

**Studi Pengaruh Konsentrasi ZnO pada Zeolit terhadap  
Degradasi *Methylene Blue* secara Fotokatalitik**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
IKA OKTAVIA WULANDARI  
105090203111001**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2014**

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



**Studi Pengaruh Konsentrasi ZnO pada Zeolit terhadap  
Degradasi *Methylene Blue* secara Fotokatalitik**

**SKRIPSI**

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

**Oleh:**

**IKA OKTAVIA WULANDARI  
105090203111001**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2014**

## LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

### Studi Pengaruh Konsentrasi ZnO pada Zeolit terhadap Degradasi *Methylene Blue* secara Fotokatalitik

Oleh :

**IKA OKTAVIA WULANDARI**  
**105090203111001**

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji  
pada tanggal .....  
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar Sarjana  
Sains dan bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

Dra. Sri Wardhani, M.Si  
NIP. 196802261992032001

Drs. Dinar Purwonugroho, M.Si  
NIP. 196006101992031002

Mengetahui  
Ketua Jurusan Kimia  
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Edi Priyo Utomo, MS  
NIP. 195712271986031003

## LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Ika Oktavia Wulandari

NIM : 105090203111001

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul:

Studi Pengaruh Konsentrasi ZnO pada Zeolit terhadap Degradasi *Methylene Blue* secara Fotokatalitik.

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang,.....

Yang menyatakan,

Ika Oktavia Wulandari

105090203111001

# Studi Pengaruh Konsentrasi ZnO pada Zeolit terhadap Degradasi *Methylene Blue* secara Fotokatalitik

## ABSTRAK

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi ZnO yang terimpregnasi pada zeolit dalam penentuan konstanta laju fotodegradasi *methylene blue*, mengetahui efektivitas penggunaan kembali fotokatalis, serta karakterisasi fotokatalis. Fotokatalis disintesis melalui metode impregnasi dengan menggunakan prekursor larutan  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ . Prekursor disintesis dengan melarutkan  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dalam etanol 96% (v/v). Impregnasi ZnO dilakukan pada komposisi 45 ml  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2/3$  gram zeolit. Lima variasi konsentrasi fotokatalis ZnO pada zeolit yang dihasilkan dari proses impregnasi adalah 0,3; 0,75; 1,5; 2,25; dan 3,0 mmol ZnO/g zeolit. Hasil karakterisasi dengan DRS menunjukkan energi celah untuk katalis ZnO pada zeolit adalah 3,06 eV. Dari SAA diperoleh luas permukaan zeolit teraktivasi dan ZnO pada zeolit berturut-turut sebesar 113,689 dan 51,144  $\text{m}^2/\text{g}$ . Identifikasi keberadaan ZnO pada zeolit dengan menggunakan FTIR ditunjukkan dengan puncak yang muncul pada bilangan gelombang 470,63 dan 941,26  $\text{cm}^{-1}$ . Hasil uji fotokatalitik menunjukkan konsentrasi ZnO berpengaruh terhadap konstanta laju fotodegradasi. Konsentrasi ZnO yang menghasilkan konstanta laju terbesar adalah ZnO 0,75 mmol/g zeolit, dengan nilai konstanta laju sebesar 0,22  $\text{menit}^{-1}$ , dan dengan efektivitas empat kali penggunaan kembali (*reuse*).

Kata Kunci: Fotodegradasi, Fotokatalis, *Methylene Blue*, Zeolit, ZnO

# The Effect of ZnO impregnated onto zeolite towards Methylene Blue Photocatalytic Degradation

## ABSTRACT

The main purpose of this research were to investigate the effect of impregnated ZnO onto zeolite for determining methylene blue photodegradation rate constant, photocatalyst reuse effectivity, as well as it characteristics. Photocatalyst was synthesized using impregnation method with  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  as precursor. The precursor was made by dissolving  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  into 96% ethanol (v/v). ZnO impregnation process was conducted according to 45 ml  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2/3$  grams zeolite. Five concentrations generated here were 0.3; 0.75; 1.5; 2.25; and 3.0 mmol ZnO/g zeolite. Photocatalyst characteristics were identified by using DRS, SAA, and FTIR. The band gap value known from DRS was 3.06 eV. Furthermore, activated zeolite and zeolite impregnated with ZnO had 113.689 and 51.144 surface areas respectively. In addition, the peak appeared at 470.63 and 941.26  $\text{cm}^{-1}$  from FTIR spectra indicated that ZnO was impregnated onto zeolite successively. The result showed that 0.75 mmol ZnO/g zeolite gave the highest amounts of rate constant value which is 0.22 minutes<sup>-1</sup> with four time reuses. These result concluded that ZnO did gave significant effect to the photodegradation rate constant.

Keywords: Photodegradation, Photocatalyst, *Methylene Blue*, Zeolite, ZnO

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa. Atas berkat rahmat, karunia serta hidayah-Nya, tugas akhir dengan judul “**Studi Pengaruh Konsentrasi ZnO pada Zeolit terhadap Degradasi Methylene Blue secara Fotokatalitik**” ini dapat diselesaikan, sebagai salah satu persyaratan dalam mendapatkan gelar Sarjana Sains di Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya.

Tugas akhir ini dapat diselesaikan oleh penulis juga berkat dukungan dari semua pihak. Penulis menyampaikan terimakasih kepada:

1. Dra. Sri Wardhani, M.Si, selaku dosen pembimbing I, dan Drs. Dinar Purwonugroho, M.Si selaku dosen pembimbing II, yang telah banyak meluangkan waktu serta memberikan bimbingan dalam menyelesaikan tugas akhir ini.
2. Dr. Edi Priyo Utomo, MS selaku Ketua Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Brawijaya Malang, yang memberikan arahan kepada penulis selama masa studi.
3. Seluruh staf pengajar, staf kependidikan, dan PLP Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya, atas semua bantuannya selama masa studi penulis.
4. Orang tua dan keluarga serta orang terdekat yang selalu mengiringi penulis dengan doa, perhatian, dan kasih sayang, serta dukungan hingga terselesaikannya tugas akhir ini.
5. Teman-teman angkatan 2010 di Jurusan Kimia atas doa dan dukungannya.

Akhirnya, dengan segala keterbatasan dan kekurangan, penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kata sempurna. Dengan kerendahan hati, penulis berharap skripsi ini dapat memberikan sumbangan yang bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan

Malang, Januari 2014

Penulis

## DAFTAR ISI

	<b>Halaman</b>
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	iii
<b>ABSTRAK</b> .....	iv
<b>ABSTRACT</b> .....	v
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	vi
<b>DAFTAR ISI</b> .....	vii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	x
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xi
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xii
<b>DAFTAR LAMBANG DAN SINGKATAN</b> .....	xiii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Perumusan Masalah .....	3
1.3 Batasan Masalah .....	3
1.4 Tujuan Penelitian .....	4
1.5 Manfaat Penelitian .....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
2.1 Zeolit Alam .....	5
2.2 ZnO Semikonduktor sebagai Fotokatalis.....	7
2.3 Zat Warna <i>Methylene Blue</i> .....	9
2.4 Reaksi Fotokatalitik pada Proses Fotodegradasi Zat Warna <i>Methylene Blue</i> .....	9
2.5 Laju Reaksi Fotodegradasi.....	12
2.6 Karakterisasi Fotokatalis ZnO pada Zeolit .....	12
2.6.1 Karakterisasi Fotokatalis ZnO pada Zeolit menggunakan DRS ( <i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i> ) .....	12
2.6.2 Karakterisasi Fotokatalis ZnO pada zeolit menggunakan Spektrofotometer FTIR ( <i>Fourier Transform Infra Red</i> ).....	14

2.6.3	Karakterisasi Fotokatalis ZnO pada Zeolit menggunakan SAA ( <i>Surface Area Analyzer</i> )...	15
2.7	Hipotesis .....	16
<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>		<b>17</b>
3.1	Waktu dan Tempat Penelitian .....	17
3.2	Alat dan Bahan Penelitian .....	17
3.2.1	Bahan .....	17
3.2.2	Alat penelitian .....	17
3.3	Tahap Penelitian .....	18
3.4	Prosedur Penelitian .....	18
3.4.1	Preparasi dan Aktivasi Asam Zeolit .....	18
3.4.2	Preparasi Larutan Zn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> .....	18
3.4.3	Impregnasi Fotokatalis ZnO pada Zeolit .....	19
3.4.4	Karakterisasi Fotokatalis ZnO pada Zeolit .....	19
3.4.5	Penentuan Konsentrasi <i>Methylene Blue</i> menggunakan Instrumen Spektrometri .....	20
3.4.6	Uji Fotokatalitik.....	20
3.4.7	Analisis Data.....	22
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>		<b>19</b>
4.1	Preparasi Fotokatalis ZnO pada Zeolit.....	23
4.2	Karakterisasi Fotokatalis ZnO pada Zeolit .....	24
4.2.1	Karakterisasi Energi Celah ( <i>Band Gap</i> ) menggunakan DRS .....	24
4.2.2	Karakterisasi Gugus Fungsional menggunakan Spektrofotometer FTIR .....	26
4.2.3	Karakterisasi Fotokatalis menggunakan <i>Surface Area Analyzer</i> (SAA).....	28
4.3	Uji Fotokatalitik.....	29
4.3.1	Pengaruh Variasi Konsentrasi Fotokatalis ZnO pada Zeolit terhadap Konstanta Laju Fotodegradasi <i>Methylene Blue</i> di Bawah Radiasi Ultraviolet .....	30
4.3.2	Uji Degradasi Larutan <i>Methylene Blue</i> pada Berbagai Kondisi Reaksi .....	32
4.3.3	Uji Efektivitas Penggunaan Kembali ( <i>Reuse</i> ) Fotokatalis ZnO pada Zeolit .....	

Terhadap Persen Degradasi Larutan <i>Methylene Blue</i> .....	34
--	----

<b>BAB V PENUTUP</b> .....	37
----------------------------	----

5.1 Kesimpulan .....	37
----------------------	----

5.2 Saran .....	37
-----------------	----

<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	39
-----------------------------	----

<b>LAMPIRAN</b> .....	45
-----------------------	----



## DAFTAR GAMBAR

	<b>Halaman</b>
Gambar 2.1	Struktur Dasar Zeolit ..... 6
Gambar 2.2	Struktur <i>Wurtzite</i> dari Kristal ZnO ..... 7
Gambar 2.3	Rumus Struktur <i>Methylene Blue</i> ..... 9
Gambar 2.4	Proses Fotokatalitik ..... 10
Gambar 2.5	Kurva Ekstrapolasi Daerah Linier ..... 13
Gambar 3.1	Kurva Hubungan antara $\ln (C_0/C_t)$ terhadap Lama Penyinaran ..... 22
Gambar 4.1	Grafik Hubungan Panjang Gelombang terhadap Fungsi Reflektansi ZnO terimpregnasi pada zolit ..... 25
Gambar 4.2	Spektra FTIR Fotokatalis ZnO pada zeolit ..... 27
Gambar 4.3	Grafik Distribusi Pori Zeolit dan ZnO pada Zeolit ..... 29
Gambar 4.4	Grafik Pengaruh Jumlah ZnO Terimpregnasi terhadap Konstanta Laju Fotodegradasi ..... 31
Gambar 4.5	Grafik Kontrol Perlakuan dengan Variabel Berbeda terhadap Penurunan Konsentrasi Zat Warna <i>Methylene Blue</i> (%) ..... 33
Gambar 4.6	Grafik hubungan penggunaan kembali fotokatalis ZnO pada zeolit terhadap persen degradasi larutan <i>methylene blue</i> ..... 35

## DAFTAR TABEL

	<b>Halaman</b>
Tabel 2.1 Nilai potensial oksidasi dari beberapa senyawa oksidator.....	8
Tabel 2.2 Data spektra FTIR zeolit alam teraktivasi.....	14
Tabel 2.3 Data spektra FTIR ZnO-zeolit .....	14
Tabel 4.1 Data Spektra FTIR Fotokatalis ZnO pada Zeolit pada Sintesis .....	26
Tabel 4.2 Data Karakterisasi dengan SAA .....	28
Tabel 4.3 Nilai konstanta laju fotodegradasi zat warna <i>methylene blue</i> dengan variasi konsentrasi fotokatalis ZnO pada zeolit.....	30



## DAFTAR LAMPIRAN

	<b>Halaman</b>
L.A	Lampiran Perhitungan dan Pembuatan Larutan ..... 45
	L.A.1 Pembuatan Larutan Stok <i>Methylene Blue</i> 20 mg/L... 45
	L.A.2 Pembuatan Larutan AgNO <sub>3</sub> 0,1 M ..... 45
	L.A.3 Pembuatan Larutan HCl 0,4 M ..... 46
	L.A.4 Pembuatan Larutan Zn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> dalam beberapa Variasi Konsentrasi ..... 46
	L.A.5 Pembuatan Larutan <i>Methylene Blue</i> Konsentrasi 1; 2; 3; 4; dan 5 mg/L dari Larutan Stok <i>Methylene Blue</i> 20 mg/L ..... 48
	L.A.6 Perhitungan Konsentrasi ZnO terimpregnasi pada Zeolit ..... 48
L.B	Data Hasil Penelitian ..... 49
	L.B.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum larutan <i>Methylene Blue</i> 1 mg/L ..... 49
	L.B.2 Pembuatan Kurva Baku <i>Methylene Blue</i> ..... 50
	L.B.3 Penentuan Konsentrasi Larutan <i>Methylenen Blue</i> menggunakan Spektrometri ..... 51
	L.B.4 Hasil Karakterisasi dengan DRS ..... 55
	L.B.5 Hasil Karakterisasi dengan SAA ..... 57
	L.B.6 Penentuan Distribusi Pori Zeolit, ZnO-Zeolit (0,75 mmol.g zeolit), dan ZnO-Zeolit (1,5 mmol.g zeolit) ..... 60
	L.B.7 Hasil Karakterisasi dengan FTIR ..... 61
L.C	Dokumentasi/Gambar ..... 62
L.D	Diagram Alir Tahapan Penelitian ..... 64

## DAFTAR LAMBANG DAN SINGKATAN

<u>Simbol/singkatan</u>	<u>Keterangan</u>
$^{\circ}\text{C}$	derajat celcius
%	persen
$\lambda$	panjang gelombang
A	absorbansi
g	gram
mg	miligram
mL	mililiter
pa	<i>pro analysis</i>
UV	sinar lembayung ultra
v/v	konsentrasi dalam volume per volume



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Fotokatalis adalah suatu bahan yang mampu mempercepat laju reaksi oksidasi maupun reduksi melalui reaksi fotokimia serta bersifat semikonduktor. Semikonduktor jika terkena sinar UV atau sinar matahari yang mempunyai energi foton lebih besar dari energi eksitasi elektronnya ( $h\nu \geq E_G$ ) akan membentuk elektron di pita konduksi dan *hole* di pita valensi yang dapat menghasilkan radikal hidroksil. Radikal hidroksil tersebut dapat mendegradasi limbah organik melalui proses oksidasi [1]. Limbah organik merupakan jenis limbah yang dihasilkan dari aktivitas industri. Salah satu limbah industri adalah zat warna yang dihasilkan dari produksi tekstil [2].

*Methylene blue* merupakan senyawa hidrokarbon aromatik yang memiliki rumus kimia  $C_{16}H_{18}ClN_3S$ , bersifat toksik, dan merupakan zat warna kationik yang banyak dimanfaatkan sebagai pewarna kain sutra, wool, kulit, kertas, peralatan kantor dan kosmetik [3]. Limbah ini memiliki karakteristik stabil terhadap cahaya dan sulit mengalami degradasi secara alami sehingga berbahaya bagi lingkungan [4]. Oleh karena itu dalam mengatasi permasalahan yang ditimbulkan dari keberadaan limbah zat warna tersebut muncul berbagai upaya penanganan salah satunya dengan teknologi fotodegradasi menggunakan fotokatalis yang terbuat dari bahan semikonduktor. Pemanfaatan teknologi ini cukup menjadi perhatian karena dipandang cukup efektif diterapkan dibandingkan penggunaan ozonisasi maupun klorinasi. Hal ini dilakukan dalam upaya penekanan biaya operasional industri.

Metode fotodegradasi pertama kali diperkenalkan oleh Fujishima dan Honda [5] melalui dekomposisi air menjadi hidrogen dan oksigen oleh elektroda titanium. Beberapa keunggulan penggunaan metode fotodegradasi antara lain membutuhkan reaktor dan kondisi reaksi yang sederhana, zat organik yang terdegradasi akan menjadi bentuk senyawa yang relatif tidak berbahaya, serta tidak meninggalkan polusi [6]. Bahan semikonduktor yang banyak digunakan antara lain  $TiO_2$ ,  $ZnO$ ,  $Fe_2O_3$ , dan  $CdS$ . Bahan

semikonduktor tersebut telah terbukti memiliki efektivitas yang baik dalam menyerap sinar ultraviolet, dan stabil sebagai fotokatalis [4].

Oksida logam ZnO merupakan salah satu bahan semikonduktor yang penting peranannya sebagai fotokatalis dalam teknologi fotodegradasi. Oksida logam ZnO juga memiliki energi celah yang sama dengan TiO<sub>2</sub> yaitu 3,2 eV. Peran ZnO sebagai fotokatalis bergantung pada beberapa faktor antara lain ukuran partikel, bentuk atau morfologi, serta konsentrasi fotokatalis [7].

