampel dengan penambahan katalis ZnO mampu mendegradasi *Methylene Blue* selama 5 jam dengan nilai

absorbansi tiap jamnya adalah 0.8578, 0.8167, 0.7429, 0.7164, dan 0.6610. Jika dibandingkan dengan ketiga penambahan katalis lainnya, performa katalis ini paling rendah dalam mendegradasi zat warna *Methylene Blue*.

Pada sampel dengan penambahan katalis ZnO/*reduced graphene oxide* 3% mampu mendegradasi *Methylene Blue* lebih baik daripada ZnO dengan nilai absorbansi 0.6823, 0.5333, 0.4938, 0.3979, dan 0.3053. Hal ini dikarenakan karena jumlah penambahan grafit oksida yang dapat meningkatkan efisiensi dalam mendegradasi *Methylene Blue*.



Gambar 4.13 Kurva Degradasi *Methylene Blue* Berdasarkan Absorbansi dan Lama Penyinaran

Pada sampel dengan penambahan katalis ZnO/*reduced graphene oxide* 6% mampu mendegradasi *Methylene Blue* lebih baik daripada ZnO/*reduced graphene oxide* 3% yang mana nilai absorbansinya tiap jamnya adalah 0.5006, 0.4372, 0.3393, 0.2329,

dan 0.1696. Nilai penurunan absorbansinya cukup signifikan dibandingkan dua sampel sebelumnya. Menunjukkan penambahan massa grafit oksida ketika sintesa material ZnO/rGO memberikan pengaruh besar dengan *trend* cukup baik.

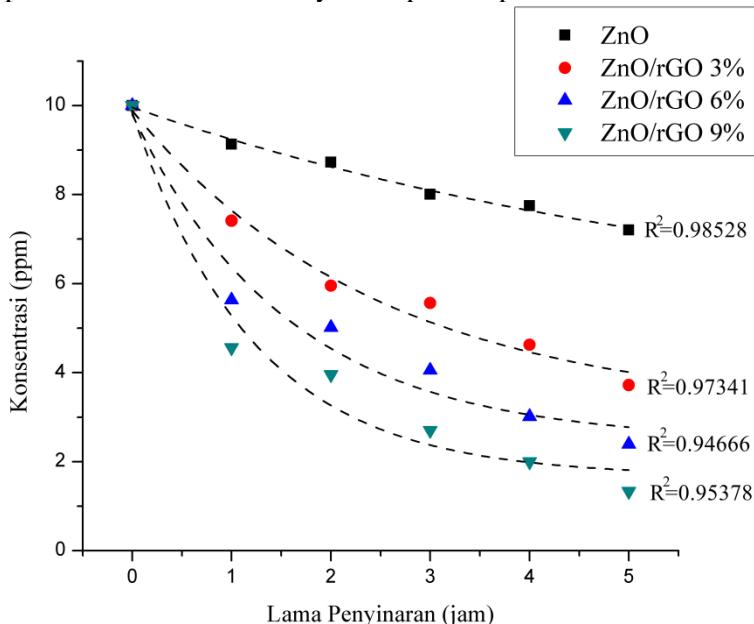
Penambahan katalis ZnO/*reduced graphene oxide* 9% menunjukkan penurunan nilai absorbansi lebih signifikan dari sampel-sampel sebelumnya. Nilai absorbansinya tiap jam adalah 0.3909, 0.3294, 0.2012, 0.1295, dan 0.0612.. Berdasarkan hasil UV Vis dengan penambahan grafit oksida terbanyak menunjukkan degradasi terhadap *Methylene Blue* yang paling baik. Hal ini disebabkan adanya perbedaan jumlah *reduced graphene oxide* yang memiliki luas permukaan aktif yang luas secara teoritis yaitu sebesar $2600 \text{ m}^2/\text{g}$ sehingga proses absorbansi berlangsung semakin cepat.

Kemudian dengan memasukkan nilai absorbansi dari masing – masing katalis kedalam persamaan regresi linier $y = 0.1021x - 0.0746$ maka akan didapatkan nilai konsentrasi dari larutan *Methylene Blue* dari masing – masing penambahan katalis yang ditunjukkan seperti pada Tabel 4.9.

Tabel 4.9 Konsentrasi Hasil Degradasi *Methylene Blue* Setelah Penyinaran

| No | Sampel | Nilai Konsentrasi (ppm) | | | | |
|----|------------|-------------------------|--------|--------|--------|--------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 1. | ZnO | 9.1327 | 8.7302 | 8.0073 | 7.7478 | 7.2052 |
| 2. | ZnO/rGO 3% | 7.4138 | 5.9545 | 5.5676 | 4.6283 | 3.7214 |
| 3. | ZnO/rGO 6% | 5.6342 | 5.0132 | 4.0544 | 3.0122 | 2.3923 |
| 4. | ZnO/rGO 9% | 4.5597 | 3.9574 | 2.7018 | 1.9995 | 1.3306 |

Tabel 4.9 menunjukkan data hasil konsentrasi dari masing-masing sampel yang sudah ditambahkan katalis dan dilakukan penyinaran selama 5 jam. Selanjutnya data tersebut digunakan untuk membuat grafik degradasi *Methylene Blue* berdasarkan penurunan konsentrasinya seperti pada Gambar 4.14.



Gambar 4.14 Kurva Degradasi *Methylene Blue* Berdasarkan Penurunan Konsentrasi dan Lama Penyinaran

Dari Gambar 4.14 menunjukkan bahwa semakin lama penyinaran yang diberikan maka akan semakin kecil konsentrasi dari *Methylene Blue*. Hal ini menunjukkan bahwa semakin kecil konsentrasi maka semakin banyak *Methylene Blue* yang terdegradasi oleh komposit. Hasil ini sesuai dengan penelitian Boy *et al* (2018) yang menunjukkan adanya penurunan konsentrasi *Methylene Blue* yang terjadi seiring lamanya waktu penyinaran.

Dalam kurun waktu 1 jam penyinaran yang diberikan terhadap sampel ZnO, menunjukkan penurunan konsentrasi dari 10 ppm menjadi 9.1327 dan kemudian tiap jamnya menjadi 8.7302, 8.0073, 7.7478, 7.7478, dan terakhir 7.2052 setelah penyinaran selama 5 jam. Data tersebut menunjukkan hanya sekitar 2.7948 ppm *methylene blue* yang terdegradasi pada kurun waktu 5 jam

Kemudian pada sampel ZnO/rGO 3% berurut-urut konsentrasinya tiap 1 jam selama 5 jam yaitu 7.4138, 5.9545, 5.5676, 4.6283, dan 3.7214. Hasil ini menunjukkan peningkatan lebih baik dibandingkan sampel sebelumnya ZnO. Total *methylene blue* yang didegradasi sebesar 6.2786 ppm

Selanjutnya pada sampel ZnO/rGO 6% mendapatkan hasil lebih baik daripada sampel-sampel sebelumnya. Nilai konsentrasinya tiap jamnya adalah 5.6432, 5.0132, 4.0544, 3.0122, dan 2.3923. Total *methylene blue* yang didegradasi sebesar 7.6077 ppm.

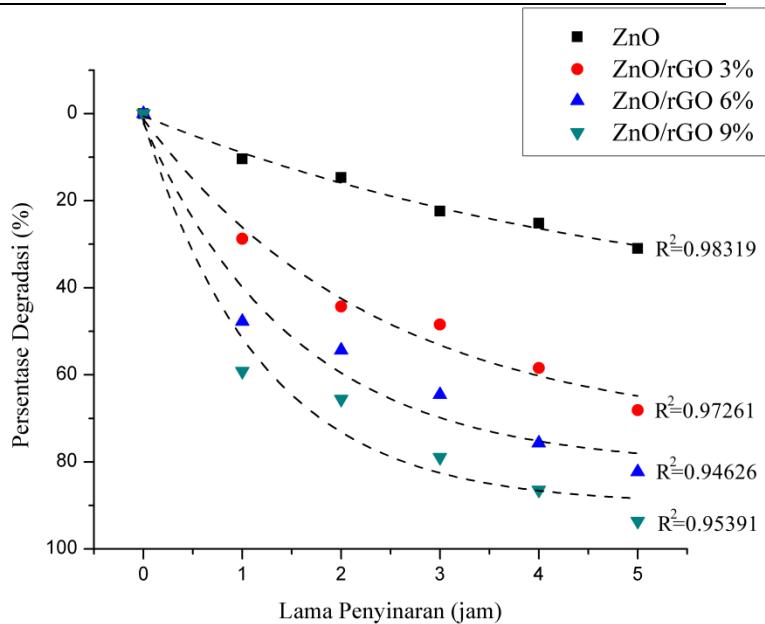
Pada sampel terakhir ZnO/rGO 9% mendapatkan hasil terbaik dari semua sampel yang ada. Nilai konsentrasinya berurut-urut tiap jamnya selama 5 jam yaitu 4.5597, 3.9574, 2.7018, 1.9995, dan 1.3306. Penambahan grafit oksida ketika sintesa membuktikan bahwa dapat mempercepat proses degradasi terlihat dari penurunan nilai konsentrasinya yang hanya menyisakan 1.3306 ppm saja.

