

#### TUGAS AKHIR - TL 141584

ANALISIS PENGARUH PENAMBAHAN rGO (reduced Graphene Oxide) TERHADAP SIFAT FOTOKATALITIK DARI KOMPOSIT ZnO/rGO DENGAN METODE REDUKSI ZINK NITRAT DAN GRAFIT OKSIDA UNTUK DEGRADASI RHODAMINE B

RENALDI M SITUMORANG NRP. 02511440000053

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

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL Fakultas Teknologi Industri Surabaya 2018



TUGAS AKHIR - TL 141584

# ANALISIS PENGARUH PENAMBAHAN rGO (reduced Graphene Oxide)TERHADAP SIFAT FOTOKATALITIK DARI KOMPOSIT ZnO/rGO DENGAN METODE REDUKSI ZINK NITRAT DAN GRAFIT OKSIDA UNTUK DEGRADASI RHODAMINE B

RENALDI M SITUMORANG NRP. 02511440000053

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

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2018



FINAL PROJECT - TL 141584

# THE ANALYSIS OF EFFECT rGO (reduced Graphene Oxide) ADDITION TO THE PHOTOCATALYTIC PROPERTIES OF ZnO/rGO WITH REDUCTION ZINC NITRATE AND GRAPHITE OXIDE METHODS FOR DEGRADATION OF RHODAMINE B

RENALDI M SITUMORANG NRP. 02511440000053

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

DEPARTMENT OF MATERIALS ENGINEERING Faculty of Industrial Technology Sepuluh Nopember Institute of Technology Surabaya 2018

#### ANALISIS PENGARUH PENAMBAHAN rGO (reduced Graphene Oxide) TERHADAP SIFAT FOTOKATALITIK DARI KOMPOSIT ZnO/rGO DENGAN METODE REDUKSI ZINK NITRAT DAN GRAFIT OKSIDA UNTUK DEGRADASI RHODAMINE B

#### TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Teknik Pada Bidang Studi Material Inovatif Program Studi S-1 Departemen Teknik Material Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember

> Oleh : RENALDI M. SITUMORANG NRP. 02511440000053

Disetujui Oleh Tim Pembimbing Tugas Akhir :

I. Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D. (Pembimbing I)

2. Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T......(Pembimbing II)



### ANALISIS PENGARUH PENAMBAHAN rGO (reduced Graphene Oxide) TERHADAP SIFAT FOTOKATALITIK dari KOMPOSIT ZnO/RGO dengan METODE REDUKSI ZINK NITRAT dan GRAFIT OKSIDA UNTUK DEGRADASI RHODAMINE B

Nama Mahasiswa	: Renaldi M Situmorang
NRP	: 02511440000053
Departemen	: Teknik Material
Dosen pembimbing	: Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.
Co-pembimbing	: Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

#### Abstrak

Rhodamine B merupakan salah satu zat pewarna yang digunakan industri tekstil. Pembuangan limbah ke lingkungan menyebabkan pencemaran. Oleh karena itu diperlukan suatu metode untuk menguraikan limbah Rhodamine B. Penelitian ini metode fotodegradasi menggunakan untuk menguraikan Rhodamine B. Fotokatalis yang digunakan adalah semikonduktor ZnO yang dikompositkan dengan rGO. Pembuatan rGO dilakukan dengan modifikasi metode Hummer dan ZnO disintesis dari reduksi precursor zinc nitrate (Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>). Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh penambahan rGO sebanyak 5%, 10%, dan 15% pada ZnO terhadap sifat fotokatalitik untuk degradasi Rhodamine-B. Proses karakterisasi yang dilakukan adalah XRD, SEM, FTIR, UV-Vis, GCMS, dan pengujian fotokatalitik, dari pengujian yang dilakukan telah berhasil mensintesis komposit ZnO/rGO. Hasil pengujian 15% fotokatalitik dengan penambahan rGO pada ZnO menunjukkan hasil yang paling maksimum dimana Rhodamine B yang terdegradasi mencapai 94.25%.

#### Kata Kunci : Fotokatalitik, rGO, Rhodamine-B, ZnO/rGO

### THE ANALYSIS OF EFFECT rGO (reduced Graphene Oxide) ADDITION TO THE PHOTOCATALYTIC PROPERTIES OF ZnO/rGO WITH REDUCTION ZINC NITRATE AND GRAPHIT OXIDE METHODS FOR DEGRADATION OF RHODAMINE B

Name	: Renaldi M Situmorang
NRP	: 02511440000053
Departement	: Teknik Material
Advisor	: Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.
Co-Advisor	: Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

#### Abstract

Rhodamine B is one of the dyes used by the textile industry. Disposal of waste into the environment causes pollution. Therefore we need a method to describe Rhodamine B waste. This research uses photodegradation method to describe Rhodamine B. The photocatalyst used is a ZnO semiconductor that is composited with rGO. Graphene making is done by modifying the Hummer and ZnO methods synthesized from the reduction of zinc nitrate precursors (Zn (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>). This study aims to analyze the effect of rGO addition of 5%, 10%, and 15% on ZnO on photocatalytic properties for Rhodamine-B degradation. The characterization process carried out was XRD, SEM, FTIR, UV-Vis, GCMS, and photocatalytic testing, from the tests performed successfully synthesizing ZnO/rGO composites. The results of the photocatalytic test with the addition of 15% rGO on ZnO showed the maximum result of which the degraded Rhodamine B reached 94.25%.

#### Keywords: Photocatalytic, rGO, Rhodamine-B, Zn/rGO

#### KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas segala rahmat dan karunia yang telah diberikan kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan Tugas Akhir yang berjudul "ANALISIS PENGARUH PENAMBAHAN rGO (reduced Grapehene Oxide) TERHADAP SIFAT FOTOKATALITIK dari KOMPOSIT ZnO/rGO dengan METODE REDUKSI ZINK NITRAT dan GRAFIT **OKSIDA** UNTUK DEGRADASI RHODAMINE B" yang menjadi salah satu syarat kelulusan Sarjana Teknik (S.T.) Departemen Teknik Material Fakultas Teknologi Teknologi Industri Institut Sepuluh Nopember.

Penulis juga ingin mengucapkan terimakasih kepada semua pihak yang telah memberikan dukungan dan bimbingan kepada penulis hingga Tugas Akhir ini diselesaikan. Ucapan terimakasih penilis sampaikan kepada ;

- 1. Kedua orangtua dan seluruh keluarga penulis yang telah memberikan dukungan baik berupa moral, moril dan doa.
- 2. Ibu Diah Susanti, S.T.,M.T.,Ph.D dan bapak Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T. sebagai dosen pembimbing Tugas Akhir.
- 3. Bapak Dr. Agung Purniawan, S.T, M.Eng. selaku Ketua Jurusan Teknik Material Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
- 4. Ibu Dr. Widyastuti S.Si, M.Si selaku dosen wali yang membimbing penulis selama menjadi mahasiswa di Jurusan Teknik Material.
- 5. Seluruh dosen Teknik Material yang telah memberikan ilmu yang dapat menjadi bekal untuk masa yang akan datang.
- 6. Mba Yeny Widya Rakhmawati dan teman teman tim graphene Lab. Kimia Material dimana sering membantu penulis dalam penelitian ini.

- 7. Seluruh teman teman MT 16 yang telah membantu dan mendukung penulis.
- 8. Teman teman Straiter Jawa Timur yang mendukung dan membantu penulis dalam menyelesaikan laporan ini.
- 9. Seluruh pihak, pegawai dan petugas penguji yang telah membantu dalam penulisan laporan ini.

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

Surabaya, Juni 2018

Penulis

# DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	V
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	ix
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xvi
DAFTAR TABEL	xviii

# **BAB I PENDAHULUAN**

1.2 Perumusan Masalah	1
1.3 Batasan Masalah	4
1.4 Tujuan Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian	5

# BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Graphene	7
2.2 Karakteristik graphene	7
2.3 Sintesis graphene	
2.3.1. Sintesa Secara Kimia : Reduced	
Graphene Oxide	10
2.3.2 Metode Hidrotermal	13
2.4 Fotokatalitik	14
2.4.1. Mekanisme Fotokatalitik	15
2.4.2. Katalis Semikonduktor	17
2.5 Semikonduktor ZnO	
2.5.1.Karakterisasi ZnO	19
2.5.2.Sifat ZnO	

2.6 Rhodamin B (RhB)	24
2.7 Penelitian Sebelumnya	27

# **BAB III METODOLOGI PENELITIAN**

3.1 Bahan	31
3.2 Alat	
3.3 Metode Penelitian	
3.3.1 Sintesis Grafit Oksida	
3.3.2 Sintesis Komposit ZnO/rGO	
3.4 Pengujian	
3.4.1 Scanning Electron Microscopy	
(SEM) dan EDS	
3.4.2 X-Ray Diffraction (XRD)	3
3.4.3 UV Vis	40
3.4.4 Fourier Transform Infrared	
Spectroscopy (FTIR)	44
3.4.5 Gas Chrmatography-Mass	
Spectrometer (GC-MS)	46
3.4.6 Pengujian Fotokatalitik	51

# BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Pengujian X-Ray Diffraction (XRD)	55
4.2 Pengujian Fourier Transform Infrared	
Spectroscopy (FTIR)	60
4.3 Pengujian Scanning Electron Microscopy	
(SEM) dan EDS	64
4.4 Pengujian Gas Chrmatography-Mass	
Spectrometer (GC-MS)	71
4.5 Pengujian UV Vis	72
4.6 Pengujian Fotokatalitik	74

# BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1	Kesimpulan	81
5.2	Saran	81

DAFTAR PUSTAKA	xix
LAMPIRAN	xxiii
BIODATA PENULIS	xxxviii

# DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Pola XRD pada (a) grafit oksida	
dan (b) rGO	8
Gambar 2.2 Morfologi rGO	
yang diamati melalui SEM	8
Gambar 2.3 Hasil Uji FTIR Grafit Oksida	
dan rGO	9
Gambar 2.4 Skema berbagai metode sintesis rGO	10
Gambar 2.5 Alur Proses Sintesis reduced Graphene	
Oxide dari Grafit	11
Gambar 2.6 Diagram alir dari sintesis rGO diturunkan	
dari grafit oksida	12
Gambar 2.7 Mekanisme fotokatalis	15
Gambar 2.8 Pengujian XRD pada ZnO	20
Gambar 2.9 Pengujian FTIR pada ZnO	21
Gambar 2.10 Pengujian SEM pada ZnO	22
Gambar 2.11 Strukur kimia senyawa Rhodamine B	25
Gambar 3.1 Flowchart Proses Sintesis Grafit Oksida	33
Gambar 3.2 Flowchart proses sintesis	
komposit ZnO/rGO	35
Gambar 3.3 Skema kerja SEM (a), Scanning Electron	
Microscopy (SEM) Inspect S50 (b)	37
Gambar 3.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)	
Jeol JSM-7001F Inspect S50 23	38
Gambar 3.5 Metode Difraksi X-Rays 24	
Gambar 3.6 Instrumen XRD PAN Alytcal	40
Gambar 3.7 Alat uji UV Vis	42
Gambar 3.8 Alat uji FTIR	43
Gambar 3.9 Skema Prinsip Kerja FTIR	44
Gambar 3.10 Diagram alir Kromatografi Gas-Cair	45
Gambar 3.11 Diagram alir pengujian fotokatalitik	50
Gambar 3.12 Pengujian fotokatalitik	52
Gambar 4.1 Hasil uji XRD pada grafit, grafit oksida	
dan rGO	55

Gambar 4.2 Hasil uji XRD sampel ZnO dan Komposit
ZnO/rGO 5%, ZnO/rGO 10%, ZnO/rGO 15%58
Gambar 4.3 Hasil uji FTIR grfit oksida dan rGO61
Gambar 4.4 Hasil uji FTIR (a) ZnO,
(b) ZnO/rGO 5%, (c) ZnO/rGO 10%,
dan (d) ZnO/rGO 15%62
Gambar 4.5 Hasil pengujian SEM 5000x (a) grafit,
(b) grafit oksida, (c) rGO64
Gambar 4.6 Hasil pengujian SEM 10000x (a) ZnO,
(b) ZnO/rGO 5%, (c) ZnO/rGO 10%,
(d) ZnO/rGO 15%66
Gambar 4.7 Ukuran ZnO dengan perbesaran 5000x67
Gambar 4.8 Hasil kurva EDS untuk ZnO67
Gambar 4.9 Hasil kurva EDS untuk ZnO/rGO 5%68
Gambar 4.10 Hasil kurva EDS untuk ZnO/rGO 10%69
Gambar 4.11 Hasil kurva EDS untuk ZnO/rGO 15%70
Gambar 4.12 Hasil uji UV Vis <i>Rhodamine B</i> 72
Gambar 4.13 Kurva regresi linear73
Gambar 4.14 Grafik hubungan waktu iradiasi dan variasi
massa rGO terhadap nilai absorbansi
Rhodamine B secara fotokatalisis75
Gambar 4.15 Grafik hubungan antara waktu iradiasi dan variasi
massa rGO terhadap konsentrasi
pada degradasi Rhodamine B76
Gambar 4.16 Grafik hubungan waktu iradiasi
dengan massa rGO terhadap persentase
degradasi pada degradasi Rhodamine B77
Gambar 4.17 Proses fotokatalitik ZnO/rGO79

### DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sifat ZnO secara umum	22
Tabel 2.2 Penelitian Sebelumnya	28
Tabel 3.1 Informasi hasil Pengujian XRD	40
Tabel 4.1 Hasil perhitungan nilai d <sub>spacing</sub> dari sampel grafit,	
grafit oksida, dan rGO	57
Tabel 4.2 Hasil perhitungan nilai ukuran kristal dari	
sampel ZnO, komposit ZnO/rGO 5%,	
komposit ZnO/rGO 10%, dan	
komposit ZnO/rGO 15%	59
Tabel 4.3 Komposisi unsur penyusun ZnO	68
Tabel 4.4 Komposisi unsur penyusun ZnO/rGO 5%	69
Tabel 4.5 Komposisi unsur penyusun ZnO/rGO 10%	70
Tabel 4.6 Komposisi unsur penyusun ZnO/rGO 15%	71
Tabel 4.7 Nilai Absorbansi Larutan Standar Rhodamine B	73
Tabel 4.8 Nilai Absorbansi Larutan Rhodamine B setelah	
degradasi	74
Tabel 4.9 Hasil uji GC-MS	80

### BAB I PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang

Dengan semakin berkembangnya industri, limbah dan polutan yang dihasilkan juga semakin meningkat. Polutan dan limbah ini akan menjadi ancaman besar bagi kehidupan mahluk hidup. Pabrik tekstil adalah salah satu industri yang menghasilkan limbah yang berbahaya. Limbah ini akan menyebabkan masalah besar dalam pencemaran air, jika limbah tidak diolah terlebih dahulu sebelum dibuang (Suwarsa, 1998). Limbah tekstil tersebut berasal dari proses pencelupan industri tekstil. Pada saat proses tersebut berlangsung, setidaknya zat warna menghasilkan sekitar 10-15% limbah.

Rhodamine B merupakan salah satu zat warna tekstil yang digunakan secara luas di industri. Rhodamine B dapat memberikan warna yang cerah, praktis digunakan dan harganya relatif murah. Pembuangan limbah berwarna ke lingkungan merupakan sumber pencemaran dan berefek toksik bagi flora dan fauna air karena mengandung senyawa aromatik, dan klorida. Masuknya molekul RhB dalam tubuh manusia dapat menyebabkan iritasi saluran pernafasan, iritasi kulit, iritasi pada mata, iritasi pada saluran pencernaan, keracunan dan kanker hati. (Departement of Labor Occupational Safety and Health Administration, US).

Metode alternatif telah banyak dilakukan untuk mereduksi zat warna dalam limbah cair industri tekstil baik secara fisika, kimia, dan biologi (Manurung dkk, 2004). Salah satu metode untuk mereduksi zat warna dalam limbah cair industri tekstil secara fisika adalah dengan menggunakan ozon yang diproduksi dengan menggunakan plasma. Namun, metode ini kurang efisien karena menggunakan sumber energi yang sangat jumlah kilovolt (Supriyanti, besar. vaitu dalam 2007). Penghilangan zat warna secara kimia menggunakan metode koagulasi dapat menghasilkan lumpur (sludge) dalam jumlah yang relatif besar. Lumpur yang dihasilkan akan menimbulkan



masalah baru bagi unit pengolahan limbah (Wahyuni, 2005). Pengolahan limbah cair dengan menggunakan proses biologi juga banyak diterapkan untuk mereduksi senyawa organik limbah cair industri. Berbagai penelitian menunjukkan bahwa proses biologi kurang efektif dalam mereduksi zat warna. Hal tersebut karena zat warna cenderung mempunyai sifat tahan terhadap degradasi biologi (*recalcitrance*) (Manurung dkk, 2004).