Penggunaan serbuk fotokatalis yang dicampurkan ke dalam polutan dapat menimbulkan masalah karena akan sulit memisahkan antara air yang telah dimurnikan dengan fotokatalis yang telah dicampurkan. Beberapa penelitian menunjukkan bahwa pengembanan semikonduktor pada suatu adsorben dapat meningkatkan efisiensi degradasi fotokatalitik senyawa organik dan logam berat [8].

Peran ZnO sebagai fotokatalis dalam proses degradasi limbah telah dilakukan dengan cara diimbankan pada zeolit NaA. Hasil penelitian menunjukkan bahwa fotokatalis yang diimbankan pada zeolit NaA dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik dalam fotodegradasi limbah *vinasse*. Konsentrasi fotokatalis berpengaruh terhadap fotodegradasi. Dengan semakin meningkatnya konsentrasi fotokatalis, menyebabkan terjadinya penurunan absorbansi dari limbah hasil degradasi [9].

Selain itu penelitian berkaitan dengan penggunaan ZnO sebagai fotokatalis yang diimbankan pada zeolit alam juga dilakukan oleh Zuhriah [10] untuk proses degradasi zat warna *methyl orange*. Dari penelitian tersebut diketahui bahwa jumlah logam ZnO yang terdispersi pada pengembanan (zeolit) mempengaruhi aktivitas katalitik dari fotokatalis. Semakin banyak logam yang didispersikan, maka kemampuan katalitiknya akan meningkat hingga batas tertentu. Hal tersebut berkaitan dengan jumlah sisi aktif dari katalis yang akan berinteraksi dengan zat warna. Namun pada jumlah ZnO berlebih, kemampuan katalitiknya akan menurun akibat adanya *sintering* (penggabungan partikel-partikel pada temperatur tinggi) yang dapat menyebabkan luas permukaan efektif logam menurun.

Efektivitas suatu fotokatalis juga ditentukan dari kemampuan fotokatalis digunakan kembali dalam reaksi fotodegradasi (*reuse*). Penelitian untuk membuktikan hal ini telah dilakukan oleh Ariyanti

[11] dengan menggunakan ZnO-zeolit yang di *reuse* untuk mendegradasi fenol. Fotokatalis tersebut dapat digunakan kembali untuk 3 kali pemakaian.

Dalam penelitian yang dilakukan oleh Padilha [9], Zuhriah [10], dan Ariyanti [11], melaporkan bahwa ZnO yang diimbankan pada zeolit belum digunakan untuk mendegradasi zat warna *methylene blue*. Selain itu juga belum diketahui sampai sejauh mana efektivitas penggunaan kembali fotokatalis yang telah digunakan. Oleh sebab itu, penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui bagaimana pengaruh konsentrasi fotokatalis ZnO pada zeolit terhadap konstanta laju fotodegradasi *methylene blue*, serta mengetahui efektivitasnya ketika digunakan kembali dalam mendegradasi zat warna tersebut.

## **1.2. Perumusan Masalah**

1. Bagaimana karakteristik fotokatalis ZnO pada zeolit ditinjau dari analisis dengan instrument *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS), FTIR, dan *Surface Area Analyzer* (SAA)?
2. Bagaimana pengaruh konsentrasi fotokatalis ZnO yang terimpregnasi pada zeolit terhadap konstanta laju fotodegradasi zat warna *methylene blue* di bawah radiasi ultraviolet?
3. Bagaimana efektivitas penggunaan kembali (*reuse*) fotokatalis ZnO pada zeolit terhadap proses fotodegradasi zat warna *methylene blue* di bawah radiasi ultraviolet?

## **1.3. Batasan Masalah**

Batasan masalah yang ditetapkan pada penelitian ini meliputi:

1. Zeolit yang digunakan adalah zeolit alam yang diperoleh dari daerah Turen.
2. Bahan yang digunakan untuk sintesis fotokatalis ZnO pada zeolit adalah padatan  $Zn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ .
3. Variasi konsentrasi larutan  $Zn(NO_3)_2$  untuk sintesis fotokatalis ZnO pada zeolit dalam penelitian ini yaitu 0,02; 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2 M.
4. Penentuan konsentrasi *methylene blue* hasil degradasi menggunakan spektrometri UV-Vis.
5. Fotoreaktor yang digunakan berukuran 45x40x40 cm yang terdiri dari sepasang lampu dengan panjang gelombang 352 nm.

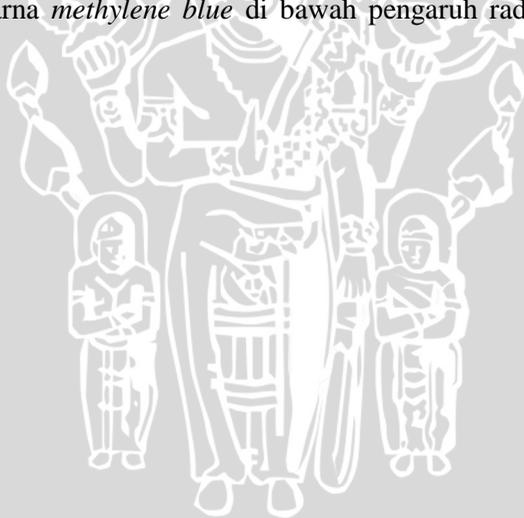
#### 1.4. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini yaitu:

1. Mengetahui karakteristik fotokatalis ZnO pada zeolit ditinjau dari hasil analisis dengan instrument *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS), FTIR, dan *Surface Area Analyzer* (SAA).
2. Mengetahui pengaruh konsentrasi fotokatalis ZnO yang terimpregnasi pada zeolit terhadap konstanta laju fotodegradasi zat warna *methylene blue* di bawah pengaruh radiasi ultraviolet.
3. Mengetahui efektivitas penggunaan kembali (*reuse*) fotokatalis ZnO terimpregnasi pada zeolit terhadap proses fotodegradasi zat warna *methylene blue* di bawah pengaruh radiasi ultraviolet.

#### 1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini yaitu dapat memberikan informasi tentang kemampuan ZnO terimpregnasi pada zeolit sebagai fotokatalis dalam fotodegradasi zat warna *methylene blue*, dan efektivitas penggunaan kembali (*reuse*) fotokatalis pada proses fotodegradasi zat warna *methylene blue* di bawah pengaruh radiasi ultraviolet.



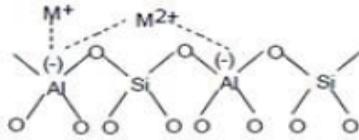
## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Zeolit Alam

Batuan beku basa yang mengalami proses hidrotermal akan menghasilkan suatu kelompok mineral yang disebut sebagai mineral zeolit. Mineral zeolit banyak mengandung unsur silika. Menurut para ahli geologi dan mineralogi, zeolit alam merupakan produk gunung berapi yang menjadi batuan sedimen, vulkanik, dan metamorfosa. Seiring dengan perubahan iklim dan kondisi alam maka terjadi proses pelapukan, sehingga terbentuklah mineral yang dikenal sebagai mineral zeolit. Namun ada pula yang berpendapat bahwa zeolit berasal dari debu gunung berapi yang beterbangan dan akhirnya mengendap di dasar danau dan lautan. Mineral ini dapat ditemukan pada celah maupun rekahan dari batuan [12].

Zeolit banyak dimanfaatkan sebagai adsorben, penukar ion, dan sebagai katalis. Zeolit yang berstruktur kristal alumino silikat terhidrat ini memiliki kerangka tiga dimensi yang tersusun dari ion  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  dan  $[\text{AlO}_4]^{5-}$  yang dihubungkan oleh atom-atom oksigen. Kerangka tiga dimensi tersebut merupakan kerangka tiga dimensi terbuka yang di dalamnya terdapat kanal-kanal atau rongga dan terisi oleh ion alkali, alkali tanah, serta molekul air yang dapat bergerak bebas [12].

Dalam struktur zeolit,  $\text{Si}^{4+}$  dapat digantikan posisinya dengan  $\text{Al}^{3+}$ . Pergantian aluminium yang memiliki valensi 3 dengan silikon yang bervalensi 4, akan membutuhkan ion logam alkali dan alkali tanah seperti  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$  untuk menetralkan muatan listriknya. Sebagai pembentuk struktur kristal adalah ikatan antara atom Al-O-Si, sedangkan kation alkali dan alkali tanah merupakan sumber ion yang dapat dipertukarkan. Kerangka zeolit terdiri dari dua bagian yaitu bagian bermuatan netral yang tersusun oleh silikon dan oksigen, serta bagian bermuatan yang diisi oleh ion aluminium dan atom oksigen [12]. Struktur zeolit tersaji pada Gambar 2.1 [13]:



**Gambar 2.1.** Struktur Dasar Zeolit

Berdasarkan jenisnya, zeolit alam dibagi menjadi dua kelompok yaitu [12]:

- a. Zeolit yang berada diantara celah-celah batuan atau lapisan batuan bersama dengan mineral kalsit, kuarsa, renit, klorit, flourit, dan sulfida.
- b. Zeolit berupa batuan, seperti klinoptilolit, analsim, laumontit, mordenit, filpsit, erionit, kabasit dan heulandit.

Beberapa kelemahan yang dimiliki oleh zeolit alam antara lain adalah kemurniannya yang rendah. Hal ini dikarenakan pada zeolit alam banyak terkandung pengotor berupa logam-logam alkali dan alkali tanah, serta masih terdapat kandungan unsur logam lain salah satunya adalah logam besi (Fe). Dalam hal kristalinitasnya, zeolit alam juga memiliki kristalinitas yang kurang baik. Oleh karena itu perlu dikakukan proses aktivasi dan modifikasi zeolit alam untuk memperbaiki karakteristik mineral zeolit sehingga dapat dimanfaatkan sebagai katalis, adsorben, maupun penukar ion [12]. Proses aktivasi dan modifikasi dilakukan untuk menghilangkan pengotor yang terkandung dalam zeolit, meningkatkan keasaman, serta dapat memperbesar luas permukaan. Meningkatnya keasaman dan perbesaran luas permukaan dapat meningkatkan aktivitas penyerapan oleh mineral zeolit [12].

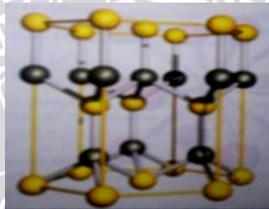
Proses aktivasi dapat dilakukan dengan pencucian menggunakan asam, perlakuan garam, dan proses hidrotermal. Aktivasi zeolit dengan pencucian menggunakan asam dapat menghasilkan rasio Si/Al yang lebih tinggi daripada metode aktivasi lainnya. Zeolit memiliki karakter yang khas antara lain memiliki kerangka tetrahedral, rumus umum  $L_mAl_xSi_yO_z \cdot nH_2O$ , berwarna putih kebiruan, kemerahan, dan ada pula yang berwarna kecoklatan. Warna yang beragam ini bergantung pada jenis pengotor pada zeolit alam [14].

Struktur dari kerangka zeolit yang terbuka memungkinkan zeolit mengalami pertukaran ion. Adanya rongga atau kanal di dalam kerangka zeolit, memperbesar luas permukaan zeolit.

Zeolit memiliki sisi fotoaktif dengan struktur yang rigid. Sisi fotoaktif ini dapat terjadi dari fotosensitizer senyawa organik, maupun semikonduktor dari senyawa anorganik. Zeolit yang menjadi pengemban bagi senyawa lain dapat dimanfaatkan sebagai fotokatalis. Adanya zeolit sebagai pengemban bahan semikonduktor dapat meningkatkan efektivitas dan efisiensi fotokatalitik dalam proses fotodegradasi [15].

## 2.2 ZnO Semikonduktor sebagai Fotokatalis

Pada temperatur yang tinggi, Zn akan mudah bereaksi dengan oksigen di udara menghasilkan oksida logam ZnO. Kristal ZnO memiliki bentuk simetri heksagonal dengan 12 ion oksigen pada setiap sudut atas dan bawah kerangka heksagonalnya. Gambar kristal *wurtzite* dari ZnO ditunjukkan pada Gambar 2.2 [16]:



**Gambar 2.2.** Struktur *Wurtzite* dari Kristal ZnO (hitam = ion  $\text{Zn}^{2+}$ ; kuning = ion  $\text{O}^{2-}$ )

Ketika terjadi eksitasi elektron dari pita valensi menuju pita konduksi dibutuhkan energi foton sebesar 329,98 kJ/mol dan akan terbentuk pasangan *hole* positif di pita valensi ( $h^+_{\text{PV}}$ ) dan elektron di pita konduksi ( $e^-_{\text{PK}}$ ). Proses ini berlangsung sangat cepat yaitu selama  $10^{-12}$  detik dan diikuti dengan kembalinya elektron dari pita konduksi ke pita valensi. Tetapi apabila permukaan ZnO menyerap molekul oksigen akan menyebabkan elektron pada pita konduksi bereaksi dengan oksigen tersebut. Sedangkan *hole* positif di pita valensi akan dinetralkan oleh molekul  $\text{H}_2\text{O}$  membentuk radikal hidroksil yang mampu mendegradasi atau memutus ikatan senyawa organik maupun

anorganik [16]. Radikal hidroksil merupakan agen pengoksidasi yang sangat kuat. Beberapa senyawa yang sering digunakan sebagai agen pengoksidasi disajikan pada Tabel 2.1 [13]:

**Tabel 2.1.** Nilai potensial oksidasi dari beberapa senyawa oksidator.

Senyawa	Potensial Oksidasi (Volt)
Radika hidroksil	2,8
Radikal sulfat	2,6
Ozon	2,1
Hidrogen peroksida	1,8
Permanganat	1,7
Klorin Dioksida	1,5
Klor	1,4
Oksigen	1,2
Brom	1,1
Iodin	0,76

Oksida logam ZnO memiliki kelarutan yang rendah di dalam air. Hal ini sangat menguntungkan, karena dengan begitu maka fotokatalis ZnO yang telah digunakan dalam reaksi fotodegradasi dapat dipisahkan dari larutan dan digunakan kembali untuk reaksi fotodegradasi selanjutnya [16]. Oksida logam ZnO ini merupakan salah satu material yang penting dalam aplikasi semikonduktor dengan *band gap* yang lebar di dekat daerah spektrum UV. ZnO hasil sintesis umumnya berstruktur kristal *wurtzite* [17].

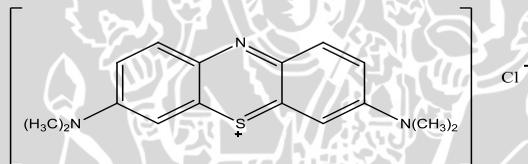
Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Padilha (2013) dengan mengembangkan ZnO pada zeolit NaA dalam proses degradasi limbah *vinasse*, terimpregnasinya ZnO pada zeolit dibuktikan dengan difraktogram hasil XRD yang menunjukkan adanya puncak difraktogram pada  $2\theta$   $12^{\circ}$ , dan  $14-15^{\circ}$ . Puncak tersebut diidentifikasi sebagai puncak dari ZnO [9].

Sintesis ZnO dapat dilakukan dengan mereaksikan *zinc-acetate dihydrat* yang telah dilarutkan dalam etanol pada larutan alkali LiOH. Selanjutnya dilakukan proses pengadukan terus menerus hingga larutan berubah warna menjadi lebih keruh. Larutan yang keruh ini menunjukkan bahwa reaksi yang terjadi telah cukup

stabil menghasilkan  $\text{Zn}(\text{OH})_2$ . Setelah dilakukan proses pengeringan akan diperoleh kristal  $\text{ZnO}$  [18].

### 2.3 Zat Warna *Methylene Blue*

*Methylene blue* memiliki nama IUPAC yaitu 3,7-bis(dimethylamino)-phenothiazin-5-ium-chloride [19]. *Methylene blue* merupakan salah satu bahan dalam industri tekstil karena harganya yang ekonomis. Senyawa ini termasuk dalam golongan senyawa *thiazine*. Beberapa efek samping akibat penggunaan zat warna *methylene blue* ini antara lain iritasi pada saluran pencernaan apabila zat warna ini masuk bersama dengan makanan, menyebabkan gangguan pernafasan apabila terhirup, serta dapat menimbulkan iritasi pada kulit [20]. Selain itu *methylene blue* juga dapat digunakan sebagai adsorbat, tanpa pemurnian lebih lanjut. Rumus struktur dari zat warna *methylene blue* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.3 [21]:



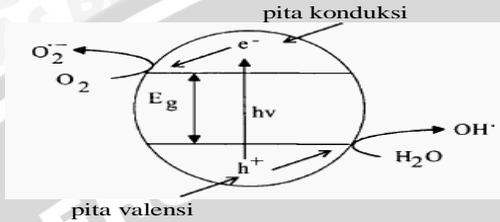
**Gambar 2.3.** Rumus Struktur *MethyleneBlue*

Penanganan limbah tekstil yang mengandung zat warna *methylene blue* telah banyak dilakukan dengan menggunakan fotokatalis. Fotokatalis yang digunakan dapat diimbangkan pada suatu adsorben untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik dalam proses degradasi zat warna *methylene blue*.