Kemudian dari nilai absorbansi pada Tabel 4.8 didapatkan nilai persentase degradasi *Methylene Blue* berdasarkan Persamaan 3.3 yang ditunjukkan pada Tabel 4.10.

Tabel 4.10 menunjukkan data hasil persentase degradasi dari masing-masing sampel yang sudah ditambahkan katalis dan dilakukan penyinaran selama 5 jam. Selanjutnya data tersebut digunakan untuk membuat grafik degradasi *Methylene Blue* berdasarkan kenaikan persentase degradasinya seperti pada Gambar 4.15.

Tabel 4.10 Persentase Degradasi *Methylene Blue* Setelah Penyinaran

| No | Sampel | Persentase Degradasi (%) | | | | |
|----|------------|--------------------------|-------|-------|-------|-------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 1. | ZnO | 10.41 | 14.70 | 22.41 | 25.18 | 30.97 |
| 2. | ZnO/rGO 3% | 28.74 | 44.30 | 48.43 | 58.44 | 68.11 |
| 3. | ZnO/rGO 6% | 47.72 | 54.34 | 64.56 | 75.68 | 82.29 |
| 4. | ZnO/rGO 9% | 59.17 | 65.60 | 78.99 | 86.48 | 93.61 |



Gambar 4.15 Kurva Degradasi *Methylene Blue* Berdasarkan Persentase Degradasi dan Lama Penyinaran

Gambar 4.15 menunjukkan kenaikan persentase degradasi dari *methylene blue*. Terlihat pada gambar bahwa terdapat tren bahwa presentase degradasi naik tiap jamnya untuk semua material.

Pada material ZnO mendapat hasil paling sedikit untuk persentase degradasinya. Hanya 30.97% *methylene blue* terdegradasi selama 5 jam dibawah sinar UV. Hal itu disebabkan tidak adanya penambahan *reduced graphene oxide* pada material tersebut yang mengabsorbansi dalam proses fotokatalitik

Kemudian pada komposit ZnO/rGO 3% mendegradasi dua kali lebih baik daripada ZnO yaitu sebesar 68.11%. Komposit ZnO/rGO 6% sebesar 82.29%. Terakhir pada komposit ZnO/rGO 9% mendegradasi sebesar 93.61%.

Hasil pengujian fotokatalitik yang telah dilakukan sesuai dengan hasil penelitian Alomair dan Mohamed pada 2017. Dalam penelitiannya menunjukkan bahwa penambahan *reduced graphene oxide* akan menambah efektivitas degradasi.

Dari hasil percobaan yang telah dilakukan menunjukkan bahwa komposit ZnO/*reduced graphene oxide* menunjukkan aktivitas fotokatalitik yang jauh lebih tinggi dibandingkan ZnO murni yang disintesis oleh kondisi yang sama. Ini berarti bahwa peningkatan efisiensi fotokatalitik sangat berkaitan dengan penambahan grafit oksida ketika proses sintesa. Mekanisme fotokatalitik yang dilakukan ZnO/*reduced graphene oxide* ditunjukkan oleh Gambar 2.8 dengan referensi Ahmad 2013. Dengan radiasi foton, dalam penelitian ini menggunakan radiasi UV maka elektron-elektron yang terdapat pada pita valensi menjadi terganggu kemudian bergerak menuju pita konduksi. Kemudian karena eksitasi elektron inilah akan menghasilkan holes pada pita valensi dan membentuk pasangan *holes* positif dan e⁻. setelah itu terjadi transfer elektron dari pita valensi tadi ke lembaran *reduced graphene oxide* karena tingkat energinya yang lebih rendah daripada semikonduktornya, dalam penelitian ini ZnO. *Reduced graphene oxide* disini berperan sebagai *accelerator* pemisahan *holes* positif dan e⁻. *Reduced graphene oxide* juga

berperan sebagai absorban molekul pewarna. Elektron yang telah tereksitasi tadi kemudian bereaksi dengan oksigen dan membentuk anion radikal superoksida ($\cdot\text{O}_2^-$) dan pada pita valensi terbentuk radikal hidroksida ($\cdot\text{OH}$). Kedua radikal tersebut berperan penting dalam proses fotokatalitik. Nantinya kedua radikal tersebut mendegradasi *methylene blue*. Kefektifan proses transfer elektron dari ZnO ke *reduced graphene oxide* menghasilkan proses oksidasi yang kontinu sampai *methylene blue* benar-benar habis terdegradasi. Oleh karena itu *reduced graphene oxide* dapat meningkatkan efektivitas fotokatalitik karena. Selain itu *reduced graphene oxide* memiliki luas permukaan sebesar 2600 m²/g. Karena luasnya itulah maka oksigen akan lebih reaktif pada permukaan *reduced graphene oxide* dan akan terjadi peningkatan aktivitas fotokatalitik. (Fan *et al*, 2015; Qin *et al*, 2017).

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dan pembahasannya dapat ditarik kesimpulan bahwa:

1. Penelitian ini telah berhasil mensintesis komposit ZnO/*reduced graphene oxide* dengan menggunakan Zn(CH₃COO)₂ dan grafit oksida sebagai prekursor. Hasil karakterisasi menunjukkan struktur kristal yang terbentuk untuk ZnO adalah *hexagonal wurtzite*. *Reduced graphene oxide* memiliki puncak $2\theta=26.79^\circ$ pada pengujian XRD. Morfologi yang terbentuk terdapat lembaran tipis yang mengindikasikan adanya *reduced graphene oxide*, ZnO yang berbentuk *microsphere*. Pengujian FTIR pada *reduced graphene oxide* menunjukkan penghilangan gugus hidroksil. Pada ZnO menunjukkan *peak* ZnO pada *wavenumber* 450cm⁻¹.
2. Dari penelitian ini juga didapatkan bahwa persen degradasi setelah penyinaran selama 5 jam dengan katalis ZnO, ZnO/rGO 3%, ZnO/rGO 6%, dan ZnO/rGO 9% berurut-urut adalah 31%, 68%, 82% dan 94%. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan *reduced graphene oxide* akan meningkatkan efisiensi degradasi karena *reduced graphene oxide* mempercepat eksitasi elektron dan membantu absorbansi pewarna karena luas permukaannya yang besar secara teoritis ($2630\text{m}^2/\text{g}$)

5.2 Saran

1. Melakukan pencucian sampai pH netral pada saat sintesis grafit oksida.
2. Menggunakan lampu yang lebih besar energinya.
3. Menggunakan pakaian anti radasi UV pada saat uji fotokatalitik.

(halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad, M., Ahmed, E., Hong, Z. L., Xu, J. F., Khalid, N. R., Elhissi, A., & Ahmed, W. (2013). *A facile one-step approach to synthesizing ZnO/graphene composites for enhanced degradation of methylene blue under visible light*. *Applied Surface Science*, 274, 273–281.
- Ali R., and Siew, O. Bon, 2008, *Photodegradation of New Methylene Blue N in Aqueous Solution Using Zinc Oxide and Titanium Dioxide as Catalyst*, *Desalination*, 1-14
- Alomair, N. A., & Mohamed, H. H. (2018). *Green synthesis of ZnO hollow microspheres and ZnO/rGO nanocomposite using red rice husk extract and their photocatalytic performance*. *Materials Research Express*, 5(9), 095012
- Ayu I.W.G., Putu N.D., Farhatun N . 2011. *Fotodegradasi Metilen Biru dengan Sinar UV dan Katalis Al₂O₃*.. Jurusan Kimia Universitas Udayana. Bukit Jimbaran.
- Bednarek, Paulina. 2005. *Ceramic Materials – Forming Methods and Properties of Final Elements*. Division of Inorganic Technology and Ceramics. Warsaw University of Technology
- Bowers LD. *High-performance liquid chromatography/mass spectrometry: state of the art for the drug analysis laboratory*. Clin Chem 1989;35: 1282– 7.
- Boy, B. P. 2018. *Analisis Pengaruh Penambahan Reduced Graphene Oxide Terhadap Sifat Fotokatalitik dari Komposit ZnO/Reduced Graphene Oxide dengan Metode Oksidasi Serbuk Zink dan Reduksi Grafit Oksida untuk Degradasi Rhodamine-B*. Skripsi Teknik Material ITS, Surabaya
- Christina M., Mu'nisatun S., Saptaaji R., Marjanto D.. 2017. “*Studi Pendahuluan Mengenai Degradasi Zat Warna Azo (Metil Orange) Dalam Pelarut Air Menggunakan Mesin Berkas Elektron 350 keV/10 mA*”. Batan. Yogyakarta