Terdapat juga beberapa metode yang telah dilakukan untuk menguraikan zat warna tekstil *Rhodamine B*. Namun, metode tersebut hanya sebatas pada penghilangan warna tapi tidak dapat menguraikan racun yang terkandung di dalamnya (Andayani dan Sumartono, 2007). Sama halnya dengan metode pengendapan dan penyerapan dengan karbon aktif, metode ini juga masih kurang efektif karena karbon aktif hanya dapat menyerap polutan senyawa dengan berat molekul yang kecil dan bersifat non polar.

Metode lain untuk mengolah limbah warna tekstil adalah fotokatalisis. Teknik fotokatalisis ini dapat digunakan untuk menguraikan zat warna karena adanya radikal hidroksil yang dapat berperan sebagai oksidator (Andayani dan Sumartono, 2007). Teknologi fotokatalisis merupakan kombinasi dari proses terintegrasi fotokimia dan katalis yang untuk dapat melangsungkan suatu reaksi transformasi kimia (Sopyan, 1998). Salah satu material yang dapat digunakan dalam aplikasi fotokatalsis adalah ZnO. Semikonduktor seng oksida (ZnO) merupakan oksida logam yang mendapat perhatian cukup besar dewasa ini oleh para peneliti karena sifatnya yang stabil secara beracun, didapatkan, lebih mudah kimia. tidak murah, biodegradable dan bersahabat dengan lingkungan (Shao et al, 2013; Sun et al, 2013). Material ZnO secara luas telah digunakan untuk berbagai macam aplikasi seperti fotokatalis (Soltaninezhad and Aminifar, 2011: Ma et al, 2011), elektroda (Dom et al, 2013), detektor, sensor gas (Khan et al, 2011), anti bakteri (Tong et al, 2013), dioda emisi cahaya, tinta keamanan, semikonduktor, dan biosensor (Zhao et al, 2013). Dalam berbagai aplikasi tersebut



struktur, morfologi dan bentuk partikel sangat berpengaruh terhadap sifat dan kemampuannya (Zhu *et al*, 2014).

Sebagai fotokatalis dalam proses fotokatalitik, ZnO lebih baik dibandingkan dengan titanium oksida (TiO<sub>2</sub>) karena memiliki aktivitas yang tinggi, morfologinya dapat dikendalikan, dan tidak berbahaya bagi lingkungan. Akan tetapi sebagaimana TiO<sub>2</sub>, ZnO juga mempunyai celah pita (*band gap*) yang besar yaitu sekitar 3,37 eV yang hanya aktif menyerap cahaya pada daerah sinar UV dengan panjang gelombang tertinggi sekitar 387 nm. Oleh karena itu material ini kurang menguntungkan jika digunakan untuk proses fotokatalisis pada daerah sinar tampak dan sinar matahari (Dijkstra, 2000; Sun *et al*, 2013; Wilson., 2012).

Berbagai macam cara dan metode telah dilakukan untuk meningkatkan memodifikasi ZnO dalam usaha aktivitas fotokatalitiknya pada daerah sinar tampak antara lain dengan cara mendoping ZnO dengan atom logam seperti Fe/ZnO (Dhiman et al, 2013), Au/ZnO (Yu et al, 2013) dan Co/ZnO (Lu et al, 2011), dengan non logam seperti ZnO didoping N (Wu et al, 2014), kobal pospat-ZnO (Wan et al, 2012) dan ZnO/polyaniline (Nosrati et al, 2012). Selain itu pendopingan ZnO dengan oksidaoksida logam juga telah banyak dilakukan seperti CuO/ZnO (Giahi et al, 2013), ZnO/SiO<sub>2</sub> (Mohamed and Barakat, 2012), ZnO/Ag<sub>2</sub>O (Xu et al, 2013), ZnO/NiO (Shifu et al, 2009), ZnO/Cu<sub>2</sub>O (Xu et al, 2010), dan ZnO/TiO<sub>2</sub> (Shalaby et al, 2013).

Penelitian ini membahas pengaruh penambahan rGO yang dikompositkan dengan ZnO yang bertujuan untuk meningkatkan sifat fotokatalisnya dalam proses fotokatalitik dalam menguraikan limbah pabrik *Rhodamine B* (RhB). Pemilihan rGO sebagai modifikasi ZnO karena rGO memiliki sifat yang menjanjikan yaitu konduktivitas listrik yang sangat baik, luas permukaan spesifik yang tinggi (Shen, 2009). Selain itu, rGO mempengaruhi komposit dalam penyerapan aktif dengan jumlah besar karena luas permukaan yang besar (2630 m<sup>2</sup> / g), yang menyebabkan kapasitas penyerapan polutan organik yang sangat baik (Zhao *et al*, 2012) (Lazar *et al*, 2013), sehingga hal ini



sangat mendukung dalam upaya peningkatan sifat fotokatalisis untuk mendegradasi limbah pabrik *Rhodamine B* 

# 1.2 Rumusan Masalah

Masalah yang terdapat pada penelitian ini yaitu:

- 1. Bagaimana cara mensintesis komposit ZnO/rGO dengan metode reduksi zink nitrat dan grafit oksida?
- 2. Bagaimana karakteristik komposit ZnO/rGO setelah penambahan rGO dengan metode reduksi zink nitrat dan grafit oksida?
- 3. Bagaimana pengaruh penambahan rGO pada ZnO dengan metode reduksi dari prekursor zink nitrat dan reduksi grafit oksida dalam peningkatan sifat fotokatalitik untuk degradasi *Rhodamine B* ?

# 1.3 Batasan Masalah

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

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

# 1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mensintesis komposit ZnO/rGO dengan metode reduksi zink nitrat dan grafit oksida



- 2. Menganalisis karakteristik komposit ZnO/rGO setelah penambahan rGO dengan metode reduksi zink nitrat dan grafit oksida
- 3. Menganalisis pengaruh penambahan rGO pada ZnO dengan metode reduksi zink nitrat dan grafit oksida dalam peningkatan sifat fotokatalitik untuk degradasi *Rhodamine B*

### 1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat untuk pengolahan limbah pabrik terkhusus limbah cair pewarna tekstil.



### BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Graphene

Graphene adalah susunan atom karbon  $sp^2$  dalam kerangka heksagonal serupa sarang lebah yang membentuk satu lembaran setipis satu atom. Penemuan rGO secara eksperimental terjadi tahun 2004 (Novoselov, 2005). RGO merupakan satu lapis (tebal ~0.34 nm) atom karbon yang mengalami hibridisasi  $sp^2$  (berikatan kovalen dengan 3 atom lainnya) dengan susunan kisi segi enam planar (*honeycomb lattice* 2D) membentuk struktur yang unik, baik sifat mekanik maupun kelistrikan dengan dengan jarak antar karbon sekitar 1.44 Å. (Basu, dkk, 2012).

Struktur rGO yang berbentuk heksagonal, menyebabkan rGO memiliki sifat yang baik antara lain mobilitas muatan yang tinggi (230,000 cm<sup>2</sup>/V-s) dengan 2.3% kemampuan penyerapan cahaya, konduktivitas termal yang tinggi (3000 W/m·K), kekuatan tarik tertinggi (130 GPa), dan luas permukaan terbesar (2600 m<sup>2</sup>/g). (Singh *et al*, 2011)

### 2.2 Karakterisasi rGO (reduced Graphene Oxide)

Pengujian XRD dari rGO menunjukkan terjadinya perubahan struktur dari grafit oksida menjadi rGO. Pada grafit oksida memiliki intensitas yang relatif tinggi dengan titik puncak pada posisi  $2\theta ~9-10^{\circ}$  dengan d-spacing ~8.60Å kemudian bergeser lagi ke posisi ~23-24° dengan d-spacing ~3.62Å pada rGO yang mengindikasikan terjadinya proses reduksi, seperti ditunjukkan **Gambar 2.1**.

Laporan Tugas Akhir Departemen Teknik Material FTI-ITS





Gambar 2.1 Pola XRD pada (a) grafit oksida dan (b) rGO (Zhang *et al*, 2009)

Sedangkan pada pengujian SEM (*Scanning Electron Microscope*), struktur rGO menunjukkan morfologi lembaran transparan dimana dapat diketahui bentuk single layer rGO, wrinkle, maupun folding yang terjadi pada permukaan rGO, sepeti yang ditunjukkan pada **Gambar 2.2** 



Gambar 2.2 Morfologi rGO yang diamati melalui SEM (Khai *et al*, 2013)

BAB II TINJAUAN PUSTAKA





**Gambar 2.3** Hasil Uji FTIR Grafit Oksida dan rGO (Lita, dkk, 2014)

Hasil pengujian FTIR menunjukkan bahwa peak yang grafit oksida seperti pada Gambar muncul pada 2.3 terindentifikasi pada panjang gelombang 3600 cm<sup>-1</sup> yang merupakan panjang gelombang milik ikatan O-H, peak pada panjang gelombang 1628 cm<sup>-1</sup> yang merupakan panjang gelombang dari ikatan C=C aromatik. Selain *peak* tersebut pada grafit oksida muncul *peak* pada panjang gelombang 2339 cm<sup>-1</sup> yang dapat diidentifikasikan sebagai gas CO<sub>2</sub> yang berikatan diantara kisi grafit oksida [6]. Pada proses reduksi grafit oksida menjadi rGO, ditinjau dari hasil FTIR dapat dinyatakan bahwa grafit oksida telah tereduksi dengan sempurna dengan hilangnya *peak* pada panjang gelombang disekitar 984 cm<sup>-1</sup> dan terdapat peak pada panjang gelobang 1628 cm<sup>-1</sup> yang merupakan panjang gelombang dari ikatan C=C aromatik. Ikatan C=C aromatik merupakan indikasi terbentuknya rGO.



# 2.3 Sintesis rGO

Berbagai metode telah dikembangkan untuk sintesis rGO hal jumlah lapisan, luas, dan bentuknya. dalam Namun, (mechanical pengelupasan secara mekanik *exfoliation*), pengelupasan secara kimia (chemical exfoliation), sintesis secara kimia, dan chemical vapor deposition (CVD) adalah metode yang paling sering digunakan saat ini. Beberapa metode baru yang sudah ditemukan seperti unzipping nanotube dan microwave synthesis masih perlu lebih dikembangkan. Pada dasarnya metode sintesis rGO terbagi dua yaitu pembelahan grafit menjadi lapisanlapisan rGO (top down) dan penumbuhan rGO secara langsung dari atom-atom karbon (bottom up). Berbagai metode sintesis rGO dapat diilustrasikan pada Gambar 2.4 (Choi *et al*, 2012).



Gambar 2.4 Skema berbagai metode sintesis rGO (Choi, *et al.* 2012)

# 2.3.1. Sintesa Secara Kimiawi : Reducedd Graphene Oxide

RGO dapat disintesis dengan menggunakan metode Hummer, yang melibatkan proses oksidasi dari grafit menjadi grafit oksida, kemudian dilanjutkan dengan proses ultrasonikasi untuk mengubah grafit oksida menjadi rGO oksida, dan terakhir proses reduksi untuk mereduksi rGO oksida menjadi rGO. Skema sintesis rGO diilustrasikan pada **Gambar 2.5** dan **Gambar 2.6**.





Gambar 2.5 Alur Proses Sintesis *reduced Graphene Oxide* dari Grafit (Singh, dkk., 2011)

Kelebihan mensintesis rGO dengan model ini, adalah rGO yang diperoleh bisa dalam jumlah yang banyak. Selain itu, peralatan yang digunakan tergolong mudah dan tidak terlalu susah dalam aplikasi nya. Sedangkan kekurangan dari metode ini, adalah rGO yang dihasilkan cenderung mempunyai tingkat *defect* atau cacat yang tinggi, karena permukaan rGO berkali-kali bersentuhan langsung dengan senyawa kimia baik itu oksidator maupun reduktor, sehingga terdapat banyak *impurities* dan struktur yang tidak sempurna pada permukaan rGO. Selain itu, konduktivitas material yang dihasilkan juga sangat rendah.





Gambar 2.6 Diagram alir dari sintesis rGO diturunkan dari grafit oksida (Choi, *et al.* 2012).

### 2.3.1.1. Proses Oksidasi (Metode Hummers)

Proses oksidasi grafit menjadi grafit oksida di lakukan menggunakan metode Hummer. Metode Hummer dengan menggunakan larutan NaNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, KMnO<sub>4</sub>, dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Produk oksidasi kemudian dimurnikan dengan pencucian 10% HCl, dan dilanjutkan dengan pencucian aquades (Tien, et al. 2012). Permanganate merupakan oksidan (dihydroxylations), berupa Mn<sub>2</sub>O<sub>7</sub>. Terbentuk minyak berwarna merah tua dari hasil reaksi KMnO<sub>4</sub> dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Aktivasi Ion MnO<sub>4</sub><sup>-</sup> yang sangat reaktif hanya terjadi pada kondisi asam adapun reaksi kimia yang terjadi ditunjukkan seperti pada persamaan (2.1) dan (2.2). Transformasi MnO<sub>4</sub>- menjadi bentuk yang lebih reaktif Mn<sub>2</sub>O<sub>7</sub> akan sangat membantu mengoksidasi grafit, tetapi bentuk bimetal dari permanganate oksida diketahui dapat meledak jika mengalami pemanasan melibihi 55 °C. Tromel dan Russ telah membuktikan kemampuan Mn<sub>2</sub>O<sub>7</sub> dalam memilih oksida berikatan rangkap alifatik lebih ikatan rangkap aromatik. Hal ini merupakan gambaran penting struktur grafit dan proses reaksi yang terjadi selama oksidasi (Dreyer, et al. 2009).

Grafit dicampurkan dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pada temperatur 0 °C. Kemudian di *stirring* dengan penambahan KMnO<sub>4</sub> secara bertahap. Proses *stirring* harus dijaga pada temperatur dibawah 35 °C selama 24 jam. Proses berikutnya adalah penambahan



aquades pada campuran. Karena penambahan aquades pada  $H_2SO_4$  konsentrasi medium melepaskan sejumlah panas, maka temperaturnya harus dikontrol kurang dari 100 °C. 30%  $H_2O_2$  harus ditambahkan dalam campuran untuk mereduksi sisa KMnO<sub>4</sub>. Ketika hidrogen peroksida ditambahkan maka terbentuk gelembung-gelembung dan warna larutan berubah menjadi kuning cerah.

Selanjutnya untuk menghilangkan ion-ion dari aquades maka campuran harus dicuci dengan mengguakan HCl 5%. Produk campuran kemudian dikeringkan pada temperature 60 °C selama 24 jam (Wu, *et al.* 2015). Namun, produk Hummer biasanya adalah bagian intinya berupa grafit sedangkan bagian luarnya adalah oksida grafit (GO).

Untuk mengatasi hal ini, maka perlu dilakukan perlakuan sebelum melakukan proses Hummer untuk meningkatkan derajat oksidasi. Metode pra-oksidasi ini pertama kali diperkenalkan oleh Kovtukhova (1999), Grafit dicampurkan dengan  $H_2SO_4$ ,  $K_2S_2O_8$  dan  $P_2O_5$  dijaga pada temperature 80 °C selama 6 jam. Hasil campuran kemudian dicuci dengan air dan dikeringkan. Selain dengan Pra-oksidasi, untuk menghasilkan produk GO yang sempurna metode Hummer juga dapat dimodifikasi dengan menambah jumlah potassium permanganat.

