



ITS
Institut
Teknologi
Sepuluh Nopember

SKRIPSI

**PENGURANGAN WARNA METILEN BIRU
MENGUNAKAN FOTOKATALIS ZnO/ZSM-5
DI BAWAH PENYINARAN UV-LED**

**LELY DWI ASTUTI
NRP. 0121154000010**

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

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



ITS
Institut
Teknologi
Sepuluh Nopember

SCRIPT

**DECOLORIZATION OF METHYLENE BLUE
DYE USING ZnO/ZSM-5 PHOTOCATALYST
UNDER UV-LED IRRADIATION**

**LELY DWI ASTUTI
NRP. 0121154000010**

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

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

**PENGURANGAN WARNA METILEN BIRU
MENGUNAKAN FOTOKATALIS ZnO/ZSM-5
DI BAWAH PENYINARAN UV-LED**

SKRIPSI

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

Oleh :

LELY DWI ASTUTI
NRP. 0121154000010

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

LEMBAR PENGESAHAN

**PENGURANGAN WARNA METILEN BIRU
MENGUNAKAN FOTOKATALIS $ZnO/ZSM-5$
DI BAWAH PENYINARAN UV-LED**

SKRIPSI

Oleh:

LELY DWI ASTUTI
NRP. 0121154000010

Surabaya, 5 Juli 2019

Menyetujui,

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II



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



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

Mengetahui,
Kepala Departemen Kimia FSAINS ITS



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

*Karya ini saya persembahkan untuk
Mama, ayah, keluarga tercinta
Dr. Yuly Kusumawati, S.Si., M.Si
Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc
serta teman-teman GOLDSCHMIDT*

**PENGURANGAN WARNA METILEN BIRU
MENGUNAKAN FOTOKATALIS ZnO/ZSM-5 DI
BAWAH PENYINARAN UV-LED**

Nama : Lely Dwi Astuti
NRP : 01211540000010
Departemen : Kimia
Pembimbing 1 : Dr. Yuly Kusumawati, S.Si., M.Si
Pembimbing 2 : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc.

ABSTRAK

Penelitian mengenai pengurangan zat warna metilen biru menggunakan fotokatalis ZnO/ZSM-5 di bawah lampu UV-LED telah dilakukan. ZnO/ZSM-5 disintesis menggunakan metode impregnasi melalui penambahan ZSM-5 dua gram ke dalam larutan Zn 0,3 M 10 mL. Fotokatalis yang telah disintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan *X-ray Diffractometer* (XRD), *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *Field Emission Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (FESEM-EDX), dan *Surface Area Analyzer* (SAA). Analisis sampel menunjukkan penambahan puncak ZnO pada 2θ 31,60; 34,21; 36,08; 47,35; 56,50; 62,73; 67,83°, yang menandakan proses impregnasi berhasil dilakukan. Adapun uji aktivitas fotokatalis dilakukan terhadap zat warna metilen biru 100 mg L⁻¹. Aktivitas ZSM-5 dan ZnO/ZSM-5 diuji di bawah penyinaran lampu UV-LED maupun kondisi gelap secara triplo. Data persen *removal* menunjukkan bahwa pengurangan zat warna pada ZnO/ZSM-5 di bawah penyinaran lampu selama 15 menit sebesar 78,3168%.

Kata Kunci: Fotokatalis, ZnO, ZSM-5, Impregnasi, Metilen Biru

DECOLORIZATION OF METHYLENE BLUE DYE USING ZnO/ZSM-5 PHOTOCATALYST UNDER UV-LED IRRADIATION

Name : Lely Dwi Astuti
NRP : 0121154000010
Department : Chemistry
Advisor Lecturer 1 : Dr. Yuly Kusumawati, S.Si., M.Si
Advisor Lecturer 2 : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc.

ABSTRACT

A research about decolorization of methylene blue dye using photocatalyst ZnO/ZSM-5 under UV-LED lamp has been done. ZnO/ZSM-5 was synthesized using impregnation method by adding two grams ZSM-5 to Zn solution 0,3 M 10 mL. Photocatalyst was characterized using X-ray Diffractometer (XRD), Fourier Transform Infrared (FTIR), Field Emission Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (FESEM-EDX), and Surface Area Analyzer (SAA). Analysis using XRD show addition characteristic peaks of ZnO at 2θ 31,60; 34,21; 36,08; 47,35; 56,50; 62,73; 67,83°, that indicate a successful impregnation process. Photocatalytic activity test was carried out on methylene blue dye 100 mg L⁻¹. ZSM-5 and ZnO activities were tested under UV-LED irradiation and dark conditions. Data showed that percent removal of dye occurred on ZnO/ZSM-5 under 15 minutes irradiation is 78,3168%.

Keywords: Photocatalyst, ZnO, ZSM-5, Impregnation, Methylene Blue

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa karena atas izin, pertolongan, dan kehendak-Nya, skripsi berjudul *“Pengurangan Warna Metilen Biru Menggunakan Fotokatalis ZnO/ZSM-5 di Bawah Penyinaran UV-LED”* dapat diselesaikan dengan baik.

Skripsi ini dapat diselesaikan berkat adanya bantuan dan kerja sama dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan terima kasih dengan segala ketulusan dan kerendahan hati kepada:

1. Dr. Yuly Kusumawati, S.Si, M.Si., selaku dosen pembimbing yang telah memberikan ilmu, waktu, tenaga, perhatian, arahan, motivasi, dan nasihat dalam membimbing penulis hingga selesai,
2. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc., selaku dosen pembimbing dan Kepala Departemen Kimia FSAINS ITS yang telah memberikan pengarahan maupun fasilitas dalam penyusunan skripsi,
3. Dr. Drs. Djoko Hartanto, M.Si. selaku Kepala Laboratorium Kimia Material dan Energi yang telah memberikan fasilitas penunjang dalam penelitian,
4. Drs. Eko Santoso, M.Si., selaku dosen wali yang telah meluangkan waktu dan memberikan arahan serta masukan kepada penulis selama menjalani pendidikan di Departemen Kimia FSAINS ITS,
5. Seluruh dosen dan karyawan Departemen Kimia FSAINS ITS atas ilmu dan dedikasinya,
6. Orang tua penulis yang selalu memberikan doa, perhatian, dan dukungan,
7. Garcelina Rizky Anindika, Riki Subagyo, dan Nanda Pebri Prayogo atas kerja sama dan dukungan selama menjadi mahasiswa,

8. Imas Ayu Lestari, Rima Rahmatul Hidayah, Eka Wahyu, Febri Indah Riyani, dan teman-teman kos E-46 atas saran dan dukungan yang diberikan,
9. Disa Razani dan Indrya Hidayati yang memberikan waktu luang serta hiburan selama pengerjaan skripsi,
10. Teman-teman *Goldschmidt* 2015 dan anggota Laboratorium Kimia Material dan Energi atas solidaritas, kekeluargaan, dan dukungan yang telah diberikan,
11. Semua pihak yang membantu dalam penyelesaian skripsi ini, yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa di dalam penulisan skripsi ini tidak lepas dari kekurangan karena keterbatasan kemampuan, pengetahuan, dan pengalaman yang penulis miliki. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun. Akhir kata, penulis berharap agar skripsi ini dapat memberikan manfaat dan pengetahuan bagi para pembaca.

Surabaya, 29 Mei 2019

Penulis

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN.....	iv
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	vii
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1. 1 Latar Belakang.....	1
1. 2 Perumusan Masalah	2
1. 3 Tujuan Penelitian	2
1. 4 Manfaat Penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2. 1 Fotokimia dan Fotokatalisis.....	5
2. 2 Semikonduktor ZnO	9
2. 3 Zeolit ZSM-5	10
2. 4 Metilen Biru.....	11
2. 5 Tinjauan Instrumen.....	13
2. 5. 1 <i>X-Ray Diffractometer (XRD)</i>	13
2. 5. 2 <i>Fourier Transform Infrared (FTIR)</i>	17
2. 5. 3 <i>Field Emission Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-Ray (FESEM-EDX)</i>	20
2. 5. 4 Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen.....	23
2. 5. 5 <i>Ultraviolet-Visible (UV-Vis)</i>	23
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	27
3. 1 Alat dan Bahan	27
3. 1. 1 Alat.....	27
3. 1. 2 Bahan.....	27
3. 2 Prosedur Penelitian	27
3. 3 Karakterisasi ZSM-5 dan ZnO/ZSM-5	29
3. 3. 1 Karakterisasi Struktur Kristal Menggunakan <i>X-Ray Diffractometer (XRD)</i>	29

3. 3. 2	Karakterisasi Ikatan Kimia dengan Spektroskopi <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	29
3. 3. 3	Karakterisasi Morfologi Permukaan dengan <i>Field Emission Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy</i> (FESEM-EDX)	29
3. 3. 4	Karakterisasi menggunakan <i>Surface Area Analyzer</i> (SAA).....	30
3. 3. 5	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru	30
3. 3. 6	Pembuatan Kurva Kalibrasi	30
3. 3. 7	Penghitungan Absorbansi menggunakan Instrumen UV-Vis.....	30
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....		31
4. 1	Preparasi ZSM-5.....	31
4. 2	Sintesis ZnO/ZSM-5.....	32
4. 3	Karakterisasi ZSM-5 dan ZnO/ZSM-5.....	32
4. 3. 1.	Karakterisasi Struktur Kristal Menggunakan Spektroskopi <i>X-Ray Diffractometer</i> (XRD).....	32
4. 3. 2.	Karakterisasi Ikatan Kimia dengan Spektroskopi <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	34
4. 3. 3.	Karakterisasi Morfologi Permukaan dengan <i>Field Emission Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray</i> (FESEM-EDX) <i>Spectroscopy</i>	36
4. 3. 4.	Karakterisasi Luas Permukaan menggunakan <i>Surface Area Analyzer</i> (SAA).....	38
4. 4	Uji Aktivitas Fotokatalis.....	40
BAB V KESIMPULAN.....		47
5. 1	Kesimpulan.....	47
5. 2	Saran.....	47
DAFTAR PUSTAKA.....		49
BIOGRAFI PENULIS.....		71

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Mekanisme Fotokatalisis	8
Gambar 2. 2 Struktur Zeolit ZSM-5	11
Gambar 2. 3 Struktur Kanal ZSM-5	11
Gambar 2. 4 Struktur Metilen Biru.....	12
Gambar 2. 5 Sinar pada <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	15
Gambar 2. 6 Difraktogram ZnO	15
Gambar 2. 7 Difraktogram ZSM-5 dari Kaolin.....	16
Gambar 2. 8 Skema Kerja Instrumen FTIR.....	18
Gambar 2. 9 Contoh Spektra FTIR dan Pita Serapan Khas pada ZSM-5	19
Gambar 2. 10 Contoh Spektra FTIR ZnO	20
Gambar 2. 11 Komponen FESEM.....	22
Gambar 2. 12 Diagram Alat Spektrofotometer UV-Vis <i>Single Beam</i>	24
Gambar 2. 13 Diagram Alat Spektrofotometer UV-Vis <i>Double Beam</i>	24
Gambar 3. 1 Komponen Alat.....	28
Gambar 4. 1 Sampel ZSM-5 Sebelum Proses Kalsinasi.....	31
Gambar 4. 2 Sampel ZSM-5 Setelah Proses Kalsinasi.....	31
Gambar 4. 3 Difraktogram (a) ZSM-5 (b) ZnO/ZSM-5	33
Gambar 4. 4 Spektra FTIR (a) ZSM-5 (b) ZnO/ZSM-5	34
Gambar 4. 5 Hasil Analisis FESEM.....	36
Gambar 4. 6 Persebaran Unsur dari Sampel ZnO/ZSM-5	37
Gambar 4. 7 Spektrum EDX Sampel ZnO/ZSM-5.....	38
Gambar 4. 8 Grafik <i>Isotherm</i> Adsorpsi-Desorpsi N ₂	39
Gambar 4. 9 Distribusi Ukuran Pori ZSM-5	40
Gambar 4. 10 Endapan Hasil Pengurangan Warna	41

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Sifat Fisik dan Kimia Metilen Biru	12
Tabel 4. 1 Komposisi Unsur Dalam ZnO/ZSM-5	38
Tabel 4. 2 Absorbansi ZSM-5 dan ZnO/ZSM-5	42
Tabel 4. 3 Data Absorbansi, Konsentrasi Akhir, dan Persen <i>Removal</i>	43

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A: SKEMA KERJA	57
LAMPIRAN B: PERHITUNGAN	60
LAMPIRAN C: KARAKTERISASI.....	62
C. 1 XRD	62
C. 2 FTIR	64
C. 3 FESEM-EDX	66
C. 4 BET	69
LAMPIRAN D: KURVA STANDAR METILEN BIRU	70

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pertumbuhan industri tekstil mengalami peningkatan secara signifikan setiap tahun dan sebanding dengan populasi penduduk dunia yang mencapai 7.600.000.000 pada tahun 2017 (*Department of Economic and Social Affairs*, 2017; Gita dkk., 2016). Berdasarkan data Kementerian Perindustrian Indonesia (2013), jumlah industri tekstil pada tahun 2013 sebanyak 2916 unit. Pada tahun 2018, produksi tekstil di Indonesia mencapai 594.000 ton (Kementerian Perindustrian, 2018). Jumlah tersebut sebanding dengan konsumsi zat warna sebagai komponen penting dalam industri tekstil (Ladhe dkk., 2011). Mayoritas zat warna yang digunakan oleh industri tekstil adalah jenis sintetis dengan alasan murah, mudah diperoleh, tahan lama, dan efektif penggunaannya (Naimah dkk., 2014).

Menurut penelitian Wang dkk. (2018) dan Sivakumar dkk. (2012), terdapat lebih dari 700.000 ton pewarna dari 8000 jenis sintetis digunakan setiap tahun yang meliputi zat warna azo, diazo, asam, basa, hingga antrakuinon. Selama proses produksi tekstil, 20% zat warna larut ke dalam limbah industri, sehingga dapat memberikan dampak negatif bagi lingkungan dan kesehatan (Babalola dkk., 2016). Limbah industri yang masih mengandung zat warna bersifat *toxic* (Babalola dkk., 2016), karsinogenik (Stavrinou dkk., 2018), dan dapat menyebabkan mutasi genetik (Aly-Eldeen dkk., 2018). Salah satu jenis zat warna yang sering digunakan dalam industri tekstil adalah metilen biru.

Metilen biru merupakan pewarna *thiazine* kationik bersifat basa dan termasuk senyawa aromatis. Metilen biru merupakan senyawa yang cukup stabil, sehingga sulit didegradasi. Metilen biru yang masuk ke lingkungan perairan dapat menyebabkan iritasi pada mata, kulit, hingga saluran pencernaan. Adsorpsi dan koagulasi adalah proses yang dapat digunakan untuk menghilangkan limbah, akan tetapi metode tersebut hanya

mengubah fasa limbah pewarna dari cair menjadi padat. Selain itu, pengurangan warna menggunakan metode koagulasi dapat menghasilkan *sludge* (lumpur) yang membutuhkan pengolahan lebih lanjut karena tergolong ke dalam limbah B3 dan menjadi masalah baru bagi unit pengolahan limbah (Maizatrisna, 2007). Oleh karena itu, diusulkan metode *Advanced Oxidation Processes* (AOPs) yang memanfaatkan zat pengoksidasi untuk menghilangkan limbah. Metode AOPs dipilih karena memiliki efisiensi degradasi tinggi, laju reaksi tinggi, dan tidak menghasilkan produk samping yang membutuhkan pengolahan lebih lanjut (Ajmal dkk., 2014; Chan dkk., 2011). Adapun salah satu metode tersebut adalah fotokatalis yang memanfaatkan semikonduktor dengan bantuan penyinaran cahaya tampak untuk melakukan proses rekombinasi elektron. Pada penelitian ini digunakan pendukung (*support*) katalis ZSM-5 yang diimpregnasi dengan semikonduktor ZnO sebagai agen fotokatalisis untuk mendegradasi zat warna metilen biru.

1.2 Perumusan Masalah

ZnO merupakan semikonduktor yang dapat digunakan untuk aplikasi fotokatalis pengurangan warna limbah metilen biru. Modifikasi menggunakan pendukung katalis zeolit ZSM-5 merupakan salah satu upaya untuk memperbaiki kinerja katalis logam murni, karena memiliki stabilitas termal rendah dan mudah mengalami pengurangan luas permukaan. Zeolit ZSM-5 dipilih sebagai pendukung katalis karena memiliki struktur berpori dengan luas permukaan besar dan tahan panas. Pada penelitian ini dilakukan modifikasi semikonduktor ZnO melalui metode impregnasi dengan pendukung (*support*) katalis berupa zeolit ZSM-5 yang telah diaktivasi dan mengetahui aplikasinya terhadap pengurangan warna metilen biru.

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan ZnO/ZSM-5 dan mengetahui hasil pengurangan warna menggunakan material

tersebut tanpa cahaya dan di bawah penyinaran lampu UV-LED selama 15 menit.

1.4 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi terhadap pengembangan penelitian mengenai aplikasi pengurangan warna menggunakan zeolit ZSM-5 dan semikonduktor ZnO terhadap limbah zat warna, khususnya metilen biru.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Fotokimia dan Fotokatalisis

Fotokimia merupakan cabang ilmu yang mempelajari pengaruh cahaya terhadap reaksi kimia (Wardle, 2009). Istilah tersebut digunakan untuk mendeskripsikan reaksi kimia yang diakibatkan oleh penyerapan sinar ultraviolet (100-400 nm), cahaya tampak (400-750 nm), dan radiasi inframerah (750-2500 nm). Terdapat dua hukum dasar dalam memahami reaksi fotokimia. Hukum pertama fotokimia (*Grotthuss-Draper Law*) menyatakan bahwa reaksi kimia dapat terjadi pada saat penyerapan cahaya dengan energi dan panjang gelombang tertentu. Penyerapan energi tersebut menyebabkan eksitasi elektron. Hukum kedua fotokimia (*Stark-Einstein Law*) menyatakan bahwa satu foton dari cahaya hanya dapat diserap oleh satu partikel. Energi yang diserap dapat mengeksitasi elektron suatu molekul dari keadaan dasar (*Ground state*) ke kondisi tereksitasi (*excited state*). Adapun energi yang diserap memiliki persamaan sebagai berikut:

$$\Delta E = h\nu \quad [2.1]$$

Keterangan :

ΔE : Perbedaan energi diantara dua tingkat

h : Konstanta planck ($6,62 \times 10^{-34}$ J s)

ν : Frekuensi penyinaran

(Oxtoby dkk., 2012)

Hukum kedua fotokimia memiliki prinsip ekuivalensi *einstein* dengan satu mol setara satu *einstein*. Adapun persamaan ekuivalensi *einstein* adalah sebagai berikut:

$$\Delta E = N h \nu \quad [2.2]$$

Keterangan :

N : Bilangan avogadro ($6,02 \times 10^{23}$ mol⁻¹)

Fotokatalis adalah zat yang dapat meningkatkan laju reaksi kimia melalui aktivasi katalis oleh energi foton cahaya tampak (Umar dan Abdul, 2013). Fotokatalis dapat memproduksi pasangan elektron-*hole* (e^-h^+) dan melakukan transformasi kimia melalui proses reduksi dan oksidasi (Chan dkk., 2011). Pasangan elektron-*hole* dapat terbentuk pada daerah pita yang disinari cahaya tampak (Gupta dkk., 2017). Elektron (e^-) berada pada pita konduksi, sedangkan *hole* (h^+) pada pita valensi (Zhao dkk., 2016). Pasangan elektron-*hole* berperan dalam penentuan reaksi reduksi atau oksidasi pada fotokatalisis (Zhang dkk., 2015).