- Covey TR, Lee ED, Henion JD. *High-speed liquid chromatography tandem mass spectrometry for the determination of drugs in biological samples.* Anal Chem 1986;58:2453–60.
- Darajat S, Aziz H, Alif A. 2008. *SENG OKSIDA (ZnO) SEBAGAI FOTOKATALIS PADA PROSES DEGRADASI SENYAWA BIRU METILEN.* Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas. Padang.
- Day, R.A dan A.L Underwood. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Keenam.* Jakarta : Erlangga
- Djurišić AB, Ng AMC, Chen XY (2010) *ZnO nanostructures for optoelectronics: Material properties and device applications.* Progress in Quantum Electronics 34(4): 191-259.
- F. W. Low, C. W. Lai and S. B. Abd Hamid, Ceram. Int. 41 (4), 5798-5806 (2015).
- Falahiyah. 2015. *Adsorpsi Methylene Blue Menggunakan Abu Dari Sabut Tempurung Kelapa Teraktivasi Asam Sulfat.* Skripsi Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim. Malang
- Fan, F., Wang, X., Ma, Y., Fu, K., & Yang, Y. (2015). *Enhanced Photocatalytic Degradation of Dye Wastewater Using ZnO/Reduced Graphene Oxide Hybrids.* Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures, 23(11), 917–921.
- Fatimah I., Sugiharto E., Wijaya K., Tahir I., Kamalia. 2006. *Titanium Oxide Dispersed on Natural Zeolite (TiO₂/Zeolite) and its Application for Congo Red Photodegradation.* Indo. J. Chem., 2006,6(1),38-42.
- Fujishima A, Honda K (1972) *Electrochemical photolysis of water at a semiconductor electrode.* Nature 238(5358):37–38
- Fujishima A, Rao TN, Tryk DA (2000) *Titanium dioxide photocatalysis.* J Photochem Photobiol C 1(1):1–21
- Greenwood, Norman N.; Earnshaw, A. (1997), *Chemistry of the Elements (edisi ke-2)*, Oxford: Butterworth-Heinemann

-
- Guo K. W.. 2017. *Property of zinc oxide (Zno) nanostructures potential for biomedical system and its common growth mechanism.* Journal of Applied Biotechnology & Bioengineering. Volume 2 Issue 5
- H. C. Lee, W.W. Liu, S.P. Chai, A. R. Mohamed, A. Aziz, C. S. Khe, N. M. S. Hidayah and U. Hashim, RSC Adv. 7 (26), 15644-15693 (2017).
- Hamdaoui O., Chiha M. 2007. *Removal of Methylene Blue from Aqueous Solutions by Wheat Bran..* Department of Process Engineering, University of Annaba. Annaba, Algeria
- Hassan N.K., Hashim M.R., Al Douri Y (2014). *Morphology and optical investigations of ZnO pyramids and nanoflakes for optoelectronic applications.* Optik-International Journal for Light and Electron Optics 125(11): 2560-2564.
- Hernández Battez, A., González, R., Viesca, J. L., Fernández, J. E., Díaz Fernández, J. M., Machado, A., Riba, J. (2008). *CuO, ZrO₂ and ZnO nanoparticles as antiwear additive in oil lubricants.* Wear, 265(3-4), 422–428.
- Hidayah, N. M. S., Liu, W.-W., Lai, C.-W., Noriman, N. Z., Khe, C.-S., Hashim, U., & Lee, H. C. (2017). *Comparison on graphite, graphene oxide and reduced graphene oxide: Synthesis and characterization.*
- Hummers, W.S., & Offeman, R. E. (1958). *Preparation of Graphitic Oxide.* Journal of the American Chemical Society, 80(6), 1339–1339
- Hutabarat, R. 2012. *Sintesis dan Karakteristik Fotokatalis Fe²⁺-ZnO Berbasis Zeolit Alam.* Skripsi. Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Depok.
- Khan MM, Adil SF, Al-Mayouf A (2015b) *Metal oxides as photocatalysts.* J Saudi Chem Soc 19(5):462–464
- Kochmann S.. 2013. *Graphene as a sensor material.* Fakultat Chemie und Pharmazie, Universitat Regensburg. Deutschland
- Labhane, P. K., Patle, L. B., Huse, V. R., Sonawane, G. H., & Sonawane, S. H. (2016). *Synthesis of reduced graphene*

-
- oxide sheets decorated by zinc oxide nanoparticles: Crystallographic, optical, morphological and photocatalytic study. Chemical Physics Letters, 661, 13–19.*
- Lazar, P. et al. 2013. *Adsorption of small organic molecules on graphene*. J. Am. Chem. Soc. 135, 6372–6377
- Lee C., Wei X., Kysar J.W.. Hone J.. 2008. *Measurement of the Elastic Properties and Intrinsic Strength of Monolayer Graphene*. Scienmag, 321 (5887) pp. 385-388
- Lonkar, S. P., Pillai, V., & Abdala, A. (2018). Solvent-free Synthesis of ZnO-Graphene Nanocomposite with Superior Photocatalytic Activity. *Applied Surface Science*.
- Michael Vogeser, Christoph Seger. *A decade of HPLC-MS/MS in the routine clinical laboratory-goals for futher development*. Clinical Biochemistry Rev 2008; 41; 649-662
- Miclescu, A.L. Wiklund. 2010. *Methylene blue, an old drug with new indications*. Department of Surgical Sciences/Anesthesiology and Intensive Care Medicine, Uppsala University Hospital.
- Modirshahla, A. Hassani, Nasser, Behnajady, Mohammad A., and Rahbarfam, Rajab, 2011, *Effect of operational parameters on decolorization of Acid Yellow 23 from wastewater by UV irradiation using ZnO and ZnO/SnO₂ photocatalysts*, *Desalination*, 187-192
- Munawaroh, H., Sari, P. L., Wahyuningsih, S., & Ramelan, A. H. (2018). *The photocatalytic degradation of methylene blue using graphene oxide (GO)/ZnO*
- Nair R.R., et al., *Universal Dynamic Conductivity and Quantized Visible Opacity of Suspended Graphene*. Science, vol.320, 2008, pp. 1308-
- Nakata K, Fujishima A (2012) *TiO₂ photocatalysis: design and applications*. J Photochem Photobiol C 13(3):169–189
- Norman S, R Nurlina, S Anam, A Aprilia, S Hidayat, Fitriawati. 2015. *Kajian Pembuatan Oksida Grafit untuk Produksi*
-

-
- Oksida Grafena dalam Jumlah Besar. Jurnal Fisika Indonesia 55 (XIX). 1410-2994*
- Novoselov K.S., Geim A.K., Morozov S.V., Jiang D., Zhang Y., Dubonos S.V., Grigorieva I.V., and Firsov A.A , *Electric field effect in atomically thin carbon films*, Science, vol. 306, no.5696, 2004, pp. 666-669.
- Nugraha W. T. dan Susanti D. 2015. *Analisis Pengaruh Susunan Komposit Laminat Graphene-TiO₂ sebagai Lapisan Semikonduktor terhadap Unjuk Kerja Dye Sensitized Solar Cell (DSSC)*. Jurnal Teknik ITS 4(1) 2337-3539
- Nugroho,P. 2004. *Devais Mikroelektronika ZnO*. Teknik Elektro UGM. Yogyakarta
- Nurdiansah H. 2014. *Pengaruh Temperatur Hidrotermal dan Waktu Ultrasonikasi Terhadap Nilai Kapasitansi Elektroda Electric Double Layer Capacitor (EDLC) dari Material Grafena*. Tesis Program Magister Jurusan Teknik Material dan Metalurgi ITS. Surabaya
- Ozgur. U., Reshchikov, M., Avrutin, V., 2005. “A Comprehensive Review of ZnO Materials and device.Journal of the applied Physic”. *Cryst. Eng. Comm* 15, 302–303.
- Pavia, Donald L., Gary M. Lampman, George S. Kritz, Randall G. Engel (2006). *Introduction to Organic Laboratory Techniques (4th Ed.)*. Thomson Brooks/Cole. pp. 797–817.
- Pei S., Cheng H.M., “The reduction of graphene oxide”, *Carbon* (2011) 50 3210-3228
- Pitt, J.J., Principles and Applications of Liquid Chromatography-Mass Spectrometry in Clinical Biochemistry, *Clin Biochem Rev*. 2009 Feb; 30(1): 19–34
- Pons, M.-N. (2007). *IMPLEMENTATION OF TOXIC INHIBITION IN WASTEWATER TREATMENT PLANT BENCHMARK SIMULATION MODELS*. IFAC Proceedings Volumes, 40(4), 49–54.
- Pradesar Y., Susanti D. “Pengaruh Waktu Ultrasonikasi dan Waktu Tahan Proses Hydrothermal Terhadap Struktur dan Sifat Listrik Material Graphene,” Tugas Akhir S1, Jurusan

- Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya (2014)
- Qin, J., Zhang, X., Yang, C., Cao, M., Ma, M., & Liu, R. (2017). *ZnO microspheres-reduced graphene oxide nanocomposite for photocatalytic degradation of methylene blue dye*. *Applied Surface Science*, 392, 196–203.
- Rajeshwar K, Osugi ME, Chanmanee W, Chenthamarakshan CR, Zanoni M, Kajitvichyanukul P, Krishnan-Ayer R. 2008. *Heterogeneous photocatalytic treatment of organic dyes in air and aqueous media*. *J Photochem Photobiol C* 9(4):171–192
- Rehman S, Ullah R, Butt AM, Gohar ND (2009) *Strategies of making TiO₂ and ZnO visible light active*. *J Hazard Mater* 170(2–3):560–569
- S. Thakur and N. Karak, Carbon 50 (14), 5331-5339 (2012)
- Sakthivel S., et al. 2003. *Solar photocatalytic degradation of azo dye: comparison of photocatalytic efficiency of ZnO and TiO₂*. Departmen of Chemistry, Anna University. Chennai, India
- Saravanan R, F. Gracia dan A. Stephen. 2017. *Basic Principles, Mechanism, and Challenges of Photocatalysis*. Springer Series on Polymer and Composite Materials. Springer International Publishing AG
- Setianingsih, T. 2017. "Mikroskop Elektron Transmisi: Teori dan Aplikasinya untuk Karakterisasi Material". UB Press. Malang.
- Shao, G. et al., *Graphene Oxide: The Mechanisms of Oxidation and Exfoliation*. Journal of Materials Science, 47(10), 2012, pp. 4400 – 4409
- Shen J., Hu Y., Li C., Qin C., Shi M., dan Ye M.. 2009. *Layer-by-Layer Self-Assembly of Graphene Nanoplatelets*. Department of Materials Science, Fudan University. Shanghai, China
- Singh, S. 2009. *Electrical Transport and Optical Studies of Transition Metal Ion Doped ZnO and Synthesis of ZnO*

-
- based Nanostructure by Chemical Route, Thermal Evaporation and Pulsed Laser Deposition. Thesis. Departmen Of Physics Indian, Institute Of Technology Madras.*
- Socrates G. 2001. *Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies*. John Wiley & Sons Ltd. Chichester, United Kingdom
- Stoller, M. D., Park, S., Zhu, Y., An, J., & Ruoff, R. S. (2008). *Graphene-Based Ultracapacitors*. Nano Letters, 8(10), 3498–3502.
- Sun, L., Shao, R., Tang, L., & Chen, Z. (2013). *Synthesis of ZnFe₂O₄/ZnO nanocomposites immobilized on graphene with enhanced photocatalytic activity under solar light irradiation*. Journal of Alloys and Compounds, 564, 55–62.
- Taufantri Y., Irdhawati, I A Raka, A Asih. 2016. *Sintesis dan Karakterisasi Grafena dengan Metode Reduksi Grafit Oksida Menggunakan Pereduksi Zn*. Jurnal Kimia VALENSI: Jurnal Penelitian dan Pengembangan Ilmu Kimia. 2(1).17-23
- Terrones, M., Botello-Méndez, A. R., Campos-Delgado, J., López-Urías, F., Vega-Cantú, Y. I., Rodríguez-Macías, Charlier, J.-C. (2010). *Graphene and graphite nanoribbons: Morphology, properties, synthesis, defects and applications*. Nano Today, 5(4), 351–372.
- Wang, X., Zhi, L., & Müllen, K. (2008). *Transparent, Conductive Graphene Electrodes for Dye-Sensitized Solar Cells*. Nano Letters, 8(1), 323–327.
- Xu, J., Wang, L., & Zhu, Y. (2012). *Decontamination of Bisphenol A from Aqueous Solution by Graphene Adsorption*. Langmuir, 28(22), 8418–8425.
- Zhao, Y., Hu, C., Hu, Y., Cheng, H., Shi, G., & Qu, L. (2012). *A Versatile, Ultralight, Nitrogen-Doped Graphene Framework*. Angewandte Chemie International Edition, 51(45), 11371–11375

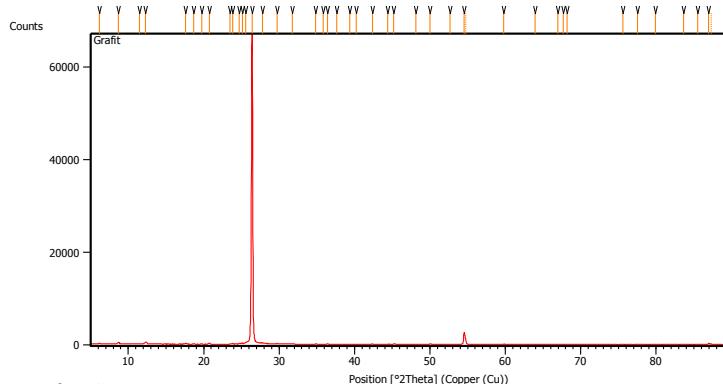
(halaman ini sengaja dikosongkan)

LAMPIRAN

I. Grafik XRD

| | |
|-------------------------------|--------------------------------|
| Raw Data Origin | PHILIPS-binary (scan) (.RD) |
| Scan Axis | Gonio |
| Start Position [°2Th.] | 5.0084 |
| End Position [°2Th.] | 89.9744 |
| Step Size [°2Th.] | 0.0170 |
| Scan Step Time [s] | 10.1500 |
| Scan Type | Continuous |
| Offset [°2Th.] | 0.0000 |
| Divergence Slit Type | Fixed |
| Divergence Slit Size [°] | 0.2500 |
| Specimen Length [mm] | 10.00 |
| Receiving Slit Size [mm] | 12.7500 |
| Measurement Temperature [°C] | -273.15 |
| Anode Material | Cu |
| K-Alpha1 [Å] | 1.54060 |
| K-Alpha2 [Å] | 1.54443 |
| K-Beta [Å] | 1.39225 |
| K-A2 / K-A1 Ratio | 0.50000 |
| Generator Settings | 30 mA, 40 kV |
| Diffractometer Type | XPert MPD |
| Diffractometer Number | 1 |
| Goniometer Radius [mm] | 200.00 |
| Dist. Focus-Diverg. Slit [mm] | 91.00 |
| Incident Beam Monochromator | No |
| Spinning | Yes |

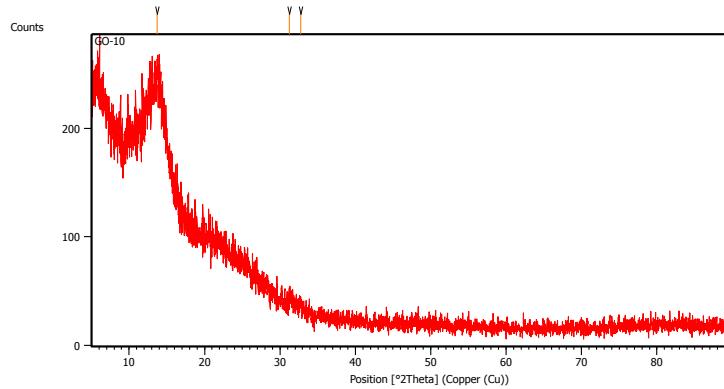
a. Grafit



Peak List

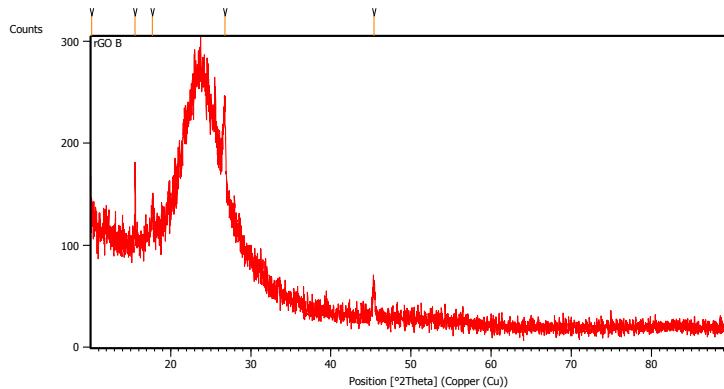
| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|-----------------|-----------------|----------------------|------------------|------------------|
| 6.1453 | 102.26 | 0.2007 | 14.38259 | 0.17 |
| 8.7018 | 368.52 | 0.0836 | 10.16200 | 0.60 |
| 11.4752 | 65.40 | 0.2007 | 7.71145 | 0.11 |
| 12.2639 | 445.68 | 0.1171 | 7.21725 | 0.72 |
| 17.5770 | 215.57 | 0.0669 | 5.04583 | 0.35 |
| 18.6807 | 100.71 | 0.1338 | 4.75011 | 0.16 |
| 19.7127 | 37.38 | 0.2007 | 4.50369 | 0.06 |
| 20.7563 | 267.65 | 0.0836 | 4.27955 | 0.43 |
| 23.5000 | 70.22 | 0.1004 | 3.78575 | 0.11 |
| 23.8120 | 160.51 | 0.1673 | 3.73685 | 0.26 |
| 24.6834 | 257.63 | 0.0669 | 3.60686 | 0.42 |
| 25.1311 | 290.21 | 0.1004 | 3.54361 | 0.47 |
| 25.5313 | 395.06 | 0.2007 | 3.48897 | 0.64 |
| 26.4533 | 61716.85 | 0.1840 | 3.36943 | 100.00 |
| 27.7841 | 300.24 | 0.2676 | 3.21098 | 0.49 |
| 29.7224 | 143.19 | 0.2007 | 3.00586 | 0.23 |
| 31.7451 | 52.17 | 0.2676 | 2.81880 | 0.08 |
| 34.8671 | 71.95 | 0.1338 | 2.57322 | 0.12 |
| 35.8437 | 42.64 | 0.2007 | 2.50532 | 0.07 |
| 36.4434 | 144.93 | 0.1171 | 2.46546 | 0.23 |