### 2.3.1.2. Ultrasonikasi

Ultrasonikasi / sonikasi merupakan langkah penting yang menyediakan energi untuk mengelupaskan lembaran rGO dari grafit. Cara alternatif untuk mengelupaskan lembaran rGO adalah dengan memanaskan larutan yang mengandung grafit, tetapi cara ini tidak efektif dibandingkan dengan proses ultrasonikasi. Pada umumnya terdapat dua cara untuk mengaplikasikan ultrasonikasi pada larutan yang mengandung grafit yaitu *sonication bath* dan *tip sonication*. Pada *sonication bath*, daya ultrasonikasi yang ditransfer menuju tabung yang diisi pelarut dan grafit akan dipengaruhi oleh berapa banyak air yang ditempatkan pada wadahnya, apakah tabung menyentuh dasar wadah, dan lokasi



tabung dalam wadah. Untuk hasil yang lebih baik, disarankan untuk menjaga tiga parameter dengan konsisten. (Warner, *et al.* 2006)

# 2.3.2 Metode Hydrothermal

hydrothermal dari proses Prinsip dasar adalah menghasilkan reaksi heterogen dalam media pelarut cair dengan kondisi temperatur dan tekanan tinggi untuk melarutkan dan merekritalisasi material yang tidak bisa berlangsung pada kondisi normal. Untuk melakukan proses hydrothermal, diperlukan autoclave sebagai wadah sampel. Dalam penelitiannya, Zhou (2009) menyatakan bahwa dengan metode hydrothermal dehydration yang mudah, bersih, dan terkontrol dapat mengubah rGO oksida menjadi larutan RGO yang stabil. Supercritical water (SC) yang digunakan dalam proses hydrothermal dapat menjadi agen pereduksi yang baik dan menjadi alternatif pelarut organik dalam green kimia. Dalam proses hydrothermal, SC mampu mereduksi gugus fungsi oksigen dari GO dan memperbaiki struktur aromatiknya.

Keunggulan proses *hydrotermal* dikemukakan Zhou (2009) yaitu proses sintesis mudah, pengontrolan bentuk dan ukuran serbuk, temperatur operasi yang rendah, homogenisasi tinggi, dan biaya operasional rendah.

# 2.4 Fotokatalitik

Istilah fotokatalis merupakan gabungan dua kata yaitu foto dan katalis, sehingga dapat diartikan sebagai suatu proses kombinasi reaksi fotokimia yang memerlukan unsur cahaya dan katalis untuk mempercepat terjadinya transformasi kimia. Transformasi tersebut terjadi pada permukaan katalisnya yang disebut sebagai fotokatalis. Bahan yang dapat dijadikan katalis merupakan semikonduktor yang mampu mengadsorp foton atau cahaya. Beberapa kelebihan dari metode degradasi fotokatalitik (Ming-Chun dan Chiu-Ping, 2007) antara lain kontaminan organik dapat terdekomposisi secara keseluruhan dengan cepat,


sifat toksik dari logam berat dapat berkurang, matahari dapat digunakan sebagai sumber sinar, dan bersifat *soft*, yaitu dapat dilakukan pada temperatur dan tekanan rendah.

Proses fotokatalis banyak diaplikasikan untuk menghilangkan atau pengdegradasian polutan cair menjadi senyawa yang lebih ramah lingkungan, misalnya untuk pengolahan fenol. Suatu teknologi yang didasarkan pada iradiasi fotokatalis semikondukduktor seperti titanium oksida (TiO<sub>2</sub>), seng oksida (ZnO) atau cadminum sulfide (CdS) yang terGOlong sebagai fotokatalis heterogen.(Hermann, 1999). Fotokatalis berdasarkan fasanya, reaksi fotokatalis terbagi menjadi dua, yaitu:

- Fotokatalis homogen, merupakan suatu proses fotokalis satu fasa antara substrat dengan katalis. Pada umumnya katalis berupa oksidator seperti ozon (O<sub>3</sub>) dan hydrogen peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)
- Fotokatalis heterogen, merupakan suatu proses fotokatalis dua fasa yang dapat dilakukan dengan bantuan semikonduktor. Semikonduktor yang dipakai adalah titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>), seng oksida (ZnO), dan kadnium sulfide (CdS) ( Otmer-Kirk, 1994)

Menurut Fogler, 1999 fotokatalis heterogen di definisikan sebagai proses katalis dimana satu atau lebih tahapan reaksi berlangsung dengan kehadiran pasangan elektron-hole yang permukaan dihasilkan pada bahan semikonduktor yang diiluminasi oleh cahaya pada tingkat energi yang sesuai. Adapun prosesnya dapat dilakukan dalam berbagai media, yaitu organik murni fase cair dan larutan encer. Proses keseluruhan yang terjadi pada reaksi katalis heterogen, baik yang diaktifasi secara termal (katalis konvensional) maupun diaktifasi dengan cahaya (fotokatalis) adalah sebagai :

- 1. Transfer massa reaktan dalam fase fluida (cair atau gas) ke permukaan katalis
- 2. Adsopsi reaktan ke permukaan katalis
- 3. Reaksi dalam fase teradsorpsi



- 4. Deabsorpsi produk ke permukaan
- 5. Pemindahan produk (transfer massa) dari daerah antar permukaan (interfasa).

Reaksi fotokatalis terjadi pada fase teradsopsi (langkah 3). Perbedaannya dengan katalis konvensional hanyalah model aktifasi termal pada proses katalis digantikan oleh aktifasi foton. Model aktifasi ini tidak pada tahap 1, 2, 4 dan 5 walaupun foto adsorpsi dan fotodeadsorpsi reaktan terutama oksigen ada.

Reaksi fotokatalis mempunyai sifat yang khusus bila dibandingkan dengan reaksi lainnya. Sifat khusus tersebut meliputi (Sofyan, 1998):

- 1. Reaksi fotokatalis menggunakan daya oksidasi yang sanga tinggi
- 2. Reaksi fotokatalis merupaka reaksi permukaan
- 3. Reaksi fotokatalis terjadi melalui radiasi sinar UV.

#### 2.4.1. Mekanisme Fotokatalitik

Fotokakalis disinari cahaya dengan panjang gelombang yang sesuai, sebuah elektron akan melompat dari pita konduksi (*conduction band*, CB), meninggalkan lubang positif ke pita valensi (*valence band*, VB). Elektron di CB yang dapat dimanfaatkan untuk mereduksi substrat lain, sedangkan lubang di VB dapat digunakan untuk mengoksidasi beberapa senyawa yang ditunjukkan pada **Gambar 2.7.** 



Gambar 2.7 Mekanisme fotokatalis (Jiao, et al. 2016)

Secara umum, mekanisme fotokatalis adalah radikal OHden pembentukan spesi super oksida anion dari oksigen. Ketika katalis mengadsorbsi cahaya dengan panjang gelombang tertentu, maka fotokatalis akan memperoleh energi. Energi tersebut akan digunakan untuk eksitasi elektron dan pita valensi (*valensi band*) menuju pita konduksi (*conduction band*).

Setelah elektron tereksitasi, akan dihasilkan suatu hole pada valensi. Hole akan memecah air membentuk suatu hidroksil radikal. Hidroksi radikal tersebut kemudian akan bereaksi dengan molekul organik dan memecah senyawa organik tersebut menjadi senyawa intermediet lain yang akan mengalami reaksi lebih lanjut. Elektron yang tereksitasi akan bereaksi dengan oksigen untuk membentuk spesi anion super oksida. Anion super oksida akan bereaksi dengan senyawa hasil pemecah molekul organik membentuk produk. Siklus ini akan berlangsung secara berulang sampai reaksi selesai. (Jiao,*et al.* 2016)



#### 2.4.2. Katalis Semikonduktor

Semikonduktor adalah bahan yang memiliki daerah energi kosong (*void energy region*) yang disebut celah pita atau band gap yang berada diantara konduktor dan isolator. Banyak jenis bahan semikonduktor yeng tersedia secara komersial tetapi hanya sedikit yang cocok dipakai sebagai katalis dalam menguraikan berbagai polutan organik . Kriteria yang diperlukan bahan semi konduktor sebagai katalis adalah (Litter, 1999) :

- 1. Bersifat fotoaktif
- 2. Mampu memanfaatkan cahaya tampak atau ultraviolet dekat
- 3. Bersifat inert secara biologis dan kimiawi
- 4. Bersifat fotostabil ( stabil terhadap cahaya)
- 5. Murah dan mudah didapatkan
- 6. Tidak larut dalam reaksi.

Katalis semikonduktor untuk proses katalis terdiri dari jenis oksida dan sulfida. Katalis semikonduktor termasuk jenis oksida contohnya Tio<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZnO, SnO<sub>2</sub>, dan WO<sub>3</sub>, sedangkan yang termasuk jenis sulfide contohnya CdS, CuS dn ZnS (Hermann, 1999; Toyoda, 2000).

Bahan semikonduktor memiliki kesenjangan antara pita valensi dengan pita konduksi sebesar 0,5-3,0 eV. Hanya beberapa elektron yang mempunyai energi yang sesuai yang dapat berpindah ke pita konduksi. Bahan semikonduktor memiliki nilai daya hantar listrik ( $\sigma$ ) sebesar 10<sup>-3</sup>-10<sup>5</sup> ohm<sup>-1</sup> cm<sup>-1</sup> (Huheey dkk, 1993).

Bahan semikonduktor ini memiliki energy celah pita, yaitu daerah kososng yang memenjang dari puncak pita valensi terisi (*Filled Valency Band*) hingga dasar pita valensi yang kosong (*Vacant Conduction Band*), yang cukup untuk dieksitasi oleh sinar ultraviolet (sinar UV) atau sinar tampak, dan potensial reduksi antar *valance band* (vb) dan *conduction band* (cb) dapat menghasilkan rangkaian reaksi oksidasi dan reduksi. Besarnya celah energi antara pita valensi dan pita konduksi tersebut akan menentukan tingkat populasi termal dari pita konduksi atau



dengan kata lain t ingkat konduktivitas listrik dari semikonduktor tersebut. Celah pita tersebut mendefinisikan sensivitas panjang gelombang dari semikonduktor yang bersangkutan terhadap radiasi (Hermann, 1999).

## 2.5 Zinc Oxide (ZnO)

Seng oksida merupakan logam yang berwarna putih kebiruan, berkilau, dan bersifat diamagnetik. Walau demikian, kebanyakan seng mutu komersial tidak berkilau. Seng sedikit kurang padat dari pada besi dan berstruktur kristal heksagonal.

Seng oksida mudah bereaksi dengan asam bukan pengoksida, melepaskan  $H_2$  dan menghasilkan ion divalensi. Seng mudah bereaksi bilamana dipanaskan dalam  $O_2$  menghasilkan oksida, seng juga dapat larut dalam basa kuat karena kemampuannya membentuk ion zinkat yang biasa ditulis  $ZnO_2^{2^2}$ .

Dalam ilmu material, ZnO sering kali disebut sebagai semikonduktor II-VI karena seng dan oksigen secara berturutturut termasuk dalam grup 2 dan 6 pada tabel susunan berkala unsur. Semikonduktor ini mempunyai sifat-sifat yang menguntungkan seperti transparansi yang baik, mobilitas elektron tinggi, bandgap lebar, luminisen pada suhu kamar yang kuat dan lain sebagainya. Sifat-sifat tersebut telah digunakan dalam aplikasi-aplikasi elektroda transparan dan pada tabir surya perangkat energi dan aplikasi-aplikasi dibidang elektronik sebagai thin film pada transistor dan diode pancar cahaya.

*Zinc oxide* merupakan senyawa anorganik dengan formula ZnO. ZnO merupakan bahan semikonduktor tipe-n dengan lebar pita energi 3,2 eV - 3,3 eV pada suhu kamar. Logam ini keras dan rapuh pada kebanyakan suhu, namun dapat ditempa antara 100 sampai dengan 150 °C. Di atas 210 °C, logam ini kembali menjadi rapuh dan dapat dihancurkan menjadi bubuk dengan memukul-mukulnya. Logam ini memiliki transmisi optik yang tinggi serta mampu menghantarkan listrik.(Paulina, 2005)

Kebanyakan metaloid dan non logam dapat membentuk senyawa biner dengan seng, terkecuali gas mulia. Oksida ZnO



merupakan bubuk berwarna putih yang hampir tidak larut dalam larutan netral tetapi dapat larut di dalam basa atau asam. ZnO merupakan material unik dan menarik sehingga banyak diteliti dan dikembangkan seperti evaluasi sifat listrik, sifat fisis, struktur kristal dan struktur mikro. Keuntungan *Zinc oxide* dari bahanbahan semikonduktor pita lebar (*wide band* semikonduktor) yang populer sebelumnya (SiC dan GaN) adalah selain karena dia bisa dioperasikan dalam lingkungan yang keras dan bersuhu tinggi, resistansi yang lebih tinggi untuk keadaan radiasi energi tinggi.(Nugroho P., 2004)

#### 2.5.1 Karakterisasi ZnO

Pengujian XRD (*X Ray Diffraction*) pada seng oksida menunjukkan bahwa adanya *peak-peak* tertinggi (2 $\theta$ ) dimana berada pada titik 31,7; 34,4; 36,2 yang menunjukkan bahwa salah satu jenis struktur kristalnya adalah *wurtzite hexagonal* seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 2.8** 



Gambar 2.8 Pengujian XRD pada ZnO(Zhang et al, 2015)



Pada pengujian FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectrometer*) menunjukkan bahwa *peak* yang muncul pada kurva berada pada titik 460 cm<sup>-1</sup> seperti pada **Gambar 2.9** yang menunjukkan bahwa itu adalah ikatan Zn-O.



Gambar 2.9 Pengujian FTIR pada ZnO (Zhang et al, 2015)

Pada pengujian SEM maka bentuk dari ZnO akan terlihat seperti bola-bola, namun ada juga seperti bunga seperti pada Gambar 2.10.





Gambar 2.10 Pengujian SEM pada ZnO (Zhang et al, 2015)

## 2.5.2 Sifat ZnO

Seng oksida mengkristal dalam tiga bentuk yaitu *wurtzite* bersudut enam (*hexagonal wurtzite*), *zincblende* berbentuk kubus (*cubic rocksalt*) dan yang jarang diamati adalah garam batu berbentuk kubus (*rarely observed cubic rocksalt*).

Struktur *wurtzite* adalah paling stabil pada kondisi lingkungan sehingga menjadi paling umum. Bentuk *zincblende* dapat distabilkan dengan pertumbuh ZnO pada substrat dengan struktur kisi kubik. Dalam kedua kasus tersebut, Zink dan oksida berada pada pusat tetrahedral. Struktur garam batu (NaCl-type) adalah hanya diamati pada tekanan tinggi secara relatif sekitar 10 GPa.(Ozgur, 2005)

Seperti kebanyakan bahan-bahan dalam kelompok II-VI, ikatan ZnO terbesar bersifat ionik, yang menjelaskan piezoelektrisitasnya yang kuat. Disebabkan ikatan-ikatan kutub Zn-O, Zn dan bidang datar  $O_2$  menanggung muatan listrik (positif dan negatif, berturut-turut). Oleh karena itu, untuk memelihara kenetralan elektrik, semua bidang datar tersebut merekonstruksi



pada tingkatan atomis di dalam bahan-bahan lebih relatif, tetapi bukan pada ZnO, permukaan-permukaannya secara otomatis datar, stabil dan tidak memperlihatkan rekonstruksi. Anomali dari ZnO ini tidak secara penuh dijelaskan sebelumnya.(Baruah, 2009)

Sifat-sifat fisik dari nanostruktur ZnO sebagai mana tertera dalam Table 2.1 diatas adalah sifat fisik dasar bulk ZnO. Merupakan catatan penting bahwa ukuran dari material- material semikonduktor menyusut secara kontinyu menuju ke skala nanometer atau bahkan lebih kecil dan beberapa dari sifat-sifat fisik mereka mengalami perubahan- perubahan dikenal dengan efek ukuran kuantum. Sebagai contoh, koefisien kuantum meningkatkan celah pita energi quasi-one-dimensional (Q1D) ZnO, yang ditunjukkan dengan fotoluminesense. Bandgap dari nonopartikel ZnO juga menunjukkan ketergantungan ukuran seperti itu. Spektroskopi serapan sinar-X (X-ray absorption mikroskopi spectroscopy) dan fotoelektron (scanning photoelectron microscopy) mengungkapkan peningkatan dari keadaan permukaan dengan turunnya besaran nanorod ZnO. Sifat ZnO secara umum terlihat pada **Tabel 2.1** (Ary, 2011)

Sifat-sifat		
Rumus kimia	ZnO	
Massa molar	81.408 g/mol	
Tampilan	Padatan putih	
Bau	Tidak berbau	
Massa jenis	5.606 g/cm <sup>3</sup>	
Titik leleh	1975 °C (terdekomposisi)	
Titik didih	2360 °C	
Kelarutan dalam air	0.16 mg/100 mL (30°C)	

Tabel 2.1 Sifat ZnO secara umum

Laporan Tugas Akhir Departemen Teknik Material FTI-ITS



Celah pita energy	3.3 eV (langsung)	
Luas permukaan	92 m <sup>2</sup> /gram	
Termokimia		
Enthalpy std pembentukan $\Delta_f H_c$	<sub>0298</sub> -348.0 kJ/mol	
Entropi molar standard So298	43.9 J.K/mol	
Sifat ZnO wurtzite	Nilai property	
Konstanta kisi (T=300 K)	a = 0.32469 nm (3.25 Å)	
	c = 0.52069  nm (5.2  Å)	
Ratio c/a	~ 1.60	
Bidang epitaksial	(0001) (0001) (1120)	
	(0001) (100)	
Kisi tidak sepadan	1.9%, 0.08%, 5.5%, 18.6%	
Kepadatan	5,606 g/cm <sup>3</sup>	
Titik leleh	2248 K	
Konstanta dielektrik relative	8,66	
Energy gap	3.4 eV	
Konsentrasi pembawa intrinsic	< 106 cm <sup>-3</sup>	
Energy ikatan eksiton	60 meV	
Massa efektif electron	0,24	
Mobilitas elektron (T = $300 \text{ K}$ )	200 cm <sup>2</sup> /Vs	
Massa efektif hole	0,59	
Mobilitas hole ( $T = 300 \text{ K}$ )	5-50 cm <sup>2</sup> /Vs	
Indeks bias (n <sub>o</sub> )	2.0041	

BAB II TINJAUAN PUSTAKA



#### 2.6 Rhodamine B

Zat warna merupakan suatu senyawa organik yang digunakan untuk memberikan warna ke suatu objek. Molekul zat warna merupakan gabungan dari zat organik tak jenuh dengan kromofor sebagai pembawa warna dan auksokrom sebagai pengikat warna dengan serat. Gugus kromofor adalah gugus yang menyebabkan molekul menjadi berwarna (Manurung, 2004).