Faktor utama yang mempengaruhi fotokatalisis adalah energi foton dan katalis yang digunakan (Yasmina dkk., 2014). Berdasarkan penelitian Li dkk. pada tahun 2013, menyatakan bahwa proses fotokatalisis dipengaruhi oleh kemampuan adsorpsi dari molekul target, pemisahan, dan transfer elektron-*hole* (e^-h^+).

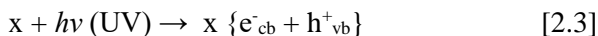
Fotokatalis merupakan material yang dapat digunakan untuk tujuan tertentu, diantaranya adalah degradasi polutan organik pada limbah air (Cao dkk., 2017), produksi hidrogen (Liao dkk., 2012), sensor gas (Suman dkk., 2015), degradasi rhodamin B (Shi dkk., 2014), dan proses pengolahan limbah pertanian maupun industri (Gupta dan Tripathi, 2011).

Mekanisme fotokatalisis diawali dengan penyerapan energi foton sinar UV yang memiliki panjang gelombang tertentu oleh semikonduktor, sehingga dihasilkan elektron-*hole* (Kusumawati dkk., 2017). Mekanisme fotokatalisis dapat dilihat pada Gambar 2.1. Radikal hidroksil pada proses fotokatalisis berperan dalam mendegradasi polutan organik dan mengubahnya menjadi senyawa yang kurang beracun, seperti CO_2 dan H_2O (Gupta dkk., 2017). Ajmal dkk. pada tahun 2014 menyatakan bahwa mekanisme fotokatalisis terdiri dari empat tahap, yaitu:

A. Fotoeksitasi

Reaksi fotokatalisis diawali dengan eksitasi elektron dari pita valensi (vb) yang penuh dengan elektron pada semikonduktor menuju pita konduksi (cb) akibat adanya penyinaran oleh cahaya tampak. Eksitasi terjadi karena foton cahaya dengan energi sebesar

$h\nu$ terserap di permukaan saat penyinaran mengenai pita valensi. Eksitasi elektron terjadi ketika energi cahaya yang menyinari semikonduktor sama atau lebih besar dari energi celah pita. Elektron yang tereksitasi tersebut mengalami difusi ke permukaan katalis dan mengambil bagian pada reaksi kimia dengan molekul pendonor dan akseptor. Proses eksitasi ini meninggalkan *hole* positif pada pita valensi (h^+_{vb}). Tahap fotoeksitasi memiliki persamaan sebagai berikut:

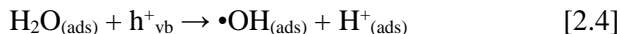


Keterangan :

x : Semikonduktor
 e^-_{cb} : Elektron pada pita konduksi
 h^+_{vb} : *Hole* pada pita valensi

B. Ionisasi Air

Hole positif (h^+) pada pita valensi dapat bereaksi dengan air yang berperan sebagai donor elektron untuk menghasilkan radikal hidroksil $\bullet\text{OH}$. Radikal hidroksil yang terbentuk pada permukaan semikonduktor tersebut merupakan agen pengoksidasi yang kuat. Radikal ini akan bereaksi dengan molekul organik yang teradsorpsi atau senyawa lain yang bersifat tidak selektif dan dekat dengan permukaan katalis. Berikut reaksi yang terjadi pada tahap ionisasi air :



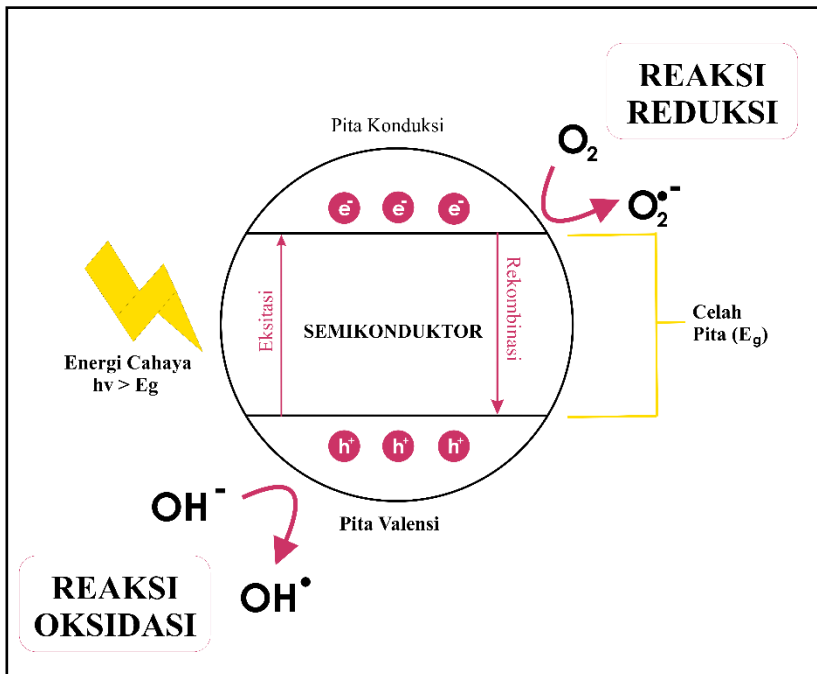
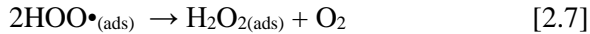
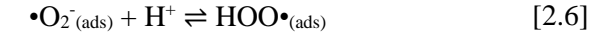
C. Ionosorpsi Oksigen

Elektron pada pita konduksi (e^-_{cb}) mengalami ionosorpsi melalui reaksi dengan akseptor elektron pada saat ionisasi air berlangsung. Akseptor elektron berasal dari oksigen ($\text{O}_{2(\text{g})}$) di atmosfer. Elektron pada pita konduksi (e^-_{cb}) dapat mereduksi oksigen menjadi superoksida $\bullet\text{O}_2^-$ dengan reaksi sebagai berikut:



D. Protonasi Superoksida

Superoksida $\bullet\text{O}_2^-$ yang terbentuk melalui proses ionosorpsi selanjutnya mengalami protonasi membentuk radikal *hydroperoxyl* $\text{HO}_2\bullet$ untuk diubah menjadi radikal hidroksil $\bullet\text{OH}$ dengan kereaktifan yang tinggi melalui tahapan berikut ini:



Gambar 2.1 Mekanisme Fotokatalisis (Ajmal dkk., 2014)

Fotokatalisis termasuk ke dalam metode *Advanced Oxidation Processes* (AOPs) yang memanfaatkan radikal hidroksil

•OH untuk menurunkan toksisitas senyawa organik pada limbah air (Mota dkk., 2008). Berdasarkan penelitian Eassa pada tahun 2012, menyatakan bahwa mekanisme metode AOPs secara garis besar dibagi menjadi tiga tahap sebagai berikut:

- A. Pembentukan oksidan (Misalnya yaitu pembentukan •OH)
- B. Penyerangan molekul target oleh •OH dan mengubahnya menjadi intermediet yang mudah diuraikan
- C. Pembentukan senyawa tidak berbahaya (Produksi H₂O, CO₂, dan garam anorganik).

Pada penelitian ini, metode AOPs berbasis fotokatalis dipilih karena dapat menurunkan toksisitas senyawa organik, memiliki laju reaksi tinggi, dan tidak menghasilkan produk samping yang membutuhkan pengolahan lebih lanjut.

2.2 Semikonduktor ZnO

Semikonduktor merupakan material dengan nilai konduktivitas diantara bahan konduktor dan isolator. Semikonduktor mempunyai harga konduktivitas $10^{-8} - 10^6 \text{ S m}^{-1}$ pada suhu ruang (Kireev, 1978). Material ini memiliki nilai resistivitas listrik $10^{-2} - 10^9 \text{ } \Omega \text{ cm}^{-1}$ dan celah energi 0 - 4 eV (Yu dan Cardona, 2010). Semikonduktor dapat berperan sebagai isolator pada suhu rendah dan menjadi konduktor pada suhu ruang. Bahan ini memiliki celah pita energi kurang dari 6 eV.

Berdasarkan penelitian Janotti dan Van (2009), menyebutkan bahwa kristal ZnO memiliki celah pita di daerah spektra UV dan termasuk semikonduktor tipe n. Semikonduktor ZnO memiliki celah pita energi 3,37 eV (Muslim dkk., 2017). Semikonduktor ZnO memiliki potensi sebagai bahan untuk mendegradasi limbah zat warna karena memiliki kemampuan menyerap sinar UV lebih besar dibandingkan bahan lain. Pada penelitian ini, semikonduktor ZnO dipilih karena dapat mendegradasi molekul organik, memiliki fotosensitivitas, rendah biaya, efisiensi katalitik tinggi, menghasilkan radikal hidroksil di air, dan aman bagi lingkungan (Pung dkk., 2012; Singhal dkk., 2008).

2.3 Zeolit ZSM-5

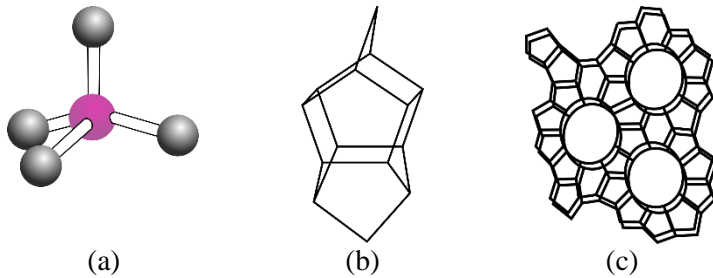
Zeolit merupakan padatan kristal aluminosilikat mikropori dengan interaksi sudut antara tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ yang membentuk kerangka tiga dimensi (Auerbach dkk., 2003; Mgbemere dkk., 2017; Nabavi dkk., 2019). Kerangka tersebut dihubungkan oleh atom oksigen melalui penggunaan elektron bersama untuk membentuk struktur kristalin dengan berbagai komposisi *framework*. Berdasarkan data Asosiasi Internasional Zeolit, terdapat lebih dari 225 jenis zeolit dengan topologi yang berbeda (Zhang dan Ostraat, 2016).

Zeolit memiliki karakteristik sebagai material dengan luas permukaan besar, kapabilitas penukar ion baik, keasaman, dan stabilitas termal tinggi (Zhang dan Ostraat, 2016). Zeolit mempunyai sisi asam lewis dan asam brønsted yang berperan dalam reaksi katalisis (Kondo dkk., 2010). Zeolit bertindak sebagai asam lewis pada saat menerima pasangan elektron bebas dan berperan sebagai asam brønsted saat mendonorkan proton.

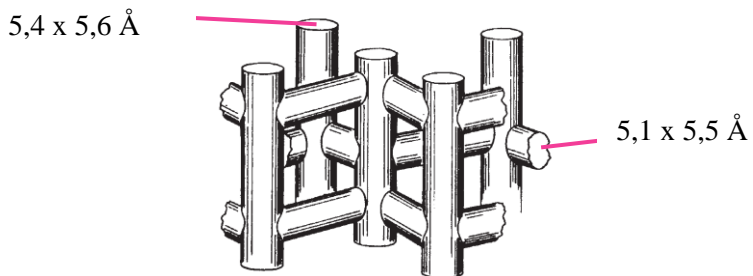
ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile-5*) merupakan zeolit jenis MFI yang pertama kali disintesis oleh divisi katalis *mobile corporation* pada tahun 1972 (Khatamian dkk., 2014). ZSM-5 memiliki rasio komposisi Si/Al diantara 10-100 dengan rumus molekul $\text{Na}_n\text{Al}_n\text{Si}_{96-n}\text{O}_{192}\cdot 16\text{H}_2\text{O}$ dengan nilai n adalah 3-27 (Kokotailo dkk., 1978). ZSM-5 memiliki struktur primer $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ yang membentuk cincin pentasil 5-1 pada Gambar 2.2. Struktur zeolit MFI memiliki 10 cincin oksigen yang saling terhubung sehingga menghasilkan 2 jenis sistem kanal, yaitu kanal lurus dengan lubang pori $5,4 \times 5,6 \text{ \AA}$ dan kanal sinusoidal (elips) dengan lubang pori $5,1 \times 5,5 \text{ \AA}$ (Meng, 2018) seperti pada Gambar 2.3.

ZSM-5 dapat berperan sebagai pendukung (*support*) katalis yang memungkinkan pembentukan katalis berpartikel besar dengan kristal berukuran kecil yang terpisah satu sama lain. Berdasarkan penelitian Perego dan Villa (1997), menyatakan bahwa pendukung katalis harus memiliki sifat lebih tahan terhadap proses pemanasan pada suhu tinggi dibanding spesi katalisisnya

(sisi aktif). Adapun proses penambahan katalis pendukung pada penelitian ini dilakukan melalui metode impregnasi.



Gambar 2.2 Struktur Zeolit ZSM-5 (a) Struktur Tetrahedral (b) Unit bangun 5-1 pentasil (c) Penampang Muka (Zheng, 2002)

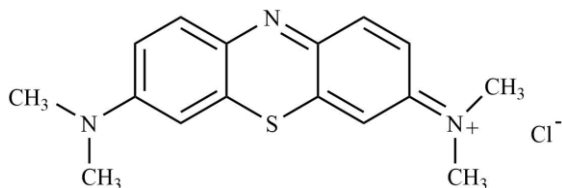


Gambar 2.3 Struktur Kanal ZSM-5 (Meng, 2018)

2.4 Metilen Biru

Metilen biru merupakan senyawa organik aromatis dengan rumus kimia $C_{16}H_{18}ClN_3S$ yang dikelompokkan ke dalam zat warna kationik bersifat basa (Miclescu dan Wiklund, 2010). Pewarna organik ini memiliki gugus kromofor dan aukrosom. Gugus kromofor berfungsi membawa warna, sedangkan aukrosom

sebagai substituen penarik atau pendonor elektron yang akan meningkatkan intensitas warna. Berdasarkan jenis kromofornya, metilen biru termasuk pewarna *thiazine*. Metilen biru memiliki panjang gelombang maksimum 664 nm dan termasuk senyawa stabil yang sulit didegradasi di alam ataupun menggunakan pengolahan konvensional (Feddal dkk., 2014; Fil dkk., 2012). Adapun struktur molekul metilen biru dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2. 4 Struktur Metilen Biru
(Miclescu dan Wiklund, 2010)

Metilen biru dapat digunakan sebagai pewarna katun, wol, dan sutra di industri tekstil (Karatay dkk., 2014). Metilen biru yang memasuki lingkungan perairan dapat menyebabkan iritasi mata, sianosis, muntah, diare, dan penyakit pada saluran pencernaan (Fil dkk., 2012). Berikut adalah tabel 2.1 mengenai sifat fisik dan kimia dari metilen biru:

Tabel 2. 1 Sifat Fisik dan Kimia Metilen Biru

Sifat Fisik dan Kimia	Nilai
Titik leleh	100°C - 110° C
Densitas	1,0 g mL ⁻¹ pada suhu 20°C
Kelarutan	43,6 g.L ⁻¹ di air pada suhu 25°C
Warna	Biru gelap
Berat molekul	319 g mol ⁻¹

2. 5 Tinjauan Instrumen

2. 5. 1 *X-Ray Diffractometer (XRD)*

Difraksi merupakan pantulan sinar akibat gelombang dari radiasi cahaya. Pantulan sinar dengan panjang gelombang (λ) 100 pm dari kristal merupakan contoh dari difraksi (Atkins dkk., 2010). Salah satu pemanfaatan difraksi yaitu pada karakterisasi senyawa dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer (XRD)*. Instrumen ini berperan penting dalam proses analisis padatan kristal maupun amorf. *X-Ray Diffractometer (XRD)* merupakan instrumen karakterisasi yang digunakan untuk mengetahui fasa kristalin, struktur kristal, dan ukuran partikel bahan seperti pada keramik, polimer, komposit, dan bahan lain (Cullity, 1956; Zhao dkk., 2016). Atkins dkk. pada tahun 2010 menyatakan bahwa spektrometri *X-Ray Diffractometer (XRD)* dapat digunakan dalam identifikasi senyawa, penentuan kemurnian sampel, ukuran kristal, struktur *ab initio*, dan perubahan fasa. Analisis menggunakan *X-Ray Diffractometer (XRD)* dapat diketahui melalui pola difraksi unsur lain yang dijadikan standar (Prevéy dkk., 2000). Pola difraksi yang diperoleh dari kristal tunggal digunakan dalam penentuan struktur (Atkins dkk., 2010).

Prinsip dasar spektroskopi *X-Ray Diffractometer (XRD)* yaitu adanya difraksi sinar-X pada hamburan foton dalam sebuah kisi. Sinar-X yang terdifraksi berbeda-beda tergantung pada komposisi atom dan susunan yang ada di dalam kisi kristal (Brandt, 2014). Proses adsorpsi dan hamburan (*scattering*) berkas sinar oleh atom dari bahan terjadi ketika berkas sinar-X monokromatik melalui bahan. Adanya keteraturan letak atom ke arah tertentu mengakibatkan beberapa gelombang hambur mengalami interferensi konstruktif (penguatan), sedangkan lainnya mengalami interferensi destruktif (penghilangan). Berkas difraksi sinar-X yang mengalami konstruktif digunakan pada *X-Ray Diffractometer (XRD)* pada Gambar 2.5.