| | | | | |
|---------|---------|--------|---------|------|
| 37.6209 | 35.38 | 0.2676 | 2.39096 | 0.06 |
| 39.3882 | 64.21 | 0.2007 | 2.28766 | 0.10 |
| 40.2170 | 44.42 | 0.2007 | 2.24241 | 0.07 |
| 42.3583 | 99.22 | 0.2342 | 2.13387 | 0.16 |
| 44.3921 | 78.60 | 0.1673 | 2.04072 | 0.13 |
| 45.1992 | 178.00 | 0.2007 | 2.00614 | 0.29 |
| 48.1527 | 24.48 | 0.2007 | 1.88976 | 0.04 |
| 50.0175 | 113.64 | 0.1338 | 1.82360 | 0.18 |
| 52.6721 | 14.07 | 0.8029 | 1.73777 | 0.02 |
| 54.4985 | 2390.00 | 0.1428 | 1.68238 | 3.87 |
| 54.7357 | 1107.92 | 0.0816 | 1.67981 | 1.80 |
| 59.8073 | 102.26 | 0.2040 | 1.54510 | 0.17 |
| 63.9637 | 17.27 | 0.3264 | 1.45435 | 0.03 |
| 66.9540 | 24.05 | 0.2448 | 1.39648 | 0.04 |
| 67.6490 | 35.65 | 0.2448 | 1.38381 | 0.06 |
| 68.1614 | 48.80 | 0.3264 | 1.37465 | 0.08 |
| 75.5583 | 27.04 | 0.2448 | 1.25739 | 0.04 |
| 77.5082 | 30.84 | 0.6528 | 1.23055 | 0.05 |
| 79.8652 | 18.69 | 0.4896 | 1.20006 | 0.03 |
| 83.6443 | 38.02 | 0.4896 | 1.15518 | 0.06 |
| 85.4677 | 14.61 | 0.6528 | 1.13514 | 0.02 |
| 86.9440 | 294.76 | 0.1428 | 1.11962 | 0.48 |
| 87.2693 | 153.40 | 0.0816 | 1.11906 | 0.25 |

b. Grafit Oksida**Peak List**

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|-----------------|-----------------|-------------------------|------------------|------------------|
| 13.7329 | 53.72 | 0.5353 | 6.44836 | 100.00 |
| 31.2699 | 6.57 | 0.4015 | 2.86054 | 12.23 |
| 32.7647 | 6.82 | 0.2342 | 2.73338 | 12.70 |

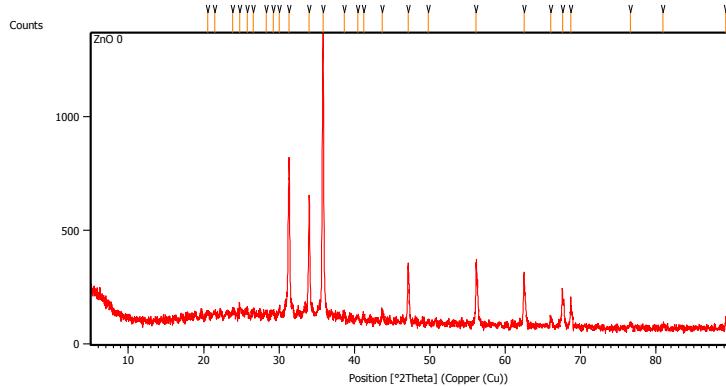
c. *Reduced Graphene Oxide*



Peak List

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|-----------------|-----------------|----------------------|------------------|------------------|
| 10.1325 | 12.64 | 0.2007 | 8.73014 | 18.73 |
| 15.5824 | 62.86 | 0.0669 | 5.68691 | 93.12 |
| 17.7152 | 23.95 | 0.2007 | 5.00676 | 35.48 |
| 26.7914 | 67.50 | 0.1673 | 3.32767 | 100.00 |
| 45.3881 | 26.81 | 0.2676 | 1.99823 | 39.72 |

d. ZnO

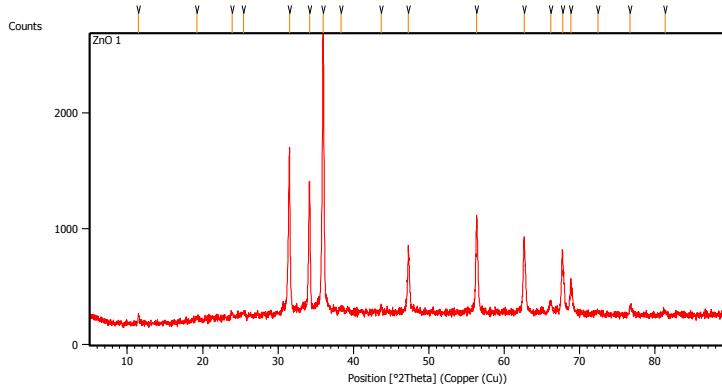


Peak List

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|-----------------|-----------------|----------------------|------------------|------------------|
| 20.5289 | 26.16 | 0.2676 | 4.32644 | 2.09 |
| 21.4985 | 26.52 | 0.4015 | 4.13346 | 2.12 |
| 23.8420 | 35.67 | 0.4015 | 3.73221 | 2.86 |
| 24.7589 | 50.88 | 0.2676 | 3.59604 | 4.07 |
| 25.7527 | 36.44 | 0.3346 | 3.45948 | 2.92 |
| 26.5416 | 32.56 | 0.4015 | 3.35842 | 2.61 |
| 28.3311 | 23.37 | 0.4684 | 3.15022 | 1.87 |
| 29.2105 | 31.66 | 0.3346 | 3.05735 | 2.53 |
| 30.0347 | 48.23 | 0.2007 | 2.97531 | 3.86 |
| 31.3419 | 675.91 | 0.0836 | 2.85414 | 54.12 |
| 33.9856 | 555.98 | 0.1171 | 2.63792 | 44.51 |
| 35.8366 | 1249.00 | 0.1004 | 2.50580 | 100.00 |
| 38.6544 | 28.46 | 0.2676 | 2.32938 | 2.28 |
| 40.4526 | 15.10 | 0.4684 | 2.22989 | 1.21 |
| 41.2024 | 23.09 | 0.3346 | 2.19102 | 1.85 |
| 43.6435 | 55.07 | 0.1338 | 2.07397 | 4.41 |
| 47.1140 | 236.07 | 0.1171 | 1.92897 | 18.90 |
| 49.7565 | 14.28 | 0.3346 | 1.83255 | 1.14 |
| 56.1301 | 260.05 | 0.0816 | 1.63728 | 20.82 |