Rumus molekul *Rhodamine B* adalah  $C_{28}H_{31}N_2O_3Cl$  dengan berat molekul sebesar 479,02 g/mol. Adapun gambar struktur kimianya ditunjukkan pada **Gambar 2.10.** Kelarutan *Rhodamine B* dalam air mencapai 50 g/L. Apabila *Rhodamine B* dilarutkan dalam asam asetat maka memiliki kelarutan sebesar 400 g/L. *Rhodamine B* berbentuk serbuk kristal berwarna kehijauan, berwarna merah keunguan dalam bentuk terlarut pada konsentrasi tinggi dan berwarna merah terang pada konsentrasi rendah. Panjang gelombang maksimum dari *Rhodamine B* adalah 540 nm (Barka dkk, 2008).



Gambar 2.10. Strukur kimia senyawa *Rhodamine B* (Merck, 2000)

*Rhodamine B* dibuat dari meta-dietilaminofenol dan ftalik anhidrid. Kedua bahan baku ini bukanlah bahan yang boleh dimakan. *Rhodamine B* merupakan zat warna yang sering dipakai untuk pewarna kulit, kapas, wool, serat kayu kulit, nilon, serat asetat, kertas, tinta dan vernis, sabun, bulu, kertas, dan sutera. Apabila *Rhodamine B* dilarutkan dalam air akan menghasilkan



warna merah kebiru-biruan dan berfluorensi kuat. Selain larut dalam air, *Rhodamine B* juga merupakan zat warna yang larut dalam alkohol, HCl, dan NaOH. Di dalam laboratorium, zat tersebut digunakan sebagai pereaksi untuk mengidentifikasi unsur Pb, Bi, Co, Au, Mg, dan Th (Merck, 2000).

Rhodamine B merupakan zat warna sintetik yang umum digunakan untuk pewarna tekstil. Dalam bidang industri Rhodamine B umum digunakan untuk keperluan pabrik tekstil dan kertas (Arief dkk, 2007). Beberapa sifat berbahaya dari Rhodamine B antara lain dapat menyebabkan iritasi bila terkena mata, menyebabkan kulit iritasi dan kemerahan bila terkena kulit. Penyebab lain senyawa ini begitu berbahaya jika dikonsumsi adalah senyawa tersebut termasuk dalam senyawa yang radikal. Senyawa radikal adalah senyawa yang tidak stabil.

Dalam strukturnya *Rhodamine B* mengandung klorin (senyawa halogen). Sifat senyawa halogen adalah mudah bereaksi atau memiliki reaktivitas yang tinggi. Dengan demikian senyawa tersebut merupakan senyawa radikal yang akan berusaha mencapai kestabilan dalam tubuh dengan cara berikatan dengan senyawa-senyawa lain dalam tubuh kita sehingga pada akhirnya akan memicu kanker pada manusia (*Departement of Labor Occupational Safety and Health Administration*, US).

#### 2.7 Penelitian Sebelumnya

Beberapa penelitian yang telah dilakukan untuk melihat bagaimana hasil dari material semikonduktor dalam proses fotokalis, ditunjukkan pada **Tabel 2.2** 



## Laporan Tugas Akhir Departemen Teknik Material FTI-ITS

#### sulfatheptahydrate | Sheng Wanget al (2018) Linyu Zhu et al (2018) Zhang et al (2015) Huang et al (2014) Qin et al (2017) Peneliti *Rhodamine B* Penambahan graphene 4 wt% memiliki $K = 0.039 \text{ min}^{-1}$ Penambahan graphene 10% yaitu sebesar 63,17 µmol/g<sub>cat</sub>. Penambahan graphene 80 mL memiliki K = 0.21 min<sup>-1</sup> Penambahan graphene 15% yaitu sebesar 98,5% zinc prekursor (Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O) dari Hasil ZnO Rhodamine B Rhodamine B Metilen blue Aplikasi ő prekursor ZnO penambahan penambahan penambahan penambahan graphene graphene graphene graphene Perlakuan Variasi Variasi Variasi Variasi Variasi ZnO/Graphene Zn0/Graphene ZnO/Graphene Zn0/Graphene Material Zn0

#### Tabel 2.2 Penelitian Sebelumnya



Sheng Wang et al (2018) melakukan penelitian tentang semikonduktor ZnO dalam menentukan sifat fotokatalitik yang baik dan efisien untuk degradasi Rhodamine B. Semikonduktor ZnO yang disintesis berasal dari berbagai jenis prekursor. Prekursor yang dipakai antara lain, zinc nitrate hexahydrate  $(Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O)$ , zinc acetate dehydrate  $(Zn(Ac)_2 \cdot 2H_2O)$ , zinc sulfate heptahydrate (ZnSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O), *zinc chloride* (ZnCl<sub>2</sub>). Proses pembentukan ZnO dilakukan dengan metode hidrotermal dan kalsinasi. Dari penelitian ini didapatkan masing-masing luas permukaan dengan pengujian BET berturut-turut yaitu 81, 79, 91, dan 68 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>, dari data ini sudah dapat diketahui bahwa ZnO dari prekursor zink sulfat memiliki luas permuakaan yang terbesar yaitu 91 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>. Dengan semakin besarnya luas permukaan suatu katalis hal ini akan berbanding lurus dengan kemampuan fotokataliknya karena pada saat terjadinya proses fotokatalitk electron dari pita valensi akan tereksitasi ke pita konduksi dan akan bereaksi dengan O<sub>2</sub> sehingga membentuk anion superoksida, anion ini akan mendegradasikan zat pewarna Rhodamine B, dimana proses itu terjadi pada permukaan dari katalis. Sehingga dapat diambil kesimpulan bahwa ZnO yang paling baik untuk degradasi Rhodamine B adalah ZnO yang disintesis dari prekursor zinc sulfat heptahydrat.

Linyu Zhu et al (2018) juga melakukan penelitian komposit ZnO/rGO dalam peningkatan mengenai sifat fotokatalitik. ZnO disintesis dari prekursor zink asetat dihydrat dan rGO disintesis dengan metode Hummer. Adapun variasi dari penambahan grapehene yang dilakukan adalah 5%, 15%, dan 25%. Dari pengujian yang dilakukan didapatkan bahwa ukuran mesopori dan macropori komposit ZnO/rGO lebih besar dari ZnO murni hal ini menunjukkan bahwa dengan penambahan rGO kapasitas absorbsinya semakin besar dan transfer elektronnya akan semakin cepat maka sifat fotokatalitiknya akan meningkat. Dari penelitian tersebut didapatkan hasil bahwa penambahan rGO sebanyak 15% memiliki pengaruh yang paling tinggi dalam



peningkatan sifat fotokatalitiknya, yaitu mencapai 98,5% untuk degradasi *Rhodamine B*.

Huang *et al* (2014) juga melakukan penelitian tentang Zno/rGO tentang peningkatan sifat fotokatalitik untuk degradsi *Rhodamine B*. Semikonduktor ZnO disintesis dari prekursor ZnCl<sub>2</sub>, dan rGO disintesis dari serbuk grafit dengan modifikasi Hummer. Adapun variabel yang dilakuan adalah dengan penambahan rGO sebanyak 0 wt%, 0,5 wt%, 1 wt%, 2 wt%, 4 wt%, dan 8 wt%. ZnO/rGO disintesis dengan cara hidrotermal. Dari penelitian yang didapat bahwa penambahan rGO sebanyak 4 wt% memiliki kemampuan degradasi yang lebih baik dari yang lainnya karena memiliki konstanta laju degradasi (K) sebesar 0.039 min<sup>-1</sup>, dimana nilai ini merupakan lebih besar 6.8 kali kali nilai konstanta laju degradasi ZnO murni dalam mendegradasikan *Rhodamine B* 

Zhang *et al* (2015) juga melakukan penelitian tentang ZnO/rGO tentang fotokatalitik untuk reduksi CO<sub>2</sub>. Semikonduktor ZnO disintesis dari prekursor zink nitrat, dan rGO disintesis dengan metode Hummer. Adapun variasi penambahan rGO yang dilakukan adalah penambahan sebanyak 1%, 5%, 10% dan 20%. Dari penelitian tersebut didapatkan bahwa hasil yang paling optimal dalam pereduksi CO<sub>2</sub> adalah dengan penambahan rGO sebanyak 10% yaitu dapat mereduksi CO<sub>2</sub> sebanyak 263,17  $\mu$ mol/g<sub>cat</sub>.

Qin *et al* (2017) juga melakukan penelitian tentang peningkatan sifat fotokatalitik dari komposit ZnO/rGO untuk degradasi zat warna *metilen blue*. ZnO disintesis dari prekursor zink asetat. Adapun variasi penambahan rGO yang dilakukan adalah penambahan sebanyak 20 mL, 40 mL, 80 mL, dan 120 mL. Dari penelitian yang dilakukan didapatkan data bahwa penambahan rGO 80 mL memiliki konstanta laju degradasi yang terbesar 0,21 min<sup>-1</sup>.



(halaman ini sengaja dikosongkan)

#### BAB III METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

- 1. Serbuk grafit dengan ukuran 150 μm (purity 99%)
- 2. Air suling / aquades (H<sub>2</sub>O)
- 3. Larutan elektrolit asam sulfat 98% (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)
- 4. Es
- 5. Natrium nitrat (NaNO<sub>3</sub>)
- 6. Kalium permanganat (KMnO<sub>4</sub>)
- 7. Hidrogen peroksida  $(H_2O_2)$
- 8. Asam klorida 35% (HCl)
- 9. Barium klorida (BaCl<sub>2</sub>)
- 10. Zink Nitrat
- 11. Amonia
- 12. Rhodamine B

#### 3.2 Alat

Peralatan yang digunakan untuk penelitian ini:

- 1. Neraca Analitik (mettle Toledo)
  - Alat ini digunakan untuk mengukur massa serbuk grafit, KMnO<sub>4</sub>, NaNO<sub>3</sub>, grafit oksida, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>
- 2. Mikropipet

Pipet yang digunakan adalah mikropipet untuk mengambil larutan  $H_2O_2$ 

- 3. Pengaduk (Spatula) Digunakan untuk mengaduk larutan.
- 4. Hot Plate with Magnetic Stirrer Alat ini digunakan untuk mencampur dan mengaduk larutan agar homogen serta untuk proses *drying* RGO dari hasil proses *hydrothermal*.
- 5. Furnace (*Thermolyne*)



pembuatan GO Digunakan untuk proses dan komposit ZnO/rGO. 6. Autoclave Digunakan untuk proses hydrothermal. 7. Erlenmeyer Digunakan sebagai tempat larutan. 8. *Ice bath* Digunakan untuk tempat peletakan es selama pembuatan grafit oksida. 9. Thermometer Digunakan untuk mengukur temperatur larutan. 10. Kotak styrofaom Digunakan untuk tempat pengujian fotokatalitik 11. Lampu LED Digunakan untuk menyinari larutan Rhodamine B 12. Centrifuge Digunakan untuk memisahkan partikel terdispersi. 13. Tabung Centrifuge Digunakan sebagai wadah larutan kimia yang ditempatkan pada mesin centrifuge 14. Ultrasonic Cleaner Digunakan untuk homogenisasi dan pengelupasan lembaran graphite oxide menjadi RGO oxide. 15. Gelas Beaker Digunakan untuk tempat aktivitas kimia 16. Instrumen Karakterisasi Material X-ray difraction (XRD) untuk mengetahui senyawa yang terkandung dalam suatu sampel dan struktur kristalnya, Scanning Electron Microscope (SEM) dan EDS untuk menganalisis morfologi dan ukuran partikel. Fourier Transform Infrared untuk mengetahui jenis gugus fungsi yang terkandung pada material. UV Vis digunakan untuk mengeksplorasi

sifat penyerapan cahaya dari sampel yang telah disiapkan. Gas Chromatography-Mass Spectrometer



untuk mengetahui jenis senyawa yang terbentuk setelah terjadinya degradasi rhodamin B

#### 3.3 Metode Penelitian

Dalam penelitian ini terdapat serangkain proses untuk menjadikan komposit ZnO/RGO. Proses pertama yang dilakukan adalah proses sintesis grafit menjadi grafit oksida, metode yang digunakan adalah metode Hummer, kemudian grafit oksida dicampurakan dengan zinc nitrat sehingga nanti akan membentuk komposit ZnO/rGO.





#### BAB III METODOLOGI PENELITIAN



## Laporan Tugas Akhir Departemen Teknik Material FTI-ITS

Grafit oksida merupakan bahan utama pembuat rGO yang dibuat dari oksida grafit dalam larutan asam. Grafit oksida disintesis dengan menggunakan modifikasi metode Hummer. Proses sintesis dengan metode ini menggunakan serbuk grafit, KMnO<sub>4</sub>, NaNO<sub>3</sub>, dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sebagai bahan dasar dan agen pengoksidasi. Proses sintesis grafit oksida ditunjukkan pada **Gambar 3.1.** Sintesis Grafit Oksida dimulai dengan *stirring* 2 gram serbuk grafit dengan ukuran sekitar 150  $\mu m$  dengan 80 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98% selama 4 jam dengan kecepatan tinggi di dalam *ice bath* dengan temperatur rata-rata 5°C. Setelah proses *stiring* berjalan selama 2 jam 10 gram KMnO<sub>4</sub> dan 4 gram NaNO<sub>3</sub> mulai ditambahkan sedikit demi sedikit dan bergantian selama satu jam, larutan akan berubah warna menjadi hijau keunguan selama satu jam setelah penambahan agar larutan menjadi homogen.

Setelah proses *Ice Bath* selesai dilakukan, dilanjutkan dengan proses *striring* pada temperatur 35 °C selama 20 jam dengan proses ini, larutan yang awalnya berwarna hijau keunguan akan perlahan berubah menjadi cokelat muda dan lebih kental. 200 ml aquades ditambahan secara bertahap kedalam larutan tersebut agar mengurangi kekentalan, dalam taham penambahan aquades larutan akan melepas kalor. Penambahan 200 ml aquades tersebut larutan akan berubah menjadi coklat tua. Setelah larutan menjadi homogen ditambahkan 20 ml hidrogen peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 30% secara bertahap sampai larutan menjadi homogen.

Larutan kemudian dibiarkan dalam keadaan terstirring selama 30 menit. Dilanjutkan dengan *centrifuge* lalu diambil endapannya. Selanjutnya dilakukan pencucian dengan HCL 5% (0,1 M) untuk menghilangkan ion logam-logam yang tersisa. Proses pencucian selanjutnya menggunakan aquades secara berkala untuk menetraklkan *pH*. Untuk mengetahui keberadaan ion sulfat dilakukan titrasi BaCl<sub>2</sub> 1 M, Jika muncul endapan putih bersih maka di indikasikan bahwa masih terdapat ion sulfat di dalamnya. Larutan yang sudah netral dan tanpa pengotor (endapan) lain dilakukan *centrifuge* lagi untuk memisahkan grafit



yang belum teroksidasi dengan grafit oksida. Lalu di *drying* pada temperatur 120 °C selama 12 jam untuk mendapatkan grafit oksida dalam wadah *ceramic crucible*.