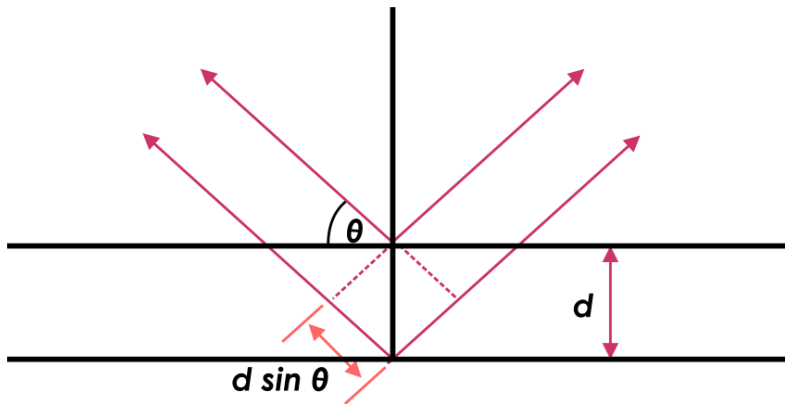
X-Ray Diffractometer (XRD) bekerja berdasarkan hukum bragg (Atkins dkk., 2010; Brandt, 2014). Mekanisme penyinaran pada *X-Ray Diffractometer* (XRD) diawali dengan adanya berkas sinar yang mengenai lintasan satu dan mengalami pemantulan pada lintasan dua. Interferensi konstruktif akan terjadi saat kedua berkas sinar memiliki beda jarak sebesar $n\lambda$. Sedangkan pada lintasan kedua, beda jarak berkas adalah $2d \sin \theta$. Interferensi konstruktif terjadi jika beda jalan sinar adalah kelipatan bulat panjang gelombang λ . Sehingga, hukum bragg dapat dinyatakan dengan persamaan berikut ini :

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad [2.7]$$

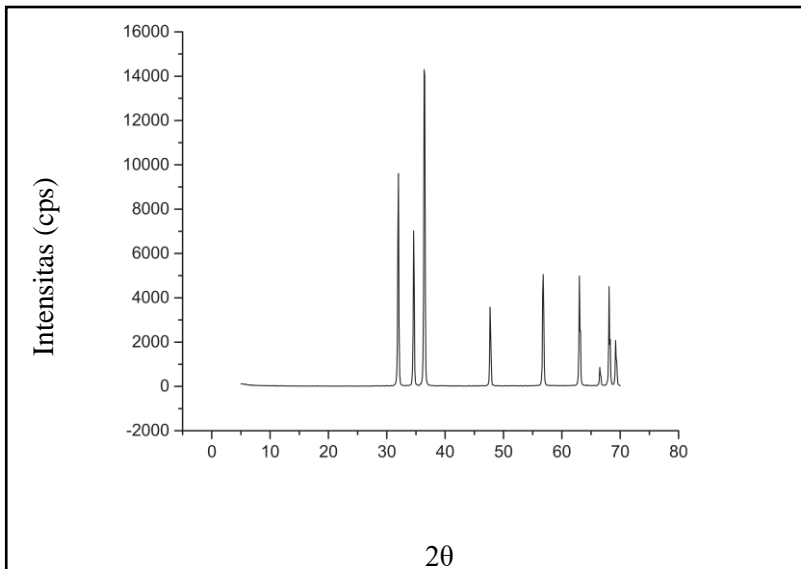
Keterangan :

- n = jumlah sinar difraksi
- λ = panjang gelombang
- d = jarak antar bidang (berdekatan dengan atom)
- θ = sudut difraksi

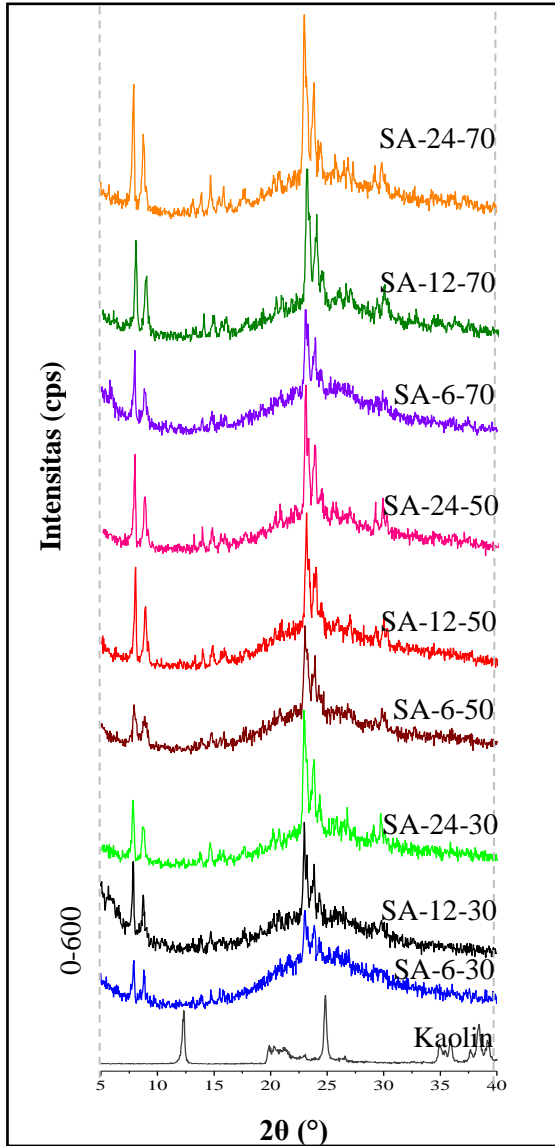
Gambar 2.6 merupakan difraktogram dari sampel ZnO dengan puncak karakteristik pada $2\theta = 31,77; 34,42; 36,25; 47,54; 56,60; 62,86, 66,37; 67,96; 69,10^\circ$. Puncak karakteristik ZnO pada Gambar 2.6 tersebut sesuai dengan JCPDS No. 36-145 yang merupakan difraktogram standar dari ZnO yang digunakan sebagai pembanding. Sedangkan Gambar 2.7 merupakan ZSM-5 yang disintesis dari kaolin dengan puncak karakteristik pada $2\theta = 7,89; 8,80; 23,04; 23,87; 24,32^\circ$ pada penelitian Hamid (2015) dengan variasi suhu dan waktu *aging*.



Gambar 2.5 Sinar pada *X-Ray Diffraction* (XRD)
(Atkins dkk., 2010)



Gambar 2.6 Difraktogram ZnO
(Fan dan Lu, 2005)



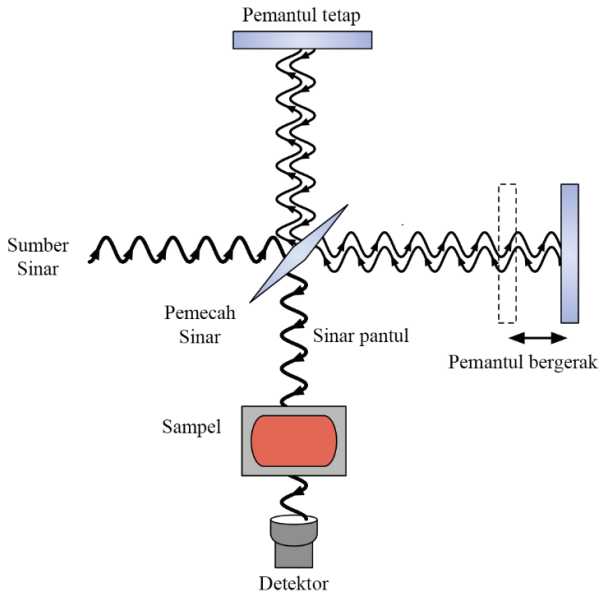
Gambar 2. 7 Difraktogram ZSM-5 dari Kaolin (Hamid, 2015)

2. 5. 2 *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Fourier Transform Infrared (FTIR) merupakan metode analisis yang didasarkan pada vibrasi atom dari molekul untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat pada material (Stuart, 2004). Pada spektroskopi ini, terjadi penyerapan panjang gelombang Inframerah oleh molekul dengan frekuensi spesifik. Spektrum inframerah diperoleh melalui radiasi yang melalui sampel dan digunakan untuk menentukan gugus teradsorb pada energi tertentu. Energi yang diserap sesuai dengan frekuensi molekul yang dianalisis. Spektroskopi *Fourier transform Infrared (FTIR)* didasarkan pada interferensi dari radiasi antar dua sinar (*beam*) untuk menghasilkan *yield* interferogram (Stuard, 2004). Interferogram merupakan alat yang digunakan dalam pengukuran pola interferensi. Salah satu interferogram yang sering digunakan adalah michelson yang ditemukan oleh Albert Abraham Michelson.

Gelombang inframerah pada *Fourier transform Infrared (FTIR)*, dibagi menjadi inframerah dekat, pertengahan, dan jauh. Inframerah pada spektrofotometri adalah inframerah jauh dan pertengahan yang mempunyai panjang gelombang 2,5-1000 μm . Hasil analisis biasanya berupa 9 signal kromatogram hubungan intensitas IR terhadap panjang gelombang.

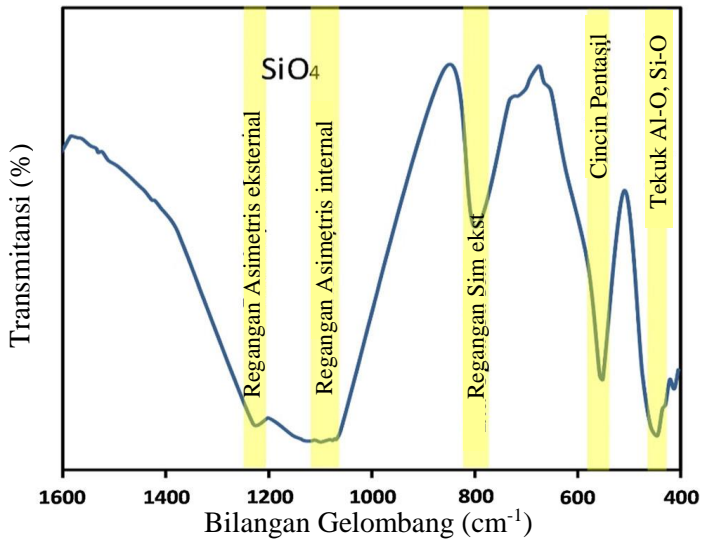
Sistem kerja dari instrumen ini diawali dengan penembakan sinar dari sumber cahaya melewati interferometer michelson ke sampel yang dapat mengadsorpsi gelombang inframerah. Jumlah energi yang diserap oleh sampel di setiap panjang gelombang dicatat dan diukur oleh detektor menghasilkan interferogram. Hasil interferogram kemudian diolah bilangan gelombang terhadap intensitas serapan sampel (absorbansi atau transmisi) menjadi spektra inframerah sehingga dapat diidentifikasi gugus fungsinya. Setiap gugus fungsi pada suatu senyawa memiliki bilangan gelombang dan intensitas yang berbeda-beda. Skema kerja instrumen *Fourier transform Infrared (FTIR)* ditunjukkan pada Gambar 2.8.



Gambar 2. 8 Skema Kerja Instrumen FTIR

Analisis *Fourier transform Infrared* (FTIR) pada sampel padatan umumnya menggunakan campuran dengan senyawa KBr pada perbandingan tertentu. Senyawa KBr tidak memiliki serapan energi pada bilangan gelombang sinar inframerah, namun dapat mendispersikan senyawa tanpa merusak strukturnya sehingga berfungsi untuk mengurangi kuat absorpsi senyawa dalam padatan (Leofanti dkk., 1997).

Gambar 2.9 merupakan contoh spektra FTIR ZSM-5 dimana serapan khas muncul pada bilangan gelombang 445 cm^{-1} hingga 1300 cm^{-1} . Vibrasi tekuk Si-O dan Al-O muncul pada bilangan gelombang 445 cm^{-1} . Vibrasi unit struktur pentasil ZSM-5 muncul pada 550 cm^{-1} . Peregangan simetris eksternal muncul pada 1230 cm^{-1} . Peregangan asimetris internal dan asimetris eksternal muncul pada 1070 cm^{-1} dan 1120 cm^{-1} , sedangkan tetrahedral SiO_4 terdeteksi pada $1230\text{-}1070\text{ cm}^{-1}$.

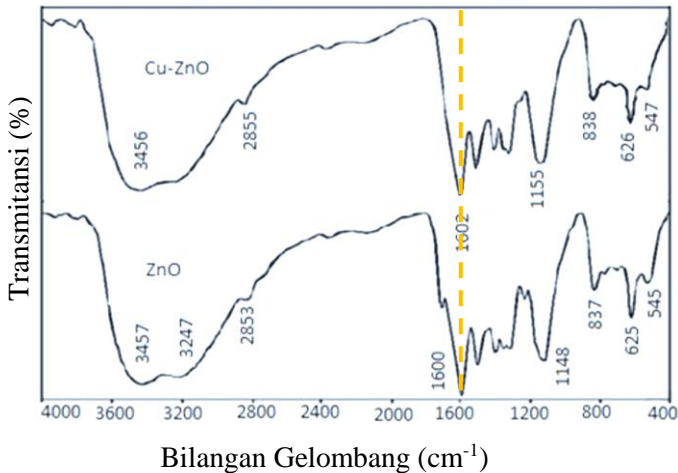


Gambar 2.9 Contoh Spektra FTIR dan Pita Serapan Khas pada ZSM-5 (Hassaninejad-Darzi dkk., 2017)

Berdasarkan penelitian Hamid (2015), menyatakan bahwa spektra IR sampel ZSM-5 yang disintesis dari kaolin memiliki rentang bilangan gelombang 1400-400 cm^{-1} dengan puncak karakteristik sekitar 1226, 1087, 794, 551, dan 459 cm^{-1} . Bilangan gelombang 1226 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur eksternal asimetris untuk ikatan TO_4 . Mozgawa dkk. (2004) menyatakan bahwa daerah 1226 cm^{-1} merupakan puncak yang sensitif terhadap perubahan posisi atom dalam panjang maupun sudut ikatan dengan unit tetangga pada jembatan oksigen Si-O-Si. Munculnya pita serapan di daerah 1100 cm^{-1} merupakan model vibrasi ulur asimetris TO_4 . Daerah 794 cm^{-1} menandakan adanya vibrasi yang berhubungan dengan struktur tetrahedron internal sensitif atau struktur tetrahedral eksternal sensitif (vibrasi ulur simetris eksternal). Puncak sensitif di 551 cm^{-1} mengindikasikan cincin

lima pentasil untuk ZSM-5 dan merupakan karakteristik zeolit jenis MFI. Struktur Puncak di daerah 459 cm^{-1} mengindikasikan vibrasi tekuk T-O untuk struktur tetrahedron internal.

Gambar 2.10 merupakan contoh spektra FTIR ZnO dengan puncak khas di bawah bilangan gelombang 2000 cm^{-1} . Puncak 545 cm^{-1} pada spektra ZnO mengindikasikan adanya ikatan Zn-O (Shah dkk., 2018). Puncak 1634 cm^{-1} berhubungan dengan vibrasi *stretching* dan deformasi ZnO akibat penyerapan air di permukaan logam (Kumar dan Rani, 2013). Puncak yang melebar di daerah bilangan gelombang 3200 cm^{-1} hingga 3500 cm^{-1} menunjukkan vibrasi *stretching* ikatan O-H akibat adanya air yang masih terdapat pada molekul akibat lingkungan yang lembab (Shah dkk., 2018).



Gambar 2.10 Contoh Spektra FTIR ZnO (Shah dkk., 2018)

2.5.3 Field Emission Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (FESEM-EDX)

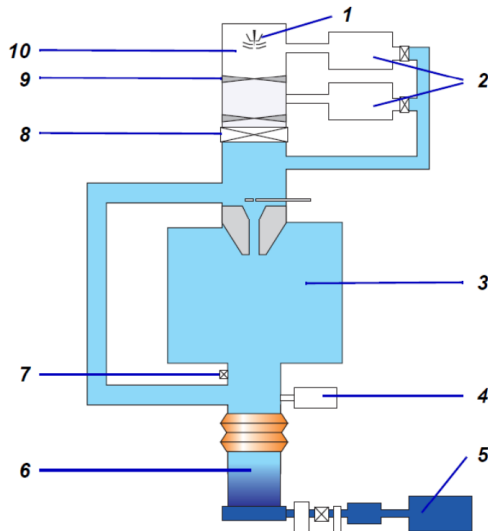
Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM) adalah metode analisis yang digunakan untuk mengambil gambar pada permukaan sampel dengan resolusi tinggi. FESEM

merupakan mikroskop yang dapat melakukan karakterisasi sampel menggunakan perbesaran $10\times$ sampai $300.000\times$ dengan ke dalam bidang tidak terbatas (Zeiss, 2011). Spektrometri ini merupakan tipe mikroskop elektron yang menggambarkan permukaan sampel dengan menggunakan pancaran energi tinggi dari elektron. Elektron berinteraksi dengan atom dan dihasilkan sinyal oleh sampel. Sinyal tersebut memberikan informasi mengenai struktur kristalin, komposisi kimia, permukaan topografi, dan konduktivitas listrik dari sampel.

Mekanisme karakterisasi menggunakan FESEM diawali dengan berkas elektron yang dihasilkan oleh sebuah filamen pada pistol elektron (berkas elektron). Berkas elektron ini dialirkan dengan energi 1-30 kV menuju anoda dari plat logam anoda. Kondisi vakum dilakukan pada tekanan 1×10^{-4} torr untuk mencapai spesimen dengan panjang 50 cm yang bertujuan menghilangkan efek pergerakan elektron tidak beraturan akibat molekul gas pada lingkungan tersebut, sehingga terjadi penurunan intensitas dan stabilitas. Hamburan elektron *Secondary Electron* (SE) atau *Back Scattered Electron* (BSE) dari permukaan sampel dideteksi oleh detektor dan divisualisasi dalam bentuk gambar pada layar CRT. Energi elektron sekunder sangat kecil sehingga hanya bagian permukaan dari spesimen yang membentuk elektron sekunder. Perbedaan dari kecerahan dari permukaan kristal disebabkan perbedaan sudut yang ditabrak berkas elektron (Jeol, 2011).