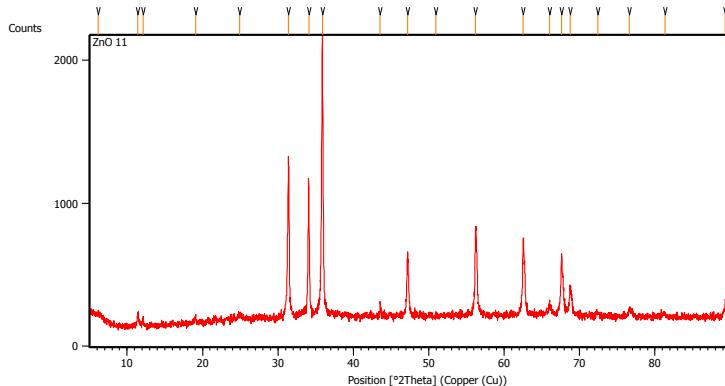
| | | | | |
|---------|--------|--------|---------|-------|
| 62.4926 | 230.84 | 0.1338 | 1.48623 | 18.48 |
| 66.0309 | 35.31 | 0.2007 | 1.41491 | 2.83 |
| 67.5758 | 166.43 | 0.1020 | 1.38513 | 13.33 |
| 68.6813 | 122.19 | 0.0612 | 1.36551 | 9.78 |
| 76.5958 | 21.61 | 0.4015 | 1.24395 | 1.73 |
| 80.9070 | 11.11 | 0.6691 | 1.18819 | 0.89 |
| 89.2535 | 34.72 | 0.2007 | 1.09744 | 2.78 |

e. ZnO/rGO 3%



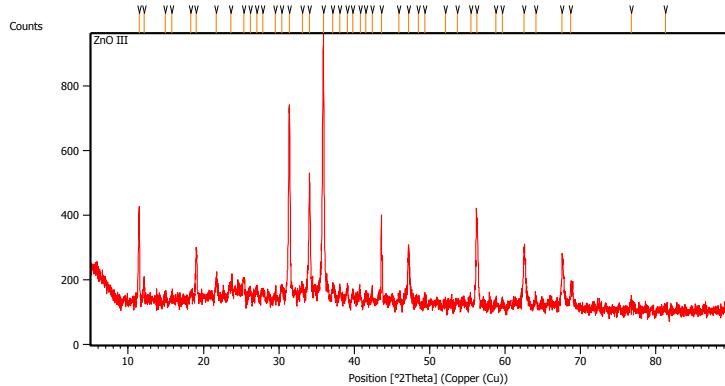
Peak List

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|-----------------|-----------------|----------------------|------------------|------------------|
| 11.5113 | 68.64 | 0.1673 | 7.68734 | 2.85 |
| 19.2439 | 31.02 | 0.4015 | 4.61234 | 1.29 |
| 23.8970 | 31.36 | 0.3346 | 3.72375 | 1.30 |
| 25.4459 | 36.76 | 0.4015 | 3.50049 | 1.53 |
| 31.5064 | 1440.52 | 0.1506 | 2.83960 | 59.85 |
| 34.1628 | 1136.25 | 0.1338 | 2.62465 | 47.21 |
| 35.9628 | 2406.78 | 0.2007 | 2.49730 | 100.00 |
| 38.3622 | 32.80 | 0.4015 | 2.34644 | 1.36 |
| 43.6862 | 51.20 | 0.2007 | 2.07204 | 2.13 |
| 47.2843 | 573.14 | 0.0669 | 1.92243 | 23.81 |
| 56.3421 | 830.94 | 0.1004 | 1.63298 | 34.53 |
| 62.6197 | 648.37 | 0.0836 | 1.48352 | 26.94 |
| 66.1426 | 81.59 | 0.4015 | 1.41279 | 3.39 |
| 67.7187 | 534.83 | 0.1506 | 1.38370 | 22.22 |
| 68.8330 | 260.41 | 0.1673 | 1.36400 | 10.82 |
| 72.4316 | 31.59 | 0.4015 | 1.30484 | 1.31 |
| 76.6972 | 68.65 | 0.2676 | 1.24256 | 2.85 |
| 81.2988 | 38.84 | 0.5353 | 1.18346 | 1.61 |
| 89.3589 | 118.13 | 0.2676 | 1.09642 | 4.91 |

f. ZnO/rGO 6%

Peak List

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|-----------------|-----------------|----------------------|------------------|------------------|
| 6.1932 | 52.29 | 0.8029 | 14.27150 | 2.75 |
| 11.4423 | 86.62 | 0.2007 | 7.73360 | 4.56 |
| 12.1068 | 50.07 | 0.1673 | 7.31058 | 2.63 |
| 19.0639 | 45.72 | 0.2007 | 4.65549 | 2.41 |
| 24.9194 | 22.56 | 0.4015 | 3.57325 | 1.19 |
| 31.3960 | 1081.62 | 0.1506 | 2.84934 | 56.90 |
| 34.0888 | 920.72 | 0.1338 | 2.63017 | 48.44 |
| 35.8906 | 1900.89 | 0.1673 | 2.50216 | 100.00 |
| 43.5522 | 74.94 | 0.0669 | 2.07810 | 3.94 |
| 47.1882 | 436.71 | 0.1338 | 1.92611 | 22.97 |
| 50.9554 | 27.95 | 0.1673 | 1.79221 | 1.47 |
| 56.1937 | 553.46 | 0.0816 | 1.63558 | 29.12 |
| 62.5315 | 528.66 | 0.1004 | 1.48540 | 27.81 |
| 66.0048 | 83.31 | 0.1338 | 1.41541 | 4.38 |
| 67.6170 | 418.95 | 0.1004 | 1.38553 | 22.04 |
| 68.7268 | 189.49 | 0.1673 | 1.36585 | 9.97 |
| 72.4066 | 26.29 | 0.4015 | 1.30523 | 1.38 |
| 76.6124 | 59.15 | 0.2676 | 1.24372 | 3.11 |

| | | | | |
|---------|--------|--------|---------|------|
| 81.3608 | 25.03 | 0.4684 | 1.18271 | 1.32 |
| 89.3220 | 112.92 | 0.1338 | 1.09678 | 5.94 |

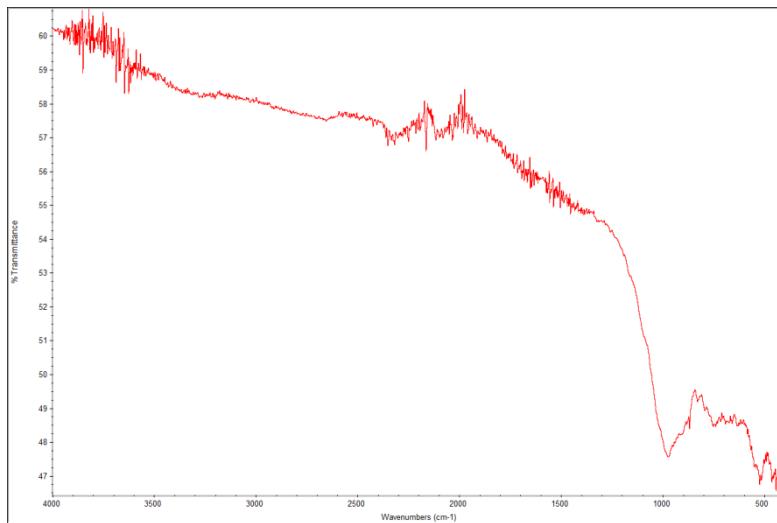
g. ZnO/rGO 9%

Peak List

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|-----------------|-----------------|----------------------|------------------|------------------|
| 11.4701 | 290.67 | 0.1171 | 7.71487 | 35.60 |
| 12.1047 | 62.82 | 0.1004 | 7.31179 | 7.69 |
| 14.9527 | 19.12 | 0.3346 | 5.92497 | 2.34 |
| 15.7862 | 19.54 | 0.4015 | 5.61395 | 2.39 |
| 18.3082 | 22.32 | 0.4015 | 4.84590 | 2.73 |
| 19.0579 | 163.79 | 0.1338 | 4.65694 | 20.06 |
| 21.7151 | 70.84 | 0.3346 | 4.09273 | 8.68 |
| 23.5995 | 51.01 | 0.4015 | 3.77001 | 6.25 |
| 25.3606 | 72.87 | 0.2676 | 3.51207 | 8.93 |
| 26.2106 | 41.81 | 0.3346 | 3.40007 | 5.12 |
| 27.0533 | 44.03 | 0.2676 | 3.29605 | 5.39 |
| 27.8651 | 39.47 | 0.2676 | 3.20183 | 4.84 |
| 29.5251 | 27.22 | 0.4684 | 3.02549 | 3.33 |
| 30.3573 | 53.36 | 0.3346 | 2.94443 | 6.54 |
| 31.3738 | 593.14 | 0.1506 | 2.85131 | 72.65 |
| 33.1386 | 50.16 | 0.3346 | 2.70339 | 6.14 |
| 34.0422 | 385.76 | 0.1673 | 2.63367 | 47.25 |