### 2.4 Reaksi Fotokatalitik pada Proses Fotodegradasi Zat Warna *Methylene Blue*

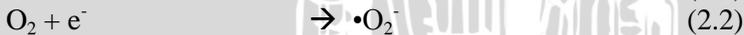
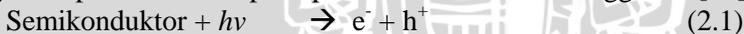
Fotokatalitik dibagi menjadi 2 macam, yaitu fotokatalitik homogen dan fotokatalitik heterogen. Fotokatalitik homogen adalah proses fotokatalitik dengan bantuan katalis yang fasanya sama dengan larutannya, contohnya zat pengoksidasi seperti ozon dan hidrogen peroksida. Sedangkan fotokatalitik heterogen adalah proses

fotokatalitik dengan bantuan katalis yang dapat berlangsung lebih dari satu fasa, biasanya proses ini dilakukan dengan bantuan semikonduktor yang diradiasi dengan sinar UV [22].



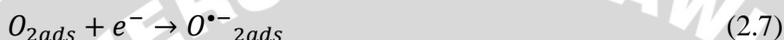
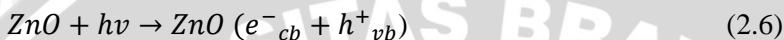
**Gambar 2.4.** Proses Fotokatalitik [23]

Berdasarkan Gambar 2.4, mekanisme dasar yang memungkinkan terjadinya proses fotokatalitik adalah ketika katalis semikonduktor yang diinduksi oleh energi foton pada  $\lambda \leq 385$  nm, menyebabkan elektron pada pita valensi mengalami eksitasi menuju pita konduksi dan menciptakan *hole* positif pada pita valensi. Elektron pada pita konduksi selanjutnya akan mereduksi oksigen menjadi anion superoksida. Oksigen berfungsi sebagai akseptor elektron di pita konduksi untuk mencegah terjadinya rekombinasi antara elektron–*hole*. Selanjutnya *hole* positif akan mengambil elektron dari H<sub>2</sub>O yang teradsorpsi, menghasilkan gugus radikal hidroksil ( $\bullet$ OH). Radikal hidroksil yang terbentuk mampu mengoksidasi senyawa organik seperti zat warna [23]. Reaksi yang terjadi dapat dituliskan pada persamaan reaksi 2.1 hingga 2.5 [24]:

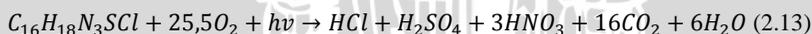


Apabila bahan semikonduktor yang digunakan adalah ZnO maka setelah fotokatalis mengalami kontak dengan radiasi UV akan terjadi eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Elektron yang berada di pita konduksi akan bereaksi dengan oksigen terlarut membentuk anion superoksida ( $\bullet\text{O}_2^-$ ), hidroperoksida radikal ( $\text{HO}_2\bullet$ ), dan hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ). Sedangkan terbentuknya *hole* positif di pita valensi dapat mengoksidasi senyawa organik dan molekul air

teradsorpsi pada permukaan fotokatalis membentuk kation radikal organik ( $R^{\bullet+}$ ), dan radikal hidroksil ( $HO^{\bullet}$ ). Radikal hidroksil, hidrogen peroksida dan hidroperoksida radikal adalah agen pengoksidasi dalam sistem fotokatalitik heterogen yang dapat dimanfaatkan dalam teknologi pengolahan air. Mekanisme fotokatalitik dengan menggunakan fotokatalis berupa ZnO dapat dituliskan pada persamaan reaksi 2.6 hingga 2.12 [25]:



Persamaan reaksi degradasi zat warna *methylene blue* dapat dituliskan dalam persamaan reaksi 2.13 [16]:



Reaksi fotodegradasi *methylene blue* terjadi melalui tahap demetilasi dan pemecahan cincin (*ring breaking*). Dari kedua proses tersebut *methylene blue* akan teroksidasi kemudian mengalami degradasi menghasilkan asam-asam organik sederhana. Selanjutnya asam-asam organik ini akan mengalami oksidasi lebih lanjut menghasilkan senyawa yang lebih sederhana. Degradasi ini dapat menurunkan sifat toksisitas dari *methylene blue* sehingga dapat dibuang ke lingkungan [26].

Penggunaan fotokatalis heterogen dalam proses fotodegradasi pada dasarnya bergantung pada beberapa faktor antara lain sifat sisi aktif di permukaan katalis, besarnya *band gap*, sifat amfoter fotokatalis, pH larutan, temperatur, sifat polutan, struktur kristal fotokatalis, dan kondisi fotoreaktor [25].

Bahan semikonduktor merupakan suatu zat yang memiliki sifat diantara isolator dan konduktor. Bahan semikonduktor memiliki nilai energi celah (*band gap*). Faktor energi celah merupakan salah satu hal yang perlu diperhatikan dalam penggunaan suatu fotokatalis. Ketika dikenai energi foton yang lebih tinggi dari energi celahnya, maka akan terjadi eksitasi elektron dari pita valensi menuju pita konduksi [22].

## 2.5 Laju Reaksi Fotodegradasi

Fotodegradasi zat warna *methylene blue* juga terjadi melalui serangkaian reaksi katalisis di permukaan. Reaksi berlangsung karena adanya pertemuan antara radikal hidroksil yang terbentuk dengan fragmen molekul *methylene blue* yang teradsorpsi pada permukaan [27].

Beberapa penelitian menjelaskan bahwa laju reaksi fotokatalitik degradasi zat warna dapat dijelaskan dengan model kinetika menggunakan konstanta laju pada orde pertama-semu dengan persamaan (2.14) [27].

$$\ln\left(\frac{C_0}{C_t}\right) = kt \quad (2.14)$$

$C_0$  adalah konsentrasi awal reaktan (mg/L);  $C_t$  adalah konsentrasi akhir reaktan (mg/L);  $k$  adalah konstanta laju reaksi ( $\text{menit}^{-1}$ ); dan  $t$  adalah waktu yang digunakan selama fotodegradasi (menit). Konstanta laju pada orde pertama-semu ( $k$ ) dapat ditentukan melalui *slope* (kemiringan) pada persamaan regresi linier hubungan antara  $\ln C_0/C_t$  terhadap  $t$  (waktu).

## 2.6 Karakterisasi Fotokatalis ZnO pada Zeolit

### 2.6.1 Karakterisasi Fotokatalis ZnO pada Zeolit menggunakan DRS (*Diffuse Reflectance Spectroscopy*)

DRS merupakan instrumen yang digunakan untuk menentukan energi celah (*band gap*) dan sifat elektronik komposit serta serapan

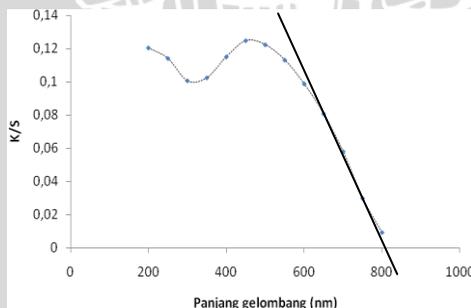
panjang gelombang dari suatu material. Prinsip kerjanya didasarkan pada interaksi energi radiasi UV-Vis dengan materi yang berupa molekul. Jika suatu sinar monokromatis paralel datang dengan sudut tertentu, dan mengenai lapisan permukaan materi yang berbentuk padatan, maka sebagian sinar akan direfleksikan tanpa diteruskan, sisa sinar akan diserap dan muncul kembali ke permukaan setelah dihamburkan oleh materi tersebut. Sinar yang muncul kembali ini diebut sinar difusi yang akan diterima detektor. Hasil pengukuran dengan DRS adalah spektra hubungan persen reflektansi dengan panjang gelombang. Nilai energi celah dihitung melalui persamaan Kubelka-Munk sebagaimana ditunjukkan pada persamaan (2.15) [30]:

$$\frac{K}{S} = \frac{(1-R_{\infty})^2}{2R_{\infty}} \equiv F(R_{\infty}) \quad (2.15)$$

$K$  dan  $S$  merupakan koefisien Kubelka-Munk, dan  $R$  yang merupakan jumlah/nilai reflektansi.

Selanjutnya dari spektra yang dihasilkan dapat dilakukan ekstrapolasi daerah linier, sehingga diperoleh kurva yang tersaji pada Gambar 2.6. Dari kurva tersebut akan diperoleh nilai panjang gelombang setelah ekstrapolasi yang selanjutnya dimasukkan ke dalam persamaan (2.16) untuk memperoleh nilai energi celah dari material semikonduktor [30].

$$E = \frac{hc}{\lambda} = \frac{1240}{\lambda} \text{ eV} \quad (2.16)$$



**Gambar 2.5.** Kurva Ekstrapolasi Daerah Linier

## 2.6.2 Karakterisasi Fotokatalis ZnO pada Zeolit menggunakan Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*)

Karakterisasi zeolit menggunakan spektrofotometer FTIR menghasilkan pita serapan pada berbagai bilangan gelombang. Adanya oksida logam ZnO yang terembankan pada zeolit dapat dianalisa dengan FTIR. Hasil penelitian Purbo [28] menunjukkan adanya serapan IR yang kuat pada bilangan gelombang 400-700  $\text{cm}^{-1}$  diidentifikasi sebagai vibrasi regangan dari Zn-O.

Hasil penelitian yang telah dilakukan oleh Zuhriah [10] menunjukkan data spektra FTIR untuk zeolit alam teraktivasi dan ZnO-zeolit. Untuk zeolit alam teraktivasi asam diperoleh pita serapan pada bilangan gelombang yang tersaji pada Tabel 2.2:

**Tabel 2.2.** Data spektra FTIR zeolit alam teraktivasi

Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Vibrasi
3413,77	O-H regangan dari $\text{H}_2\text{O}$
1635,52	O-H tekuk dari $\text{H}_2\text{O}$
1220,86	Ikatan Si-O-Si atau Si-O-Al
794,62	Regangan asimetris O-T-O (T= Si dan Al)
460,96	Si-O-Si tekuk

Untuk ZnO-zeolit diperoleh pita serapan pada bilangan gelombang seperti yang tersaji pada Tabel 2.3 [10]:

**Tabel 2.3.** Data spektra FTIR ZnO-zeolit

Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Vibrasi
3444,63	O-H regangan dari $\text{H}_2\text{O}$
1647,10	O-H tekuk dari $\text{H}_2\text{O}$
1218,93	Ikatan Si-O-Si atau Si-O-Al
1056,92	Regangan asimetris T-O-T (T= Si dan Al)
796,55	Regangan asimetris O-T-O (T= Si dan Al)
459,03	Si-O-Si tekuk

Terlihat bahwa terjadi pergeseran bilangan gelombang pada spektra FTIR zeolit teraktivasi dengan spektra FTIR fotokatalis ZnO pada zeolit.

Spektra FTIR dari sampel ZnO-zeolit dapat digunakan untuk mengidentifikasi setiap spesi yang teradsorpsi pada permukaan kristal. Puncak serapan dari spektra yang dihasilkan menunjukkan jenis ikatan ZnO pada sampel fotokatalis [29].

### 2.6.3 Karakterisasi Fotokatalis ZnO pada Zeolit menggunakan SAA (*Surface Area Analyzer*)

SAA digunakan untuk menentukan luas permukaan material, distribusi pori dari material, dan isotherm adsorpsi suatu gas pada suatu bahan. Sampel serbuk akan mengadsorpsi atau mendesorpsi gas N<sub>2</sub> pada suhu kritis (suhu N<sub>2</sub> cair) [31].

Peningkatan luas permukaan fotokatalis akan mempengaruhi penurunan konsentrasi zat warna. Semakin besar luas permukaan fotokatalis ZnO-zeolit, maka kemampuan zeolit dalam mengadsorpsi zat warna akan semakin besar [32]. Oleh karena itu perlu dilakukan karakterisasi untuk memperoleh data luas permukaan dari fotokatalis yang digunakan. Analisis BJH dilakukan untuk mengetahui diameter/ukuran pori, volume pori, dan distribusi pori, sedangkan analisis dengan metode BET dilakukan untuk menentukan luas permukaan spesifik fotokatalis.

Selama pengukuran sampel dengan instrumen SAA, akan dihasilkan data tekanan proses yang bervariasi, kemudian untuk mencari fungsi volume gas digunakan perhitungan dengan persamaan gas ideal. Berikut ini adalah persamaan BET [31]:

$$\frac{1}{X\left(\frac{P_0}{P}\right)-1} = \frac{1}{X_m C} + \frac{C-1}{X_m C} \times \frac{P_0}{P} \quad (2.17)$$

Keterangan:

- P : Tekanan kesetimbangan adsorpsi
- P<sub>0</sub> : Tekanan jenuh adsorpsi
- X : Berat gas yang diserap pada tekanan kesetimbangan
- X<sub>m</sub> : Berat gas yang diserap sebagai lapisan tunggal
- C : Tetapan energi adsorpsi
- P<sub>0</sub>/P : Tekanan relatif adsorpsi

## 2.7 Hipotesis

Variasi konsentrasi fotokatalis ZnO terimpregnasi pada zeolit akan mempengaruhi konstanta laju fotodegradasi zat warna *methylene blue* di bawah pengaruh radiasi sinar ultraviolet.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## BAB III METODE PENELITIAN

### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama tiga bulan mulai bulan Oktober sampai dengan bulan Desember 2013. Preparasi fotokatalis dan pengujian aktivitas fotokatalitik dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang. Pengukuran absorbansi dengan instrumen spektronik 20 dilakukan di Laboratorium Biokimia Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang.

### 3.2 Alat dan Bahan Penelitian

#### 3.2.1 Bahan

##### 3.2.1.1 Sampel

Zeolit yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari daerah Turen, Kabupaten Malang.

##### 3.2.1.2 Bahan Kimia

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini memiliki derajat pro analis (pa) kecuali disebutkan lain yaitu akuades,  $\text{AgNO}_3$  0,1 M,  $\text{HCl}$  (37%,  $\rho = 1,19 \text{ g/mL}$ ),  $\text{NH}_3$  teknis,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , zat warna *methylene blue* (MB) (Unichem), etanol 96% (v/v) teknis.

##### 3.2.2 Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain peralatan gelas, cawan porselen, mortar, ayakan berukuran 120 dan 150 mesh, oven *Fischer scientific Isotemp 655 F*, desikator, tanur *Burnstead Thermolyne 6000*, neraca analitik *Ohaus*, *shaker Wiseshake SHO-2D*, kertas saring, *motor rotary Thermo Scientific*, dan instrumentasi spektronik *Genesys 20*, *Surface Area Analyzer Quantachrome NovaWin2*, *Diffuse Reflectance Spectroscopy*, FTIR *Shimadzu 8400 S*, lampu UV-Vis merk *Sankyo 10 watt  $\lambda$  385 nm*.

### 3.3 Tahap Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah:

1. Aktivasi zeolit alam dan preparasi larutan  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$
2. Impregnasi  $\text{ZnO}$  ke zeolit
3. Karakterisasi fotokatalis  $\text{ZnO}$  terimpregnasi pada zeolit
4. Uji pengaruh konsentrasi fotokatalis terhadap konstanta laju fotodegradasi zat warna *methylene blue*
5. Uji penggunaan kembali fotokatalis (*reuse*)
6. Analisis data

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Preparasi dan Aktivasi Asam Zeolit

Zeolit alam sebanyak 100 gram dimasukkan ke dalam wadah dan dihancurkan menggunakan palu, kemudian digerus sampai halus dengan mortar dan diayak secara bertingkat dengan ayakan 120 dan 150 mesh. Zeolit yang tertinggal dalam ayakan 150 mesh kemudian dimasukkan ke dalam wadah plastik dan dicuci dengan 600 mL akuades sambil diaduk. Zeolit hasil pencucian disaring dengan kertas saring. Kertas saring yang berisi zeolit dikeringkan dalam oven pada temperatur  $110\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama dua jam, dan ditimbang hingga diperoleh massa konstan. Sebanyak 8 gram zeolit hasil pencucian dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 mL dan ditambah dengan 75 mL  $\text{HCl}$  0,4 M, kemudian ditutup dengan *aluminium foil* dan dikocok dengan *shaker* selama empat jam dengan kecepatan 100 rpm. Zeolit disaring dan dicuci dengan akuades hingga filtrat bebas ion  $\text{Cl}^-$ . Uji bebas ion  $\text{Cl}^-$  dilakukan dengan penambahan  $\text{AgNO}_3$  0,1 M pada filtrat hingga tidak terbentuk endapan putih. Residu zeolit yang berada di kertas saring kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur  $110\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama dua jam setelah itu ditimbang hingga diperoleh massa konstan.

#### 3.4.2 Preparasi Larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$

Preparasi larutan  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  dilakukan dengan melarutkan padatan  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dengan larutan etanol 96%, dan dilakukan pengenceran bertingkat dari larutan induk. Variasi konsentrasi dari larutan  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  yang akan dibuat, terdiri dari 0,2; 0,15; 0,1; 0,05; dan 0,02 M. Larutan  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  0,2 M dibuat terlebih dahulu sebagai larutan induk. Sebanyak 7,21 gram padatan  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

dilarutkan dengan etanol 96% dalam gelas kimia 50 mL, kemudian diencerkan dengan etanol dalam labu takar 100 mL. Selanjutnya dilakukan pengenceran bertingkat sesuai Lampiran L.A.4. Sedangkan untuk larutan  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  0,15 M dibuat dari padatan  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 2,70 gram yang dilarutkan dalam etanol, kemudian diencerkan dalam labu takar 100 mL.