#### 3.3.2 Sintesis Komposit Zno/RGO



Gambar 3.2 Flowchart proses sintesis komposit ZnO/rGO

BAB III METODOLOGI PENELITIAN



Zink nitrat sebanyak 1 gram dilarutkan kedalam 60 mL aquades dengan cara stirring selama 30 menit, larutan akan berwarna putih keruh kemudian ditambahkan dengan grafit oksida yang telah di stirring selama 1 jam. Penambahan yang dilakukan sebanyak 0%, 5%, 10% dan 15%. Kemudian masingmasing larutan diultrasonikasi selama 1 jam agar lembaran grafit oksida terlepas dari grafit. Setelah ultrasonikasi grafit oksida akan menjadi bentuk serbuk yang kecil-kecil. Kemudian larutan ditambahkan dengan ammonia secara perlahan sampai pH larutan menjadi 8, penambahan ammonia berguna sebagai *linker* antara ZnO dan rGO. Selanjutnya larutan kembali di stirring selama 30 menit agar lebih homogen. Kemudian larutan dimasukkan kedalam autoclave dan dipanaskan dalam furnace pada temperatur 160 °C selama 10 jam. Hasil yang didapat setelah difurnace akan membentuk serbuk yang berwarna abu-abu. Serbuk ini kemudian dicuci dengan aquades dan etanol untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang tersisa. Kemudian dikeringkan selama 8 jam pada temperatur 50 °C. Maka akan didapatkan komposit ZnO/rGO

## 3.4 Pengujian

Pada penelitian ini dilakukan beberapa pengujian untuk melihat apakah penelitian ini dianggap berhasil atau tidak. Jenisjenis pengujian yang dilakukan adalah :

## 3.4.1 Scanning Electron Microscopy (SEM) dan EDS

*Scanning Electron Microscopy* (SEM) merupakan mikroskop yang memanfaatkan pancaran elektron berenergi tinggi untuk memeriksa objek dalam skala yang sangat kecil. Pengamatan ini memberikan informasi mengenai topografi (jenis permukaan objek), morfologi (bentuk dan ukuran partikel), komposisi (unsur dan senyawa beserta jumlah relarif masingmasing) menggunakan EDS (*Energy Disspersive X-Ray analysis*). SEM digunakan untuk menguji topografi dan morfologi dari semua sample.





Gambar 3.3 Skema kerja SEM (a), Scanning Electron Microscopy (SEM) Inspect S50 (b)

Prinsip kerja SEM ini ditunjukkan pada **Gambar 3.3** dimana berkas elektron yang dihasilkan oleh electron gun menyapu permukaan sampel. Pada saat elektron berinteraksi dengan sampel, maka akan dihasilkan secondary electron (SE), elektron ini masuk ke dalam detektor dan diubah menjadi sinyal listrik yang menghasilkan gambar pada layar monitor. Sinyal keluaran dari detektor ini berpengaruh terhadap intensitas cahaya di dalam tabung monitor, karena jumlah cahaya yang dipancarkan oleh monitor sebanding dengan jumlah elektron yang berinteraksi dengan sampel. Hasil yang ditampilkan dengan secondary electron (BSE) dengan hasil gambar yang memiliki gradasi warna, Bahan dengan nomor atom yang besar, akan tampak lebih terang dibanding bahan dengan nomor atom yang lebih kecil.

Pengujian EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy), bertujuan untuk mengetahui apa saja jenis unsur penyusun material yang ada dalam sampel, dan sekaligus untuk mengetahui



nilai % berat dan % atomik dari semua unsur penyusun tersebut. EDS digunakan untuk mengetahui kandungan jumlah atom boron yang terdoping pada rGO dalam pengujian ini. Pengujian EDS dilakukan dengan menggunakan alat SEM, yang dilengkapi dengan software INCA yang ditunjukkan oleh **Gambar 3.4** 



Gambar 3.4 Scanning Electron Microscopy (SEM) Jeol JSM-7001F Inspect S50 23

## 3.4.2 X-Ray Diffraction (XRD)

merupakan XRD alat yang digunakan untuk mengkarakterisasi struktur kristal, ukuran kristal dari suatu bahan padat. Semua bahan yang mengandung kristal tertentu ketika dianalisa menggunakan XRD akan memunculkan puncak puncak yang spesifik. Sehingga kelemahan alat ini tidak dapat untuk mengkarakterisasi bahan yang bersifat amorf. Metode difraksi umumnya digunakan untuk mengidentifikasi senyawa yang belum diketahui yang terkandung dalam suatu padatan dengan cara membandingkan dengan data difraksi dengan database yang dikeluarkan oleh JCPDS (Joint Committee of Powder Diffraction Standard).





Gambar 3.5 Metode Difraksi X-Rays 24

Gambar 3.5 Menjelaskan Metode XRD dimana Tabung Sinar-X menembak pada sampel padatan kristalin, kemudian mendifraksikan sinar ke segala arah dengan memenuhi Hukum Bragg. Detektor bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksikan oleh sampel. Sampel serbuk atau padatan kristalin memiliki bidang-bidang kisi yang tersusun secara acak dengan berbagai kemungkinan orientasi, begitu pula partikel-partikel kristal yang terdapat di dalamnya. Setiap kumpulan bidang kisi tersebut memiliki beberapa sudut orientasi tertentu sehingga difraksi sinar-X memenuhi :

$$n\lambda = 2d\,\sin\theta\tag{3}$$

dimana,

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

 $\lambda$  = panjang sinar-X

- d = jarak kisi
- $\theta$  = sudut difraksi

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

1)





Gambar 3.6 Instrumen XRD PAN Alytcal

<b>Tabel 3.1</b> Informasi hasil Pengujian XRD (Pratapa, 2004)			
No	Karakter	Informasi dari Material	
1	Posisi Puncak (20)	<ul> <li>Fasa</li> <li>Identifikasi Kristal</li> <li>Struktur Kristal</li> <li>Regangan seragam</li> </ul>	
2	Tinggi puncak (intensitas)	<ul> <li>Identifikasi</li> <li>Komposisi</li> <li>Hamburan tak koheren</li> <li>Extinction</li> <li>Preferred orientation</li> </ul>	
3	Lebar dan Bentuk Puncak	• Ukuran Kristal (bukan partikel atau grain)	



Analisa kuantitatif berdasarkan hasil XRD dapat dilakukan dengan rumus sebagai berikut:

$$\mathbf{D} = \frac{K\lambda}{L\cos\theta} \tag{3.2}$$

Dimana:

D = rata-rata ukuran Kristal

K = faktor bentuk dimensi, bernilai 0.9

 $\lambda =$  panjang gelombang X-ray

L = lebar kurva pada intensitas maksimum (FWHM)

 $\theta$  = sudut Bragg

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

#### 3.4.3 Spektrofotometri UV Vis

Spektrofotometri UV-Vis merupakan pengukuran interaksi antara radiasi elektromagnetik panjang gelombang tertentu yang sempit dan mendekati monokromatik, dengan molekul atau atom dari suatu zat kimia. Hal ini didasarkan pada mengabsorbsi kenyataan bahwa molekul selalu cahaya elektromagnetik jika frekuensi cahaya tersebut sama dengan frekuensi getaran dari molekul tersebut. Elektron yang terikat dan elektron yang tidak terikat akan tereksitasi pada suatu daerah frekuensi, yang sesuai dengan cahaya ultraviolet dan cahaya tampak (UV-Vis). Gambar alat uji UV Vis dapat dilihat pada Gambar 3.7.

Spektrum absorbsi UV-*Vis* adalah sekitar 220 nm sampai 800 nm dan dinyatakan sebagai spektrum elektron. Suatu spektrum ultraviolet meliputi daerah bagian ultraviolet (190-380 nm), spektrum *visible* bagian sinar tampak (380-780 nm).

Pengukuran menggunakan alat spektrofotometri UV-Vis ini didasarkan pada hubungan antara berkas radiasi elektromagnetik



yang ditransmisikan (diteruskan) atau yang diabsorbs dengan tebalnya cuplikan dan konsentrasi dari komponen penyerap. Berdasarkan hal inilah maka untuk dapat mengetahui konsentrasi sampel berdasarkan data serapan (A) sampel, perlu dibuat suatu kurva kalibrasi yang menyatakan hubungan antara berkas radiasi yang diabsorbsi (A) dengan konsentrasi (C) dari serangkaian zat standar yang telah diketahui. Adapun penghitungannya dilakukan dengan menggunakan aplikasi sistem persamaan linier yang merupakan pemodelan atau adaptasi hukum Lambert-Beer (Henry *et al.*, 2002).



Gambar 3.7 Alat uji UV Vis

## 3.4.4 Fourier Transform Infrared Spectroscop (FTIR)

FTIR merupakan salah satu instrumen spektroskopi. Pada spektroskopi infra merah, radiasi inframerah dipancarkan mengenai sampel. Sebagian radiasi infra merah diserap oleh sampel sebagian yang lain ditransmisikan. Hasil spektrum infra merah menggambarkan penyerapan molekul dan transmisi, menggambarkan ciri khas sampel. Setiap molekul memiliki penyerapan berbeda sesuai dengan pola vibrasi dan pola ikatan antar atomnya. Tidak ada dua molekul yang menghasilkan



spektrum infra merah yang sama. Oleh karena itu spektroskopi infra merah sangat berguna untuk berbagai analisis. FTIR dapat memberian informasi mengenai material yang belum diketahui (teridentifikasi), mengenai kualitas sampel, dan mengetahui jumlah komponen dalam suatu campuran. **Gambar 3.8** memperlihatkan instrumen uji FTIR.



#### Gambar 3.8 Alat uji FTIR

Prinsip kerja FTIR adalah berdasarkan penyerapan radiasi infra merah. Infra merah dipancarkan melalui interferometer kemudian dipancarkan melalui sampel, sebagian radiasi infrared diserap sampel dan sebagian lain dipancarkan kembali dan tertangkap oleh *detector*. Besarnya radiasi infra merah yang tertangkap oleh detektor kemudian diubah menjadi spektrum oleh Interferogram. Mekanisme kerja FTIR ini diperlihatkan pada **Gambar 3.9** 





Gambar 3.9 Skema Prinsip Kerja FTIR (Steven Voughan, 2009)

## 3.4.5 Gas Chrmatography-Mass Spectrometer (GC-MS)

GCMS merupakan metode pemisahan senyawa organic yang menggunakan dua metode analisis senyawa yaitu gas kromatografi (GC) untuk menganalisis jumlah senyawa secara kuantitatif dan spektrometri massa (MS) untuk menganalisis struktur molekul senyawa analit.

Gas kromatografi merupakan salah satu teknik spektroskopi yang menggunakan prinsip pemisahan campuran berdasarkan perbedaan kecepatan migrasi komponen-komponen penyusunnya. Gas kromatografi biasanya digunakan untuk mengidentifikasi suatu senyawa yang terdapat pada campuran gas dan juga menentukan konsentrasi suatu senyawa dalam fase gas.

Spektroskopi massa adalah suatu metode untuk mendapatkan berat molekul dengan cara mencari perbandingan massa terhadap muatan dari ion yang muatannya diketahui dengan mengukur jarijari orbit melingkarnya dalam medan magnetic seragam.

Penggunaan kromatografi gas dapat dipadukan dengan spektroskopi massa. Paduan keduanya dapat menghasilkan data



yang lebih akurat dalam pengidentifikasian senyawa yang dilengkapi dengan struktur molekulnya. (Pavia, 2006).

# **3.4.5.1 Instrumen Gas Chromatography Mass Spectrometry** (GCMS)

Rangkaian instrumentasi untuk gas kromatografi dan spekstroskopi massa bergabung menjadi satu kesatuan rangkaian, yang secara umum rangkaiannya pada **Gambar 3.10**.



Gambar 3.10 Diagram alir Kromatografi Gas-Cair

Berikut adalah penjelasan mengenai masing-masing instrument pada rangkaian GCMS.

1. Instrumen Gas Kromatorafi

1. Carrier Gas Supply

Gas pembawa (carrier) pada kromatografi gas sangatlah penting. Gas yang dapat digunakan pada dasarnya haruslah inert, kering, dan bebas oksigen. Kondisi seperti ini dibutuhkan Karena gas pembawa ini dapat saja bereaksi dan dapat mempengaruhi gas yang akan diidentifikasi.

2. Injeksi Sampel

Sejumlah kecil sampel yang akan dianalisis diijeksikan pada mesin menggunakan semprit kecil. Jarum semprit menembus lempengan karet tebal (lempengan karet ini



disebut septum) yang mana akan mengubah bentuknya kembali secara otomatis ketika ditarik keluar dari lempeng karet tersebut.

3. Kolom

Ada dua tipe utama dalam kromatografi gas-cair. Tipe pertama, tube panjang dan tipis berisi material padatan, tipe kedua adalah lebih tipis dan memiliki fase diam yang berkaitan dengan bagian terdalam permukaan. Ada tiga hal yang dapat berlangsung pada molekul tertentu dalam campuran yang diinjeksikan pada kolom:

- Molekul dapat berkondensasi pada fase diam
- Molekul dapat larut dalam cairan pada permukaan fase diam
- Molekul dapat tetap pada fase gas
- 2. Instrument Spektroskopi Massa
  - a. Sumber Ion

Setelah melewati rangkaian gas kromatografi, sampel gas yang akan diuji dilanjutkan melalui rangkaian spekstroskopi massa. Molekul-molekul yang melewati sumber ion ini diserang oleh electron, dan dipecah menjadi ion-ion positifnya. Tahap ini snagatlah penting karena untuk melewati filter, partikel-partikel sampel haruslah bermuatan.

b. Filter

Selama ion melalui rangkaian spekstroskopi massa, ionion ini melalui rangkaian elektromagnetik yang menyaring ion berdasarkan perbedan mssa. Para ilmuwan memisahkan komponen-komponen massa untuk kemudian dipilih yang mana yang boleh melanjutkan yang mana yag tidak (prinsip penyaringan). Filter ini terus menyaring ion-ion yang berasal dari sumber ion untuk kemudian diteruskan ke detector.

c. Detector

Dalam mekanisme reaksi, pembakaran senyawa organik merupakan hal yang sangat kompleks. Selam proses,



sejumlah ion-ion dan electron-elektron dihasilkan dalam nyala. Kehadiran ion dan electron dapat dideteksi. Seluruh detektor ditutup dalam oven yang lebih panas dibadingkan dengan temperatur kolom. Hal ini menghentikan kondensasi dalam detektor.

Hasil detector akan direkam sebagai urutan puncak-puncak, setiap puncak mewakili satu senyawa dalam campuran yang melalui detektor.

#### 3.4.5.2 Prinsip Kerja GCMS

1. Kromatografi Gas (Gas Chromatography)

Kromatografi gas merupakan jenis kromatografi yang digunakan dalam kimia organic untuk pemisahan dan analisis. GC dapat digunakan untuk kemurnian dari bahan tertentu, atau memisahkan berbagai komponen dari campuran. Dalam beberapa situasi, GC dapat membantu dalam mengidebtifikasi sebuah senyawa kompleks. Dalam kromatografi gas, fase yang bergerak adalah sebuah operator gas, yang biasanya gas murni seperti helium atau yang tidak reactive seperti gas nitrogen. *Stationary* atau fasa diam merupakan tahap mikroskopis lapisan cair atau polimer yang mendukung gas murni, didalam bagian dari sistem pipa-pipa kaca atau logam yang disebut kolom.

## 2. Spektroskopi Massa (Mass Spectrometry)

Umumnya spektrum mssa diperoleh dengan mengubah senyawa suatu sampel menjadi ion-ion yang bergerak cepat yang dipisahkan berdasarkan perbandingan massa terhadap muatan.

Spektroskopi massa mampu menghasilkan berkas ion dari suatu zat uji, memilah ion tersebut menjadi spektrum yang sesuai denga perbandingan massa terhadap muatan dan merekam kelimpahan relative tiap jenis ion yang ada. Umunya, hanya ion positif yang dipelajari karena ion



negative yang dihasilkan dari sumber tumbukan umunya sedikit.