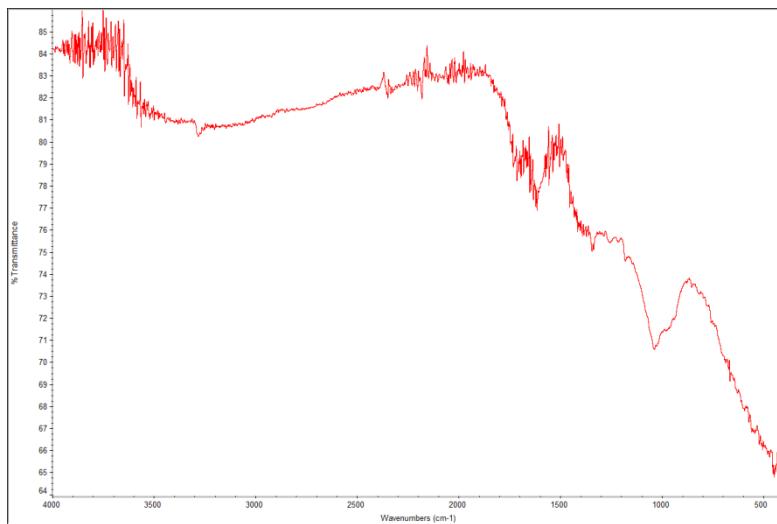
| | | | | |
|---------|--------|--------|---------|--------|
| 35.9066 | 816.42 | 0.1673 | 2.50108 | 100.00 |
| 37.1664 | 60.15 | 0.3346 | 2.41915 | 7.37 |
| 38.0936 | 54.29 | 0.2007 | 2.36237 | 6.65 |
| 39.1021 | 52.13 | 0.2007 | 2.30373 | 6.39 |
| 39.7638 | 40.95 | 0.2007 | 2.26691 | 5.02 |
| 40.7849 | 36.07 | 0.4684 | 2.21248 | 4.42 |
| 41.5543 | 30.38 | 0.2676 | 2.17328 | 3.72 |
| 42.3611 | 32.16 | 0.4015 | 2.13374 | 3.94 |
| 43.5872 | 273.34 | 0.0669 | 2.07652 | 33.48 |
| 45.9351 | 27.00 | 0.2676 | 1.97570 | 3.31 |
| 47.1970 | 165.83 | 0.2007 | 1.92578 | 20.31 |
| 48.5245 | 22.84 | 0.3346 | 1.87615 | 2.80 |
| 49.3454 | 17.78 | 0.4015 | 1.84685 | 2.18 |
| 52.0525 | 12.72 | 0.3346 | 1.75699 | 1.56 |
| 53.6891 | 18.38 | 0.4015 | 1.70723 | 2.25 |
| 55.4378 | 27.88 | 0.3346 | 1.65745 | 3.42 |
| 56.2265 | 281.59 | 0.2676 | 1.63606 | 34.49 |
| 58.7992 | 22.21 | 0.4684 | 1.57046 | 2.72 |
| 59.6206 | 19.70 | 0.4015 | 1.55077 | 2.41 |
| 62.5239 | 177.56 | 0.1673 | 1.48557 | 21.75 |
| 64.0816 | 18.78 | 0.2676 | 1.45316 | 2.30 |
| 67.5693 | 160.76 | 0.1020 | 1.38525 | 19.69 |
| 68.7185 | 62.27 | 0.3346 | 1.36599 | 7.63 |
| 76.7158 | 22.11 | 0.4015 | 1.24230 | 2.71 |
| 81.2655 | 15.45 | 0.4015 | 1.18386 | 1.89 |

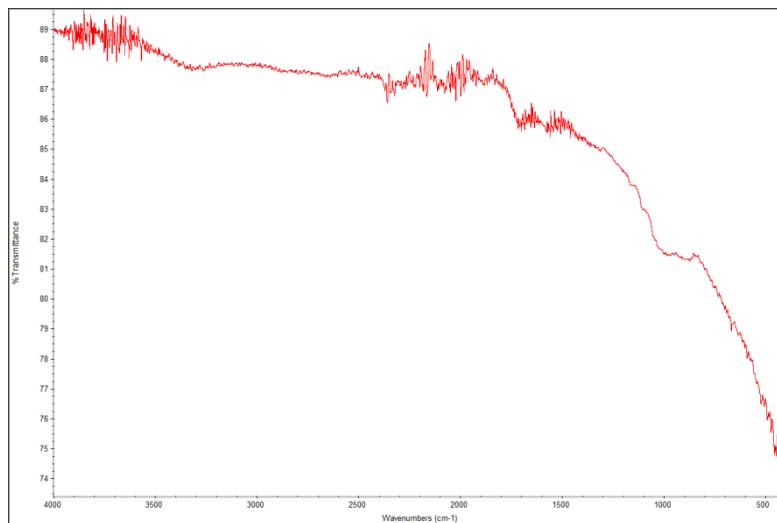
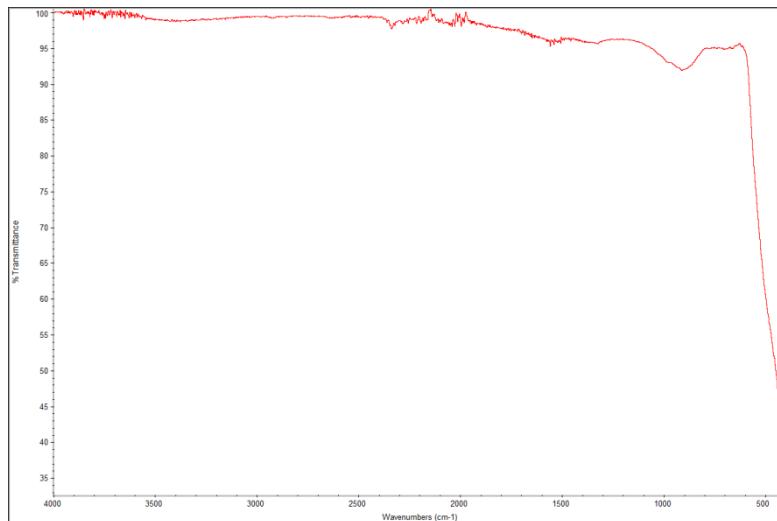
II. Grafik FTIR

a. Grafit

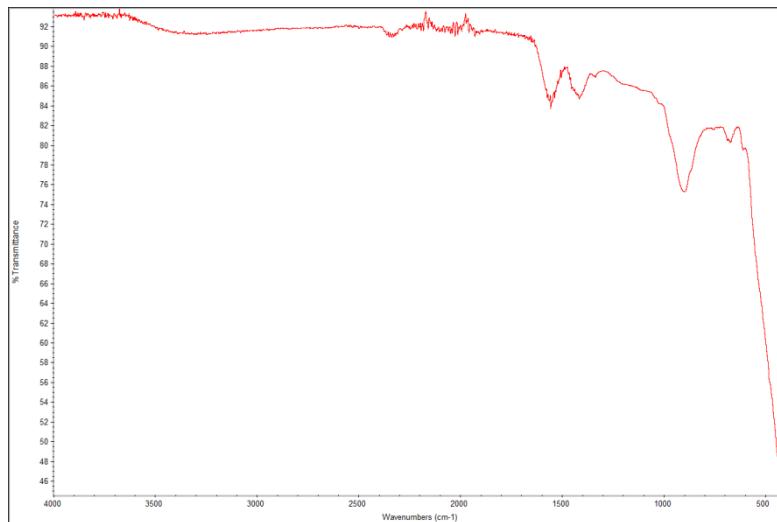


b. Grafit Oksida

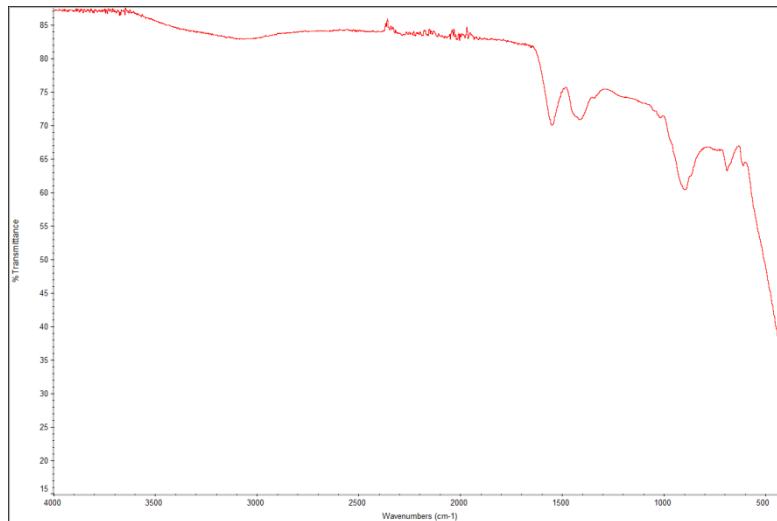


c. Reduced Graphene Oxide**d. ZnO**

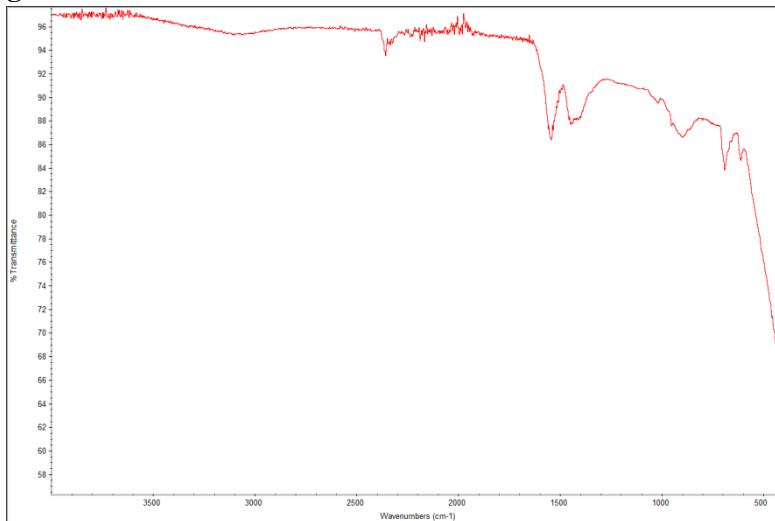
e. ZnO/rGO 3%



f. ZnO/rGO 6%



g. ZnO/rGO 9%



III. Perhitungan Regresi Linear

| No | Ppm | Nilai Absorbansi |
|----|-----|------------------|
| 1 | 2 | 0.1564 |
| 2 | 4 | 0.3203 |
| 3 | 6 | 0.4957 |
| 4 | 8 | 0.7606 |
| 5 | 10 | 0.9575 |