### **3.4.3 Impregnasi Fotokatalis ZnO pada Zeolit**

Impregnasi ZnO pada zeolit dilakukan dengan cara mencampurkan zeolit teraktivasi asam dengan larutan  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  berbagai konsentrasi dalam lima erlenmeyer yang berbeda. Sebanyak tiga gram zeolit teraktivasi dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL kemudian ditambah dengan 45 mL larutan  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  hasil dari 3.4.2. Setelah itu diaduk dengan *magnetic stirrer* selama dua jam dan dibasakan (pH 8,5) dengan penambahan larutan  $\text{NH}_3$ . Perubahan pH dikontrol dengan kertas indikator universal. Kemudian dikeringkan dalam oven untuk menguapkan etanol. Setelah itu padatan disaring dengan kertas saring dan dicuci dengan akuades hingga pH netral. Kemudian padatan fotokatalis ZnO pada zeolit di dalam kertas saring dikeringkan dalam oven pada temperatur 110 °C selama 12 jam. Setelah dikeringkan, padatan dipindahkan ke dalam cawan porselin dan dikalsinasi dalam tanur pada temperatur 500 °C selama 5 jam dan didinginkan dalam desikator selama 2 jam. Padatan selanjutnya dipindahkan ke dalam botol plastik dan diberi label.

### **3.4.4 Karakterisasi Fotokatalis ZnO pada Zeolit**

#### **3.4.4.1 Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS)**

Karakterisasi dilakukan pada sampel fotokatalis ZnO pada zeolit dengan konsentrasi optimal, menggunakan instrument *UV-Vis Diffuse Reflectance*. Sampel fotokatalis dipadatkan ke dalam *sample holder* kemudian diukur dengan alat pada panjang gelombang antara 200-800 nm. Plot kurva yang dihasilkan merupakan hubungan antara fungsi reflektansi terhadap panjang gelombang (nm) dari sumber cahaya.

#### **3.4.4.2 Fourier Transform Infra Red (FTIR)**

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan dengan mengembangkan fotokatalis ZnO pada zeolit pada plat KBr, kemudian diukur dengan

instrumen FTIR pada bilangan gelombang 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ . Karakterisasi ini dilakukan pada fotokatalis dengan konsentrasi optimal dalam fotodegradasi *methylene blue*.

#### **3.4.4.3 Surface Area Analyzer (SAA)**

Analisis luas permukaan area pori dari fotokatalis dilakukan dengan metode BET, sedangkan analisis volume, diameter, dan distribusi pori dengan metode BJH. Pada penelitian ini analisis dengan instrumen SAA dilakukan pada sampel fotokatalis ZnO pada zeolit dengan konsentrasi 0,75 dan 1,5 mmol ZnO/g zeolit, serta sampel zeolit tanpa impregnasi ZnO.

#### **3.4.5 Penentuan Konsentrasi Methylene Blue menggunakan Instrumentasi Spektrometri**

##### **3.4.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum**

Larutan *methylene blue* 1 mg/L diukur absorbansinya menggunakan instrumen spektrometri pada kisaran panjang gelombang 610-700 nm. Panjang gelombang maksimum diperoleh dari nilai absorbansi terbesar.

##### **3.4.5.2 Pembuatan Kurva Standar**

Larutan standar *methylene blue* dengan variasi konsentrasi 1, 2, 3, 4, dan 5 mg/L pada pH 7 diukur absorbansinya menggunakan instrumen spektrometri pada panjang gelombang maksimum. Kurva baku dibuat dengan hubungan antara konsentrasi *methylene blue* pada sumbu x dan absorbansi pada sumbu y.

#### **3.4.6 Uji Fotokatalitik**

##### **3.4.6.1 Pengaruh Variasi Konsentrasi Fotokatalis ZnO pada Zeolit terhadap Konstanta Laju Fotodegradasi Methylene Blue dibawah Radiasi Ultraviolet**

Sebanyak 25 mL larutan *methylene blue* 20 mg/L dengan pH 7 dimasukkan ke dalam 6 gelas kimia 50 mL berbeda. Kemudian 50 mg fotokatalis ZnO pada zeolit ditambahkan ke dalam masing-masing gelas kimia dan diaduk hingga homogen. Gelas kimia selanjutnya dimasukkan ke dalam reaktor UV selama 60 menit. Setiap 10 menit, gelas kimia diambil. Filtrat dipipet sebanyak 5 mL dan diencerkan dengan akuades dalam labu takar 25 mL hingga

tanda batas. Absorbansi larutan kemudian diukur menggunakan spektrometri UV pada panjang gelombang maksimum. Hal yang sama dilakukan untuk konsentrasi ZnO yang lainnya hasil 3.4.3. Konsentrasi optimum ZnO diperoleh berdasarkan konstanta laju yang paling besar. Perlakuan diulang sebanyak 2 kali. Konstanta laju fotodegradasi ditentukan melalui *slope* kurva hubungan antara  $\ln C_0/C_t$  terhadap lama penyinaran (Gambar 3.1).

#### **3.4.6.2 Uji Degradasi Larutan *Methylene Blue* pada Berbagai Kondisi Reaksi**

Lima buah gelas kimia diisi larutan *methylene blue* 20 mg/L sebanyak 25 mL dengan kontrol perlakuan yang berbeda, yaitu masing-masing gelas kimia berisi larutan *methylene blue* dan 50 mg fotokatalis ZnO; berisi *methylene blue* dan 50 mg zeolit; berisi *methylene blue* dan 50 mg fotokatalis ZnO pada zeolit; dan berisi larutan *methylene blue* saja, kemudian dilakukan tahap fotodegradasi ke dalam fotoreaktor selama 60 menit. Setelah 60 menit gelas kimia diambil dari fotoreaktor. Filtrat diencerkan dan diukur absorbansinya dengan spektrometri UV pada panjang gelombang maksimum. Pengaruh fotokatalis dalam degradasi *methylene blue* pada reaksi gelap, dapat diketahui dengan melakukan hal yang sama seperti prosedur di atas hanya pada fotokatalis ZnO pada zeolit dengan konsentrasi optimal, dengan waktu degradasi selama 60 menit, namun tanpa penyinaran dalam reaktor UV.

#### **3.4.6.3 Pengaruh Penggunaan Kembali (*Reuse*) Fotokatalis ZnO pada Zeolit terhadap Porsen Degradasi Larutan *Methylene Blue***

Fotokatalis ZnO pada zeolit yang telah digunakan dalam reaksi fotodegradasi di bawah radiasi sinar ultraviolet dicuci dengan akuades. Pencucian disertai dengan pengocokan menggunakan *shaker*. Setelah itu fotokatalis dikeringkan dalam oven pada temperatur 100 °C. Fotokatalis yang telah dicuci dan dikeringkan digunakan kembali untuk reaksi fotodegradasi larutan *methylene blue* dibawah radiasi sinar ultraviolet. Fotokatalis yang digunakan sebanyak 50 mg dalam 25 mL larutan *methylene blue* 20 mg/L selama 60 menit. Setelah 60 menit, endapan hasil degradasi dipisahkan dari filtrat. Filtrat dipipet sebanyak 5 mL dan diencerkan

dengan akuades dalam labu takar 25 mL. Absorbansi larutan *methylene blue* hasil degradasi yang telah diencerkan diukur menggunakan spektrometri pada panjang gelombang maksimum.

### 3.4.7 Analisis Data

#### 3.4.7.1 Penentuan Persentase Degradasi *Methylene Blue*

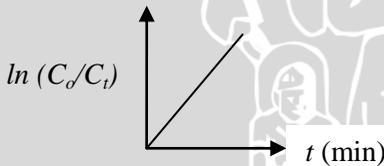
Persentase *methylene blue* yang terdegradasi ditentukan dengan persamaan (3.1):

$$\%degradasi = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\% \quad (3.1)$$

$C_0$  adalah konsentrasi *methylene blue* sebelum degradasi dan  $C_t$  adalah konsentrasi *methylene blue* setelah degradasi yang didapat dari nilai absorbansi yang diplotkan pada persamaan kurva baku *methylene blue*:  $y = ax$

#### 3.4.7.2 Penentuan Laju Reaksi Fotodegradasi *Methylene Blue*

Penentuan konstanta laju fotodegradasi dilakukan dengan membuat kurva hubungan antara  $\ln(C_0/C_t)$  dari konsentrasi *methylene blue* terhadap lama waktu penyinaran yang ditunjukkan sebagai berikut:



**Gambar 3.1.** Kurva Hubungan antara  $\ln(C_0/C_t)$  terhadap Lama Penyinaran

Gradien kurva ditunjukkan oleh kemiringan grafik berdasarkan persamaan (3.2) :

$$\ln\left(\frac{C_0}{C_t}\right) = kt \quad (3.2)$$

Nilai  $k$  menunjukkan konstanta laju fotodegradasi *methylene blue* di bawah radiasi ultraviolet.

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

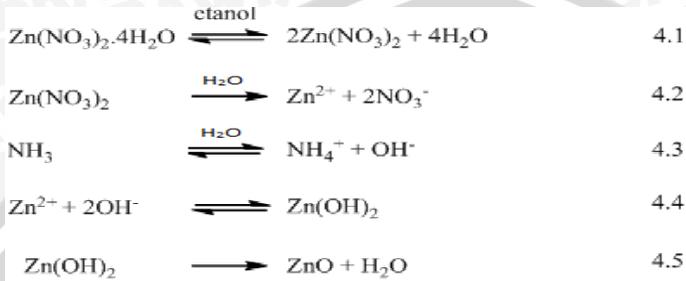
### 4.1 Preparasi Fotokatalis ZnO pada Zeolit

Pada penelitian ini dilakukan proses fotodegradasi terhadap zat warna *methylene blue* dengan menggunakan fotokatalis ZnO yang terimpregnasi pada zeolit. Fotokatalis disiapkan dengan mengembankan oksida logam ZnO ke dalam mineral zeolit alam. Sebelum dilakukan pengembanan oksida logam ke dalam permukaan zeolit alam, perlu dilakukan optimasi karakteristik dari zeolit alam dengan proses aktivasi asam. Ukuran zeolit diperkecil dan dihomogenkan dengan cara pengayakan. Zeolit kemudian dicuci dengan akuades agar terbebas dari pengotor-pengotor yang bersifat polar. Selanjutnya zeolit dikeringkan untuk menghilangkan air sisa pencucian dan ditimbang hingga diperoleh massa konstan. Tahap selanjutnya adalah proses aktivasi zeolit. Proses aktivasi dilakukan dengan mengasamkan zeolit menggunakan HCl. Aktivasi asam dimaksudkan untuk meningkatkan kapasitas jerapan zeolit terhadap zat warna, meningkatkan sisi aktif zeolit, serta meningkatkan kereaktifan zeolit dalam mengadsorpsi zat warna. Dalam proses aktivasi zeolit terjadi pengaturan kembali letak atom yang dipertukarkan [11,33].

Pada penelitian ini diperoleh zeolit teraktivasi berwarna abu-abu kehijauan. Proses aktivasi asam berfungsi untuk menghilangkan pengotor yang larut dalam asam dan mengubah zeolit-Na menjadi zeolit-H, sehingga memudahkan terjadinya pertukaran ion  $Zn^{2+}$  dengan ion  $H^+$  [34].

Setelah proses aktivasi, dilakukan proses impregnasi oksida logam ZnO ke dalam zeolit teraktivasi. Tujuan proses impregnasi adalah untuk menambah sisi aktif dari fotokatalis, sehingga aktivitas katalitik dapat ditingkatkan [34]. Proses impregnasi ZnO ke zeolit dilakukan dengan mencampurkan zeolit teraktivasi dengan larutan  $Zn(NO_3)_2$ , dan pada awal reaksi ditambahkan larutan  $NH_3$  hingga pH larutan mencapai 8,5. Dalam proses impregnasi terjadi pertukaran ion  $H^+$  dari zeolit teraktivasi dengan kation logam  $Zn^{2+}$  dari larutan  $Zn(NO_3)_2$ . Setelah itu larutan dikeringkan untuk menghilangkan etanol yang digunakan sebagai pelarut dalam larutan  $Zn(NO_3)_2$ . Kemudian padatan dicuci dengan akuades hingga pH netral (pH=7).

Reaksi yang terjadi dalam proses pembentukan ZnO tersaji pada reaksi 4.1 hingga 4.5 [35]:



Pada proses kalsinasi terjadi pembentukan oksida logam ZnO serta pelepasan molekul air dari rangkaian kristal zeolit sehingga terjadi penggabungan partikel-partikel pada permukaan eksternal dan internal zeolit agar oksida logam terikat lebih kuat pada zeolit [36]. Padatan fotokatalis ZnO pada zeolit hasil proses impregnasi setelah dikalsinasi berwarna coklat kekuningan.

## 4.2 Karakterisasi Fotokatalis ZnO pada Zeolit

### 4.2.1 Karakterisasi Energi Celah (*Band Gap*) menggunakan DRS

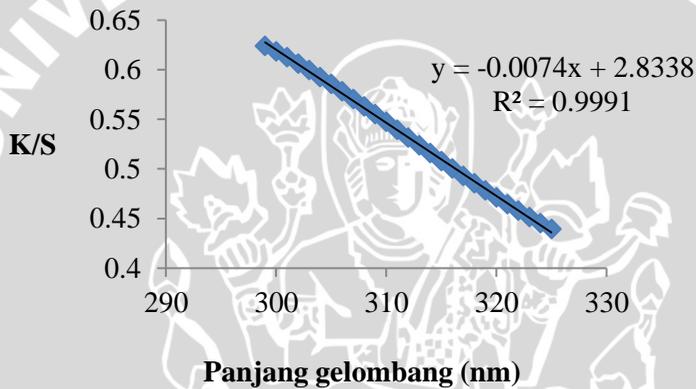
Karakterisasi dengan menggunakan *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) dilakukan pada sampel fotokatalis dengan konsentrasi ZnO 0,75 mmol/g zeolit yang menghasilkan konstanta laju sebesar 0,22 menit<sup>-1</sup>.

Fotokatalis ZnO pada zeolit hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektroskopi UV-Vis *diffuse reflectance*. Tujuan dari karakterisasi ini adalah untuk mengidentifikasi energi celah dari fotokatalis tersebut. Energi celah (*E<sub>g</sub>*) merupakan energi yang dibutuhkan untuk terjadinya proses eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi sehingga membentuk pasangan  $h\nu_{VB}^+$  dan  $e_{CB}^-$ .

Pengukuran sampel dilakukan pada rentang panjang gelombang 200-800 nm. Nilai energi celah fotokatalis dihitung dengan mengolah data yang diperoleh dari spektra UV-Vis *diffuse reflectance* menggunakan persamaan *Kubelka-Munk*.

Dari data yang diperoleh tersebut kemudian dibuat kurva hubungan antara panjang gelombang terhadap fungsi reflektansi (K/S). Harga K/S menunjukkan koefisien perbandingan antara sinar

yang diserap oleh fotokatalis dengan sinar yang dihamburkan (*scattered*). Dari kurva tersebut kemudian dicari persamaan garis  $y=ax+b$  yang menghasilkan nilai regresi linear ( $R^2$ ) mendekati 1. Nilai  $x$  dari persamaan garis menunjukkan panjang gelombang. Panjang gelombang tepi yang memberikan absorbansi maksimum dihitung menggunakan persamaan  $y=ax+b$ , dengan mengasumsikan nilai  $y=0$ . Dari perhitungan ini diperoleh panjang gelombang tepi yang digunakan untuk mencari energi celah fotokatalis dengan persamaan (2.16) [30]. Hasil karakterisasi dengan DRS disajikan pada Gambar 4.1.



**Gambar 4.1.** Grafik Hubungan Panjang Gelombang terhadap Fungsi Reflektansi ZnO terimpregnasi pada zeolit

Hasil karakterisasi dengan DRS dan perhitungan energi celah dengan persamaan (2.16) menunjukkan bahwa energi celah untuk ZnO pada zeolit sebesar 3,06 eV. Energi celah ini sesuai untuk bahan semikonduktor. Apabila energi celah semikonduktor semakin kecil maka dikhawatirkan akan timbul rekombinasi antara elektron-hole. Sedangkan apabila energi celah bahan semikonduktor terlalu besar, maka akan diperlukan energi yang lebih tinggi untuk terjadinya eksitasi elektron dari pita valensi menuju pita konduksi. Dalam penelitian ini lampu UV sebagai sumber radiasi memiliki panjang gelombang 385 nm dengan energi setara 3,2 eV. Penggunaan lampu UV ini sesuai untuk fotokatalis ZnO pada zeolit. Energi dari lampu

UV yang lebih besar dari energi celah fotokatalis yang digunakan dapat menyebabkan terjadinya eksitasi elektron dari pita valensi menuju pita konduksi sehingga terjadi pembentukan radikal hidroksil. Radikal hidroksil berperan dalam reaksi fotodegradasi *methylene blue*.