3. Kombinasi GCMS

Saat GC dikombinasikan dengan MS, akan didapatkan sebuah metode analisi yang sangat bagus. Peneliti dapat menganalisis larutan organik, memasukkan kedalam instrument, memisahkan menjadi komponen tinggal dan langsung mengidentifikasi larutan tersebut.

## 4. Metode Analisis Chromatografy Mass Spectrometry

Pada metode analisi GCMS adalah dengan membaca spectra yang terdapat pada kedua metode yang digabung tersebut. Pada spectra GC jika terdapat bahwa dari sampel mengandung banyak senyawa, yaitu terlihat dari banyaknya puncak (*peak*) dalam spectra GC tersebut. Berdasarkan data refrensi yang sudah diketahui dari literature, bisa diketahui senyawa apa saja yanga ada dalam sampel.

Selanjutnya adalah dengan memasukkan senyawa yang diduga tersebut kedalam instrument spektroskopi massa. Hal ini dapat dilakukan karena salah satu kegunaan dari kromatografi gas adalah untuk memisahkan senyawasenyawa dari suatu sampel. Setelah itu didapat hasil dari spectra spektroskopi massa pada grafik yang berbeda.

Tahap-tahap suatu rancangan penelitian GCMS:

- 1. Sampel preparation
- 2. Derivatisation

3. Injeksi

Menginjeksi campuran larutan ke kolom GC lewat heated injection port. GC/MS kurang cocok untuk analisa senyawa labil pada temperature tinggi akan terdekomposisi pada awal pemisahan.

4. GC separation

Campuran dibawa gas pembawa dengan laju alir tertentu melewati kolom GC yang dipanaskan dalam pemanas.


Kolom GC memiliki cairan (fasa diam) pelapis yang inert.

5. MS detector

Aspek kualitatif : lebih dari 275.000 spektra massa dari senyawa yang tidak diketahui dapt teridentifikasi dengan refrensi komputerisasi.

Aspek kuantitatif : dengan menbandingkan kurva standar dari senyawa yang diketahui dar senyawa yang tidak diketahui.

6. Scanning

Spectra massa dicatat secara regular dalam interval 0,5-1 detik selama pemisahan GC dan disimpan dalam sistem instrument data untuk digunakan dalam analisis. Spectra massa berupa *fingerprint* ini dapat dibandingkan dengan acuan.

## 3.4.6 Pengujian Fotokatalitik

Pengujian fotokatalitik ini digunakan untuk mengamati seberapa besar pengaruh penambahan rGO pada komposit ZnO/rGO untuk degradasi *rhodamine b*. Adapun pengujian dilakukan seperti **Gambar 3.10**.





Gambar 3.11 Diagram alir pengujian fotokatalitik

## a. Pembuatan Larutan Uji dan Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Serbuk *Rhodamine B* ditimbang sebanyak 0,01 gram kemudian dilarutkan ke dalam 100 mL akuades hingga didapatkan larutan *Rhodamine B* dengan konsentrasi 100

## BAB III METODOLOGI PENELITIAN



 $mg.L^{-1}$ . Larutan baku 100  $mg.L^{-1}$  selanjutnya dipipet masingmasing 2; 4; 6; 8; 10 dan 12 mL ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan akuades sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 2; 4; 6; 8; 10 dan 12  $mg.L^{-1}$ . Selanjutnya ditentukan panjang gelombang maksimum *rhodamin B* dengan menggunakan spektrofotometer UV-*Vis*.

### b. Penentuan Kurva Standar Rhodamine B

Larutan *Rhodamine B* dengan konsentrasi 2, 4, 6, 8, 10 dan 12  $mg.L^{-1}$  ditentukan nilai absorban dari masing-masing konsentrasi menggunakan panjang gelombang maksimum yang telah ditentukan sebelumnya. Kurva standar dibuat dengan menghubungkan antara konsentrasi dengan absorbans.

# c. Uji Degradasi Zat Warna *Rhodamine B* dengan Variasi Penambahan RGO

Degradasi *Rhodamine B* dilakukan dengan menggunakan variasi penambahan rGO. Variasi penambahan rGO yang dipilih adalah 0%, 5%, 10% dan 15%. 4 buah gelas kimia berukuran 500 mL, masing-masing dimasukkan 200 mL larutan *Rhodamine B*, Selanjutnya masing-masing gelas dimasukkan katalis ZnO/rGO, seperti pada **Gambar 3.12** Reaktor disinari lampu LED 20 Watt dengan variasi waktu per 1 jam, hasil degradasi dianalisis absorbansnya dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang maksimum 554 nm. Hasil analisis dibandingkan dengan konsentrasi zat warna hasil degradasi secara fotokatalisis ditentukan persentase degradasi zat warna dengan persamaan (3.11). Persentase degradasi *Rhodamine B* ditentukan dengan persamaan berikut :

$$(\% D) = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\%$$
 (3.11)

dimana  $C_0$ adalah konsentrasi awal zat warna sebelum iradiasi,  $C_t\,$ adalah konsentrasi zat warna pada t. Berdasarkan

hasil analisis, dibuat profil hubungan antara waktu degradasi dengan presentasi degradasi.



Gambar 3.12 Pengujian fotokatalitik

#### BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

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

Pengujian X-Ray Difraction (XRD) dilakukan pada sampel grafit, grafit oksida, ZnO, ZnO/RGO. Alat yang digunakan dalam pengujian yaitu XRD Phillip Analitical dengan parameter sudut  $2\theta = 5^{\circ} - 90^{\circ}$  dengan panjang gelombang Cu-K $\alpha$ 1.54060 Å.



Gambar 4.1 Hasil uji XRD pada grafit, grafit oksida dan rGO



Dalam pengujian ini ditujukan untuk mengetahui perbedaan posisi puncak (*peak*) dari sampel dimana merupakan indikasi perubahan struktur dari material grafit hingga menjadi GO dan rGO dan untuk mengetahui posisi puncak (*peak*) dari sampel ZnO dan perbedaan antara penambahan rGO pada komposit ZnO/rGO. **Gambar 4.1** menjelaskan perbedaaan hasil uji XRD pada sampel grafit, grafit oksida dan rGO.

Dari **Gambar 4.1** dapat diketahui bahwa terdapat perbedaan posisi puncak pada sampel grafit, grafit oksida, dan rGO. Pada sampel grafit terdapat puncak (002) pada posisi  $2\theta =$  $26.53^{\circ}$  dengan nilai dari d<sub>spacing</sub> sebesar 3.36 Å dengan bentuk puncak yang tajam dan intensitas yang tinggi. Hasil XRD pada grafit tersebut menunjukkan bahwa sifat kristalinitas grafit sangat baik. Nilai intensitas XRD yang semakin tinggi menunjukkan kristalinitas yang semakin baik (Hye-Min Yoo, 2011). Setelah dilakukan proses oksidasi pada grafit maka grafit berubah menjadi grafit oksida. Puncak dari grafit oksida berbeda dengan grafit yaitu berubah menjadi puncak (001) pada posisi  $2\theta = 12.45^{\circ}$ dengan nilai d<sub>spacing</sub> yang lebih besar menjadi 7.33 Å dan intensitas yang lebih rendah.

Perubahan posisi puncak, nilai d<sub>spacing</sub> dan intensitas dipengaruhi oleh gugus-gugus fungsional oksigen yang diakibatkan oleh proses oksidasi pada material grafit. Hasil dari pengujian ini sesuai dengan yang dilakukan oleh Pei (2015), dimana gugus-gugus oksigen membentuk lapisan atom hidrofilik yang menjadikan grafit oksida mudah larut dalam air. Pada hasil XRD grafit oksida masih terdapat grafit pada posisi  $2\theta = 26.5^{\circ}$ . Untuk mendapatkan rGO maka diperlukan proses reduksi grafit oksida dengan metode hidrotermal. RGO mempunyai profil peak yang lebar pada posisi ~23-24°. Adapun hasil XRD dari rGO berada pada puncak (002) posisi  $2\theta = 26.6^{\circ}$  dengan nilai d<sub>spacing</sub> = 3.72 Å. Adapun nilai intesitasnya menurun dibandingkan dengan grafit dan grafit oksida.

Nilai *peak* dari grafit oksida dan rGO ini sudah sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Zhang, *et al* (2018).



Menurunya intensitas pada rGO terjadi karena jumlah layer rGO semakin berkurang dengan ditunjukkan oleh nilai d<sub>spacing</sub> yang menurun diakibatkan proses *chemical exfoliation* (pengelupasan kimia) dan struktur kristal rGO yang cenderung mempengaruhi struktur amorf.

oksida, dali 100				
No	Sampel	$d_{\text{spacing}}(\dot{A})$		
1	Grafit	3.36		
2	Grafit Oksida	7.33		
3	RGO	3.72		

**Tabel 4.1** Hasil perhitungan nilai dspacing dari sampel grafit, grafitoksida, dan rGO

Berdasarkan **Persamaan 3.1** diperoleh nilai d<sub>spacing</sub> pada **Tabel 4.1** dimana peningkatan d<sub>spacing</sub> (jarak antar layer) terlihat dari sampel grafit ke grafit oksida. Sudah dijelaskan sebelumnya bahwa hal ini disebabkan oleh gugus fungsional dari oksigen. Untuk nilai d<sub>spacing</sub> dari rGO mendekati nilai dari grafit. Hal ini dapat terjadi karena proses reduksi dari grafit oksida itu sendiri dimana reduksi tersebut menghilangkan gugus oksigen. Adapun hasil dari struktur rGO hanya berisi atom karbon sebagaimana grafit. Namun, nilai jarak antar layer dari rGO lebih besar dibandingkan grafit, hal ini mengindikasikan bahwa sedikit gugus fungsional yang tersisa.

Selanjutnya adalah **Gambar 4.2** yang menunjukkan perbedaan *peak* hasil uji XRD dari material ZnO, dan komposit ZnO/grapehene dengan penambahan rGO sebanyak 5%, 10%, dan 15%.





Gambar 4.2 Hasil uji XRD sampel ZnO dan Komposit ZnO/rGO 5%, ZnO/rGO 10%, ZnO/rGO 15%.



perbandingan ZnO Hasil dari dan komposit ZnO/grapehene hampir tidak memiliki perbedaan yang signifikan. Dapat dilihat pada gambar adanya peak ZnO yang berada pada 31.8°, 34.5°, 36.3°, 47.6°, 56.6°, 62.9°, 68.0° sesuai dengan puncak (100), (002), (101), (102), (110), (103), dan (112) yang menunjukkan bahwa struktur ZnO adalah hexagonal wurtzite sesuai dengan JCPDS card 36-1451. Pada grafik hasil uji XRD komposit adanya puncak *peak* dengan posisi  $2\theta = 25.6^{\circ}$  yang ditandai dengan tanda bintang mengindikasikan bahwa peak tersebut adalah peak dari rGO. Hal ini sesuai dengan penelitian Linyu Zhu et. al pada tahun 2018 yang mengatakan bahwa pada komposit ZnO/rGO akan terbentuk rGO pada posisi puncak peak  $2\theta = 25.6^{\circ}$ , dimana jumlah intensitas akan sangat kecil dan hampir tak terlihat.

**Tabel 4.2** Hasil perhitungan nilai ukuran kristal dari sampel ZnO, komposit ZnO/rGO 5%, komposit ZnO/rGO 10%, dan komposit ZnO/rGO 15%

No	Sampel	FWHM (rad)	2θ (°)	Ukuran kristalin (Å)
1	ZnO	0.2342	36.3	6.22
2	ZnO/rGO 5%	0.2396	36.3	6.10
3	ZnO/rGO 10%	0.2444	36.3	5.97
4	ZnO/rGO 15%	0.2448	36.3	5.95

Pada **Tabel 4.2** dapat dilihat ukuran kristalin pada ZnO dan komposit ZnO/rGO dengan penambahan rGO sebanyak 5%, 10% dan 15% dengan menggunakan rumus pada **Persamaan 3.2.** Untuk mengetahui ukuran kristal pada ZnO maka akan diambil *peak* tertinggi dari hasil pengujian XRD.

Adapun *peak* tertinggi berada pada puncak (101) dengan sudut  $2\theta = 36.3^{\circ}$ . Dari data diatas dapat diketahui bahwa ukuran kristal ZnO adalah 6.22 Å, kemudian ukuran kristal ZnO/rGO dengan penambahan 5%, 10% dan 15% berturut turut adalah 6.10



Å, 5.97 Å dan 5.95 Å .Dengan adanya penambahan rGO pada komposit ZnO/grapehene menyebabkan ukuran kristal ZnO menjadi lebih kecil. Sesuai dengan penelitian Labhane et. al. pada tahun 2016 yang mengatakan bahwa dengan semakin banyaknya rGO yang ditambahkan pada komposit ZnO/rGO maka ukuran kristal akan semakin kecil.

## 4.2 Hasil Pengujian Fourier Tranform Infrared (FTIR)

Pengujian *Fourier-Transform Infrared* (FTIR) dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk selama proses sintesa. Pengujian ini menggunakan mesin Nicolet IS10 dengan *range* panjang gelombang sebesar 500-4000 cm<sup>-1</sup>. Pengujian FTIR dilakukan terhadap grafit oksida, rGO, ZnO dan komposit ZnO/*grapehen*e dengan penambahan rGO 5%, 10%, dan 15%.



Gambar 4.3 Hasil uji FTIR grfit oksida dan rGO

Gambar 4.3 menunjukkan hasil uji FTIR dari sampel grafit oksida dan rGO. Dari gambar menunjukkan bahwa grafit

60



oksida memiliki ikatan O-H (*Alkoxy*)dengan panjang gelombang 3293 cm<sup>-1</sup>, kemudian adanya ikatan C-OH dan C-O dengan panjang gelombang 1324 cm<sup>-1</sup> dan 1003 cm<sup>-1</sup>, dan ada juga ikatan C=C (*Aromatic*) dengan panjang gelombang 1577 cm<sup>-1</sup>. Hal ini sesuai dengan penelitian Zhang *et al* pada tahun 2018. Proses reduksi grafit oksida menjadi rGO menghilangkan ikatan O-H yang nenunjukkan bahwa grafit oksida telah berhasil direduksi. Pada spektrum IR rGO dapat dilihat adanya ikatan C=C (*Aromatic*) dengan panjang gelombang 1675 cm<sup>-1</sup> yang mengindikasikan terbentuknya rGO. Pada spektrum IR rGO juga adanya ikatan C-OH dan C-O dengan panjang gelombang 1233 cm<sup>-1</sup> dan 1012 cm<sup>-1</sup> yang merupakan ikatan dari COOH.





Gambar 4.4 Hasil uji FTIR (a) ZnO, (b) ZnO/rGO 5%, (c) ZnO/rGO 10%, dan (d) ZnO/rGO 15%



Selanjutnya dilakukan pengujian FTIR pada komposit ZnO/rGO dan didapatkan spectrum IR seperti pada **Gambar 4.4.** Dari gambar diatas dapat dilihat adanya ikatan O-H (*Alkoxy*) dengan panjang gelombang 3654 cm<sup>-1</sup>, ikatan C=O dengan panjang gelombang 1730 cm<sup>-1</sup>, ikatan C-OH dengan panjang gelombang 1067 cm<sup>-1</sup>, ikatan C=C (*Aromatic*) dengan panjang gelombang 1565 cm<sup>-1</sup> dan ikatan Zn-O dengan panjang gelombang 480 cm<sup>-1</sup>.

Dari data diatas adanya ikatan C=C (*Aromatic*) dengan panjang gelombang 1565 cm<sup>-1</sup> mengindikasikan terbentuknya rGO dan adanya ikatan Zn-O dengan panjang gelombang 480 cm<sup>-1</sup> mengindikasikan terbentuknya ZnO. Hal ini sesuai dengan penelitian Zhang et. al. pada tahun 2018. Pada komposit masih didapatkan adanya ikatan O-H (*Alkoxy*) karena proses sintesis komposit dilakukan dengan proses hidrotermal sehingga adanya ikatan OH yang terbentuk.

63



#### 4.3 Hasil Pengujian Scanning Electron Microscope (SEM)-EDS

Pengujian *Scannning Electron Microscope* (SEM) dilakukan pada sampel grafit, grafit oksida, rGO, ZnO, komposit ZnO/rGO dengan variasi penambahan rGO 5%, 10% dan 15%. Alat yang digunakan dalam pengujian SEM yaitu INSPECT S50.