Penambahan *Electron Dispersion X-Ray* (EDX) pada instrumen FESEM dapat digunakan untuk memberikan informasi tambahan mengenai komposisi ataupun persebaran unsur pada sampel yang diuji. Karakterisasi ini menggunakan sinar X yang diemisikan pada material saat mengalami tumbukan dengan elektron. Perbedaan energi yang dipancarkan sinar x dan intensitasnya digunakan untuk mengetahui atom penyusun material dan persentase massanya. Perbedaan energi tersebut disebabkan oleh karakteristik sinar X yang diemisikan dari transisi elektron masing-masing kulit atom. Terdapat empat komponen utama susunan EDX, diantaranya yaitu sumber berkas cahaya,

detektor sinar X, pengolah pulsa, dan penganalisis. Adapun komponen dari instrumen FESEM dapat dilihat pada Gambar 2.11.



Gambar 2. 11 Komponen FESEM
(Zeiss, 2011)

Keterangan :

1. Pistol dengan filamen
2. Pompa pengambil ion
3. Ruang spesimen
4. Pengukur
5. Pompa pra vakum
6. Pompa turbo
7. Katub ventilasi
8. Katub ruang kolom
9. *Multi-hole aperture*
10. Pistol bagian atas

2. 5. 4 Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen

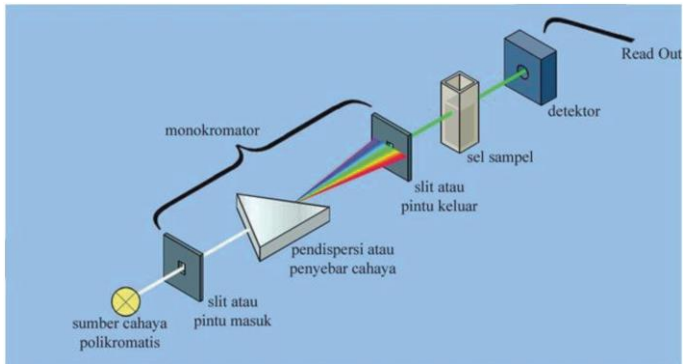
Adsorpsi-desorpsi nitrogen merupakan jenis analisis fisorpsi, dimana molekul nitrogen sebagai adsorbat dapat mengalami adsorpsi dan desorpsi dengan mudah karena lemahnya ikatan dengan adsorben. Adsorpsi-desorpsi nitrogen dapat digunakan untuk menentukan distribusi ukuran pori dan luas permukaan spesifik suatu material padatan. Alat yang biasa digunakan dalam analisis ini adalah *Surface Area Analyzer* (SAA). SAA dapat melakukan berbagai analisis, diantaranya yaitu penentuan luas permukaan, distribusi pori dari material, dan isoterm adsorpsi suatu gas pada suatu bahan.

Prinsip dasar dari analisis ini adalah mekanisme adsorpsi gas pada permukaan suatu material padatan anorganik pada tekanan tertentu dan suhu yang konstan (bersifat isotermal). Jenis gas yang biasa digunakan pada analisis ini adalah gas nitrogen yang dikhususkan untuk material mesopori (20-500 Å). Perhitungan mengenai luas permukaan secara akurat dapat memprediksi sifat lingkungan serta menjadi indikator yang pasti dari nanopartikel. Metode BET (*Brunauer-Emmett-Teller*) merupakan salah satu metode umum yang digunakan untuk menghitung luas permukaan material secara spesifik.

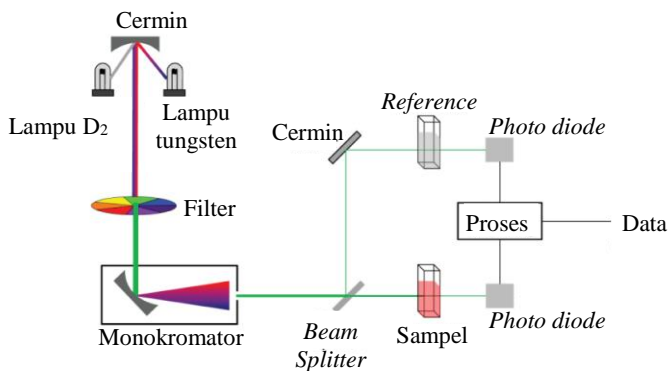
2. 5. 5 Ultraviolet-Visible (UV-Vis)

Spektrofotometer UV-Vis merupakan instrumen yang memanfaatkan radiasi elektromagnetik ultra violet (UV) dekat (190-780 nm) dan cahaya tampak (380-780 nm) sebagai sumber sinar. Terdapat dua jenis spektrofotometer UV-Vis, yaitu *single* dan *double beam* yang ditunjukkan pada Gambar 2.12 dan 2.13. Pada spektrofotometer *single beam*, cahaya dengan panjang gelombang tunggal digunakan untuk mengetahui absorbansi secara kuantitatif (Suhartati, 2017). Berdasarkan Skoog (1996), panjang gelombang yang dapat dideteksi oleh instrumen UV-Vis *single beam* berada pada rentang 190-1000 nm. Pada spektrofotometer UV-Vis *double beam*, terdapat dua sinar yang dibentuk oleh potongan cermin. Sinar pertama melewati larutan blanko,

sedangkan sinar kedua pada waktu yang sama melewati sampel. Sumber sinar polikromatis UV berasal dari lampu deuterium dan lampu wolfram untuk sinar *visible* (sinar tampak) (Suhartati, 2017).



Gambar 2. 12 Diagram Alat Spektrofotometer UV-Vis *Single Beam* (Suhartati, 2017)



Gambar 2. 13 Diagram Alat Spektrofotometer UV-Vis *Double Beam* (Suhartati, 2017)

Teknik pengukuran menggunakan instrumen ini juga dikenal sebagai spektroskopi elektronik karena energi yang

dihasilkan dapat menyebabkan eksitasi elektron dari tingkat energi rendah ke tingkat energi yang lebih tinggi (Atkins dkk., 2010; Octaviani dkk., 2014). Data hasil uji dengan teknik spektroskopi UV-Vis dinyatakan dalam bentuk kurva dengan sumbu x berupa panjang gelombang dan sumbu y adalah absorpsi (Field dkk., 2008).

Instrumen ini bekerja berdasarkan hukum Lambert Beer, yang menyatakan bahwa jumlah radiasi cahaya yang diserap (Sinar tampak, UV, dan cahaya lain) atau ditransmisikan oleh suatu larutan merupakan suatu fungsi eksponen dari konsentrasi zat dan tebal larutan. Adapun persamaan Hukum *Lambert Beer* adalah sebagai berikut:

$$A = a \times b \times c \quad [2.7]$$

Keterangan :

- A = Absorbansi
- a = Konstanta
- b = Ketebalan
- c = Konsentrasi

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi alat untuk sintesis, karakterisasi, dan uji aktivitas fotokatalis. Alat yang digunakan untuk sintesis meliputi peralatan gelas seperti gelas beker, erlenmeyer, labu ukur, gelas ukur, pipet ukur, pipet tetes, mikro pipet, dan kaca arloji. Alat-alat penunjang lainnya adalah bola hisap, spatula, *crucible*, *furnace*, oven, termometer, botol semprot, *magnetic stirrer*, tabung *sentrifuge*, mortar, dan alu. Pada proses karakterisasi digunakan alat-alat berupa instrumen *x-ray diffractometer* (X'pert pro), *fourier transform infrared* (Shimadzu instrument spectrum one 8400s), *ultraviolet visible* (Genesys 10S Thermoscientific UV VIS), *field emission scanning electron microscopy-energy dispersive x-ray* (FlexSEM 1000), dan *Surface Area Analyzer* (SAA). Pada proses uji aktivitas fotokatalis digunakan alat penunjang berupa oven, kotak fotokatalisis, lampu UV-LED (EPILEDS, $\lambda = 365$ nm), dan kuvet.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (Merck 99,5%), ZSM-5 SA-12-50 (Hamid, 2015), ZnO (Subagyo, 2019), metilen biru, aquademin (Otsuka), dan aluminium foil.

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Preparasi ZSM-5

ZSM-5 yang diperoleh dari penelitian Hamid (2015) dikalsinasi pada suhu 550°C secara bertahap. Proses kalsinasi pada suhu tersebut bertujuan untuk mengaktivasi dan menghilangkan *template* organik (Wei dkk., 2017).

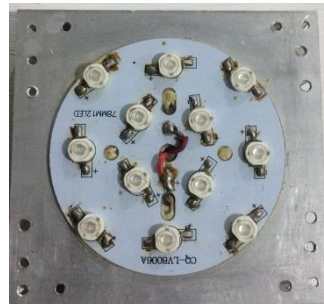
3. 2. 2 Sintesis ZnO/ZSM-5

Metode sintesis ZnO/ZSM-5 diadopsi dari penelitian yang telah dilakukan oleh Derikvandi dan Nezamzadeh-Ejhieh (2017). Serbuk $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 3,2927 gram dilarutkan dalam labu ukur 50 mL menggunakan aquademin untuk menghasilkan larutan 0,3 M. ZSM-5 hasil preparasi ditimbang sebanyak dua gram. Proses sintesis ZnO/ZSM-5 dilakukan dengan mencampurkan ZSM-5 dua gram dengan larutan Zn 0,3 M 10 mL. Campuran diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 8 jam pada suhu 30°C kemudian dipanaskan pada suhu 110°C di dalam oven selama 12 jam. Sampel yang telah di oven dikalsinasi pada suhu 550°C selama 4 jam.

3. 2. 3 Uji Aktivitas Fotokatalis



(a)



(b)

Gambar 3. 1 Komponen Alat (a) Kotak Fotokatalis
(b) Lampu UV-LED

Uji aktivitas fotokatalis untuk mengurangi warna metilen biru diawali dengan penimbangan ZnO/ZSM-5 yang telah disintesis sebanyak 0,0200 gram di dalam gelas beker. Selanjutnya, dibuat larutan stok 500 mg L^{-1} dan dilakukan pengenceran menjadi 100 mg L^{-1} . Kemudian, dilakukan proses penurunan warna di bawah cahaya UV-LED dan tanpa lampu secara triplo selama 15 menit.

3.3 Karakterisasi ZSM-5 dan ZnO/ZSM-5

3.3.1 Karakterisasi Struktur Kristal Menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD)

Karakterisasi struktur kristal ZSM-5 dan ZnO/ZSM-5 hasil sintesis dilakukan dengan instrumen *X-Ray Diffractometer* (XRD). ZSM-5 maupun ZnO/ZSM-5 diletakkan pada *sample holder* yang telah dibersihkan sebelumnya dan diratakan permukaanya. Pada pengambilan data dengan instrumen XRD digunakan sumber radiasi CuK_α ($\lambda = 1,54\text{\AA}$) dan pengukuran sudut 2θ pada $5\text{-}90^\circ$ dengan inkremen $0,05^\circ$ (Ogura dkk., 2001).

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

Karakterisasi ikatan kimia ZSM-5 dan hasil sintesis ZnO/ZSM-5 ditentukan dengan instrumen spektrofotometer FTIR. ZSM-5 maupun ZnO/ZSM-5 dicampurkan dengan KBr menggunakan perbandingan 1:9 pada mortar agat hingga homogen. Campuran dibuat pelet menggunakan alat penekan hidrolis. Pelet tersebut dianalisis dengan bantuan radiasi inframerah (IR) pada bilangan gelombang 4000 hingga 400 cm^{-1} .

3.3.3 Karakterisasi Morfologi Permukaan dengan *Field Emission Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy* (FESEM-EDX)

Karakterisasi morfologi permukaan dan penampang melintang ZSM-5 dan ZnO/ZSM-5 dilakukan dengan instrumen *Field Emission Scanning Electron Microscopy* (FESEM). Kedua sampel dipreparasi dengan meletakkannya pada *carbon tape* pada sampel holder. Kemudian dilakukan *coating* dengan material campuran Au-Pd pada permukaan sampel yang akan diamati. Pengambilan data dengan instrumen FESEM menggunakan sinyal elektron sekunder dengan tegangan pemercepat 20 kV.

3. 3. 4 Karakterisasi menggunakan Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen

Luas permukaan dan diameter pori dari ZSM-5 dianalisis menggunakan metode *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) untuk menentukan luas area spesifik (S_{BET}). Distribusi pori diketahui melalui metode *Barrett-Joyner-Halenda* (BJH) pada hasil fisisorpsi N_2 .

3. 3. 5 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru

Larutan metilen biru 1, 2, 3, 4, dan 5 mg L^{-1} dimasukkan ke dalam kuvet kemudian diukur absorbansinya pada kisaran panjang gelombang 605 nm – 725 nm pada range 10 nm. Blanko yang digunakan untuk penelitian ini adalah aquademineralisasi.

3. 3. 6 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi dari larutan metilen biru dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, dan 5 mg L^{-1} diukur absorbansinya pada panjang gelombang 665 nm. Absorbansi yang diperoleh kemudian diplot untuk mendapatkan kurva kalibrasi dengan sumbu x berupa konsentrasi dan sumbu y

3. 3. 7 Penghitungan Absorbansi menggunakan Instrumen UV-Vis

Absorbansi dari metilen biru pada kondisi gelap dan di bawah penyinaran lampu UV-LED diukur secara triplo pada panjang gelombang maksimum 665 nm.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis ZnO/ZSM-5 menggunakan metode impregnasi dengan sumber ZSM-5 berasal dari penelitian Hamid (2015). Sampel padatan hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik XRD, FTIR, FESEM-EDX, dan adsorpsi-desorpsi nitrogen. Selanjutnya, dilakukan uji aktivitas katalis terhadap zat warna metilen biru 100 mg L^{-1} 25 mL di dalam erlenmeyer. Aktivitas ZSM-5 dan ZnO/ZSM-5 diuji di bawah penyinaran lampu UV-LED maupun kondisi gelap secara triplo.

4.1 Preparasi ZSM-5

ZSM-5 dengan variasi *aging* 12 jam 50°C yang diperoleh dari penelitian Hamid (2015) dikalsinasi pada suhu 550°C secara bertahap untuk melakukan aktivasi dan menghilangkan *template* organik. Sampel ZSM-5 sebelum dan sesudah kalsinasi berwarna putih yang ditunjukkan oleh Gambar 4.1 dan 4.2.



Gambar 4.1 Sampel ZSM-5 Sebelum Proses Kalsinasi



Gambar 4.2 Sampel ZSM-5 Setelah Proses Kalsinasi 550°C

4.2 Sintesis ZnO/ZSM-5

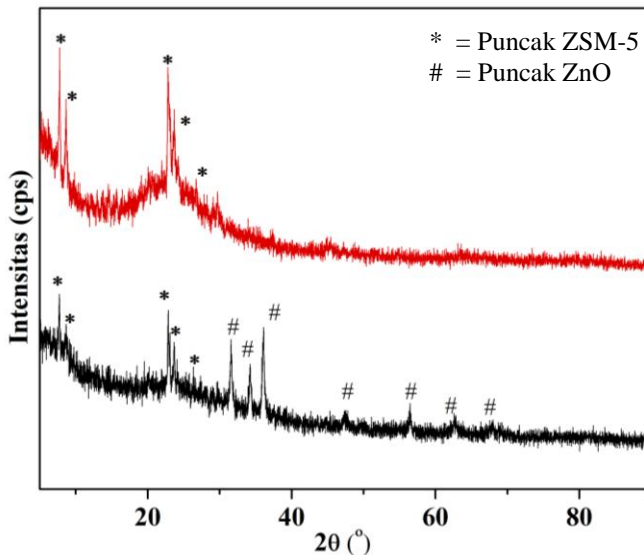
Metode sintesis ZnO/ZSM-5 diadopsi dari penelitian yang telah dilakukan oleh Derikvandi dan Nezamzadeh-Ejehieh (2017). Sintesis ZnO/ZSM-5 pada penelitian ini dilakukan dengan metode impregnasi melalui pengembunan material logam. Larutan logam yang akan dimasukkan ke dalam struktur tidak disaring, melainkan dikeringkan untuk menghilangkan pengotor yang masih tertinggal.

Serbuk $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 3,2927 gram dilarutkan dalam labu ukur 50 mL menggunakan aquademin untuk menghasilkan larutan 0,3 M. ZSM-5 hasil preparasi ditimbang sebanyak dua gram. Proses sintesis ZnO/ZSM-5 dilakukan dengan mencampurkan ZSM-5 dua gram dengan larutan Zn 0,3 M 10 mL. Campuran diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 8 jam pada suhu 30°C . Proses pengadukan bertujuan untuk menghomogenkan ukuran partikel. Selanjutnya dilakukan pemanasan pada suhu 110°C di dalam oven selama 12 jam untuk melakukan pengeringan dan menghilangkan pengotor yang masih terdapat pada pori. Sampel yang telah di oven dikalsinasi pada suhu 550°C selama 4 jam untuk mendekomposisi CH_3COOH . Produk akhir dari sintesis berupa padatan putih ZnO/ZSM-5.

4.3 Karakterisasi ZSM-5 dan ZnO/ZSM-5

4.3.1. Karakterisasi Struktur Kristal Menggunakan Spektroskopi X-Ray Diffractometer (XRD)

Padatan ZSM-5 hasil kalsinasi dan ZnO/ZSM-5 yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD) untuk membandingkan struktur kristal dan kristalinitasnya. Pada analisis ini digunakan XRD *PANalytical* dengan sumber radiasi CuK_α ($\lambda = 1,54\text{\AA}$) dan pengukuran sudut 2θ pada $5-90^\circ$. Hasil XRD yang diharapkan dari penelitian ini adalah adanya penambahan puncak baru pada difraktogram ZnO/ZSM-5 yang mengindikasikan proses impregnasi Zn dengan pendukung (*support*) katalis ZSM-5 berhasil dilakukan.