#### 4.2.2 Karakterisasi Gugus Fungsional menggunakan Spektrofotometer FTIR

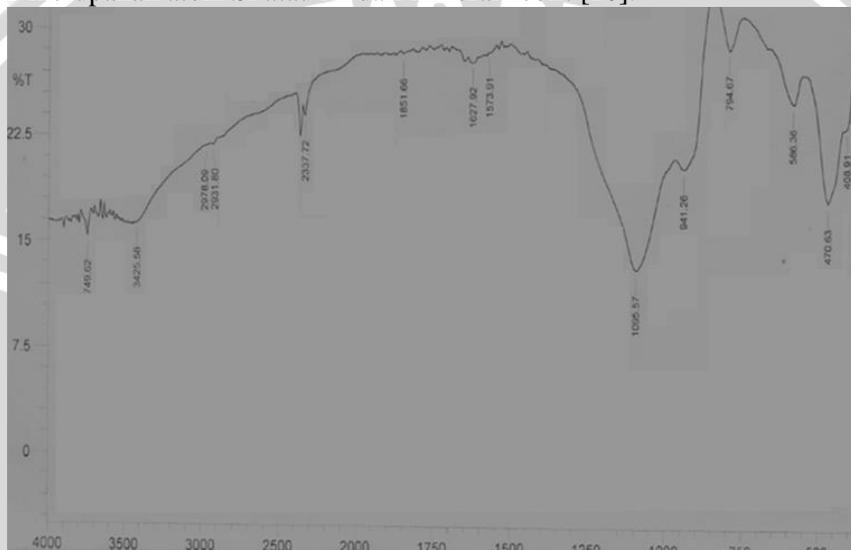
Fotokatalis ZnO pada zeolit yang menghasilkan konstanta laju maksimum (0,75 mmol/g zeolit) dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam sampel fotokatalis tersebut pada rentang bilangan gelombang 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ . Tabel 4.1 dan Gambar 4.2 menunjukkan spektra hasil analisis dengan FTIR pada sampel fotokatalis ZnO pada zeolit.

**Tabel 4.1.** Data Spektra FTIR Fotokatalis ZnO pada Zeolit Hasil Sintesis

Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )		Interpretasi	Referensi
Pembanding	ZnO-zeolit Sintesis		
3413,77	3425,58	O-H regangan	Zuhriah, 2011
1635,52	1627,92	O-H tekuk	Zuhriah, 2011
1043,42	1095,57	Si-O-Si regangan	Zuhriah, 2011
951	941,26	Zn-O-Si	Ningsih, 2012
794,67	794,67	O-Si-O regangan	Zuhriah, 2011
470	470,63	Zn-O	Purbo, 2012

Dari hasil karakterisasi dengan FTIR terhadap sampel fotokatalis ZnO pada zeolit, diketahui bahwa keberadaan ZnO dalam fotokatalis hasil sintesis dibuktikan dengan terbentuknya puncak karakteristik yang tajam pada bilangan gelombang 470,63  $\text{cm}^{-1}$  [10]. Terembankannya fotokatalis ZnO pada zeolit juga dibuktikan dengan terbentuknya puncak serapan pada bilangan gelombang 941,26  $\text{cm}^{-1}$  [13]. Serapan kuat dan melebar yang terlihat pada bilangan

gelombang  $3425,58\text{ cm}^{-1}$  diidentifikasi sebagai vibrasi regangan O-H dari molekul  $\text{H}_2\text{O}$  yang terperangkap dalam kerangka zeolit karena memiliki sifat higroskopis [30]. Sedangkan serapan yang muncul pada bilangan gelombang  $1627,92\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi tekuk O-H dari molekul  $\text{H}_2\text{O}$ . Serapan karakteristik untuk zeolit muncul pada bilangan gelombang  $1095,57$  dan  $794,67\text{ cm}^{-1}$  yang diidentifikasi merupakan vibrasi regangan T-O-T dan O-T-O, dimana T merupakan atom Si atau Al dari mineral zeolit [10].



**Gambar 4.2.** Spektra FTIR Fotokatalis ZnO pada zeolit

Berdasarkan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Hartini [37] diketahui bahwa hasil analisis terhadap fotokatalis ZnO pada zeolit menunjukkan bahwa tidak adanya perubahan struktur kristal zeolit sebelum dan setelah impregnasi. Penambahan ZnO pada zeolit tidak merusak struktur zeolit.

#### **4.2.3 Karakterisasi Fotokatalis menggunakan *Surface Area Analyzer (SAA)***

Karakterisasi zeolit teraktivasi dan ZnO terimpregnasi pada zeolit dengan instrumen SAA dilakukan untuk menentukan luas permukaan spesifik, diameter, distribusi pori, dan volume pori dari

zeolit serta fotokatalis ZnO terimpregnasi pada zeolit. Data karakterisasi dengan SAA disajikan pada Tabel 4.2.

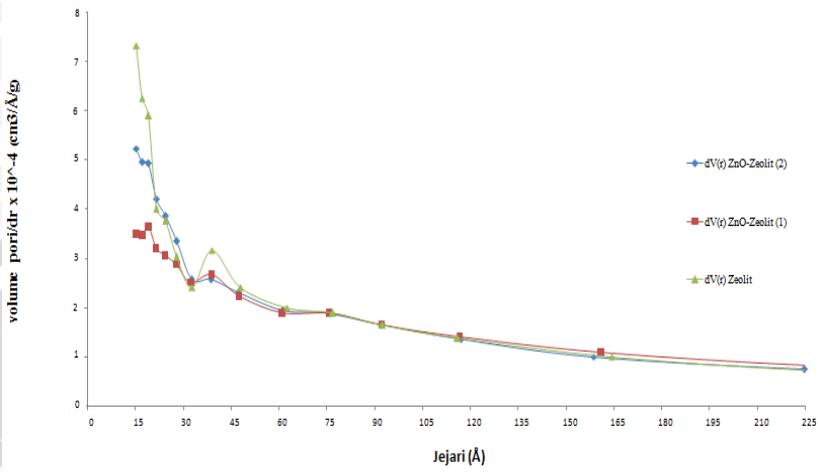
**Tabel 4.2.** Data Karakterisasi dengan SAA

<b>Material Katalis</b>	<b>Surface Area (m<sup>2</sup>/g)</b>	<b>Rerata Jejari pori (Å)</b>	<b>Volume Pori (cm<sup>3</sup>/ Å /g)</b>
Zeolit Aktivasi	113,689	18,669	0,054
ZnO pada Zeolit 0,75 mmol	51,144	30,805	0,058
ZnO pada Zeolit 1,5 mmol	46,285	31,016	0,055

Penentuan luas permukaan dilakukan dengan metode BET. Pengukuran luas permukaan dengan BET dilakukan melalui pengisian pori zeolit dengan gas inert berupa gas N<sub>2</sub> (BET). Data luas permukaan spesifik pada Tabel 4.2 menunjukkan bahwa dengan semakin semakin banyak ZnO yang ditambahkan ke dalam zeolit, akan menurunkan luas permukaan zeolit. Dari data hasil karakterisasi diketahui bahwa luas permukaan zeolit sebelum impregnasi yang dihitung dengan metode BET sebesar 113,689 m<sup>2</sup>/g dan setelah diimpregnasi ZnO dengan variasi konsentrasi ZnO sebesar 0,75; dan 1,5 mmol menghasilkan luas permukaan zeolit yang lebih kecil, yaitu menjadi 51,144; dan 46,285 m<sup>2</sup>/g.

Diameter pori, distribusi pori, dan volume pori ditentukan dengan metode BJH. Jari-jari pori zeolit teraktivasi sebesar 18,669 Å, sedangkan jari-jari pori fotokatalis ZnO yang terimpregnasi pada zeolit dengan konsentrasi 0,75; dan 1,5 mmol masing-masing sebesar 30,805 dan 31,016 Å. Bertambahnya jari-jari dari zeolit teraktivasi sebelum dan setelah diimpregnasi ZnO menunjukkan bahwa ZnO telah terdispersi ke dalam pengembangan zeolit. Terimpregnasinya ZnO pada zeolit, dapat menyebabkan terbentuknya pori baru serta perubahan distribusi pori di dalam sampel katalis [33,38].

Terdistribusinya ZnO pada zeolit secara tidak merata menyebabkan terjadinya penurunan luas permukaan zeolit. Hal ini terjadi karena ZnO menyebabkan tertutupnya sebagian permukaan zeolit. Distribusi pori ditunjukkan pada Gambar 4.3. Distribusi ukuran pori pada zeolit dan ZnO pada zeolit tersebar pada daerah 15 hingga 100 Å.



**Gambar 4.3.** Grafik Distribusi Pori Zeolit dan ZnO pada zeolit

Volume pori zeolit dan ZnO terimpregnasi ke zeolit mengalami perubahan. Setelah diimpregnasi dengan ZnO terjadi perbesaran volume pori pada material zeolit. Namun dengan penambahan ZnO yang berlebih dapat menyebabkan terjadinya penumpukan logam pada saluran pori zeolit. Akibatnya terjadi penurunan volume pori zeolit pada fotokatalis ZnO pada sampel fotokatalis dengan penambahan logam lebih lanjut [38].

### 4.3 Uji Fotokatalitik

Fotokatalis yang disintesis bersifat bifungsional atau memiliki fungsi ganda, yaitu sebagai adsorben zat warna yang akan didegradasi serta berperan dalam reaksi fotodegradasi di bawah radiasi ultraviolet. Dalam sistem reaksi fotodegradasi, zat warna akan teradsorpsi oleh katalis, sehingga keberadaan zat warna lebih terkonsentrasi di permukaan katalis. Ketika katalis ZnO pada zeolit diradiasi dengan sinar UV yang memiliki energi foton lebih besar dari energi celah (*band gap*) bahan semikonduktor (ZnO), menyebabkan terjadinya eksitasi elektron dari pita valensi menuju ke pita konduksi. Akibatnya akan terbentuk *hole* positif di pita valensi dan elektron di pita konduksi. *Hole* positif ( $h^+$ ) dapat bereaksi dengan

melekul air teradsorpsi menghasilkan radikal hidroksil. Radikal hidroksil memiliki potensial oksidasi yang sangat tinggi. Pembentukan radikal secara terus menerus dipermukaan fotokatalis dapat menyebabkan zat warna *methylene blue* mengalami oksidasi dan terdegradasi [2].

#### 4.3.1 Pengaruh Variasi Konsentrasi Fotokatalis ZnO pada Zeolit terhadap Konstanta Laju Fotodegradasi *Methylene Blue* di Bawah Radiasi Ultraviolet

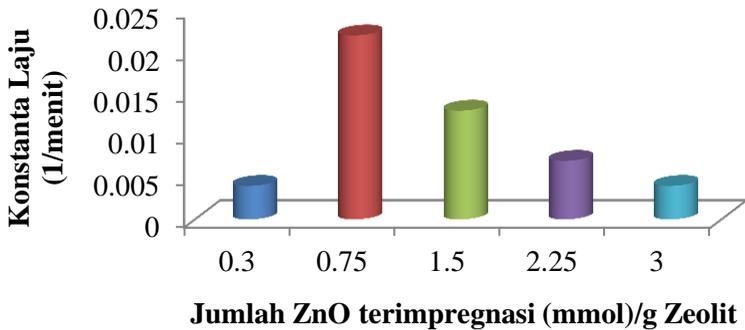
Fotokatalis disintesis dengan lima variasi konsentrasi. Hal ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh jumlah ZnO terimpregnasi pada zeolit, terhadap konstanta laju dan persen degradasi zat warna *methylene blue*. Semakin tinggi konsentrasi larutan  $Zn(NO_3)_2$  yang ditambahkan ke dalam zeolit, maka semakin banyak pula ZnO yang terimpregnasi ke dalam permukaan zeolit [10]. Hasil penelitian yang berkaitan dengan pengaruh jumlah ZnO terimpregnasi pada zeolit terhadap konstanta laju fotodegradasi zat warna *methylene blue* disajikan pada Tabel 4.3 dan Gambar 4.4.

**Tabel 4.3.** Nilai konstanta laju fotodegradasi zat warna *methylene blue* dengan variasi konsentrasi fotokatalis ZnO pada zeolit

Jumlah ZnO (mmol) /g Zeolit	$k \times 10^{-3} \text{ (min}^{-1}\text{)}$	$R^2$
0,30	4	0,990
<b>0,75</b>	<b>22</b>	<b>0,964</b>
1,50	13	0,961
2,25	7	0,941
3,00	4	0,891

Berdasarkan data pada Tabel 4.3 diketahui bahwa konstanta laju fotodegradasi akan meningkat pada penambahan 0,75 mmol ZnO/g zeolit. Adanya oksida logam yang terimpregnasi di permukaan fotokatalis dapat meningkatkan aktivitas katalitik dari fotokatalis tersebut. Pengembanan oksida logam pada zeolit dapat meningkatkan jumlah sisi aktif dari katalis. Pengembanan oksida logam ke zeolit juga dilakukan untuk mengurangi terjadinya sintering pada oksida logam. Namun dengan penambahan oksida logam yang berlebih dapat memicu terjadinya sintering

(penggabungan partikel pada temperatur tinggi). Sintering mengakibatkan sisi aktif dari fotokatalis mengalami penurunan. Oleh sebab itu perlu diperhatikan jumlah logam yang diimpregnasi, sehingga reaksi katalitik dapat berlangsung efektif.



**Gambar 4.4.** Grafik Pengaruh Jumlah ZnO Terimpregnasi terhadap Konstanta Laju Fotodegradasi

Dari hasil penelitian pengaruh jumlah ZnO terimpregnasi pada zeolit, diketahui bahwa nilai konstanta laju ( $k$ ) terbesar adalah 0,22 ( $\text{menit}^{-1}$ ), yaitu pada sampel fotokatalis ZnO pada zeolit 0,75 mmol/g zeolit. Namun konstanta laju menurun pada konsentrasi ZnO 1,5 mmol/g zeolit. Penurunan aktivitas katalitik pada fotokatalis dikarenakan fotokatalis tersebut mengalami sintering [10].

Dari hasil karakterisasi dengan SAA, diketahui bahwa luas permukaan spesifik ZnO 0,75 mmol/g zeolit lebih besar dibandingkan dengan luas permukaan spesifik ZnO 1,5 mmol/g zeolit. Luas permukaan spesifik mempengaruhi kemampuan fotokatalis untuk mengadsorpsi serta berinteraksi dengan zat warna. Luas permukaan spesifik yang besar menyebabkan semakin banyak zat warna yang teradsorpsi. Zat warna ini kemudian dapat berinteraksi dengan radikal hidroksil yang dihasilkan di permukaan fotokatalis.

Peningkatan persen degradasi zat warna *methylene blue* bergantung pada lama penyinaran dengan radiasi UV dapat dilihat Lampiran L.4. Hal ini terjadi karena semakin lama waktu kontak dapat meningkatkan produksi radikal hidroksil dalam reaksi

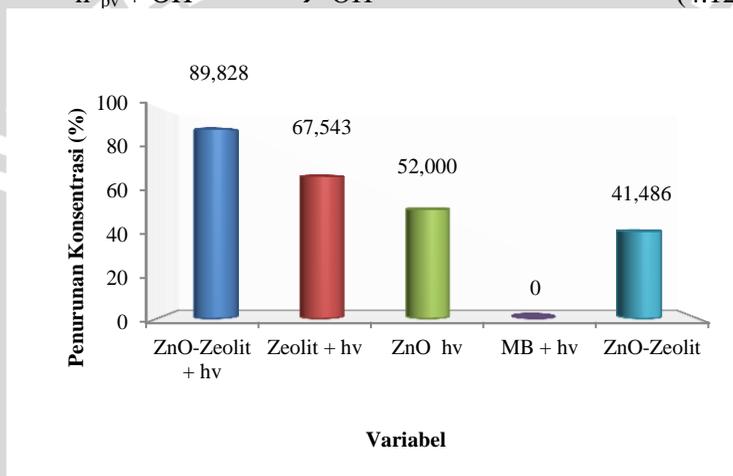
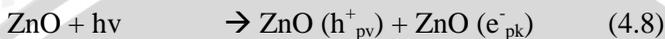
fotodegradasi. Selain itu waktu kontak yang lebih lama menyebabkan semakin banyaknya zat warna yang dapat berinteraksi dengan radikal hidroksil di permukaan fotokatalis. Oleh karena itu probabilitas terjadinya oksidasi pada zat warna juga akan mengalami peningkatan. Akibatnya semakin lama waktu penyinaran akan memberikan persen degradasi *methylene blue* yang lebih besar [10].

Laju fotodegradasi yang terjadi mengikuti mekanisme Langmuir-Hinshelwood. Nilai konstanta laju ditentukan dari nilai slope pada kurva regresi linear. Reaksi yang terjadi melibatkan 2 reaktan yaitu larutan *methylene blue* dan radikal hidroksil. Namun karena radikal hidroksil yang dihasilkan dalam fasa ruah pada awal dan akhir reaksi, maka konsentrasi radikal hidroksil dapat diabaikan. Oleh sebab itu konsentrasi larutan *methylene blue* yang diperhitungkan sebagai reaktan dalam reaksi fotodegradasi. Sehingga reaksi fotodegradasi *methylene blue* dengan fotokatalis ZnO pada zeolit dalam penelitian ini mengikuti kinetika reaksi pertama semu (*pseudo orde satu*) [25].

#### **4.3.2 Uji Degradasi Larutan *Methylene Blue* pada Berbagai Kondisi Reaksi**

Setelah dilakukan uji fotodegradasi dengan variasi konsentrasi fotokatalis ZnO pada zeolit, dan lama penyinaran, selanjutnya dilakukan pengujian dengan berbagai kondisi perlakuan yang berbeda. Perlakuan tersebut terdiri dari proses fotodegradasi larutan *methylene blue* tanpa penambahan apapun, dengan penambahan zeolit, dengan penambahan fotokatalis ZnO, dengan penambahan fotokatalis ZnO pada zeolit. Variasi kontrol perlakuan pada fotodegradasi larutan *methylene blue* bertujuan untuk mengetahui pengaruh pengembangan fotokatalis ZnO pada zeolit terhadap persen degradasi larutan *methylene blue* di bawah pengaruh radiasi UV. Pada penelitian ini volume larutan *methylene blue* yang didegradasi sebanyak 25 mL dengan konsentrasi 20 mg/L. Untuk kontrol perlakuan, massa fotokatalis maupun zeolit yang ditambahkan sebanyak 50 mg. Selama proses fotodegradasi di dalam fotoreaktor, dilakukan penyinaran menggunakan lampu UV selama 60 menit. Lama penyinaran 60 menit dalam penelitian ini memberikan penurunan konsentrasi yang maksimal pada zat warna *methylene blue*.