Absorbansi *Methylene Blue*

| x | y | xy | x ² | y ² |
|----|--------|--------|----------------|----------------|
| 2 | 0,1564 | 0,3128 | 4 | 0,02446096 |
| 4 | 0,3203 | 1,2812 | 16 | 0,10259209 |
| 6 | 0,4957 | 2,9742 | 36 | 0,24571849 |
| 8 | 0,7606 | 6,0848 | 64 | 0,57851236 |
| 10 | 0,9575 | 9,575 | 100 | 0,91680625 |
| 30 | 2,6905 | 20,228 | 220 | 1,86809015 |

$$y = a + bx$$

$$a = \frac{(\sum y_i)(\sum x_i^2) - (\sum x_i)(\sum x_i y_i)}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$

$$a = \frac{2,6905(220)-(30)(20,228)}{5(220)-(30)} = -0,0746$$

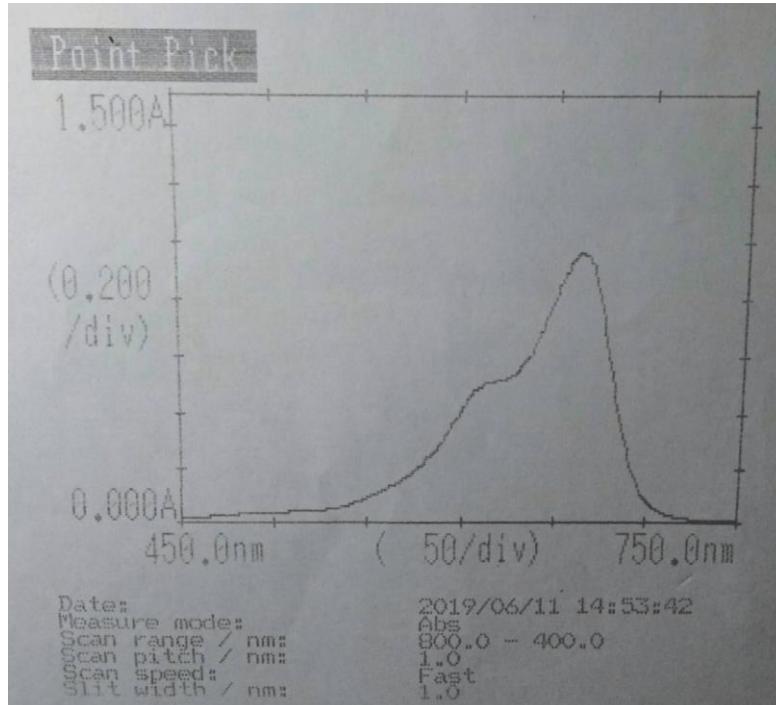
$$b = \frac{n(\sum x_i y_i) - (\sum x_i)(\sum y_i)}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$

$$b = \frac{5(20,228)-(30)(2,6905)}{5(220)-(30)} = 0,1021$$

$$y = 0,1021x - 0,0746$$

IV. Pengujian UV-Vis

a. Absorbansi *Methyelene Blue*



b. Degradasi *Methylene Blue*

| Date: | 2019/06/24 12:35:58 | |
|--------------------------|---------------------|--------|
| Measure mode: | Abs | |
| Wavelength / nm: | 665,0 | |
| K factor: | 1.0000 | |
| Data accumulation / sec: | 0.2 | |
| Slit width / nm: | 1.0 | |
| No. | Abs | K0Abs |
| 1 | 0.061 | 0.0614 |
| 2 | 0.130 | 0.1295 |
| 3 | 0.201 | 0.1918 |
| 4 | 0.279 | 0.2694 |
| 5 | 0.371 | 0.3709 |
| 6 | 0.420 | 0.4694 |
| 7 | 0.233 | 0.2267 |
| 8 | 0.359 | 0.3573 |
| 9 | 0.437 | 0.4372 |
| 10 | 0.501 | 0.5006 |
| 11 | 0.305 | 0.3053 |
| 12 | 0.398 | 0.3979 |
| 13 | 0.494 | 0.4939 |
| 14 | 0.533 | 0.5333 |
| 15 | 0.682 | 0.6823 |
| 16 | 0.661 | 0.6610 |
| 17 | 0.716 | 0.7164 |
| 18 | 0.743 | 0.7429 |
| 19 | 0.817 | 0.8157 |
| 20 | 0.858 | 0.8578 |

(halaman ini sengaja dikosongkan)

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih ini penulis sampaikan kepada pihak-pihak yang telah membantu penulis ketika penulisan dalam bentuk apapun. Ucapan terima kasih ini penulis sampaikan kepada:

1. Meishella Tri A'yuni, S. Ked. yang selalu memberikan penulis semangat dalam suka maupun duka
2. M. Ikhsan Alfinus yang selalu menemani, membantu, mengganggu maupun berdebat dalam penulisan.
3. Mbak Yenny Widya R. yang telah membantu banyak dalam penulisan tugas akhir ini dan teman-teman tim Laboratorium Kimia Material (Nikmah, David, Putro, dan Helmi) yang sering membantu penulis dalam penelitian ini.
4. Luthfi dan Fikri yang telah memberi support dan menemani penulis ketika penat dan seluruh teman-teman UKM Bridge ITS
5. Seluruh teman-teman Kontrakkan Berkah (Adhe, Aryo, Ivan, Erwin, Iqbal, Faisal, dan Ghifari)
6. Seluruh teman-teman Teh Sisri (Adhe, Atk, Wira, Erwin, Galih, Ghazi, Iib, Reza, Rafiandy, Ivan, dan Iqbal)
7. Seluruh teman-teman Bro-Bro (Alfin, Arfiansyah, Aryo, Audi, Deni, Fikra, Fikri M., Ghifari, Ifthar, Alfinus, Petot, Maul, dan Wahuy).
8. Seluruh teman-teman SATG (Tito, Nicho, Nandut, Adya, Alvian, Eprine, Ndog, Yoga, Damar, Abi, Aufa, Adul, Dolah, Fauzi, Kresna, Daffa, Ari, Dhika, Betmen, David, Raihan, dan Edo) dan Budhe.
9. Seluruh teman-teman Umat Jarediyah (Rhino, Greeman, Jared, Bram, Kikim, Mik, Deka, Mahok, Po, Luqman, Edri, Kem, Broto)
10. Seluruh teman-teman Colossal IPA 5
11. Seluruh teman-teman STIGMA
12. Seluruh teman-teman Kost Pak Hadi Wisma Permai (Nabil, Rio, Erwin, Galih, dll.)

-
13. Seluruh teman-teman Nirwana
 14. Pihak-pihak yang tidak dapat disebutkan satu-satu yang telah membantu penulis.

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Ilham Taufiqurrahman Untoro. Lahir di Jember pada tanggal 13 Maret 1997 dari ayah bernama Budi Untoro dan ibu bernama Nurul Hayati. Penulis adalah putra kedua dari dua bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal di SD Al-Furqan Jember, lalu SMP Negeri 3 Jember, lalu SMA Negeri 1 Jember. Penulis melanjutkan Pendidikan di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Departemen Teknik Material Fakultas Teknologi Industri. Semasa kuliah

penulis aktif di berbagai kegiatan intra kampus antara lain pernah menjadi Wakil Direktur Badan Semi Otonom Minat Bakat HMMT FTI-ITS 2017/2018, kemudian Kepala Departemen Internal Unit Kegiatan Mahasiswa (UKM) Bridge ITS 2017/2018. Penulis juga aktif dalam perlombaan Bridge tingkat Provinsi, Nasional, maupun Internasional. Terakhir tahun 2019 penulis sedang mengikuti Seleksi Tim Nasional Bridge Indonesia U-26 untuk perwakilan Kejuaraan Dunia 2020 di Kroasia. Sebagai tugas akhir, penulis mengambil topik mengenai material inovatif terkhususnya di bidang material terbarukan *reduced graphene oxide*.