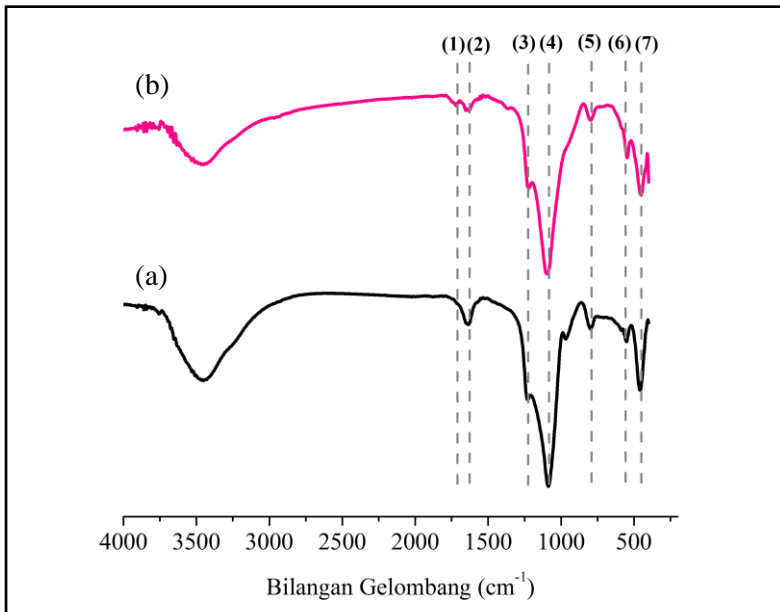


Gambar 4.3 Difraktogram (a) ZSM-5 (b) ZnO/ZSM-5

Pendukung (*support*) katalis ZSM-5 merupakan zeolit dengan struktur MFI yang memiliki puncak karakteristik khas pada sudut tertentu. Pada penelitian ini ZSM-5 memiliki puncak karakteristik pada 2θ $7,76^\circ$; $8,64^\circ$; $22,81^\circ$; $23,66^\circ$; $26,74^\circ$ yang sesuai dengan puncak karakteristik ZSM-5 dengan struktur MFI dan ditandai dengan * (Treacy dkk., 2001). Katalis pendukung ZSM-5 yang telah dimodifikasi dengan semikonduktor Zn menjadi ZnO/ZSM-5 mengalami penambahan puncak pada 2θ $31,60^\circ$; $34,21^\circ$; $36,08^\circ$; $47,35^\circ$; $56,50^\circ$; $62,73^\circ$; $67,83^\circ$, yang menandakan proses impregnasi berhasil dilakukan (Ditandai dengan #). Hal tersebut dapat dikonfirmasi melalui puncak karakteristik ZnO pada JCPDS No. 36-145 yaitu 2θ $31,77^\circ$; $34,42^\circ$; $36,25^\circ$; $47,54^\circ$; $56,60^\circ$; $62,86^\circ$; $66,37^\circ$; $67,96^\circ$. Penurunan intensitas pada difraktogram setelah proses penambahan logam menandakan proses persebaran Zn di permukaan katalis pendukung ZSM-5 (Rianto dkk., 2012). Pada prinsipnya, puncak utama difraktogram ZSM-5 dan

ZnO/ZSM-5 muncul pada 2θ yang sama. Kesesuaian pola difraktogram tersebut mengindikasikan bahwa penambahan Zn pada zeolit ZSM-5 tidak merubah struktur MFI. Kristalinitas dari ZnO/ZSM-5 lebih rendah dibandingkan ZSM-5 akibat adanya Zn. Hal tersebut sesuai dengan penelitian Wang dkk. (2015) yang menyatakan bahwa, penambahan Zn menggantikan Al dari *framework* zeolit pada proses kalsinasi.

4. 3. 2. Karakterisasi Ikatan Kimia dengan Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR)



Gambar 4. 4 Spektra FTIR (a) ZSM-5
(b) ZnO/ZSM-5

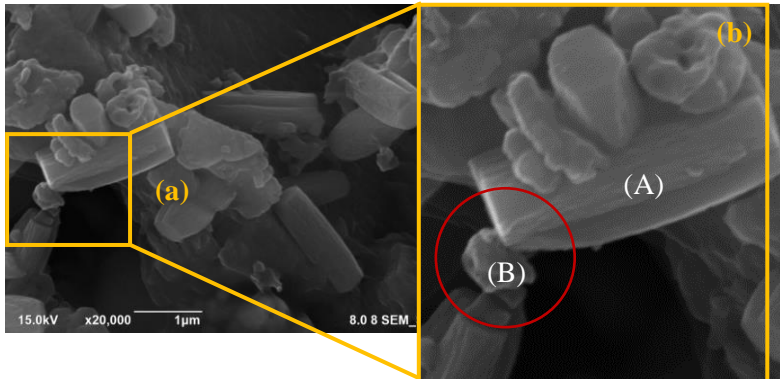
Analisis dengan menggunakan spektrofotometer inframerah atau *Fourier Transform Infrared* (FTIR) bertujuan untuk mengetahui informasi jenis gugus fungsi dan ikatan dari

sampel ZSM-5 dan ZnO/ZSM-5. Sampel yang dianalisis biasanya berupa material dalam keadaan padat, cair, atau gas. Analisis pada penelitian ini menggunakan KBr sebagai pelarut padat pada sampel dengan perbandingan 9:1. Pencampuran sampel dan padatan KBr di dalam mortar agat bertujuan untuk homogenisasi. Sampel yang telah homogen kemudian dibentuk pelet untuk menyesuaikan bentuk dari *sample holder* sebelum dilakukan proses analisis.

Berdasarkan Gambar 4.4 (a), yang merupakan spektra FTIR sampel ZSM-5 menunjukkan puncak khas pada bilangan gelombang 1230,63; 1087,89; 796,63; 551,66; 459,07 cm^{-1} . Puncak 1226 cm^{-1} di nomer (3) mengindikasikan adanya vibrasi ulur eksternal asimetris ikatan TO_4 . Puncak 796,63 cm^{-1} yang ditunjukkan nomer (5) pada gambar merupakan vibrasi struktur tetrahedron internal sensitif atau eksternal sensitif (vibrasi ulur simetris internal) yang khas untuk bahan mengandung silika. Puncak 551,66 cm^{-1} pada nomer (6) mengindikasikan cincin pentasil yang dimiliki ZSM-5. Daerah 459,07 cm^{-1} pada nomer (7) merupakan vibrasi tekuk T-O struktur tetrahedron internal sensitif. Puncak tersebut sesuai dengan penelitian Hamid (2015), mengenai pembentukan ZSM-5 dari kaolin dengan spektra IR sampel memiliki rentang bilangan gelombang 1400-400 cm^{-1} dan puncak karakteristik sekitar 1226, 1087, 794, 551, dan 459 cm^{-1} . Bilangan gelombang 1226 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur eksternal asimetris untuk ikatan TO_4 . Mozgawa dkk. (2004) menyatakan bahwa daerah 1226 cm^{-1} merupakan puncak yang sensitif terhadap perubahan posisi atom dalam panjang maupun sudut ikatan dengan unit tetangga pada jembatan oksigen Si-O-Si. Munculnya pita serapan di daerah 1100 cm^{-1} merupakan model vibrasi ulur asimetris TO_4 . Puncak khas 794 cm^{-1} menandakan adanya vibrasi yang berhubungan dengan struktur tetrahedron internal sensitif atau struktur tetrahedral eksternal sensitif (vibrasi ulur simetris eksternal). Puncak sensitif di 551 cm^{-1} mengindikasikan cincin lima pentasil untuk ZSM-5 dan merupakan karakteristik zeolit jenis MFI. Struktur Puncak di daerah 459 cm^{-1} mengindikasikan vibrasi tekuk T-O untuk struktur tetrahedron internal.

Penambahan Zn memberikan puncak baru di daerah pada $1633,76\text{ cm}^{-1}$ yang mengindikasikan adanya vibrasi *stretching* dan deformasi ZnO akibat penyerapan air di permukaan logam. Hal tersebut juga mengindikasikan penambahan semikonduktor ZnO melalui impregnasi berhasil dilakukan. Pelebaran puncak di daerah $3450,77\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi *stretching* ikatan O-H akibat adanya air yang masih terdapat pada molekul akibat lingkungan yang lembab (Shah dkk., 2018).

4. 3. 3. Karakterisasi Morfologi Permukaan dengan *Field Emission Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (FESEM-EDX) Spectroscopy*

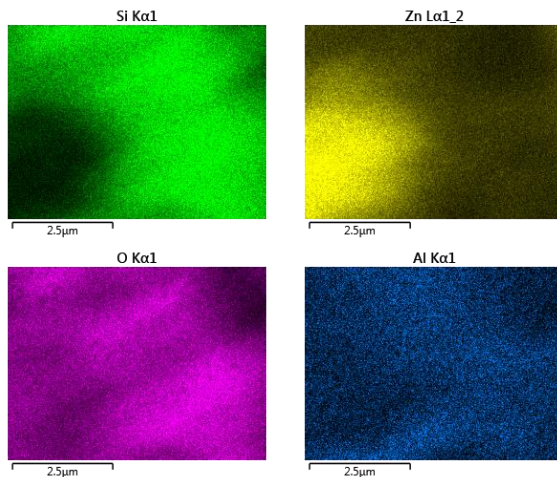


Gambar 4. 5 Hasil analisis FESEM ZnO/ZSM-5 (a) Perbesaran 20.000 kali (b) Bagian Katalis yang di Uji EDX

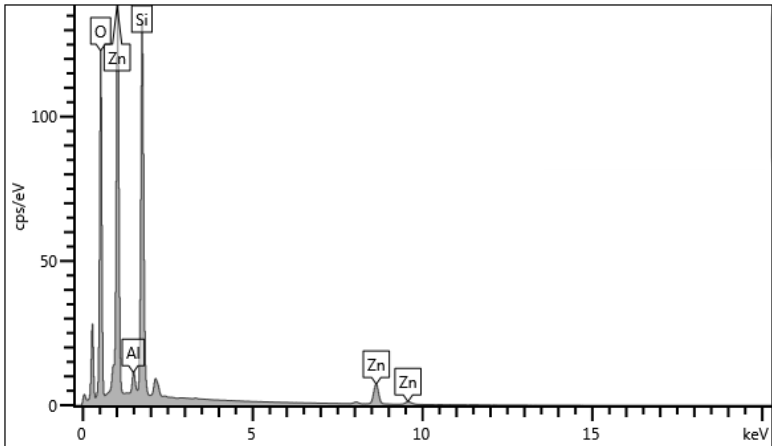
Analisis sampel padat menggunakan instrumen *Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM)* bertujuan untuk mengetahui morfologi permukaan, sedangkan kandungan unsur yang terdapat di dalamnya dapat diketahui melalui *Energy Dispersive X-ray (EDX)*. Sampel yang dikarakterisasi menggunakan FESEM-EDX pada penelitian ini adalah ZnO/ZSM-

5. Berdasarkan Gambar 4.5 (A), dapat diketahui morfologi kristal dari ZSM-5 berbentuk balok. Disamping itu juga terlihat kristal yang membentuk agregat (partikel yang bergerombol) dengan saluran pori tertentu. Agregat tersebut dikarenakan adanya penambahan Zn yang ditunjukkan pada Gambar 4.5 (B).

Instrumen FESEM yang dilengkapi dengan EDX dapat digunakan untuk mengetahui komposisi unsur ZnO/ZSM-5 pada Tabel 4.1. EDX mengukur pancaran sinar-x selama penembakan elektron pada FESEM untuk mengetahui komposisi kimia dalam skala mikro dan nano dengan puncak tertentu yang spesifik. Hasil persebaran unsur dan spektrum ZnO/ZSM-5 menggunakan instrumen FESEM-EDX ditunjukkan oleh Gambar 4.6 dan 4.7. yang terdiri atas unsur-unsur-unsur penyusun sampel, yaitu Si, Al, O, dan Zn. Hasil karakterisasi FESEM-EDX dari sampel mengindikasikan proses impregnasi yang berhasil dilakukan dengan adanya Zn sebanyak 17,2% pada komposisi tersebut. Melalui data tersebut, dapat diketahui bahwa tidak ada pengotor dalam sampel hasil sintesis.



Gambar 4. 6 Persebaran Unsur dari Sampel ZnO/ZSM-5



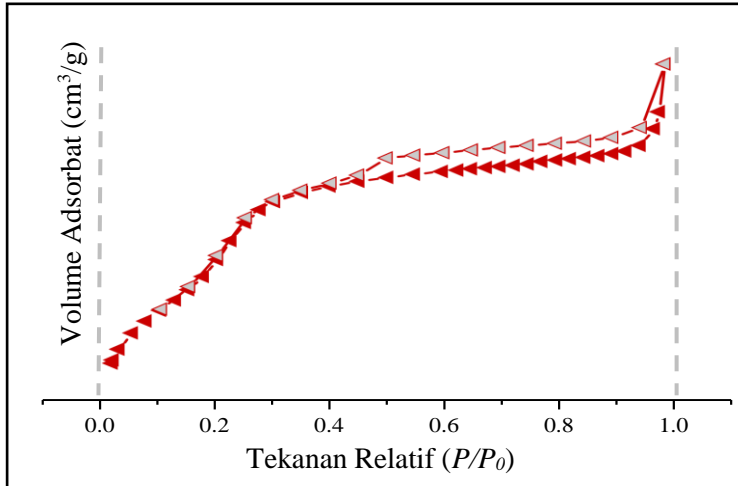
Gambar 4.7 Spektrum EDX Sampel ZnO/ZSM-5

Tabel 4.1 Komposisi Unsur Dalam ZnO/ZSM-5

Sampel	Kadar Unsur (% Berat)		
	Si	Al	Zn
ZnO/ZSM-5	24,6	1,5	17,2

4. 3. 4. Karakterisasi Luas Permukaan menggunakan *Surface Area Analyzer*

Luas permukaan dan distribusi diameter pori dari sampel ZSM-5 SA-12-50 pada penelitian Hamid (2015) dianalisis menggunakan instrumen *surface area analyzer* yang memanfaatkan adsorpsi-desorpsi nitrogen. Luas permukaan spesifik dapat ditentukan melalui metode BET (S_{BET}), sedangkan distribusi ukuran pori diketahui dengan metode BJH. Isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen sampel zeolit ZSM-5 ditunjukkan oleh Gambar 4.8.

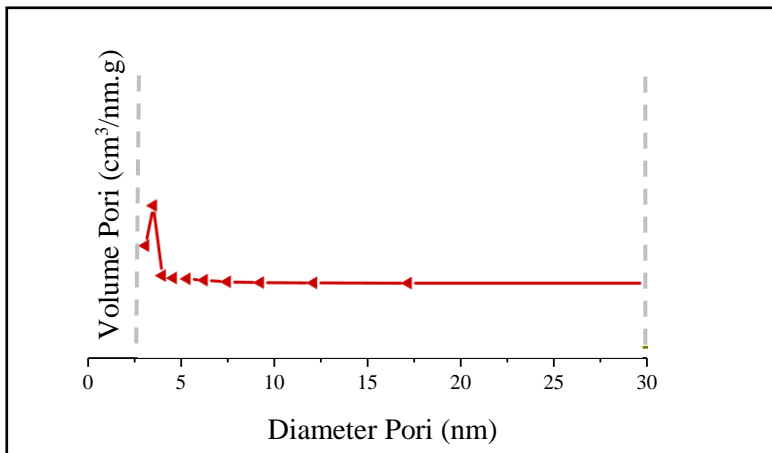


Gambar 4.8 Grafik Isoterm Adsorpsi-Desorpsi N₂ ZSM-5 mesopori

Gambar 4.8 menunjukkan *isoterm* sampel ZSM-5 dengan adsorpsi molekul nitrogen dalam jumlah rendah pada tekanan relatif P/P_0 nol hingga 0,3. Daerah tekanan relatif P/P_0 0,3 menunjukkan permukaan sampel padat yang tertutupi molekul nitrogen, sehingga terjadi pembentukan lapisan *monolayer*. Pada P/P_0 0,3-0,45 terjadi kenaikan volume molekul nitrogen yang teradsorpsi dan mengindikasikan pengisian mesopori. Pori pada permukaan padatan dapat memberikan efek pembatasan jumlah lapisan adsorbat, sehingga terjadi proses kondensasi kapiler. Kondensasi kapiler dapat mengakibatkan munculnya *loop* histerisis pada daerah tekanan relatif 0,45-1. *Loop* histerisis tersebut terjadi karena perbedaan jumlah molekul nitrogen yang terdesorpsi dan teradsorpsi pada tekanan relatif yang sama. Dapat diketahui bahwa sampel ZSM-5 dengan variasi SA-12-50 pada Gambar 4.8 memiliki profil *isoterm* tipe IV yang merupakan karakteristik padatan dengan pori meso ukuran 2-50 nm dengan *loop* histerisis tipe H4. *Loop* histerisis H4 dapat dihubungkan

dengan bahan berpori dengan celah sempit (Rownaghi dkk., 2012). Adapun S_{BET} dari sampel ZSM-5 sebesar $612,39 \text{ m}^2/\text{g}$.

Distribusi pori dari sampel dapat diketahui melalui metode BJH (*Barret, Joiner, Halenda*) pada Gambar 4.9. Metode ini digunakan untuk mengetahui distribusi pori berukuran meso. Gambar 4.9 mengindikasikan adanya pori berukuran meso pada ZSM-5 dengan distribusi pori pada diameter pori sekitar 2-5 nm (3,06 dan 3,80 nm).



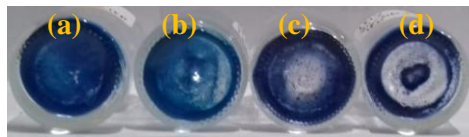
Gambar 4. 9 Distribusi Ukuran Pori ZSM-5 dengan Metode BJH

4. 4 Uji Aktivitas Fotokatalis

Uji Aktivitas fotokatalis untuk pengurangan warna (Dekolorisasi) dilakukan dengan melakukan penimbangan terhadap ZSM-5 dan ZnO/ZSM-5 yang telah disintesis sebanyak 0,0200 gram di dalam gelas beker. Selanjutnya, dibuat larutan stok 500 mg L^{-1} dan dilakukan pengenceran menjadi 100 mg L^{-1} .

Absorbansi maksimum dari metilen biru 100 mg L^{-1} terjadi pada panjang gelombang 665 nm. Panjang gelombang tersebut digunakan untuk menentukan absorbansi dari uji aktivitas fotokatalis pengurangan warna pada kondisi gelap dan di bawah

penyinaran lampu UV-LED selama 15 menit. Proses adsorpsi dilakukan pada durasi waktu yang sama, yaitu 15 menit. Adapun hasil uji aktivitas ZSM-5 dan ZnO/ZSM-5 dapat dilihat pada Gambar 4.10. Berdasarkan Gambar 4.10 dapat diketahui bahwa endapan memiliki warna biru paling pekat pada hasil fotokatalisis menggunakan fotokatalis ZnO/ZSM-5 yang disinari UV-LED. Data hasil absorbansi setelah proses fotokatalisis diukur pada panjang gelombang maksimum 665 nm secara triplo menggunakan instrumen UV-Vis pada Tabel 4.2.