Berdasarkan Gambar 4.5 terbukti bahwa penambahan fotokatalis ZnO pada zeolit di bawah radiasi UV dapat meningkatkan persen degradasi larutan *methylene blue*. Fotokatalis berperan dalam meningkatkan produksi radikal hidroksil pada daerah pita valensi ZnO (reaksi 4.8 sampai 4.12) [33].



**Gambar 4.5.** Grafik Kontrol Perlakuan dengan Variabel Berbeda terhadap Penurunan Konsentrasi Zat Warna *Methylene Blue* (%).

Berdasarkan Gambar 4.5, diketahui bahwa zeolit teraktivasi yang ditambahkan ke dalam zat warna dalam reaksi fotodegradasi menyebabkan terjadinya penurunan konsentrasi zat warna sebesar 67,543%. Hal ini dikarenakan adanya proses adsorpsi oleh zeolit terhadap zat warna *methylene blue*. Proses adsorpsi yang tinggi terhadap larutan *methylene blue* menyebabkan penurunan konsentrasi yang tinggi dari larutan tersebut. Pada fotokatalis ZnO pada zeolit yang dikondisikan tanpa penyinaran, menunjukkan penurunan konsentrasi mencapai 41,486%. Hal ini menjelaskan bahwa

penurunan konsentrasi larutan *methylene blue* terjadi karena adanya proses adsorpsi. Namun proses adsorpsi yang berlangsung tidak sebaik pada penggunaan zeolit tanpa ZnO. Hal ini terjadi karena dengan penambahan ZnO menyebabkan sebagian pori zeolit menjadi tertutup oleh ZnO. Akibatnya kemampuan adsorpsi dari zeolit pada fotokatalis ZnO yang terimpregnasi pada zeolit mengalami penurunan.

Selain sebagai material pengemban ZnO, zeolit juga berperan mengadsorpsi larutan *methylene blue*. Secara visual dapat dilihat bahwa warna fotokatalis ZnO pada zeolit yang mulanya berwarna coklat kekuningan setelah digunakan untuk fotodegradasi mengalami perubahan warna menjadi biru. Larutan *methylene blue* yang didegradasi di bawah sinar UV tidak memberikan penurunan konsentrasi. Hal ini terjadi karena zat warna *methylene blue* bersifat stabil terhadap cahaya [4].

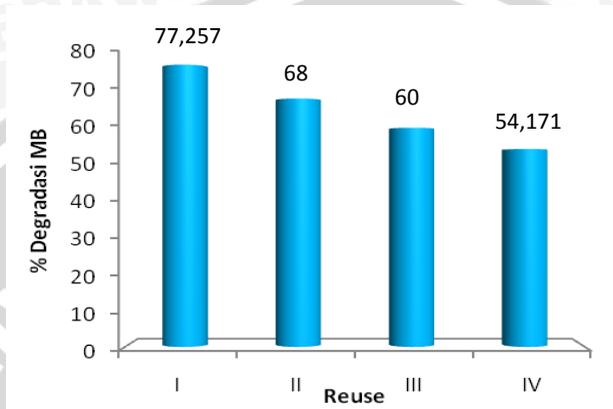
#### **4.3.3 Uji Efektivitas Penggunaan Kembali (*Reuse*) Fotokatalis ZnO pada Zeolit Terhadap Persen Degradasi Larutan *Methylene Blue***

Fotokatalis ZnO pada zeolit yang menghasilkan konstanta laju fotodegradasi paling besar (0,75 mmol ZnO/ g zeolit), kemudian diuji efektivitasnya untuk dapat digunakan kembali dalam proses fotodegradasi selanjutnya. Fotokatalis tersebut dicuci dengan akuades, dengan tujuan untuk melepaskan kembali (desorpsi) molekul zat warna yang masih berikatan dengan situs aktif pada permukaan fotokatalis [11].

Penggunaan kembali (*reuse*) fotokatalis ZnO pada zeolit untuk proses fotodegradasi dilakukan sebanyak empat kali, dengan perbandingan 1:2 untuk volume larutan *methylene blue* sebanyak 25 mL dengan konsentrasi 20 mg/L dan massa fotokatalis ZnO pada zeolit sebanyak 50 mg. Konsentrasi sisa larutan *methylene blue* hasil fotodegradasi diukur absorbansinya setelah proses fotodegradasi selama 60 menit, dan dihitung persen degradasinya.

Hasil pemakaian kembali fotokatalis ZnO pada zeolit untuk mendegradasi *methylene blue* tersaji pada Gambar 4.6, yang menunjukkan pemakaian ke-I, ke-II, ke-III dan ke-IV, terjadi penurunan persen degradasi masing-masing menjadi sebesar 77,257; 68; 60; dan 54,171%. Dari hasil penelitian ini terlihat bahwa

fotokatalis ZnO pada zeolit dapat digunakan untuk empat kali pemakaian ulang dalam reaksi fotodegradasi.



**Gambar 4.6.** Grafik hubungan penggunaan kembali fotokatalis ZnO pada zeolit terhadap persen degradasi larutan *methylene blue*.

Fotokatalis yang digunakan secara berulang mengakibatkan terjadinya penurunan persen degradasi zat warna *menthylene blue*. Hal ini terjadi karena molekul zat warna yang telah teradsorpsi belum mengalami desorpsi sempurna meskipun telah dilakukan proses pencucian terhadap fotokatalis tersebut. Interaksi antara zat warna dengan sisi aktif di permukaan fotokatalis terjadi melalui ikatan kimia (kemisorpsi). Dibuktikan dengan perubahan warna fotokatalis sebelum dan setelah digunakan dalam reaksi fotodegradasi. Proses pencucian pada fotokatalis tidak dapat menghilangkan warna biru yang telah menempel di permukaan fotokatalis. Keberadaan zat warna *methylene blue* yang tidak mengalami desorpsi tersebut akan menutup sisi aktif fotokatalis. Akibatnya interaksi fotokatalis dengan energi foton dalam menghasilkan radikal hidroksil akan berkurang. Produksi radikal hidroksil yang menurun menyebabkan terjadinya penurunan terhadap persen degradasi zat warna [11].

Faktor lain yang menyebabkan terjadinya penurunan persen degradasi adalah penggumpalan dan pengendapan zat warna disekitar

partikel fotokatalis ZnO pada zeolit. Penggumpalan terjadi karena setiap digunakan kembali, fotokatalis tidak menyediakan bagian baru untuk menyerap zat warna dan energi foton. Sehingga aktivitas katalitik pada fotokatalis yang digunakan kembali ini akan mengalami penurunan [36].

Namun dari data *reuse* fotokatalis yang diperoleh, terlihat pada pemakaian ke-4, terjadi penurunan degradasi menjadi 54,171%. Hal ini membuktikan bahwa fotokatalis ini masih tetap dapat digunakan hingga beberapa kali pemakaian pada reaksi fotokimia.



## BAB V PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dalam studi pengaruh konsentrasi ZnO pada zeolit terhadap fotodegradasi *methylene blue* dapat ditarik kesimpulan bahwa :

1. Hasil karakterisasi fotokatalis dengan FTIR menunjukkan keberadaan ZnO pada zeolit dibuktikan dengan puncak serapan pada bilangan gelombang 470 dan 941  $\text{cm}^{-1}$ . Energi celah ZnO pada zeolit sebesar 3,06 eV. Luas permukaan zeolit, ZnO pada zeolit sebanyak 0,75 dan 1,5 mmol masing-masing sebesar 133,689; 51,144; dan 46,289  $\text{m}^2/\text{g}$ .
2. Konsentrasi fotokatalis ZnO pada zeolit berpengaruh terhadap konstanta laju fotodegradasi zat warna *methylene blue* di bawah radiasi UV. Konstanta laju terbesar pada konsentrasi ZnO 0,75 mmol/g zeolit dengan nilai konstanta laju sebesar 0,22  $\text{menit}^{-1}$ .
3. Fotokatalis ZnO pada zeolit dapat digunakan hingga empat kali penggunaan kembali dengan menghasilkan persen degradasi pada penggunaan keempat sebesar 54,17%.

### 5.2 Saran

Energi celah fotokatalis cukup berperan dalam menghasilkan persen degradasi terhadap zat warna dalam reaksi fotodegradasi. Oleh sebab itu penggunaan lampu dengan energi foton yang sesuai dengan energi celah fotokatalis perlu diperhatikan.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Herman, J. M., 1999, **Heterogenous Photocatalysis Fundamental and Application to the Removal of Various Types of Aqueous Pollutans**, *Catalyst Today*, Elsevier , 53, 115-129
- [2] Fatimah, I., Sugiharto, E., Wijaya, K., Tahir, I., dan Kamalia, 2006, **Titanium Oxide Dispered on Natural Zeolite (TiO<sub>2</sub>/Zeolite) and Its Application for Congo Red Photodegradation**, *Indonesian Journal of Chemistry*, 6, 1, 8-42, Departement of Chemistry, Faculty Mathematic and Natural Science UGM, Yogyakarta
- [3] Palupi, E., 2006, **Degradasi Methylene Blue dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis menggunakan Film TiO<sub>2</sub>**, *Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Departemen Fisika, Institut Pertanian Bogor, Bogor
- [4] Joshi, K. M., and Shrivastava, V. S., 2010, **Removal of Hazardious Textile Dyes from Aqueous Solution by using Commercial Activated Carbon with TiO<sub>2</sub> and ZnO as Photocatalyst**, *International Journal of ChemTech Research*, 1, 2, 427-435, Department of P.G. Studies and Research in Chemistry G.T.P. College, India
- [5] Ullah, R., and Duta, J., 2007, **Photocatalytic Degradation of Organic Dyes with Manganese-Doped ZnO Nanoparticles**, *Journal of Hazardous Materials*, Elsevier, 156, 194-200
- [6] Fei, X., Jia, G., Xia, X., Hao, Y., Wang, D., and Guo, J., 2012, **Study on Preparation and Sunlight Photocatalytic Activity of Porous Coupled ZnO/TiO<sub>2</sub> Photocatalyst**, *Optoelectronic and Advanced Material-Rapid Communication*, 7, 6, 709-712, Department of Environmental and Municipal Engineering, Tianjin Institute of Urban Construction, Urban

- [7] Kruefu, V., Ninsoti, H., Watchakum, N., Inceesingvorn, B., Pookmanee, P., and Phanichphant, S., 2012, **Photocatalytic Degradation of Phenol using Nb-Loaded ZnO Nanoparticles**, *Engineering Journal*, 16, Issue 3, ISSN 0125-828, Department of Chemistry, Faculty of Science, Chiang Mai University, Thailand
- [8] Subramani, A. K., Byrappa, K., Ananda, S., Lokanatha, Rai, Ranganathaiah, C., and Yoshimura, M., 2007, **Photocatalytic Degradation of Indigo Carmine Dye using TiO<sub>2</sub> Impregnated Activated Carbon**, *Bull. Mater.Sci*, 30, 37-41
- [9] Padilha, R. S., Ferari-Lima, A. M., Seixas, F. L., Batistela, V. R., Favaro, S. L., Hioka, N., and Machado, N. R. C. F., 2013, **Evaluation of ZnO Catalyst Supported on Zeolit NaA in the Photocatalytic Degradation of Vinasse Pretreated by Coagulation/Flocculation**, *Chemical Engineering Transaction*, 32, 823-828, AIDIC, Brazil
- [10] Zuhriah, S., 2011, **Degradasi Zat Warna Methyl Orange menggunakan Fotokatalis ZnO-Zeolit dengan Sinar UV**, *Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan, Universitas Brawijaya, Malang
- [11] Ariyanti, D. S., 2012, **Pengaruh Penambahan Oksidator H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> terhadap Degradasi Zat Warna Methyl Orange dengan Fotokatalis ZnO-Zeolit**, *Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya
- [12] Lestari, D. Y., 2010, **Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara**, *Profesionalisme Peneliti dan Pendidik dalam Riset dan Pembelajaran yang Berkualitas dan Berkarakter*, Yogyakarta

- [13] Ningsih, T. S., 2012, **Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Ni<sup>2+</sup>-ZnO Berbasis Zeolit Alam**, *Skripsi*, Fakultas Teknik Program Studi Teknik Metalurgi dan Material, Universitas Indonesia, Depok
- [14] Suparno, 2010, **Degradasi Zat Warna Indigol dengan Metode Oksidasi Katalitik menggunakan Zeolit Alam teraktivasi dan Ozonasi**, *Tesis*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia, Depok
- [15] Ignat, M., Revenco, L. M., Pascaru, A. R., and Popovici, E., 2011, **Functionalized Zeolitic Materials with Photocatalytic Properties**, *ACTA CHEMICA IASI*, 19, 21-34, Laboratory of Materials Chemistry, Department of Chemistry, Romania
- [16] Darajat, S., Aziz, H., dan Alif, A., 2008, **Seng Oksida (ZnO) sebagai Fotokatalis pada Proses Degradasi Senyawa Biru Metilen**, *J.Ris.Kim*, 2, 1, ISSN: 1978-628X, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas, Padang
- [17] Janotti, A., and Walle, C. G. V. D., 2009, **Fundamentals of Zinc Oxide as Semiconductor**, *IOP Publishing*, 126501, 72, 29, Material Department, University California, Santa Barbara, USA
- [18] Rahmiyanti, F., 2012, **Pengaruh Temperatur Perlakuan Pasca-Hidrotermal terhadap Karakteristik Partikel ZnO dan Core-Shell ZnSiO<sub>2</sub> untuk Aplikasi Pelabelan Sel**, *Skripsi*, Fakultas Teknik Program Studi Teknik Metalurgi dan Material, Universitas Indonesia, Depok
- [19] Karima, B., Mossab, B. L., and Hassen, M. A., 2010, **Removal of Methylene Blue from Aqueous Solution using an Acid Activated Algerian Bentonite: Equilibrium And Kinetic Studies**, *International Renewable Energy Congress*, 5-7, 360-367, Laboratore

de Ingenierie des Procèdes d' Enviromental, Universite Mentouri, Constantin

- [20] Widihati, I. A. G., Diantarini, N. P., dan Nikmah, Y. F., 2009, **Fotodegradasi Metilen Biru dengan Sinar UV dan Katalis  $Al_2O_3$** , ISSN 1907-9850, 31-42, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Udayana, Bukit Jimbaran
- [21] Almeida, C. A. P., Debacher, N. A., Downs, A. J., Cottet, L., and Mello, C. A. D., 2009, **Removal of Methylene Blue from Colored Effluents by Adsorption on Montmorillonite Clay**, *Journal of Colloid Chemical Engineering and Process Technology and Interface Science*, 332, 46-53, Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina, Brazil
- [22] Afrozi, A.S., 2010, **Sintesis dan Karakterisasi Katalis Nanokomposit berbasis Titania untuk Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air**, *Tesis*, Universitas Indonesia, Depok
- [23] Arutanti,O., Abdullah, M., Khairurrijal, dan Mahfudz, H., 2009, **Penjernihan Air dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalis pada Permukaan Titanium Dioksida ( $TiO_2$ )**, ISSN 1979-0880 Edisi Khusus, Jurnal Nanosains & Nanoteknologi, Agustus 2009
- [24] Ali, R., Abu-Bakar, W. A. W., and Teck, L. K., 2010, **Zn/ZnO/ $TiO_2$  And Al/ $Al_2O_3$ / $TiO_2$  Photocatalysts for Degraton of Cypermethrin**, *Modern Applied Science, CCSE*, 1, 4, 59-67, Universiti Teknologi Malaysia, Malaysia
- [25] Elaziouti, Laouedj, N., and Ahmed, B., 2011, **ZnO-Assisted Photocatalytic Degradation of Congo Red and Benzopurpurine 4B In Aqueous Solution**, *Journal of Chemical Engineering and Process Technology*, 2, 2, ISSN: 2157 -7048, Elsevier, Algeria

- [26] Luan, J., and Hu, Z., 2012, **Synthesis, Property Characterization, and Photocatalytic Activity of Novel Visible Light-Responsive Photocatalyst  $\text{Fe}_2\text{BiSbO}_7$** , *International Journal of Photoenergy* 2012, 1-11, Hindawi Publishing Corporation
- [27] Rashed, M. N., and El-Amin, A. A., 2007, **Photocatalytic Degradation of Methyl Orange in Aqueous  $\text{TiO}_2$  Under Different Solar Irradiation Sources**, *International Journal of Physical Sciences*, 2, 3, 073-081, Academic Journal, Departement Faculty of Science, Egypt
- [28] Purbo, S., 2012, **Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel-Nanofluida *Undoped*  $\text{ZnO}$  (Seng Oksida) dengan Metode Kopresipitasi serta Aplikasinya pada *Heat Pipe***, *Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia, Depok
- [29] Yulianti, C. H., Ediati, R., dan Prasetyoko, D., 2011, **Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel  $\text{ZnO}$  sebagai Support Katalis**, Kimia FMIPA Institut Teknologi Sepuluh November, Surabaya
- [30] Anwar, D. I., 2011, **Sintesis Komposit  $\text{Fe-TiO}_2\text{-SiO}_2$  sebagai Fotokatalis pada Degradasi *Erionyl Yellow***, *Tesis*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta
- [31] Rosyid, M., Nawangsih, E., dan Dewita, 2012, **Perbaikan Surface Area Analyzer NOVA-1000 (Alat Penganalisis Lua Permukaan Serbuk)**, *Penelitian dan Pengolahan Perangkat Nuklir*, Yogyakarta
- [32] Rohmawati, L., 2013, **Studi Pengaruh Konsentrasi Sulfat terhadap Konstanta Laju *Methyl Orange* menggunakan Fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -Bentonit**, *Skripsi*,