Gambar 4.5 Hasil pengujian SEM 10000x (a) grafit, (b) grafit oksida, (c) rGO

BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

64



Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui ukuran serta morfologi permukaan dari sampel-sampel tersebut. Pada **Gambar 4.5** ditunjukkan perbedaan permukaan morfologi dari sampel grafit, grafit oksida, dan rGO dengan perbesaran 10000x

Berdasarkan Gambar 4.5a terlihat bahwa grafit memiliki morfologi dengan bentuk *flakes*. Grafit memiliki partikel yang kecil dan tidak teratur. Setelah grafit mengalami oksidasi menjadi grafit oksida, maka morfologi yang terjadi menjadi lembaran-lembaran berlapis sehingga terlihat tebal seperti yang ditunjukkan Gambar 4.5b. Ketebalan dapat ditunjukkan dari gradasi warna yang terlihat. Kemudian grafit oksida mengalami reduksi menjadi rGO. Pada Gambar 4.5c terlihat lembaran-lembaran lebih tipis namun bertumpuk dari rGO yang terbentuk oleh pelupasan (*chemical exfoliation*) grafit oksida. Hal ini sesuai dengan penelitian Lita dkk pada tahun 2014.





**Gambar 4.6** Hasil pengujian SEM 10000x (a) ZnO, (b) ZnO/rGO 5%, (c) ZnO/rGO 10%, (d) ZnO/rGO 15%

**Gambar 4.6a** merupakan hasil pengujian SEM dari ZnO dapat dilihat ZnO memiliki morfologi seperti *road* yang memiliki panjang yang tidak beraturan, dan ketika ZnO dikompositkan dengan rGO terjadi perubahan morfologi terhadap ZnO, ZnO yang awalnya berbentuk seperti tabung (*rod*) berubah menjadi berbentuk jarum dengan ukuran tidak beraturan. Setelah dilakukan pengukuran ukuran rata-rata dari *rod* adalah sekitar 9,71 mikrometer gambarnya dapat dilihar pada **Gambar 4.7** Yang menunjukkan ukuran dari ZnO dengan perbesaran 5000x.





Gambar 4.7 Ukuran ZnO dengan perbesaran 5000x

Selanjutnya, dilakukan pengujian EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) untuk mengetahui kadar unsur-unsur yang berada pada sampel ZnO dan rGO. Hasil EDS untuk ZnO ditunjukkan oleh **Gambar 4.8.** 



BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

Tabel 4.3 Komposisi unsur penyusun ZnO				
Element Wt% At%				
OK	21.75	54.96		
Zn <i>K</i>	78.25	45.04		

Dari **Tabel 4.3** diatas, dapat diketahui bahwa ZnO yang telah berhasil disintesis tersusun atas unsur dominan Zink dan Oksigen. Dengan persentase atom Zink sebesar 45.04% dan atom Oksigen sebesar 54.96%. Perbandingan unsur atom zink dan oksigen seharusnya 1:1, namun data yang didapatkan setelah pengujian bahwa unsur oksigen lebih banyak hal ini dikarenakan adanya unsur oksigen dari udara pada pengujian.

Pada **Gambar 4.9** dapat dilihat hasil pengujian EDS dari sampel ZnO/rGO 5%.



Gambar 4.9 Hasil kurva EDS untuk ZnO/rGO 5%



Tabel 4.4 Komposisi unsur penyusun ZnO/rGO 5%				
Element Wt% At%				
CK	03.45	08.31		
OK	35.80	64.79		
Zn <i>K</i>	60.75	26.90		

Dari **Tabel 4.4** diatas, dapat diketahui bahwa ZnO/rGO telah berhasil disintesis tersusun atas unsur zink, oksigen dan karbon. Dengan persentase atom zink sebesar 26.90%, atom oksigen sebesar 64.79%, dan atok karbon adalah sebesar 8.31%. Perbandingan unsur zink dan oksigen seharusnya 1:1 namun pada pengujian didapatkan bahwa kandungan oksigen melebihi dari 50% hal ini disebabkan karena masih adanya unsur oksigen yang berikatan dengan karbon sesuai dengan hasil pengujian FTIR yang menunjukkan masih adanya ikatan C-O dan C=O.

Selanjutnya adalah hasil pengujian EDS sampel ZnO/rGO 10% yang ditunjukkan pada **Gambar 4.10** 



Gambar 4.10 Hasil kurva EDS untuk ZnO/rGO 10%



Tabel 4.5 Komposisi unsur penyusun ZnO/rGO 10%					
Element Wt% At%					
CK	03.38	10.23			
OK	31.81	59.36			
Zn <i>K</i>	64.81	30.41			

Dari **Tabel 4.5** diatas, dapat diketahui bahwa ZnO/rGO telah berhasil disintesis tersusun atas unsur zink, oksigen dan karbon. Dengan persentase atom zink sebesar 30.41%, atom oksigen sebesar 59.36%, dan atok karbon adalah sebesar 10.23%. Dari hasil dapat dilihat bahwa atom karbon yang terbentuk semakin banyak walaupun peningkatannya tidak signifikan. Data yang didapatkan menunjukkan bahwa perbandingan oksigen dan zink mendekati 2:1 hal ini dikarenakan masih banyaknya oksigen yang berikatan dengan karbon dimana hal ini sesuai dengan hasil FTIR yang menunjukkan adanya ikatan C-O pada sampel dan adanya oksigen dari udara yang terkontamnasi pada saat pengujian.



BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN



Tabel 4.6 Komposisi unsur penyusun ZnO/rGO 15%					
Element	Element Wt% At%				
CK	06.99	15.11			
OK	22.06	49.25			
Zn <i>K</i>	70.95	35.63			

Dari **Tabel 4.6** diatas, dapat diketahui bahwa ZnO/rGO telah berhasil disintesis tersusun atas unsur zink, oksigen dan karbon. Dengan persentase atom zink sebesar 35.63%, atom oksigen sebesar 49.25%, dan atok karbon adalah sebesar 15.11%. Dari hasil dapat dilihat bahwa atom karbon yang terbentuk semakin banyak karena jumlah persen rGO yang ditambahkan semakin banyak pula. Dari data juga terlihat bahwa unsur oksigen masil lebih banyak hal ini karena masih adanya unsur oksigen yang berikatan dengan karbon hal ini sesuai dengan hasil pengujian FTIR yang menunjukkan masih adanya ikatan C-O dan C=O pada komposit ZnO/rGO.

### 4.5 Hasil Pengujian UV Vis

Pengujian UV Vis dilakukan untuk mengetahui panjang gelombang dari sampel *Rhodamine B* dan hasil dari pengujian fotokatalitik. *Range* panjang gelombang yang dipakai pada pengujian ini adalah 400-800 nm.



Gambar 4.12 Hasil uji UV Vis Rhodamine B

Pada **Gambar 4.12** merupakan hasil uji UV Vis dari *Rhodamine B* dengan konsentrasi 12 ppm. Panjang gelombang maksimum dari *Rhodamine B* adalah 554 nm dan nilai absorbansinya adalah 0.247. Panjang gelombang maksimum dari *Rhodamine B* berada pada *range* sinar tampak yaitu sekitar 400-700 nm.

Panjang gelombang maksimum dari larutan *Rhodamine B* yang diperoleh akan digunakan dalam pengukuran absorban larutan *Rhodamine B* untuk pembuatan kurva kalibrasi dan penentuan absorbans hasil degradasi.

No	Konsentrasi (ppm)	Nilai Absorbansi
1	2	0.04
2	4	0.097
3	6	0.119
4	8	0.18
5	10	0.221
6	12	0.247

Tabel 4.7 Nilai Absorbansi Larutan Standar Rhodamine B

BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN



Kurva kalibrasi dibuat dengan deret larutan standar 2, 4, 6, 8, 10 dan 12 ppm. Besar nilai absorbansi yang didapat ditunjukkan pada **Tabel 4.7** sehingga didapatkan persamaan regresi linear y = 0,02097x + 0,004533 dengan koefisien korelasi  $R^2 = 0,9864$ , dimana y adalah nilai absorbansi dan x adalah besar konsentrasi (ppm). Nilai  $R^2$  mendekati satu menunjukkan bahwa hubungan linear antara konsentrasi dan absorbans. Berdasarkan persamaan tersebut, konsentrasi larutan *Rhodamine B* dapat dihitung dengan memasukkan nilai absorbansnya. Kurva regresi linear dapat dilihat pada **Gambar 4.12**.



Gambar 4.13 Kurva regresi linear

### 4.6 Hasil Pengujian Fotokatalitik

Proses fotokatalisis merupakan salah satu proses degradasi yang menggunakan katalis dan bantuan foton. Degradasi *Rhodamine B* dilakukan dengan empat variasi penambahan, yaitu dengan katalis ZnO, katalis ZnO dengan penambahan 5% rGO, ZnO dengan penambahan 10% dan ZnO

dengan penambahan 15% rGO. Waktu iradiasi yang dilakukan adalah 5 jam dengan pengambilan sampel per 1 jam dengan bantuan sinar UV dari lampu LED 20 Watt. Data hasil degradasi *Rhodamine B* dapat dilihat pada **Tabel 4.8** 

No	Sampel	Nilai Absorbansi				
		Lama Penyinaran (jam)				
		1	2	3	4	5
1	ZnO	0.212	0.167	0.120	0.116	0.109
2	ZnO/	0.193	0.147	0.072	0.059	0.051
	rGO 5%					
3	ZnO/	0.173	0.121	0.056	0.043	0.035
	rGO 10%					
4	ZnO/	0.153	0.084	0.029	0.023	0.019
	rGO 15%					

**Tabel 4.8** Nilai Absorbansi Larutan Rhodamine B setelahdegradasi

Dari **Tabel 4.8** Dapat dilihat data yang didapatkan setelah dilakukan penyinaran selama 5 jam. Sampel larutan diambil tiap 1 jam kemudian dilakukan pengujian UV Vis, sehingga didapatkan data seperti tabel diatas. Profil degradasi *Rhodamine B* secara fotokatalisis dapat dilihat pada **Gambar 4.14** 

74



**Gambar 4.14** Grafik hubungan waktu iradiasi dan variasi massa rGO terhadap nilai absorbansi *Rhodamine B* secara fotokatalisis

**Gambar 4.14** menunjukkan bahwa degradasi *Rhodamine B* meningkat seiring dengan lamanya waktu penyinaran yang diberikan. Hal ini dapat dilihat dari gambar diatas dengan lamanya penyinaran makan nilai absorbansi dari larutan semakin kecil. Degradasi dengan katalis ZnO pada 3 jam pertama penurunan nilai absorbansi sangat pesat yaitu dari 0,247 menjadi 0,120 dan pada 2 jam berikutnya penurunannya hanya sedikit yaitu 0,109.

Degradasi dengan katalis ZnO/rGO 5% menunjukkan penurunan nilai absorbansi yang lebih signifikan dari katalis ZnO. Penyinaran pada 3 jam pertama terjadi penurunan nilai absorbansi dari 0.247 menjadi 0,072, dan 2 jam berikutnya penurunan yang nilai absorbansinya menjadi 0,051.

Degradasi dengan katalis ZnO/rGO 10% menunjukkan penurunan nilai absorbansi yang lebih signifikan dari katalis ZnO



dan ZnO/rGO 5%. Penyinaran selama 3 jam pertama terjadi penurunan nilai absorbansi dari 0,247 menjadi 0,056, dan pada 2 jam berikutnya penurunannya hanya sedikit yaitu menjadi 0,035.

Degradasi dengan katalis ZnO/rGO 15% menunjukkan penurunan nilai absorbansi yang lebih signifikan dari katalis ZnO, ZnO/rGO 5% dan ZnO/rGO 10%. Penyinaran selama 3 jam pertama terjadi penurunan nilai absorbansi dari 0,247 menjadi 0,029, dan pada 2 jam berikutnya penurunannya hanya sedikit yaitu menjadi 0,019.



**Gambar 4.15** Grafik hubungan antara waktu iradiasi dan variasi massa rGO terhadap konsentrasi pada degradasi *Rhodamine B* 

Gambar 4.15 menunjukkan grafik hubungan antara waktu iradiasi dengan nilai konsentrasi *Rhodamine B* setelah proses fotokatalitik. Dari gambar dapat kita lihat bahwa semakin lamanya waktu penyinaran yang diberikan maka konsetrasi dari *Rhodamine B* akan semakin kecil. Besar konsentrasi (ppm) didapatkan dari persamaan regresi linear yang telah didapatkan.



Besar konsentrasi *rhodamine b* dalam waktu iradiasi 5 jam dengan katalis ZnO dengan pengambilan sampel tiap 1 jam adalah sebagai berikut 9,92; 7,77; 5,52; 5,33 dan 4,99 ppm.

Besar konsentrasi *rhodamine b* dalam waktu iradiasi 5 jam dengan katalis ZnO/rGO 5% adalah sebagai berikut 9,01 ; 6,81 ; 3,22 ; 2,60 dan 2,22. Besar konsentrasi *rhodamine b* dengan katalis ZnO/rGO 10% dalam waktu iradiasi 5 jam adalah 8,06 ; 5,57 ; 2,46 ; 1,84 dan 1,45. Besar konsentrasi *rhodamine b* setelah degradasi dengan katalis ZnO/rGO 15% dalam waktu 5 jam adalah sebagai berikut 7,10 ; 3,80 ; 1,17 ; 0,088 dan 0,069.



**Gambar 4.16** Grafik hubungan waktu iradiasi dengan variasi massa rGO terhadap persentase degradasi pada degradasi *Rhodamine B* 

Gambar 4.16 menunjukkan hubungan antara persentase degradasi dan waktu iradiasi. Besar persentade didapatkan dengan melakukan perhitungan dari **persamaan 3.11.** Dari data ini



didapatkan persentase degradasi dengan waktu iradiasi 5 jam dengan menggunkan katalis ZnO adalah sebesar 58,41%. Persen degradasi *Rhodamine B* yang diperoleh dengan menggunakan katalis ZnO/rGO 5% dalam waktu iradiasi 5 jam adalah sebesar 81,5%.

Persen deradasi *Rhodamine B* dengan katalis ZnO/rGO 10% dalam waktu iradiasi 5 jam adalah 87,91%. Persen degradasi *rhoadamine b* dengan menggunkan katalis ZnO/rGO 15% dalam waktu iradiasi 5 jam adalah 94,25%.

Dari data-data diatas dapat disimpulkan bahwa katalis dengan penambahan rGO 15% memiliki pengaruh yang sangat besar dalam proses degradasi *rhodamine b*, dan memiliki persen degradasi yang paling tinggi yaitu sebesar 94,25%.

Hal ini terjadi karena dengan penambahan rGO maka luas permuakaan aktif dari katalis akan semakin besar karena rGO memiliki luas permuakaan aktif yang besar (2600 m<sup>2</sup>/g) dimana pada proses fotokatalitik ketika cahaya menyinari katalis maka electron yang berada pada pita valensi akan tereksitasi dan akan menghasilkan hole Hole akan memecah air membentuk suatu hidroksil radikal (OH\*). Hidroksi radikal tersebut kemudian akan bereaksi dengan Rhodamine B dan memecah senyawa organik tersebut menjadi senyawa intermediet lain yang akan mengalami reaksi lebih lanjut. Elektron yang tereksitasi akan bereaksi dengan oksigen untuk membentuk spesi anion super oksida. Anion super oksida akan bereaksi dengan senyawa hasil pemecah molekul organik membentuk produk, dengan adanya penembahan rGO maka luas permukaan aktif akan semakin besar sehinga electron yang tereksitasi akan menuju pada permukaaan rGO dimana electron tersebut akan bereaksi dengan oksigen dan membentuk superanion oksida seperti pada gambar 27. Siklus ini akan berlangsung secara berulang sampai rhodamine b selesai terdegradasi (Zhang et. al. 2014).

Zhang *et al* pada tahun 2014 menyatakan bahwa dengan adanya penambahan rGO pada komposit ZnO maka ukuran kristal akan semakin kecil dan ini menyebabkan peningkatan luas



permukaan aktif untuk absorbsi molekul substrat sehingga efisiensi degradasi akan semakin meningkat. Dan dengan adanya rGO maka band gap pada katalis akan semakin kecil dan mempengaruhi mobilitas ektron yang semakin cepat sehingga proses fotokatalitik yang terjadi semakin cepat pula.