Gambar 4. 10 Endapan Hasil Pengurangan Warna
 (a) ZSM-5 UV-LED (b) ZSM-5
 Tanpa UV-LED (c) ZnO/ZSM-5 UV-
 LED (d) ZnO/ZSM-5 Tanpa UV-
 LED

Berdasarkan tabel 4.3 dapat diketahui bahwa hasil pengurangan warna metilen biru menggunakan ZSM-5 lebih bagus dibandingkan semikonduktor ZnO. Hal tersebut dapat dibuktikan dengan nilai absorbansi pengurangan warna metilen biru setelah fotokatalisis dengan ZSM-5 yang lebih rendah (Tabel 4.2) dan persen *removal* lebih tinggi (Tabel 4.3) dibandingkan ZnO 0,0200 gram dan 12,2% (0,0034 gram). Hasil pengurangan warna metilen biru menggunakan ZSM-5 di bawah penyinaran lampu UV-LED dan kondisi gelap memiliki nilai persen *removal* yang hampir sama (ZSM-5 menggunakan penyinaran lebih tinggi 2,1833% dibandingkan kondisi gelap).

Fotokatalisis menggunakan semikonduktor ZnO yang diimpregnasi dengan pendukung (*support*) katalis ZSM-5 memiliki hasil yang lebih bagus dibandingkan ZnO dan ZSM-5 saja. Pada penelitian ini, ZnO/ZSM-5 memiliki persen *removal* (Gambar

4.12) yang lebih tinggi dibandingkan ZSM-5 maupun ZnO dengan massa 0,0200 gram dan ZnO 12,2% (0,0034 gram). Hal tersebut dikarenakan proses impregnasi semikonduktor ZnO dengan katalis pendukung ZSM-5 dapat menyebabkan peningkatan luas permukaan dari fotokatalis. ZnO/ZSM-5 dengan penyinaran lampu UV-LED memiliki persen *removal* tertinggi sebesar 78,3168% yang ditunjukkan oleh Gambar 4.11. Penyinaran menggunakan lampu UV-LED dengan energi yang lebih besar dari celah pita (E_g) semikonduktor dapat menyebabkan pembentukan elektron-hole ($e^- h^+$) akibat eksitasi elektron dari pita valensi menuju pita konduksi, sehingga meningkatkan persen *removal* pengurangan warna metilen biru. *Hole* pada pita valensi berperan sebagai oksidan yang kuat untuk menghasilkan radikal hidroksil yang dapat mengurangi warna metilen biru (Zouzelka dkk., 2016).

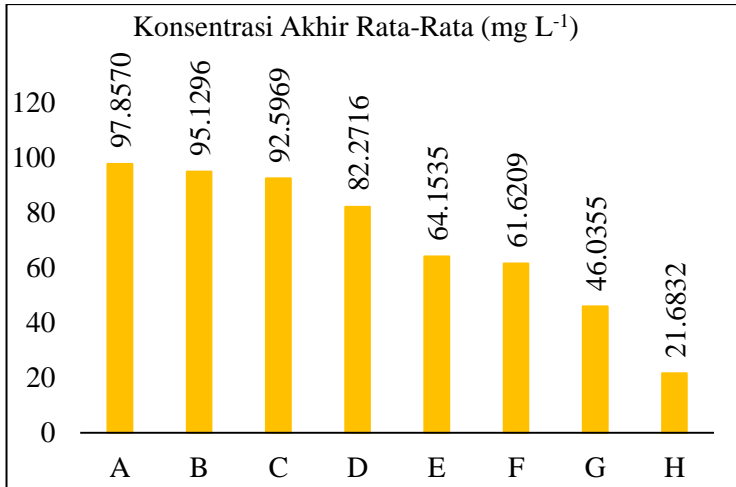
Tabel 4. 2 Absorbansi ZSM-5 dan ZnO/ZSM-5

Sampel	Absorbansi	
	Kondisi Gelap	Penyinaran di Bawah UV-LED
ZnO 12,2% (1)	0,1770	0,1730
ZnO 12,2% (2)	0,1790	0,1740
ZnO 12,2% (3)	0,1790	0,1740
ZnO 0,0200 gram (1)	0,1620	0,1510
ZnO 0,0200 gram (2)	0,1690	0,1530
ZnO 0,0200 gram (3)	0,1710	0,1510
ZSM-5 0,0200 gram (1)	0,1200	0,1170
ZSM-5 0,0200 gram (2)	0,1200	0,1150
ZSM-5 0,0200 gram (3)	0,1220	0,1170
ZnO/ZSM-5 0,0200 gram (1)	0,0900	0,0470
ZnO/ZSM-5 0,0200 gram (2)	0,0890	0,0470
ZnO/ZSM-50,0200 gram (3)	0,0900	0,0500

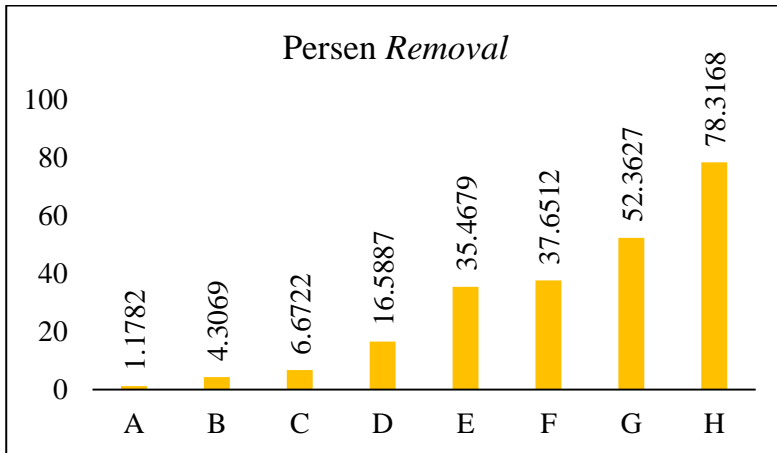
Tabel 4. 3 Data Absorbansi, Konsentrasi Akhir, dan Persen *Removal*

Perlakuan	Notasi	Absorbansi rata-rata	Konsentrasi Akhir Rata-Rata	Persen <i>Removal</i>
ZnO 12,2% Tanpa UV-LED	A	0,1783	97,8570	1,1782
ZnO 12,2% UV-LED	B	0,1737	95,1296	4,3069
ZnO 0,020 Gram Tanpa LED	C	0,1693	92,5969	6,6722
ZnO 0,020 Gram UV-LED	D	0,1517	82,2716	16,5887
ZSM 0,020 Gram Tanpa UV-LED	E	0,1207	64,1535	35,4679
ZSM-5 0,020 Gram UV-LED	F	0,1163	61,6209	37,6512
ZnO/ZSM-5 0,020 Gram Tanpa UV-LED	G	0,0897	46,0355	52,3627
ZnO/ZSM-5 0,020 Gram UV-LED	H	0,0480	21,6832	78,3168

Berdasarkan Gambar 4.11 dapat diketahui bahwa penambahan semikonduktor ZnO terhadap katalis pendukung ZSM-5 menjadi ZnO/ZSM-5 dapat menurunkan konsentrasi akhir rata-rata dari metilen biru. ZSM-5 sebagai material berpori dengan luas permukaan besar mengalami peningkatan aktivitas fotokatalis



Gambar 4. 11 Konsentrasi Akhir Metilen Biru Setelah Proses Fotokatalisis



Gambar 4. 12 Persen *Removal* Metilen Biru Setelah Proses Fotokatalisis

akibat penambahan semikonduktor ZnO melalui proses impregnasi. Absorbansi yang dimiliki oleh masing-masing sampel setelah fotokatalisis sebanding dengan konsentrasi akhir. Pada penelitian ini absorbansi lebih dominan dibandingkan efek fotokatalisis. Hal tersebut dapat dilihat pada harga persen *removal* hasil impregnasi (ZnO/ZSM-5) setelah penyinaran menggunakan lampu UV-LED yang berbeda sebesar 74,0099% dibandingkan semikonduktor ZnO di bawah penyinaran. Selain itu, persen *removal* hasil adsorpsi metilen biru menggunakan fotokatalis ZnO/ZSM-5 pada kondisi gelap lebih besar 51,1845% dibandingkan ZnO.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diketahui bahwa proses impregnasi semikonduktor ZnO menggunakan pendukung (*support*) katalis ZSM-5 dapat meningkatkan luas permukaan dan aktivitas fotokatalis di bawah penyinaran lampu UV-LED. Hal tersebut dapat diamati melalui kenaikan persen *removal* zat pewarna metilen biru menjadi 78,3168%.

5.2 Saran

Variasi konsentrasi, pH, dan studi kinetika dilakukan untuk penelitian selanjutnya dengan tujuan mengetahui kondisi optimum uji aktivitas fotokatalis ZnO/ZSM-5 dalam proses pengurangan zat warna, khususnya metilen biru.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Ajmal, A., Majeed, I., Malik, R.N., Idriss, H., Nadeem, M.A., 2014. Principles and Mechanisms of Photocatalytic Dye Degradation on TiO_2 Based Photocatalysts: A Comparative Overview. *RSC Adv* 4, 37003–37026.
- Aly-Eldeen, M.A., El-Sayed, A.A.M., Salem, D.M.S.A., El Zokm, G.M., 2018. The Uptake of Eriochrome Black T Dye from Aqueous Solutions Utilizing Waste Activated Sludge: Adsorption Process Optimization Using Factorial Design. *Egypt. J. Aquat. Res.* 44, 179–186.
- Atkins, P., de Paula, J., 2010. Physical Chemistry, Ninth Edition. W. H. Freeman and Company, New York.
- Atkins, P.W., Overton, T.L., Rourke, J.P., Weller, M.T., Armstrong, F.A., Hagerman, M., 2010. Inorganic Chemistry, Fifth Edition, 5th ed. W. H. Freeman and Company., New York.
- Auerbach, S.M., Carrado, K.A., Dutta, P.K. (Eds.), 2003. Handbook of Zeolite Science and Technology. M. Dekker, New York.
- Babalola, J.O., Koiki, B.A., Eniyewu, Y., Salimonu, A., Olowoyo, J.O., Oninla, V.O., Alabi, H.A., Ofomaja, A.E., Omorogie, M.O., 2016. Adsorption Efficacy of Cedrela Odorata Seed Waste For Dyes: Non Linear Fractal Kinetics and Non Linear Equilibrium Studies. *J. Environ. Chem. Eng.* 4, 3527–3536.
- Brandt, L., 2014. X-Ray Diffractometer: User Guide. International Ocean Discov. Program.
- Cao, D., Wang, Y., Zhao, X., 2017. Combination of Photocatalytic and Electrochemical Degradation of Organic Pollutants From Water. *Curr. Opin. Green Sustain. Chem.* 6, 78–84.
- Chan, S.H.S., Yeong Wu, T., Juan, J.C., Teh, C.Y., 2011. Recent Developments of Metal Oxide Semiconductors as Photocatalysts in Advanced Oxidation Processes (AOPs) for Treatment of Dye Waste-Water. *J. Chem. Technol. Biotechnol.* 86, 1130–1158.

- Cullity, B.D., 1956. Elements of X-Ray Diffraction, Second Edition. Addison-Wesley Publishing Company, Inc., Indiana.
- Department of Economic and Social Affairs, Population Division, 2017. World Population Prospects: The 2017 Revision. United Nations, New York.
- Derikvandi, H., Nezamzadeh-Ejhi, A., 2017. Increased Photocatalytic Activity of NiO And ZnO In Photodegradation of A Model Drug Aqueous Solution: Effect of Coupling, Supporting, Particles Size, and Calcination Temperature. *J. Hazard. Mater.* 321, 629–638.
- Eassa, M.T., 2012. Photocatalytic Degradation of Light Green Dye Using TiO₂ and Nano TiO₂ as Catalysts. Thesis Univ. Kufa 1–172.
- Fan, Z., Lu, J.G., 2005. Zinc Oxide Nanostructures: Synthesis and Properties. *Department Chem. Eng. Mater. Sci. Univ. Calif.* 1–27.
- Feddal, I., Ramdani, A., Taleb, S., Gaigneaux, E.M., Batis, N., Ghaffour, N., 2014. Adsorption Capacity Of Methylene Blue, An Organic Pollutant, By Montmorillonite Clay. *Desalination Water Treat.* 52, 2654–2661.
- Field, L.D., Sternhell, S., Kalman, J.R., 2008. Organic Structures from Spectra, Fourth Edition. John Wiley and Sons Ltd, Chichester.
- Fil, B.A., Ozmetin, C., Korkmaz, M., 2012. Cationic Dye (Methylene Blue) Removal from Aqueous Solution by Montmorillonite. *Bull. Korean Chem. Soc.* 33, 3184–3190.
- Gita, S., Hussan, A., Choudhury, T.G., 2016. Impact of Textile Dyes Waste on Aquatic Environments and its Treatment. *Environ. Ecol.* 35, 2349—2353.
- Gupta, G., Kaur, A., Sinha, A.S.K., Kansal, S.K., 2017. Photocatalytic Degradation of Levofloxacin in Aqueous Phase Using Ag/AgBr/BiOBr Microplates Under Visible Light. *Mater. Res. Bull.* 88, 148–155.

- Gupta, S.M., Tripathi, M., 2011. A review of TiO₂ Nanoparticles. *Chin. Sci. Bull.* 56, 1639–1657.
- Hamid, A., 2015. Synthesis of Mesoporous ZSM-5 from Kaolin and Colloidal Silica with Two Step Crystallization: Influence of Temperature and Aging Time. Tesis Kim. Fak. Sains Inst. Teknol. Sepuluh Nop. 99.
- Hassaninejad-Darzi, Kavyani, S., Torkamanzadeh, M., Dianati Tilaki, R., 2017. Applicability of ZSM-5 Nanozeolite to Removal of Ternary Basic Dyes: An Adsorption Study using High-Accuracy UV/Vis-Chemometric Methods. *Monatshefte Für Chem. - Chem. Mon.* 142, 2037–2049.
- Janotti, A., Van de Walle, C.G., 2009. Fundamentals of zinc oxide as a semiconductor. *Rep. Prog. Phys.* 72, 126501.
- Jeol, U.E.O.D., 2011. Scanning Elektron Microscope A to Z: Basic Knowledge for Using The SEM. Jeol Inc.
- Karatay, S.E., Gül, Ü.D., Dönmez, G., 2014. Determination of Methylene Blue Biosorption by *Rhizopus arrhizus* in the Presence of Surfactants with Different Chemical Structure. *Prep. Biochem. Biotechnol.* 44, 653–662.
- Kementrian Perindustrian, 2018. Prospect of Textile Industry. Jakarta: Kemenperin.
- Khatamian, M., Shoar, S., Divband, B., 2014. Synthesis of High Crystalline ZSM-5 Zeolite and M(II)(Zn, Cu & Ni)-ZSM-5 and Evaluation of Their Adsorptive Desulfurization Performance. *Mater. Sci.* 11, 1–11.
- Kireev, P.S., 1978. Semiconductor Physics, Second. ed. Mir, Moscow.
- Kokotailo, G.T., Lawton, S.L., Olson, D.H., Meier, W.M., 1978. Structure of Synthetic Zeolite ZSM-5. *Nature* 272, 437–438.
- Kondo, J.N., Nishitani, R., Yoda, E., Yokoi, T., Tatsumi, T., Domen, K., 2010. A Comparative IR Characterization of Acidic Sites on HY Zeolite by Pyridine and CO Probes with Silica–alumina and γ -alumina References. *Phys. Chem. Chem. Phys.* 12, 11576.

- Kumar, H., Rani, R., 2013. Structural and Optical Characterization of ZnO Nanoparticles Synthesized by Microemulsion Route. *Int. Lett. Chem. Phys. Astron.* 19, 26–36.
- Kusumawati, Y., Pauporté, T., Viana, B., Zouzalka, R., Remzova, M., Rathousky, J., 2017. Mesoporous TiO₂/graphene Composite Films for the Photocatalytic Degradation of Eco-Persistent Pollutants, in: Teherani, F.H., Look, D.C., Rogers, D.J. (Eds.), . Presented at the SPIE OPTO, San Francisco, California, United States, p. 1010529.
- Ladhe, U.V., Wankhede, S.K., Patil, V.T., Patil, P.R., 2011. Removal of Erichrome Black T from Synthetic Wastewater by Cotton Waste. *E-J. Chem.* 8, 803–808.
- Leofanti, G., Tozzola, G., Padovan, M., Petrini, G., Bordiga, S., Zecchina, A., 1997. Catalyst characterization: Characterization Techniques. *Catal. Today* 34, 307–327.
- Li, T., Luo, S., Yang, L., 2013. Microwave-assisted Solvothermal Synthesis of Flower-Like Ag/AgBr/BiOBr Microspheres and Their High Efficient Photocatalytic Degradation for p-Nitrophenol. *J. Solid State Chem.* 206, 308–316.
- Liao, C.-H., Huang, C.-W., Wu, J.C.S., 2012. Hydrogen Production from Semiconductor-based Photocatalysis via Water Splitting. *Catalysts* 2, 490–516.
- Maizatrisna, 2007. Degradasi Zat Warna Naphtol Blue Black Secara Sonolisis dan Fotolisis dengan Penambahan TiO₂ Anatase. Skripsi Univ. Andalas.
- Meng, L., 2018. Hierarchical MFI Zeolites: Novel Synthesis Strategies and Applications In Catalysis. Technische Universiteit Eindhoven, Eindhoven.
- Mgbemere, H.E., Ekpe, I.C., Lawal, G.I., 2017. Zeolite Synthesis, Characterization and Application Areas: A Review. *Int. Res. J. Environ. Sci.* 6, 45–59.
- Miclescu, A., Wiklund, L., 2010. Methylene blue, an Old Drug With New Indications. *J. Rum. Perawatan Anestesi Intensive* 35–41.