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,  
Universitas Brawijaya, Malang

- [33] Fanzuri, M., 2012, **Pengaruh pH Awal *Methyl Orange* pada Degradasi *Methyl Orange* dengan Fotokatalis ZnO-Zeolit**, *skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang
- [34] Windriani, E., 2008, **Studi Pengaruh Konsentrasi Zn (II) pada Preparasi Katalis Zeolit-ZnO terhadap Oksidasi Fenol**, *skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang
- [35] Zuhendri, D.W., Yulianto, B., dan Nugraha, 2013, **Pembuatan dan Karakterisasi Zink Struktur Nano sebagai Gas SO<sub>2</sub> dengan Metode *Chemical Bath Deposition***, 11,1, 1-6, Makalah Tugas Akhir Sarjana Teknik Fisika, Institut Teknologi Bandung, Bandung
- [36] Prakasa, A. T. B., 2012, **Studi Fotodegradasi Variasi Konsentrasi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> terhadap Konstanta Laju Fotodegradasi *Methyl Orange* menggunakan Fotokatalis Bentonit TiO<sub>2</sub>**, *Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang
- [37] Hartini, E., 2011, **Modifikasi Zeolit Alam dengan ZnO untuk Degradasi Fotokatalisis Zat Warna**, *Tesis*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Program Studi S2 Kimia, Universitas Indonesia, Depok
- [38] Trisunaryanti, W., Purwono. S., dan Putranto, A., 2008, **Catalytic Hydrocracking of Waste Lubricant Oil into Liquid Fuel Fraction using ZnO, Nb<sub>2</sub>O<sub>6</sub>, Activated Natural Zeolite and Their Modification**, *Indo. J. Chem* 8, 3, 342-347, Departmen of Chemistry, UGM, Yogyakarta

## LAMPIRAN

### L.A Lampiran Perhitungan dan Pembuatan Larutan

#### L.A.1 Pembuatan Larutan Stok *Methylene Blue* 20 mg/L

Larutan stok *methylene blue* 20 mg/L dibuat dengan menimbang padatan *methylene blue* sebanyak 23,4 mg dan dilarutkan dengan akuades secukupnya dalam gelas beaker. Setelah larut, larutan *methylene blue* dipindahkan ke dalam labu takar 1000 mL dan ditandabatkan dengan akuades lalu dikocok hingga homogen. Massa padatan *methylene blue* diketahui dengan melakukan perhitungan sebagai berikut :

$$\text{Massa methylene blue} = [MB](\text{mg/L}) \times V_{\text{methyleneblue}}(\text{mL})$$

$$\text{Massa methylene blue} = \frac{20 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 1000 \text{ mL}$$

$$\text{Massa methylene blue} = 20 \text{ mg}$$

$$\text{Massa yang dibutuhkan} = \frac{Mr_{C_{16}H_{18}N_3SCL \cdot 4H_2O}}{Mr_{C_{16}H_{18}N_3SCL}} \times \text{Massamethyleneblue}$$

$$\text{Massa yang dibutuhkan} = \frac{391.86 \text{ mg/mmol}}{319.86 \text{ mg/mmol}} \times 20 \text{ mg}$$

$$\text{Massa yang dibutuhkan} = 23.4 \text{ mg}$$

#### L.A.2 Pembuatan Larutan $AgNO_3$ 0,1 M

Larutan  $AgNO_3$  0,1 M dibuat dengan menimbang padatan  $AgNO_3$  sebanyak 1,7 gram dan dilarutkan dengan akudes secukupnya dalam gelas beaker. Setelah larut, larutan  $AgNO_3$  dipindahkan ke dalam labu takar 100 mL dan ditandabatkan dengan akuades lalu dikocok hingga homogen. Massa padatandiketahui dengan melakukan perhitungan sebagai berikut:

$$\text{Molaritas (mmol/mL)} = \frac{\text{Massa(mg)}}{Mr \left( \frac{\text{mg}}{\text{mL}} \right)} \times \frac{1000}{\text{Volume(mL)}}$$

$$\begin{aligned} \text{Molaritas (mmol/mL)} &= 0,1 \text{ mmol/mL} \\ &= \frac{\text{Massa(mg)}}{170 \text{ mg/mmol}} \times \frac{1000}{100 \text{ mL}} \end{aligned}$$

$$\text{Massa AgNO}_3 \text{ (mg)} = 1,7 \text{ mg}$$

### L.A.3 Pembuatan Larutan HCl 0,4 M

Larutan HCl 0,4 M dibuat dengan mengencerkan larutan HCl 12 M di dalam labu takar 1000 mL. Larutan HCl 12 M dipipet dengan pipet ukur 10 mL kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu takar hingga tanda batas. Volume yang dibutuhkan untuk mengencerkan larutan HCl 12 M menjadi 0,4 M dalam labu takar 1000 mL dapat dihitung seperti berikut ini:

$$\begin{aligned} \text{Kadar} &= 37\% \\ \text{Massa jenis} &= 1,19 \text{ gr/mL} \\ \text{Mr HCl} &= 36,461 \text{ g/mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar (m/v)} &= \frac{37 \text{ mL}}{100 \text{ mL}} \times 1,19 \text{ g/mL} \\ &= \frac{44,03 \text{ g}}{100 \text{ mL}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi (M)} &= \frac{44,03 \text{ g}}{100 \text{ mL}} \times \frac{1}{36,461 \text{ g/mol}} \\ &= 12 \text{ M} \end{aligned}$$

Pengenceran larutan HCl 12 M menjadi larutan HCl 0,4 M

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 12 \text{ M} \times V_1 &= 0,4 \text{ M} \times 1000 \text{ mL} \\ V_1 &= 33,3 \text{ mL} \end{aligned}$$

### L.A.4 Pembuatan Larutan Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> dalam beberapa Variasi Konsentrasi

Larutan ini dibuat dalam berbagai variasi konsentrasi yaitu 0,02; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2 M. Larutan Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> dengan konsentrasi 0,2 dan 0,15 M dibuat dari padatan Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O. Sedangkan untuk larutan Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> dengan konsentrasi 0,1; 0,05; dan 0,02 M dibuat dengan pengenceran bertingkat dari larutan Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 0,2 M.

Perhitungan Pembuatan Larutan  $Zn(NO_3)_2$  0,2 M adalah sebagai berikut :

$$\text{Molaritas} \left( \frac{\text{mol}}{\text{L}} \right) = \frac{\text{massa } Zn(NO_3)_2(\text{gram})}{Mr Zn(NO_3)_2(\text{gram/mol})} \times \frac{1 \text{ L}}{\text{Volume (L)}}$$

$$\text{Molaritas} \left( \frac{\text{mol}}{\text{L}} \right) = 0,2 \text{ mol/L} = \frac{\text{massa (gram)}}{261,41 \text{ gram/mol}} \times \frac{1 \text{ L}}{0,1 \text{ L}}$$

$$\text{Massa } Zn(NO_3)_2 = 5,23 \text{ gram}$$

$$\text{Massa yang dibutuhkan} = \frac{Mr Zn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O}{Mr Zn(NO_3)_2} \times \text{Massa } Zn(NO_3)_2$$

$$\text{Massa yang dibutuhkan} = \frac{261,41 \text{ g/mol}}{189,41 \text{ g/mol}} \times 5,23 \text{ g}$$

$$\text{Massa yang dibutuhkan} = 7,21 \text{ gram}$$

Perhitungan Pembuatan Larutan  $Zn(NO_3)_2$  0,15 M adalah sebagai berikut :

$$\text{Molaritas} \left( \frac{\text{mol}}{\text{L}} \right) = \frac{\text{massa } Zn(NO_3)_2(\text{gram})}{Mr Zn(NO_3)_2(\text{gram/mol})} \times \frac{1 \text{ L}}{\text{Volume (L)}}$$

$$\text{Molaritas} \left( \frac{\text{mol}}{\text{L}} \right) = 0,15 \text{ mol/L} = \frac{\text{massa (gram)}}{261,41 \text{ gram/mol}} \times \frac{1 \text{ L}}{0,1 \text{ L}}$$

$$\text{Massa } Zn(NO_3)_2 = 1,96 \text{ gram}$$

$$\text{Massa yang dibutuhkan} = \frac{Mr Zn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O}{Mr Zn(NO_3)_2} \times \text{Massa } Zn(NO_3)_2$$

$$\text{Massa yang dibutuhkan} = \frac{261,41 \text{ g/mol}}{189,41 \text{ g/mol}} \times 1,96 \text{ g}$$

$$\text{Massa yang dibutuhkan} = 2,70 \text{ gram}$$

Selanjutnya dilakukan pengenceran bertingkat dari konsentrasi 0,2M, ke 0,1M, 0,1 M ke 0,05 M, dan 0,05 M ke 0,02 M dengan rumus pengenceran:  $(M)_1 \cdot V_1 = (M)_2 \cdot V_2$

Sehingga diperoleh data pengenceran seperti berikut ini:

Konsentrasi (M)	Volume larutan Zn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> (mL)	Volume Etanol (mL)
0,1	50	50
0,05	50	50
0,02	40	60

**L.A.5 Pembuatan Larutan *Methylene Blue* Konsentrasi 1; 2; 3; 4; dan 5 mg/L dari Larutan Stok *Methylene Blue* 20 mg/L**

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$20 \text{ mg/L} \times V_1 = 1 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 2,5 \text{ mL}$$

Variasi konsentrasi dibuat tanpa melakukan pengenceran bertingkat, sehingga diperoleh data pengenceran sebagai berikut:

Konsentrasi (M)	Volume larutan <i>Methylene Blue</i> (mL)	Volume Akuades (mL)
1	2,5	50
2	5,0	50
3	7,5	50
4	10,0	50
5	12,5	50

**L.A.6 Perhitungan konsentrasi ZnO terimpregnasi pada Zeolit**

Variasi konsentrasi ZnO yang diimbangkan pada zeolit dibuat dengan mencampurkan 3 gram zeolit dengan 45 mL larutan Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> pada berbagai variasi konsentrasi. Jumlah ZnO yang terimpregnasi dalam 1 gram zeolit dapat dihitung dengan persamaan berikut :

$$\text{mmol} \frac{\text{ZnO}}{1 \text{ g Zeolit}} = \frac{\text{Molaritas} \left( \frac{\text{mmol}}{\text{mL}} \right) \times \text{Volumel (mL)}}{3 \text{ gram zeolit}}$$

Berikut adalah jumlah mmol ZnO yang terimpregnasi dalam 1 gram zeolit :

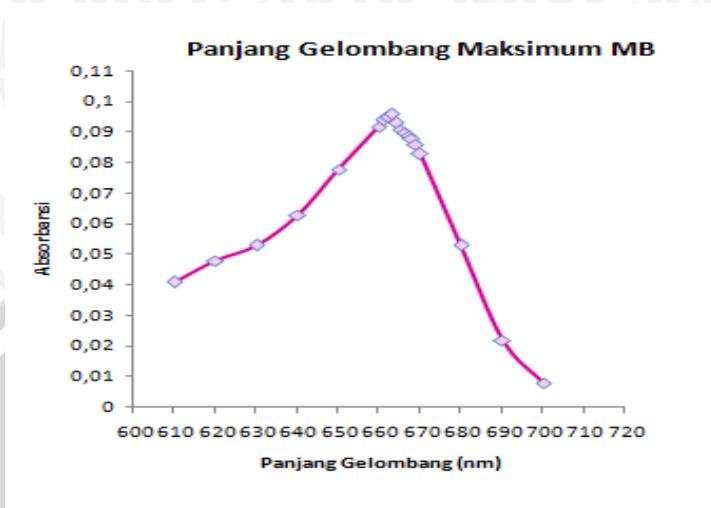
Konsentrasi Larutan Zn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> (mmol/mL)	Jumlah ZnO dalam 1 gram Zeolit (mmol)
0,02	0,30
0,05	0,75
0,10	1,50
0,15	2,25
0,20	3,00

## L.B. Data Hasil Penelitian

### L.B.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum larutan *Methylene Blue* 1 mg/L

**Tabel L.1** Absorbansi *methylene blue* pada panjang gelombang  
6100-700 nm

Panjang Gelombang (nm)	Absorbansi
610	0,041
620	0,048
630	0,053
640	0,063
650	0,078
660	0,092
661	0,094
662	0,095
<b>663</b>	<b>0,096</b>
664	0,093
665	0,091
666	0,09
667	0,089
668	0,088
669	0,086
670	0,083
680	0,053
690	0,022
700	0,008

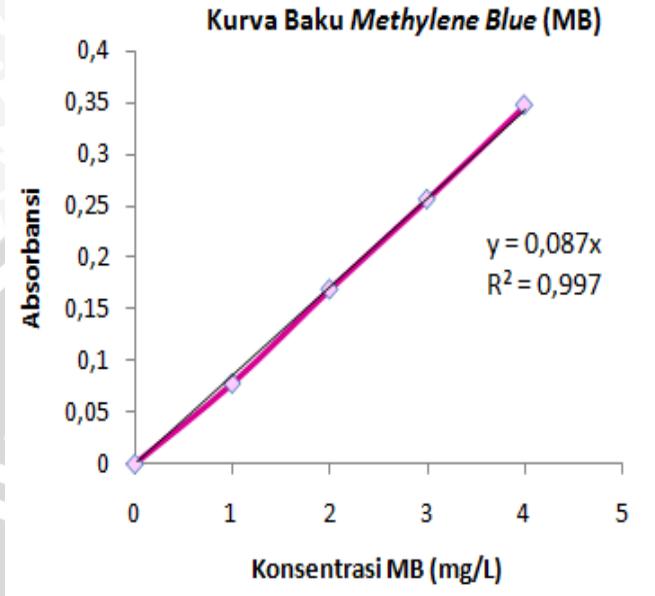


**Gambar L.1** Kurva penentuan panjang gelombang maksimum *methylene blue*

**L.B.2 Pembuatan Kurva Baku *Methylene Blue***

**Tabel L.2** Data kurva baku konsentrasi *methylene blue* dengan absorbansi larutan

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0	0
1	0,078
2	0,169
3	0,256
4	0,347
5	0,453



**Gambar L.2** Kurva baku *methylene blue* pada panjang gelombang 663 nm

### L.B.3 Penentuan Konsentrasi Larutan *Methylene Blue* menggunakan Spektrometri

Penentuan konsentrasi larutan *methyl orange* dilakukan dengan cara memplotkan nilai absorbansi larutan ke dalam persamaan kurva baku  $y = 0,087x$  dan dikalikan dengan faktor pengenceran. Perhitungan yang dilakukan yaitu :

$$\text{Konsentrasi (mg/L)} = \frac{y}{a} \times fp$$

Dimana  $y$  adalah nilai absorbansi larutan,  $a$  adalah nilai *slope* dari kurva baku, dan  $fp$  adalah faktor pengenceran *methylene blue*, dimana pada penelitian ini bernilai 5.