- Mota, A.L.N., Albuquerque, L.F., Beltrame, L.T.C., Chiavone-Filho, O., Machulek Jr., A., Nascimento, C.A.O., 2008. Advanced Oxidation Processes and Their Application in The Petroleum Industry: A Review. *Braz. J. Pet. Gas* 2, 124–142.
- Mozgawa, W., Handke, M., Jastrzębski, W., 2004. Vibrational Spectra of Aluminosilicate Structural Clusters. *J. Mol. Struct.* 704, 247–257.
- Muslim, Z.R., Aadim, K.A., Kadhim, R.F., 2017. Preparation of ZnO for Photocatalytic Activity of Methylene Blue Dye. *Int. J. Basic Appl. Sci.* 6, 1–7.
- Nabavi, M.S., Zhou, M., Mouzon, J., Grahn, M., Hedlund, J., 2019. Stability of Colloidal ZSM-5 Catalysts Synthesized in Fluoride and Hydroxide Media. *Microporous Mesoporous Mater.* 278, 167–174.
- Naimah, S., Ardhanie, S., Jati, B.N., Aidha, N.N., Arianita, A., 2014. Degradasi Zat Warna pada Limbah Cair Industri Tekstil dengan Metode Fotokatalitik Menggunakan Nanokomposit TiO₂-Zeolit 36, 225–236.
- Octaviani, T., Guntarti, A., Susanti, H., 2014. Penetapan Kadar Beta Karoten pada Beberapa Jenis Cabe (Genus Capsicum) dengan Metode Spektrofotometri Tampak. *Pharmaciana* 4, 101–109.
- Oxtoby, D.W., Gillis, H.P., Campion, A., 2012. Principles of modern chemistry, 7th ed. ed. Brooks/Cole Cengage Learning, Belmont, Calif.
- Perego, C., Villa, P., 1997. Catalyst Preparation Methods. *J. Catal.* 34, 281–305.
- Prevéy, P.S., Berndt, C.C., Park, M., 2000. X-Ray Diffraction Characterization of Crystallinity and Phase Composition in Plasma-Sprayed Hydroxylapatite Coatings. *J. Therm. Spray Energy* 9, 369–376.
- Pung, S.-Y., Lee, W.-P., Aziz, A., 2012. Kinetic Study of Organic Dye Degradation Using ZnO Particles with Different

- Morphologies as a Photocatalyst. *Int. J. Inorg. Chem.* 2012, 1–9.
- Rianto, L.B., Amalia, S., Khalifah, S.N., 2012. Pengaruh Impregnasi Logam Titanium pada Zeolit Alam Malang Terhadap Luas Permukaan Zeolit. *Alchemy* 2, 58–67.
- Rownaghi, A.A., Rezaei, F., Hedlund, J., 2012. Uniform Mesoporous ZSM-5 Single Crystals Catalyst with High Resistance to Coke Formation for Methanol Deoxygenation. *Microporous Mesoporous Mater.* 151, 26–33.
- Shah, J., Jan, M.R., Khitab, F., 2018. Sonophotocatalytic Degradation of Textile Dyes Over Cu Impregnated ZnO Catalyst in Aqueous Solution. *Process Saf. Environ. Prot.* 116, 149–158.
- Shi, L., Liang, L., Ma, J., Meng, Y., Zhong, S., Wang, F., Sun, J., 2014. Highly Efficient Visible Light-driven Ag/AgBr/ZnO Composite Photocatalyst for Degrading Rhodamine B. *Ceram. Int.* 40, 3495–3502.
- Singhal, A., Achary, S.N., Tyagi, A.K., Manna, P.K., Yusuf, S.M., 2008. Colloidal Fe-doped ZnO Nanocrystals: Facile Low Temperature Synthesis, Characterization and Properties. *Mater. Sci. Eng. B* 153, 47–52.
- Sivakumar, V., Asaithambi, M., Sivakumar, P., 2012. Physico-Chemical and Adsorption Studies of Activated Carbon from Agricultural Wastes. *Adv. Appl. Sci. Res.* 3, 219–226.
- Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., 1996. *Fundamentals of Analytical Chemistry*, 7th ed. Saunders College Publishing, Philadelphia.
- Stavrinou, A., Aggelopoulos, C.A., Tsakiroglou, C.D., 2018. Exploring The Adsorption Mechanisms of Cationic and Anionic Dyes Onto Agricultural Waste Peels of Banana, Cucumber and Potato: Adsorption Kinetics And Equilibrium Isotherms As A Tool. *J. Environ. Chem. Eng.* 6, 6958–6970.

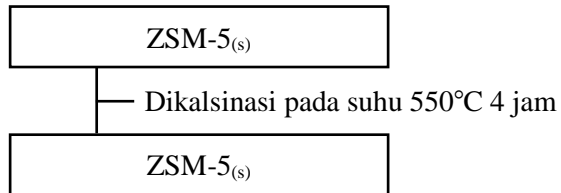
- Stuart, B., 2004. *Infrared Spectroscopy: Fundamentals And Applications, Analytical Techniques in the Sciences*. J. Wiley, Chichester, West Sussex, England ; Hoboken, NJ.
- Subagyo, 2019. Studi Kinetika Fotokatalisis Zat Warna Metilen Biru Oleh Seng Oksida (ZnO) di Bawah Penyinaran Lampu UV-LED. Skripsi Dep. Kim. Inst. Teknol. Sepuluh Nop. 1–80.
- Suhartati, T., 2017. *Dasar-Dasar Spektrofotometri Uv-Vis dan Spektrometri Massa untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik*, 1st ed. AURA CV. Anugrah Utama Raharja, Lampung.
- Suman, P.H., Felix, A.A., Tuller, H.L., Varela, J.A., Orlandi, M.O., 2015. Comparative Gas Sensor Response of SnO_2 , SnO and Sn_3O_4 Nanobelts to NO_2 and Potential Interferents. *Sens. Actuators B Chem.* 208, 122–127.
- Treacy, M.M.J., Higgins, J.B., Von Ballom, R., 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolite*, 4th edition. ed. Elsevier, Amsterdam.
- Umar, M., Abdul, H., 2013. Photocatalytic Degradation of Organic Pollutants in Water, in: Rashed, M.N. (Ed.), *Organic Pollutants - Monitoring, Risk and Treatment*. InTech, pp. 1–14.
- Wang, X., Gao, X., Dong, M., Zhao, H., Huang, W., 2015. Production of Gasoline Range Hydrocarbons from Methanol On Hierarchical ZSM-5 and Zn/ZSM-5 Catalyst Prepared with Soft Second Template. *J. Energy Chem.* 24, 490–496.
- Wang, X., Jiang, C., Hou, B., Wang, Y., Hao, C., Wu, J., 2018. Carbon Composite Lignin-Based Adsorbents for the Adsorption Of Dyes. *Chemosphere* 206, 587–596.
- Wardle, B., 2009. *Principles and Applications of Photochemistry*. Wiley, Chichester, U.K.
- Wei, Z., Chen, L., Cao, Q., Wen, Z., Zhou, Z., Xu, Y., Zhu, X., 2017. Steamed Zn/ZSM-5 Catalysts for Improved

- Methanol Aromatization with High Stability. *Fuel Process. Technol.* 162, 66–77.
- Yasmina, M., Mourad, K., Mohammed, S.H., Khaoula, C., 2014. Treatment Heterogeneous Photocatalysis: Factors Influencing the Photocatalytic Degradation by TiO₂. *Energy Procedia* 50, 559–566.
- Yu, P.Y., Cardona, M., 2010. Fundamentals of Semiconductors: Physics And Materials Properties, 4th Ed. Ed, Graduate Texts In Physics. Springer, Berlin ; New York.
- Zeiss, C., 2011. SIGMATM Field Emission Scanning Electron Microscope. A Carl Zeiss SMT AG Company.
- Zhang, K., Ostraat, M.L., 2016. Innovations In Hierarchical Zeolite Synthesis. *Catal. Today* 264, 3–15.
- Zhang, X., Li, R., Jia, M., Wang, S., Huang, Y., Chen, C., 2015. Degradation Of Ciprofloxacin In Aqueous Bismuth Oxybromide (BiOBr) Suspensions Under Visible Light Irradiation: A Direct Hole Oxidation Pathway. *Chem. Eng. J.* 274, 290–297.
- Zhao, Y., Huang, X., Tan, X., Yu, T., Li, X., Yang, L., Wang, S., 2016. Fabrication of BiOBr Nanosheets@TiO₂ Nanobelts p–n Junction Photocatalysts for Enhanced Visible-light activity. *Appl. Surf. Sci.* 365, 209–217.
- Zheng, S., 2002. Surface Modification of HZSM-5 Zeolites. Disertasi 1–124.
- Zouzelka, R., Kusumawati, Y., Remzova, M., Rathousky, J., Pauporté, T., 2016. Photocatalytic Activity of Porous Multiwalled Carbon Nanotube-TiO₂ Composite Layers For Pollutant Degradation. *J. Hazard. Mater.* 317, 52–59.

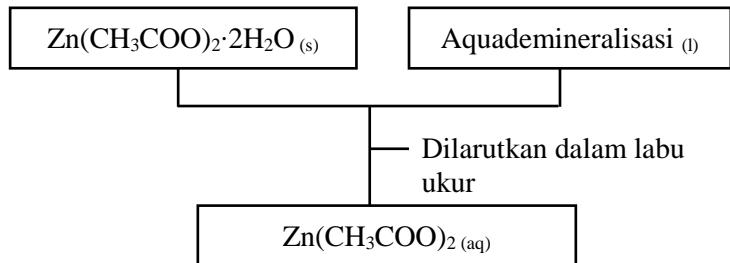
LAMPIRAN

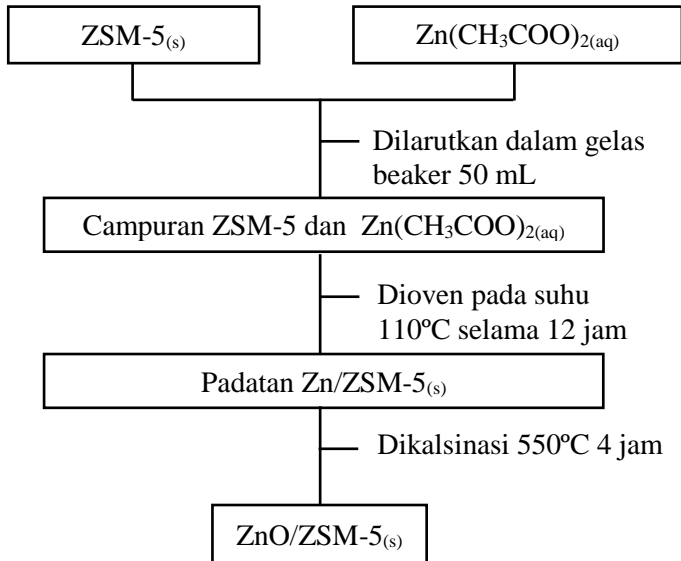
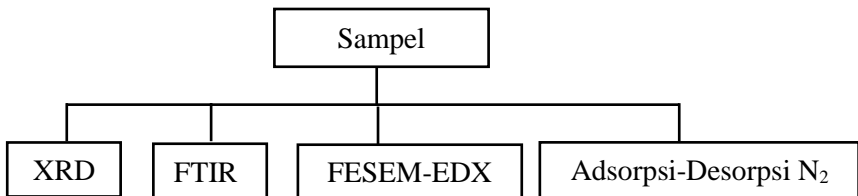
LAMPIRAN A: SKEMA KERJA

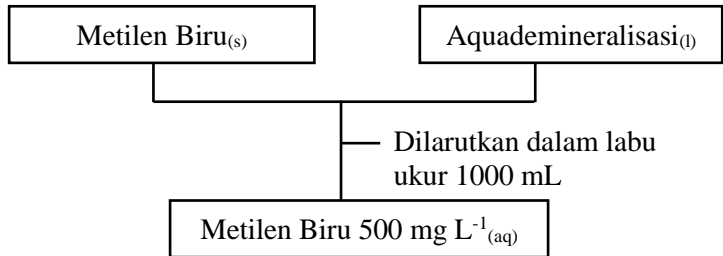
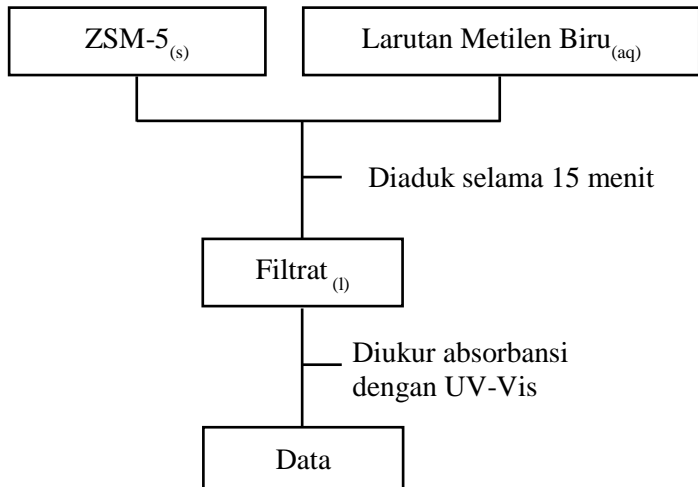
A. 1 Preparasi ZSM-5



A. 2 Pembuatan Larutan



A. 3 Sintesis ZnO/ZSM-5**A. 4 Karakterisasi ZSM-5 dan ZnO/ZSM-5**

A. 5 Pembuatan Larutan Stok Metilen Biru 500 mg L⁻¹**A. 6 Aplikasi Fotokatalis**

LAMPIRAN B: PERHITUNGAN

B. 1 Pembuatan Larutan Standar Metilen Biru 500 mg L⁻¹

Metilen biru 0,5 gram dilarutkan dengan aquademineralisasi di dalam labu ukur 1000 mL hingga tanda batas untuk menghasilkan larutan 500 mg L⁻¹.

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

$$500 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1} = \frac{\text{massa}}{1 \text{ L}}$$

$$\text{Massa} = 500 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1} \times \text{L}$$

$$\text{Massa} = 500 \text{ mg}$$

$$\text{Massa} = 0,5 \text{ g}$$

B. 2 Pembuatan Larutan Zn 0,3 M dalam 50 mL labu ukur

$$\text{Molaritas Zn}_{(\text{aq})} = \frac{\text{massa Zn(CH}_3\text{COOH)} \cdot 2\text{H}_2\text{O}_{(\text{s})}}{\text{Mr Zn(CH}_3\text{COOH)} \cdot 2\text{H}_2\text{O}_{(\text{s})}} \times \frac{1000}{n \text{ mL}}$$

$$\text{Molaritas Zn}_{(\text{aq})} = \frac{3,2927 \text{ gram}}{219,51 \text{ gram mol}^{-1}} \times \frac{1000}{50 \text{ mL}}$$

$$\text{Molaritas Zn}_{(\text{aq})} = 0,3 \text{ M}$$

Massa massa Zn(CH₃COOH) · 2H₂O_(s) yang harus ditimbang untuk menghasilkan larutan Zn 0,3 M adalah 3,2927 gram.

B. 3 Penentuan Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat untuk menentukan persamaan $y=mx+c$. Pada penelitian ini, kurva dibuat pada konsentrasi 1, 2, 3, 4, dan 5 mg L⁻¹.

$$C_{\text{MB } 500 \text{ mg L}^{-1}} \times V_{\text{MB } 500 \text{ mg L}^{-1}} = C_{\text{MB } 5 \text{ mg L}^{-1}} \times V_{\text{MB } 5 \text{ mg L}^{-1}}$$

$$500 \text{ mg L}^{-1} \times V_{\text{MB}} = 5 \text{ mg L}^{-1} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_{MB} = 0,25 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} C_{MB \text{ 500 mg L}^{-1}} \times V_{MB \text{ 500 mg L}^{-1}} &= C_{MB \text{ 4 mg L}^{-1}} \times V_{MB \text{ 4 mg L}^{-1}} \\ 500 \text{ mg L}^{-1} \times V_{MB} &= 4 \text{ mg L}^{-1} \times 25 \text{ mL} \\ V_{MB} &= 0,2 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} C_{MB \text{ 500 mg L}^{-1}} \times V_{MB \text{ 500 mg L}^{-1}} &= C_{MB \text{ 3 mg L}^{-1}} \times V_{MB \text{ 3 mg L}^{-1}} \\ 500 \text{ mg L}^{-1} \times V_{MB} &= 3 \text{ mg L}^{-1} \times 25 \text{ mL} \\ V_{MB} &= 0,15 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} C_{MB \text{ 500 mg L}^{-1}} \times V_{MB \text{ 500 mg L}^{-1}} &= C_{MB \text{ 2 mg L}^{-1}} \times V_{MB \text{ 2 mg L}^{-1}} \\ 500 \text{ mg L}^{-1} \times V_{MB} &= 2 \text{ mg L}^{-1} \times 25 \text{ mL} \\ V_{MB} &= 0,1 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} C_{MB \text{ 500 mg L}^{-1}} \times V_{MB \text{ 500 mg L}^{-1}} &= C_{MB \text{ 1 mg L}^{-1}} \times V_{MB \text{ 1 mg L}^{-1}} \\ 500 \text{ mg L}^{-1} \times V_{MB} &= 1 \text{ mg L}^{-1} \times 25 \text{ mL} \\ V_{MB} &= 0,05 \text{ mL} \end{aligned}$$

B. 4 Pembuatan Larutan 100 mg L⁻¹

$$\begin{aligned} C_{MB \text{ 500 mg L}^{-1}} \times V_{MB \text{ 500 mg L}^{-1}} &= C_{MB \text{ 100 mg L}^{-1}} \times V_{MB \text{ 100 mg L}^{-1}} \\ 500 \text{ mg L}^{-1} \times V_{MB} &= 100 \text{ mg L}^{-1} \times 25 \text{ mL} \\ V_{MB} &= 5 \text{ mL} \end{aligned}$$

B. 5 Perhitungan Persen *Removal*

$$\% \text{ removal} = \frac{[MB]_{Awal} - [MB]_{Akhir}}{[MB]_{Awal}} \times 100\%$$