### L.B.3.1 ZnO-Zeolit 0,3 mmol/g zeolit

Lama Peninaran (menit)	Absorbansi 1	Absorbansi 2	Absorbansi Rerata
10	0,113	0,115	0,114
20	0,108	0,108	0,108
30	0,103	0,104	0,1035
40	0,1	0,102	0,101
50	0,095	0,095	0,095
60	0,094	0,09	0,092

Ct	C0-Ct	%degradasi
6,551	18,591	73,942
6,206	18,936	75,314
5,948	19,195	76,342
5,804	19,339	76,914
5,459	19,683	78,285
5,287	19,856	78,971

### L.B.3.2 ZnO-Zeolit 0,75 mmol/g zeolit

Lama Peninaran (menit)	Absorbansi 1	Absorbansi 2	Absorbansi Rerata
10	0,132	0,134	0,133
20	0,125	0,13	0,1275
30	0,102	0,102	0,102
40	0,079	0,086	0,08
50	0,062	0,062	0,062
60	0,044	0,045	0,0445

Ct	C0-Ct	%degradasi
7,643	17,500	69,600
7,327	17,816	70,857
5,862	19,281	76,685
4,597	20,545	81,714
3,563	21,580	85,828
2,557	22,586	89,828

### L.B.3.3 ZnO-Zeolit 1,5 mmol/g zeolit

Lama Penyinaran (menit)	Absorbansi 1	Absorbansi 2	Absorbansi Rerata
10	0,183	0,184	0,1835
20	0,169	0,17	0,1695
30	0,31	0,131	0,131
40	0,12	0,121	0,1205
50	0,113	0,116	0,1145
60	0,096	0,094	0,095

Ct	C0-Ct	%degradasi
10,545	14,597	58,057
9,741	15,402	61,257
7,528	17,614	70,057
6,925	18,218	72,457
6,580	18,563	73,828
5,459	19,683	78,285

### L.B.3.4 ZnO-Zeolit 2,25 mmol/g zeolit

Lama Penyinaran (menit)	Absorbansi 1	Absorbansi 2	Absorbansi Rerata
10	0,139	0,45	0,142
20	0,135	0,132	0,134
30	0,121	0,131	0,126
40	0,121	0,121	0,121
50	0,11	0,109	0,1095
60	0,094	0,093	0,0935

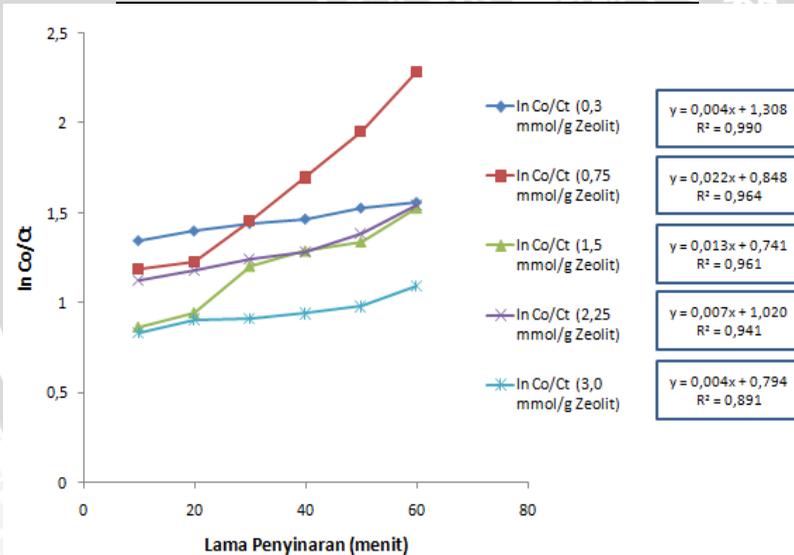
Ct	C0-Ct	%degradasi
8,160	16,982	67,542
7,701	17,442	69,371
7,241	17,902	71,200
6,954	18,189	72,342
6,293	18,850	74,971
5,373	19,770	78,628

### L.B.3.5 ZnO-Zeolit 3,0 mmol/g zeolit

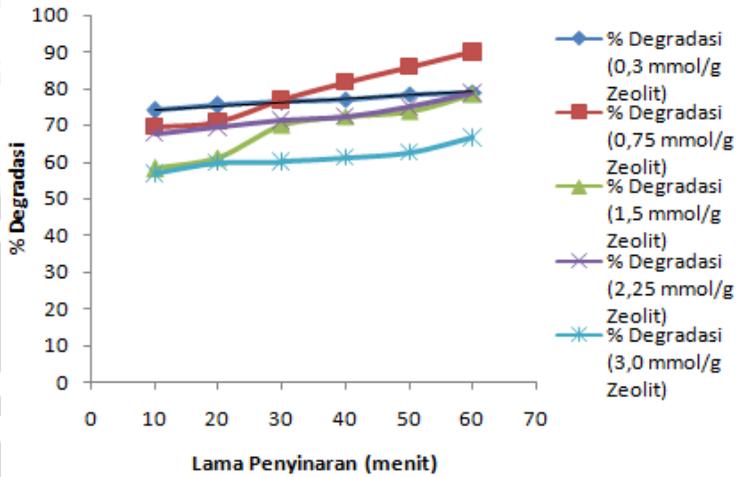
Lama Penyinaran (menit)	Absorbansi 1	Absorbansi 2	Absorbansi Rerata
10	0,189	0,19	0,1895
20	0,175	0,177	0,176
30	0,174	0,176	0,175
40	0,17	0,171	0,1705
50	0,161	0,166	0,164
60	0,148	0,145	0,1465

Ct	C0-Ct	%degradasi
10,890	14,252	56,685
10,114	15,028	59,771
10,057	15,086	60,000
9,798	15,344	61,028
9,425	15,718	62,514
8,419	16,724	66,514



Gambar L.3 Grafik Hubungan Lama Penyinaran terhadap  $\ln Co/Ct$

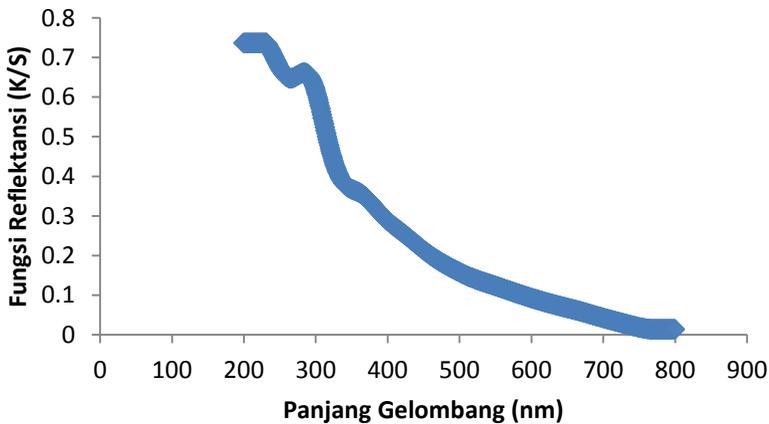


**Gambar L.4** Grafik Hubungan Lama Penyinaran terhadap Degradasi Zat Warna *Methylene Blue*

**L.B.4 Hasil Karakterisasi dengan DRS**

$\lambda$ (nm)	Abs	R%	R/100	2R	1-R	K/S
229	0,432	44,487	0,4487	0,88974	0,55513	0,623924
300	0,421	44,711	0,44711	0,89422	0,55289	0,618293
301	0,418	44,946	0,44946	0,89892	0,55054	0,612446
302	0,416	45,2	0,452	0,904	0,548	0,606195
303	0,413	45,475	0,45475	0,9095	0,54525	0,599505
304	0,411	45,764	0,45764	0,91528	0,54236	0,592562
305	0,408	46,061	0,46061	0,92122	0,53939	0,585517
306	0,405	46,374	0,46374	0,92748	0,53626	0,57819
307	0,402	46,706	0,46706	0,93412	0,53294	0,570526
308	0,4	47,047	0,47047	0,94094	0,52953	0,423
309	0,397	47,39	0,4739	0,9478	0,5261	0,555075
310	0,394	47,743	0,47743	0,95486	0,52257	0,547274
311	0,391	48,11	0,4811	0,9622	0,5189	0,539285

$\lambda$ (nm)	Abs	R%	R/100	2R	1-R	K/S
312	0,388	48,481	0,48481	0,96962	0,51519	0,531332
313	0,386	48,85	0,4885	0,977	0,5115	0,523541
314	0,383	49,225	0,49225	0,9845	0,50775	0,515744
315	0,38	49,608	0,49608	0,99216	0,50392	0,507902
316	0,377	49,991	0,49991	0,99982	0,50009	0,50018
317	0,374	50,367	0,50367	1,00734	0,49633	0,492713
318	0,372	50,741	0,50741	1,01482	0,49259	0,485396
319	0,369	51,118	0,51118	1,02236	0,48882	0,478129
320	0,366	51,489	0,51489	1,02978	0,48511	0,471081
321	0,363	51,849	0,51849	1,03698	0,48151	0,464339
322	0,361	52,202	0,52202	1,04404	0,47798	0,457818
323	0,358	52,553	0,52553	1,05106	0,47447	0,45142
324	0,356	52,895	0,52895	1,0579	0,47105	0,445269
325	0,353	53,223	0,53223	1,06446	0,46777	0,439443



**Gambar L.5.** Grafik Hubungan Panjang Gelombang terhadap Fungsi Reflektansi (K/S) dari ZnO-zeolit

## L.B.5 Hasil Karakterisasi dengan SAA

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Reduction  
for NOVA instruments  
©1994-2006, Quantachrome Instruments  
version 2.2



### Analysis

Operator: A. Wijayanto  
Sample ID: SAA.122.2013  
Sample Desc: zeolit  
Sample weight: 0.1699 g  
Outgas Time: 3.0 hrs  
Analysis gas: Nitrogen  
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)  
Analysis Time: 257.7 min  
Cell ID: 95

### Report

Date: 2013/11/20  
Operator: Indra Nafiyanto  
File name: C:\QCdata\Physisorb\SAA 122 2013.qps  
Comment: sel sampel 95 terkalibrasi  
Sample Volume: 0 cc  
Outgas Temp: 300.0 C  
Bath Temp: 77.3 K  
Equil time: 60/60 sec (ads/des)  
End of run: 2013/11/20 11:51:37  
Date: 11/22/2013  
Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)  
Instrument: Nova Station A

## Multi-Point BET

### Data Reduction Parameters Data

<b>Adsorbate</b>	Nitrogen	Temperature	77.350K	
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å <sup>2</sup>	Liquid Density: 0.808 g/cc

### Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume@STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume@STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
7.55970e-02	33.5780	1.9487e+00	1.99870e-01	36.4571	5.4822e+00
8.14140e-02	34.1120	2.0788e+00	2.25024e-01	36.8469	6.3051e+00
9.88500e-02	34.5159	2.5428e+00	2.50496e-01	37.2224	7.1841e+00
1.23679e-01	35.0923	3.2179e+00	2.75304e-01	37.5775	8.0887e+00
1.49356e-01	35.5970	3.9465e+00	3.00041e-01	37.9329	9.0415e+00
1.74631e-01	36.0455	4.6965e+00			

### BET summary

Slope = 31.221  
Intercept = -5.892e-01  
Correlation coefficient, r = 0.998186  
C constant = -51.987  
Surface Area = 113.689 m<sup>2</sup>/g

### Average Pore Size summary

Average pore Radius = 1.86693e+01 Å

Gambar L.6. Hasil karakterisasi Zeolit dengan SAA

**Analysis**

Operator: A. Wijayanto  
Sample ID: SAA.126.2013  
Sample Desc: ZnO - Zeolit 0,05 M  
Sample weight: 0.1769 g  
Outgas Time: 3.0 hrs  
Analysis gas: Nitrogen  
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)  
Analysis Time: 281.8 min  
Cell ID: 95

Date: 2013/11/26

Filename: C:\QC\data\Physisorb\SAA 126 2013.qps  
Comment: sel sampel 95 terkalibrasi  
Sample Volume: 0 cc  
Outgas Temp: 300.0 C  
Bath Temp: 77.3 K  
Equil time: 60/60 sec (ads/des)  
End of run: 2013/11/26 17:25:32

**Report**

Operator: Indra Nafiyanto Date: 11/28/2013

Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)  
Instrument: Nova Station A

**Multi-Point BET**

**Data Reduction Parameters Data**

<u>Adsorbate</u>	Nitrogen	Temperature	77.350k	Liquid Density:	0.808 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å²		

**Multi-Point BET Data**

Relative Pressure [P/Po]	Volume@STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume@STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
6.83770e-02	13.7440	4.2727e+00	2.01297e-01	15.8202	1.2746e+01
8.18850e-02	14.1579	5.0403e+00	2.26862e-01	16.1067	1.4576e+01
9.53010e-02	14.5088	5.8092e+00	2.52419e-01	16.3617	1.6511e+01
1.23720e-01	14.8832	7.5901e+00	2.76630e-01	16.6162	1.8414e+01
1.50382e-01	15.2189	9.3055e+00	3.01146e-01	16.8824	2.0422e+01
1.75832e-01	15.5244	1.0996e+01			

**BET summary**

Slope = 68.905  
Intercept = -8.133e-01  
Correlation coefficient, r = 0.998743  
C constant = -83.723  
Surface Area = 51.144 m²/g

**Average Pore Size summary**

Average pore Radius = 3.08052e+01 Å

**Gambar L.7. Hasil karakterisasi ZnO-Zeolit (0,075 mmol/g zeolit) dengan SAA**

<b>Analysis</b>		<b>Report</b>	
Operator: A. Wijayanto	Date: 2013/11/27	Operator: Indra Nafiyanto	Date: 11/28/2013
Sample ID: SAA.127.2013	Filename:	C:\QC\data\Physisorb\SAA 127 2013.qps	
Sample Desc: ZnO - Zeolit 0,1 M	Comment:	sel sampel 96 terkalibrasi	
Sample weight: 0.1581 g	Sample Volume:	0 cc	
Outgas Time: 3.0 hrs	Outgas Temp:	300.0 C	
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp:	77.3 K	
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)	Equil time:	60/60 sec (ads/des)	Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)
Analysis Time: 260.0 min	End of run:	2013/11/27 18:30:24	Instrument: Nova Station A
Cell ID: 96			

### Multi-Point BET

#### Data Reduction Parameters Data

<b>Adsorbate</b>	Nitrogen	Temperature	77.350k	
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å <sup>2</sup>	Liquid Density: 0.808 g/cc

#### Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume@STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume@STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
5.69090e-02	10.7851	4.4767e+00	2.00922e-01	13.5930	1.4800e+01
7.64850e-02	11.4206	5.8022e+00	2.26264e-01	13.9534	1.6768e+01
9.63300e-02	11.9349	7.1463e+00	2.51592e-01	14.3039	1.8804e+01
1.23666e-01	12.4097	9.0985e+00	2.73842e-01	14.6340	2.0618e+01
1.50069e-01	12.8333	1.1008e+01	2.99919e-01	14.9830	2.2877e+01
1.75453e-01	13.2231	1.2875e+01			

#### BET summary

Slope = 75.356  
Intercept = -1.154e-01  
Correlation coefficient, r = 0.999405  
C constant = -651.994  
Surface Area = 46.285 m<sup>2</sup>/g

#### Average Pore Size summary

Average pore Radius = 3.10166e+01 Å

**Gambar L.8. Hasil karakterisasi ZnO-Zeolit (1,5 mmol/g zeolit) dengan SAA**

### L.B.6 Penentuan Distribusi dengan SAA Metode BJH

**Tabel L.3 Data Distribusi Pori Zeolit, ZnO-Zeolit (0,75 mmol/g zeolit), dan ZnO-Zeolit (1,5 mmol/g zeolit)**

Radius (A)	dV(r) Zeolit	Radius (A)	dV(r) ZnO-Zeolit (0,075 mmol)	Radius (A)	dV(r) ZnO-Zeolit (1,5 mmol)
15,2446	7,3317E-04	15,2877	3,4934E-04	15,2641	5,2390E-04
17,0155	6,2576E-04	17,0754	3,4765E-04	17,0664	4,9641E-04
19,0154	5,9082E-04	19,0825	3,6380E-04	19,1184	4,9353E-04
21,3814	4,0128E-04	21,4574	3,2005E-04	21,4977	4,2108E-04
24,2398	3,7647E-04	24,3254	3,0579E-04	24,3653	3,8658E-04
27,782	3,0405E-04	27,8448	2,8717E-04	27,9298	3,3462E-04
32,7286	2,4125E-04	32,3489	2,5073E-04	32,4982	2,5713E-04
38,8567	3,1711E-04	38,8169	2,6678E-04	38,6032	2,5695E-04
47,8912	2,4125E-04	47,4281	2,2307E-04	47,1060	2,3091E-04
62,3083	1,9972E-04	60,9748	1,8915E-04	61,2644	1,9350E-04
76,7052	1,8961E-04	75,7198	1,8865E-04	76,1270	1,8824E-04
92,2582	1,6418E-04	92,1772	1,6555E-04	92,0819	1,6628E-04
115,8736	1,3765E-04	116,5513	1,4133E-04	116,9555	1,3575E-04
164,1723	1,0058E-04	160,9707	1,0925E-04	158,4685	9,9670E-05
225,0833	7,1959E-05	226,6154	8,1493E-05	224,6168	7,4501E-05
300,9908	5,3279E-05	299,1871	6,6248E-05	299,1636	5,9721E-05
426,6137	3,3174E-05	418,8749	4,0512E-05	417,1761	3,2985E-05
735,9067	1,4674E-05	784,2577	1,9535E-05	950,2193	9,8541E-06

### L.B.7 Hasil Karakterisasi dengan FTIR

	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	354.9	2.372	40.606	370.33	339.47	34.222	22.729
2	408.91	23.275	1.682	416.62	378.05	22.157	0.835
3	470.63	18.102	6.632	547.78	424.34	81.233	7.026
4	586.36	25.132	2.616	655.8	555.5	57.485	2.07
5	794.67	28.895	3.389	840.96	756.1	43.791	2.097
6	941.26	20.461	3.238	964.41	848.68	70.495	5.084
7	1095.57	13.317	9.828	1388.75	972.12	290.112	33.708
8	1573.91	28.41	0.144	1581.63	1558.48	12.548	0.005
9	1627.92	27.884	0.429	1643.35	1597.06	25.51	0.165
10	1851.66	28.434	0.253	1859.38	1820.8	20.958	0.077
11	2337.72	23.988	0.954	2353.16	1990.54	206.039	0.256
12	2931.8	21.904	0.195	2947.23	2399.45	340.103	0.088
13	2978.09	21.831	0.043	2985.81	2947.23	25.441	0.025
14	3425.58	16.303	0.234	3441.01	2985.81	324.963	0.21
15	3749.62	15.354	1.808	3788.19	3726.47	48.528	1.257

**Gambar L.9 Data dan Spektra FTIR ZnO pada Zeolit (0,75 mmol/g zeolit)**

**L.C Dokumentasi/Gambar**



**Serbuk Zeolit**



**Pencucian Zeolit**



**Aktivasi Zeolit**



**Zeolit teraktivasi**



**Campuran  $Zn(NO_3)_2$ -zeolit**



**Larutan MB 20 mg/L**



**Padatan  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$**



**Padatan Sebelum Kasinasi**



**Padatan Setelah Kasinasi**



**Fotoreaktor**



**Larutan MB+Fotokatalis**



**Padatan hasil pencucian**

## L.D Diagram Alir Tahapan Penelitian