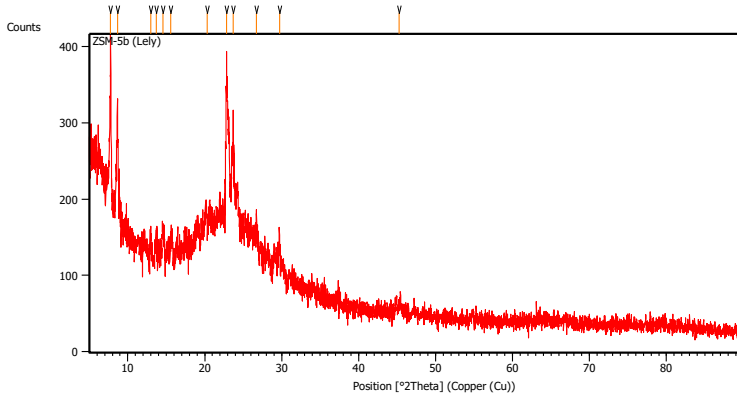
$$\% \text{ removal} = \frac{100 \text{ mg L}^{-1} - 21,6832 \text{ mg L}^{-1}}{100 \text{ mg L}^{-1}} \times 100\%$$

$$\% \text{ removal} = 78,3168\%$$

LAMPIRAN C: KARAKTERISASI

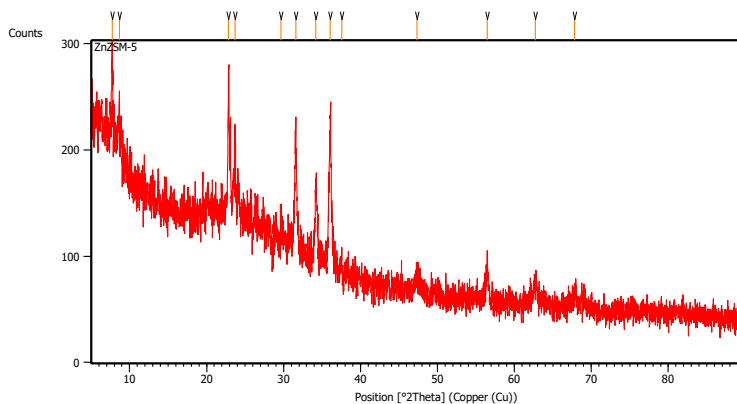
C. 1 XRD

C. 1. 1 ZSM-5 Setelah Kalsinasi



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
7.7622	211.11	0.0669	11.38982	100.00
8.6456	131.89	0.1338	10.22800	62.47
12.9871	22.26	0.2007	6.81695	10.55
13.6922	23.31	0.2007	6.46744	11.04
14.5932	25.00	0.2007	6.07008	11.84
15.6028	16.87	0.4015	5.67950	7.99
20.3286	20.28	0.5353	4.36861	9.61
22.8114	206.16	0.1338	3.89844	97.65
23.6648	111.34	0.2007	3.75975	52.74
26.7367	32.00	0.2007	3.33435	15.16
29.7191	46.60	0.1004	3.00618	22.08
45.2330	11.94	0.8029	2.00472	5.66

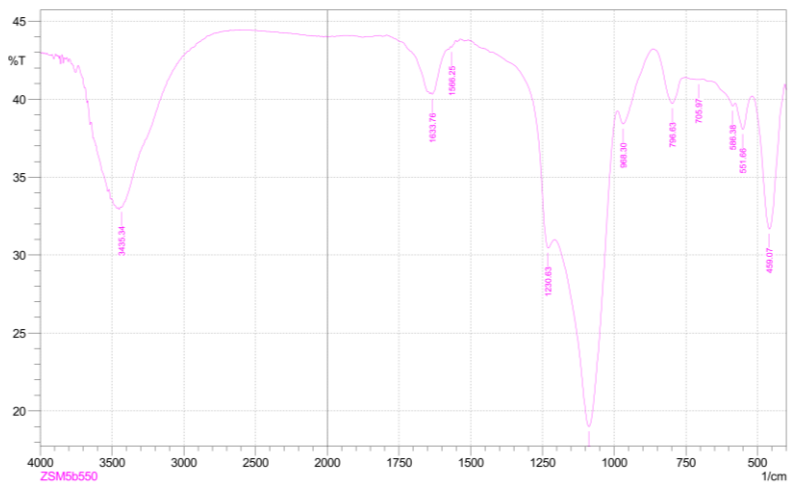
C. 1. 2 ZnO/ZSM-5



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
7.7075	89.04	0.1338	11.47061	60.38
8.6940	35.38	0.4015	10.17112	23.99
22.8620	136.63	0.0836	3.88994	92.65
23.6961	80.46	0.1004	3.75487	54.56
29.6971	25.54	0.2007	3.00836	17.32
31.5980	93.64	0.2342	2.83158	63.50
34.2047	77.16	0.1338	2.62153	52.33
36.0801	147.46	0.2342	2.48945	100.00
37.5513	13.53	0.2676	2.39523	9.17
47.3457	16.77	0.5353	1.92008	11.37
56.4965	39.51	0.2007	1.62888	26.79
62.7251	19.99	0.4015	1.48128	13.56
67.8292	10.63	0.5353	1.38172	7.21

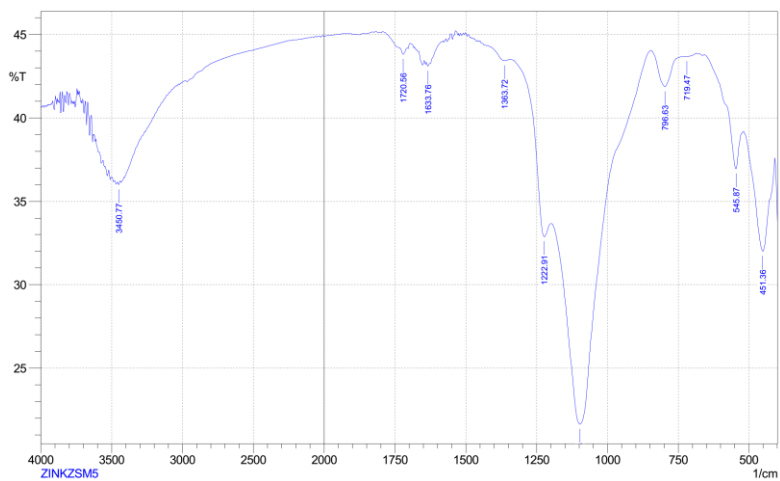
C. 2 FTIR

C. 2.1 ZSM-5



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	459.07	31.669	8.923	516.94	405.06	49.398	5.582
2	551.66	38.065	1.876	576.74	518.87	23.592	0.552
3	586.38	39.552	0.303	688.61	578.66	43.032	0.038
4	705.97	41.255	0.037	727.19	690.54	14.087	0.009
5	796.63	39.72	2.39	862.21	754.19	41.564	1.187
6	986.3	38.419	1.447	987.59	864.14	48.203	0.74
7	1087.89	19	16.481	1205.55	989.52	123.684	24.937
8	1230.63	30.443	1.852	1421.58	1207.48	87.986	0.538
9	1566.25	43.341	0.12	1570.11	1552.75	6.277	0.013
10	1633.76	40.306	0.285	1637.62	1581.68	21.179	0.067
11	3435.34	33.067	0.119	3439.19	2974.33	192.643	0.115

C. 2. 2 ZnO/ZSM-5



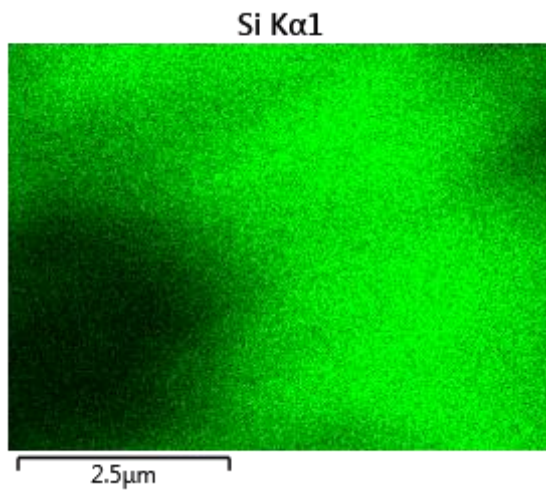
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	451.36	32.007	4.141	518.87	428.21	41.292	2.202
2	545.87	36.944	3.138	657.75	518.87	54.12	0.961
3	719.47	43.681	0.013	721.4	686.68	12.466	0.01
4	796.63	41.879	2.003	846.78	736.83	40.308	0.961
5	1097.53	21.636	15.014	1197.83	848.71	169.649	25.085
6	1222.91	32.88	2.472	1344.43	1197.83	60.014	-1.122
7	1363.72	43.438	0.293	1421.58	1344.43	27.664	0.104
8	1633.76	43.121	0.185	1639.55	1627.97	4.218	0.011
9	1720.56	43.822	0.39	1734.06	1705.13	10.307	0.051
10	3450.77	36.002	0.191	3458.48	3439.19	8.536	0.024

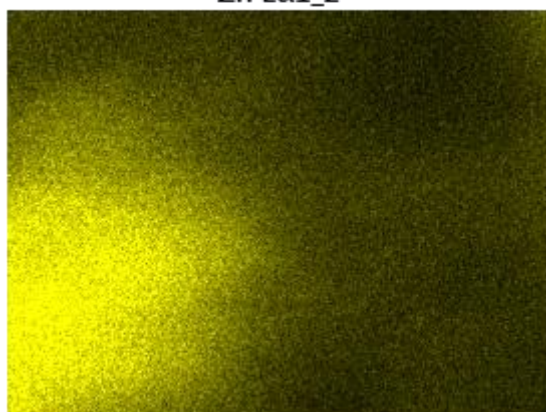
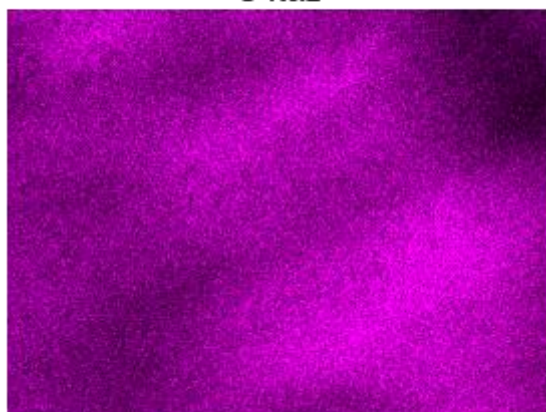
C. 3 FESEM-EDX

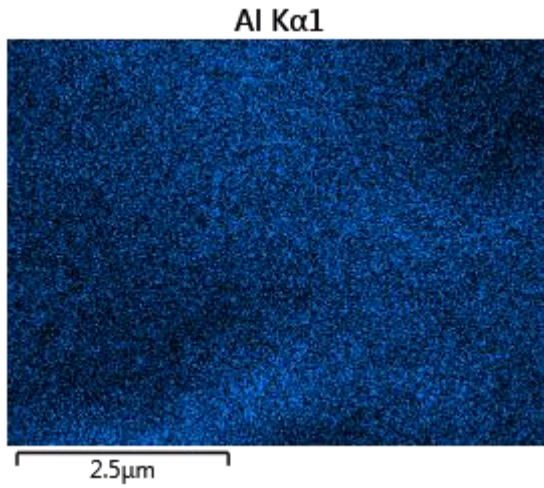
C. 3.1 Persebaran Unsur



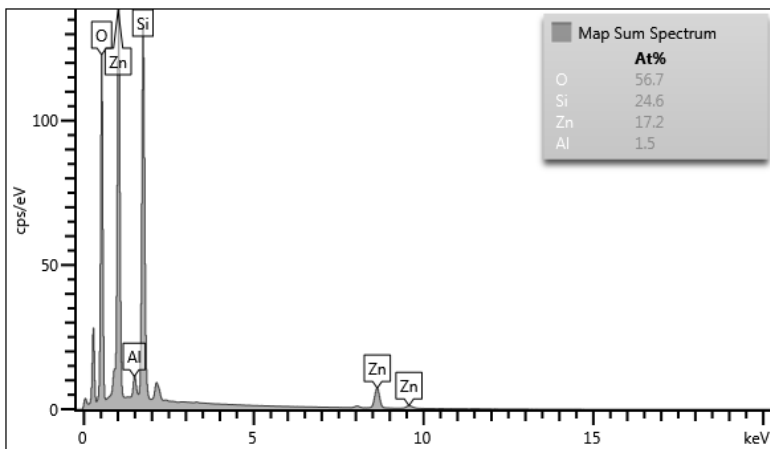
C. 3.2 Persebaran Masing-Masing Unsur Menggunakan Instrumen EDX



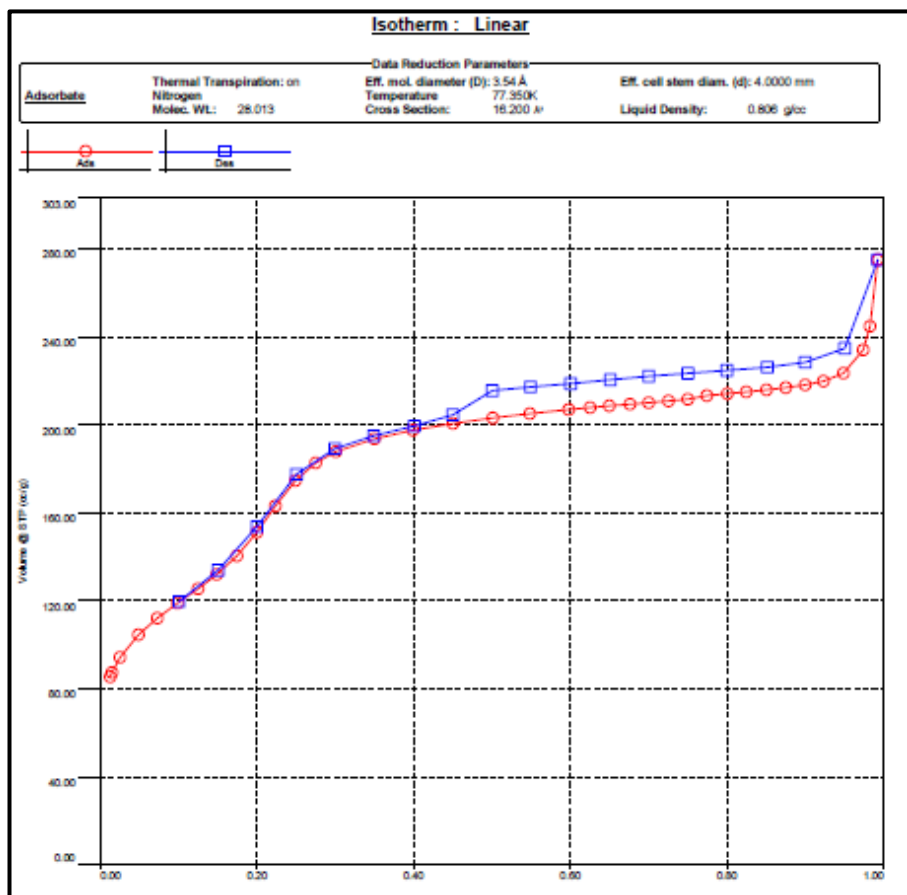
Zn L α 1_22.5 μ mO K α 12.5 μ m



C. 3.3 Grafik Persentase Unsur



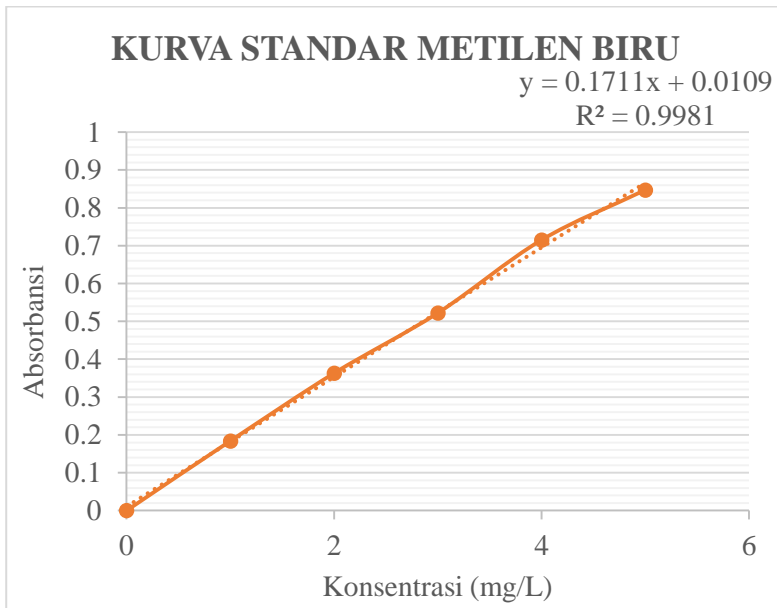
C. 4 BET



LAMPIRAN D: KURVA STANDAR METILEN BIRU

Kurva kalibrasi dibuat dengan mengukur absorbansi metilen biru dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, dan 5 mg L⁻¹. Pengukuran absorbansi tersebut menghasilkan kurva kalibrasi dengan persamaan $y = 0.1711x + 0.0109$

Konsentrasi (mg L ⁻¹)	Absorbansi
0	0
1	0.1840
2	0.3630
3	0.5220
4	0.7150
5	0.8470



BIOGRAFI PENULIS



Penulis memiliki nama lengkap Lely Dwi Astuti dan dilahirkan di Kabupaten Ponorogo Jawa Timur pada tanggal 21 Mei 1997. Penulis merupakan anak ke-2 dari dua bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan di SDN 1 Kunti (2003-2009), SMPN 1 Bungkal (2009-2012), dan SMAN 1 Ponorogo (2012-2015). Penulis diterima di Departemen Kimia Fakultas Sains Institut Teknologi Sepuluh melalui jalur SNMPTN dan terdaftar dengan NRP 01211540000010. Penulis mendalami bidang fotokatalisis dan zeolit di bawah bimbingan Dr. Yuly Kusumawati, S.Si., M.Si. (y_kusumawati@chem.its.ac.id) dan Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc. (didikp@chem.its.ac.id). Penulis sempat aktif di Himpunan Mahasiswa Kimia ITS (HIMKA-ITS) sebagai staf departemen Pengembangan Sumber Daya Mahasiswa (PSDM) 2016/2017, staf hubungan masyarakat UKM Koperasi Mahasiswa (KOPMA) dr. Angka ITS 2016/2017, staf sie acara *Chemistry Week* 8 tahun 2016, Sekretaris II *Chemistry Week* 9, sekretaris I *Chemistry Week* 10, Staf acara Gerakan Integralistik ITS (GERIGI) 2016, Ikatan Himpunan Mahasiswa Kimia Indonesia (IKAHIMKI) periode 2016/2018 sebagai kepala departemen PSDM, dan kegiatan lain. Penulis pernah mendapatkan penghargaan sebagai *best honorable archipelago award* sekaligus finalis lomba esai AEC di Universitas Pattimura Ambon 2016, PKM-P terdantai 2017, finalis SEMAR *essay competition* UNS 2018, finalis LKTI Universitas Tanjungpura 2018, finalis LKTI CHEACO Universitas Muhammadiyah Purwokerto 2018, Juara 1 Lomba esai *water x* Universitas Brawijaya tahun 2018, PKM-P terdantai 2018, dan kegiatan lain. Selanjutnya penulis pernah melakukan kerja praktek di Laboratorium Forensik Polda Jawa Timur pada tahun 2018 sub bidang narkoba dan mengikuti kegiatan *student excursion in*

Singapore 2017. Penulis dapat dihubungi melalui alamat email **lelydwias@gmail.com** atau nomor HP **082257009321**.