Zhu et al pada tahun 2018 juga melakukan penelitian tentang ZnO/rGO dengan prekursor zinc acetate dehydrate  $(Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O)$  untuk degradasi *Rhodamine B*, pada penelitian tersebut didapatkan bahwa penambahan 15% rGO menunjukkan hasil yang paling maksimum dengan persen degradasi mencapai 98,5% dan penyinaran selama 35 menit namun sumber cahaya yang dipakai untuk iradiasi adalah lampu 300 Watt sehingga apabial dihitung maka energi yang dipakai pada saat pengujian fotokatalitik adalah 10500 Joule. Pada penelitian ini lampu yang digunakan adalah lampu 20 Watt dengan penyinaran selama 5 jam (300 menit), dan energi yang dipakai adalah 6000 Joule sehingga dapat dinyatakan bahwa membutuhkan energi yang lebih panelitian ini sedikit dibandingkan dengan penelitian Zhu et al.

## 4.4 Hasil Pengujian Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS)

Pengujian GC-MS dilakukan untuk mengetahui senyawasenyawa yang terkandung pada larutan *Rhodamine B* setelah terdegradasi. Larutan yang diuji adalah larutan setelah penyinaran selama 5 jam. Berikut adalah hasil dari pengujian GC-MS,

		5	
No	Nama	Rumus Kimia	Area (%)
1	Ethanol	$C_2H_6O$	29.87
2	Methanol	CH <sub>3</sub> OH	27.21
3	Methanol	CH <sub>3</sub> OH	40.82
4	Undecanol	$C_{11}H_{24}O$	0.1
5	Oxalic acid	$C_2H_2O_4$	0.5
6	Tetracosahexaene	$C_{24}H_{38}$	0.73

Tabel 4.9 Hasil uji GC-MS



	Departemen Teknik N	Talefial F11-115	
7	Dodecenyl succinic anhydride	C <sub>16</sub> H <sub>26</sub> O <sub>3</sub>	0.11
8	Benzenedicarboxylic acid	$C_{24}H_{38}O_4$	0.27
9	Octadecenamide	C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> ON	0.17
10	Dodecyldisulfanyl	$C_{16}H_{26}O_3$	0.23

80

**Tabel 4.9** menunjukkan hasil pengujian dari GC-MS. Pada pengujian larutan yang dipakai adalah larutan Rhodamine B yang dilarutkan dalam etanol. Pada hasil pengujian terdapat metanol dimana metanol adalah larutan yang ditambahkan pada preparasi sampel saat pengujian karena metanol lebih mudah menguap sehingga pengujian dapat dilakukan. Dari tabel diatas dapat dilihat bahwa senyawa-senyawa tersebut merupakn senyawa organic dan tidak bersifat beracun. *Rhodamine B* mengandung unsur yang berbahaya yaitu unsur Cl dan setelah dilakukan proses fotokatalitik rhodamine B mengalami degradasi dan menghasilkan senyawa senyawa seperti pada **Tabel 4.9**, sehingga dapat disimpulkan bahwa setelah larutan *Rhodamine B* didegradasi akan menghasilkan senyawa yang tidak beracun dan ramah lingkungan.

#### BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

#### **5.1 KESIMPULAN**

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan bahwa :

Katalis ZnO/rGO telah berhasil disintesis dengan dibuktikan dari pengujian XRD yang menunjukkan adanya puncak pada sudut  $2\theta$  26,6<sup>0</sup> yang mengindikasikan *peak* rGO, dan tiga *peak* tertinggi yaitu 31,8<sup>0</sup>; 35,5<sup>0</sup> dan 36,6<sup>0</sup> yang menunjukkan *peak* dari ZnO.

Dari penelitian didapatkan bahwa persen degradasi setalah penyinaran selama 5 jam dengan katalis ZnO, ZnO/rGO 5%, ZnO.rGO 10% dan ZnO/grapehen 15% berturut-turut adalah 58,41% ; 81,5% ; 87,91 dan 94,25%. Maka ZnO dengan penambahan rGO 15% memiliki persen degradasi yang paling tinggi.

#### 5.2 SARAN

Beberapa saran yang perlu diperhatikan untuk penelitian berikutnya adalah :

- 1. Melakukan pengujian lain seperti luas permukaan spesifik dengan BET (Bruner Emmet Teller) untuk mengetahui luas permukaan katalis setelah dan sebelum penambahan rGO.
- 2. Saat mensintesis grafit oksida diharapkan dicuci sampai pH netral agar hasil yang didapatkan lebih baik.
- 3. Dapat dilakukan penelitian lain dengan variasi atau parameter lain.



( halaman ini sengaja dikosongkan )

#### DAFTAR PUSTAKA

- Arief, S., Safni, Roza, P., 2007, Degradasi Senyawa Rhodamin B Secara Sonolisis dengan Penambahan TiO2 Hasil Sintesa Melalui Proses Sol-Gel, Jurnal Riset Kimia, Vol.1, No.1, 64-70, Padang.
- Barka, N., Qourza, S., Assabbane, A., Nounah, A., Ait-Ichou, Y., 2008, Factors Influencing the Photocatalytic Degradation of Rhodamine B by TiO2-Coated Non-Woven Paper, Journal of Photochemistry and Photobiology A : Chemistry, No. 195, 346-351, Maroc.
- Baruah, S. and Dutta, J. (2009). "Hydrothermal growth of ZnO nanostructures" (free download pdf). Sci. Technol. Adv. Mater. 10: 013001. doi:10.1088/1468-6996/10/1/013001.
- Basu, S., P. Bhattacharyya. 2012. "Recent developments on rGO and rGO oxide based solid state gas sensors". Sensors and Actuators B 173: 1-21.
- Bednarek, Paulina. 2005. Ceramic Materials Forming Methods and Properties of Final Elements. Division of Inorganic Technology and Ceramics. Warsaw University of Technology
- C. Zhang, J. Zhang, Y. Su, M. Xu, Z. Yang, Y. Zhang, ZnO nanowire/reduced graphene oxide nanocomposites for significantly enhanced photocatalytic degradation for Rhodamine 6G, Physica E 56 (2014) 251–255.
- Choi, H. J., Jung, S. M., Seo, J. M., Chang, D. W., Dai, L., & Baek, J. B. 2012. "RGO for energy conversion and storage in fuel cells and supercapacitors". Nano Energy, 1(4), 534-551.
- Dreyer, D. R., Park, S., Bielawski, C. W., & Ruoff, R. S. 2010. "The chemistry of rGO oxide". Chemical Society Reviews, 39(1), 228-240.
- Elaziouti, Laouedj, N., & 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), 2157-7048.

- Fowlis, Ian A.,1998. Gas Chromatography Analytical Chemistry by Open Learning. John Wiley & Sons Ltd: Chichester.
- Hutabarat, R. 2012. Sintesis dan Karakteristik Fotokatalis Fe<sup>2+</sup>-ZnO Berbasis Zeolit Alam. *Skripsi*. Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Depok.
- J.C. Meyer, A.K. Geim, M.I. Katsnelson, K.S. Novoselov, T.J. Booth, S. Roth, **The structure of suspended rGO sheets**, Nature 446 (2007) 60–63.
- J. Shen, M. Shi, N. Li, B. Yan, H. Ma, Y. Hu, M. Ye, Facile synthesis and application of Ag-chemically converted rGO nanocomposite, Nano Res. 3 (2010) 339–349.
- J. Zhao, W. Ren, H.M. Cheng, **RGO sponge for efficient and** repeatable adsorption and desorption of water contaminations, J. Mater. Chem. 22 (2012) 20197–20202.
- Kansal, S.K., Singh, M., & Sud, D. 2006. Studies on Phtodegradation of Two Commercial Dyes in Aqueous Phase Using Different Photocatalyst. *Elsevier*.
- Khai, K., & Murali, R. (2013). "Single step, complementary doping of rGO". Applied Physics Letters, 96(6), 063104.
- Manurung, R., Hasibuan, R., Irvan, 2004, Perombakan Zat Warna Azo Reaktif secara Anaerob-Aerob, Medan.
- Merck, 2000, *The Merck Index on CD-Room Version 12:3*, Merck & Co. Inc., USA.
- Novoselov, K.S., A.K., Geim, S.V., Morozov, D., Jiang, M.I., Katsnelson, I.V., Grigorieva1, S.V., Dubonos, dan A.A., Firsov. 2005. "Two-dimensional gas of massless Dirac fermions in rGO". Nature 438: 197–200.
- Otmer-Kirk, 1994, *Encyclopedia of Chemical Technology*, Vol 20, 14<sup>th</sup> edition, John Wiley and Sons, Inc., USA.
- Özgür, Ü.; Alivov, Ya. I.; Liu, C.; Teke, A.; Reshchikov, M. A.; Doğan, S.; Avrutin, V.; Cho, S.-J. *et al.* (2005). "A comprehensive review of ZnO materials and devices".

Journal of Applied Physics 98: 041301. doi:10.1063/1.1992666

- P. Lazar, F. Karlický, P. Jurečka, M. Kocman, E. Otyepková, K. Šafářová, M. Otyepka, Adsorption of small organic molecules on rGO, J. Am. Chem. Soc. 135 (2013) 6372– 6377.
- Palupi, E. 2006. Degradasi Methylene Blue dengan Metoda Fotokatalis dan Fotoelektrokatalisis menggunakan Film TiO<sub>2</sub>. *Skripsi*. Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Pavia, Donald L., Gary M. Lampman, George S. Kritz, Randall G. Engel (2006). *Introduction to Organic Laboratory Techniques (4th Ed.)*. Thomson Brooks/Cole. pp. 797– 817.
- Rossler, U., ed (1999). Landolt-Bornstein, New Series, Group III. Vol. 17B, 22, 41B. Springer, Heidelberg.
- Sakthivel, S., Neppolian, B., Shankar, V., Arabindoo, B., Palanichamy, M., & Murugesen, V. 2003. Solar Photocatalytic Degradation of Azo Dye Comparison of Photocatalytic Efficiency of ZnO and TiO<sub>2</sub>. Sol. Energy Mater. Sol. C, 77, 65-82
- Singh, V., Joung, D., Zhai, L., Das, S., Khondaker, S. I., & Seal, S. 2011. "RGO based materials: past, present and future". Progress in materials science, 56(8), 1178-1271.
- Skoog, Douglas A., Donald M. West, F. James Holler. 1991. Fundamental of Analytical Chemistry. Seventh Edition. New York: Saunders College Publishing.
- Sopyan, I., 1998, **Fotokatalisis Semikonduktor : Teori dan Terapan**, *Majalah BPTT Teknologi*, Volume LXXXVII, Jakarta.
- Suwarsa, S. 1998. Penyerapan Zat Warna Tekstil BR Red HE 7B Oleh Jerami Padi, Majalah JMS, 3 (1)32-40.
- Tien, H. N., Lee, T. K., Kong, B. S., Chung, J. S., Kim, E. J., & Hur, S. H. 2012. "Enhanced solvothermal reduction of rGO oxide in a mixed solution of sulfuric acid and

**organic solvent''**. Chemical engineering journal, 211, 97-103.

- W. Cai, Y. Zhu, X. Li, R.D. Piner, Large area few-layer rGO/graphite films as transparent thin conducting electrodes, Appl. Phys. Lett. 95 (2009) (123115- 123115-3).
- Warner, M., Botello-Méndez, A. R., Campos-Delgado, J., López-Urías, F., Vega-Cantú, Y. I., Rodríguez-Macías, F. J. & Terrones, H. 2006. "RGO And Grafit Nanoribbons: Morphology, Properties, Synthesis, Defects And Applications". Nano Today, 5(4), 351-372
- Witjaksono, Ary.(2011). **"Karakterisasi Nanokristalin ZnO** Hasil Presipitasi dengan Perlakuan Pengeringan, Anil dan Pasca-Hidrotermal". Universitas Indonesia: Jakarta
- Wu, Z., Liu, X., & Yin, Y. 2017. "Highly nitrogen-doped rGO anchored with Co3O4 nanoparticles as supercapacitor electrode with enhanced electrochemical performance". Synthetic Metals, 223, 145-152.
- Zhang, X. W., Yang, G. W. 2009. "Novel Band Structures and Transport Properties from RGO Nanoribbons with Armchair Edges". J. Phys, Chem. C 113, 4662–4668.
- Zhou, Yong. Qiaoliang Bao. Lena Ai Ling Tang. Yulin Zhong. Kian Ping Loh (2009). —Hydrothermal Dehydration For The Green Reduction Of Exfoliated RGO Oxide To RGO And Demonstration Of Tunable Optical Limiting Properties. Department Of Chemistry, National University Of Singapore (NUS). Singapore.
# LAMPIRAN

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





Pos.	Height	FWHM Left	d-spacing	Rel. Int.
[°2Th.]	[cts]	[°2Th.]	[Å]	[%]
9.0838	77.16	0.2676	9.73552	0.22
12.5894	180.00	0.1673	7.03139	0.52
17.9721	100.40	0.1004	4.93576	0.29
19.1068	51.50	0.2342	4.64512	0.15
20.0945	61.52	0.1673	4.41899	0.18
21.0209	232.95	0.2342	4.22628	0.68
24.0743	106.33	0.1673	3.69672	0.31
24.9717	150.99	0.2007	3.56587	0.44
25.3141	278.96	0.0502	3.51841	0.81
26.6309	31574.51	0.1171	3.34735	91.87
26.7662	34368.09	0.1338	3.33075	100.00
28.0879	292.04	0.2342	3.17694	0.85
30.0739	126.57	0.3346	2.97152	0.37
31.3646	93.49	0.2676	2.85212	0.27
32.2368	56.69	0.3346	2.77692	0.16
35.2381	96.87	0.1673	2.54698	0.28

36.7223	116.57	0.2007	2.44737	0.34
37.9626	33.66	0.4684	2.37022	0.10
39.5586	71.19	0.1673	2.27820	0.21
40.5027	35.46	0.2676	2.22725	0.10
42.6817	113.63	0.1673	2.11845	0.33
43.6304	27.74	0.4015	2.07456	0.08
44.7815	133.58	0.2342	2.02388	0.39
45.5535	168.62	0.1004	1.99136	0.49
50.2162	153.07	0.1338	1.81684	0.45
53.0757	24.26	0.4015	1.72551	0.07
54.7517	2102.44	0.1428	1.67520	6.12
54.8880	1806.72	0.1224	1.67551	5.26
60.0249	162.41	0.2448	1.54002	0.47
64.0796	23.42	0.6528	1.45200	0.07
68.3654	97.13	0.3264	1.37104	0.28
69.5825	33.66	0.4896	1.35001	0.10
73.7582	10.67	0.9792	1.28356	0.03
75.8126	30.99	0.4896	1.25380	0.09
77.7749	56.82	0.3264	1.22700	0.17
80.0747	37.39	0.4080	1.19744	0.11
81.5215	34.14	0.6528	1.17981	0.10
83.7547	63.29	0.4896	1.15394	0.18
85.5896	31.95	0.8160	1.13384	0.09
87.1049	276.31	0.1428	1.11797	0.80
87.4384	150.33	0.1224	1.11733	0.44

b. Grafit Oksida Main Graphics, Analyze View



Pos.	Height	FWHM Left	d-spacing [Å]	Rel. Int.
[°2Th.]	[cts]	[°2Th.]		[%]
12.4582	343.10	0.1338	7.10515	92.59
17.8014	67.12	0.1673	4.98271	5.63
20.9656	111.55	0.0836	4.23731	4.00
24.9900	135.17	0.0669	3.56331	6.45
26.7299	531.19	0.0836	3.33518	26.50
27.8930	26.08	0.5353	3.19870	4.91
29.8724	18.74	0.4015	2.99111	3.53
36.6188	35.60	0.1004	2.45406	6.70
37.7541	13.61	0.4015	2.38283	2.56
39.5409	25.44	0.2007	2.27917	4.79
40.3685	18.64	0.2007	2.23434	3.51
42.4777	42.94	0.2007	2.12815	8.08
45.4519	145.67	0.2007	1.99557	5.42
50.1709	57.13	0.2007	1.81838	7.76
55.2247	9.47	0.8029	1.66334	1.78
60.0227	34.75	0.1004	1.54135	6.54

64.1353	13.14	0.2007	1.45208	2.47
67.7649	28.11	0.1338	1.38287	5.29
68.3096	27.94	0.2676	1.37316	5.26

c. rGO Main Graphics, Analyze View



Pos.	Height	FWHM Left	d-spacing	Rel. Int.
[°2Th.]	[cts]	[°2Th.]	[Å]	[%]
6.3343	24.36	0.4015	13.95375	4.82
8.8294	65.45	0.3346	10.01541	12.95
12.3780	30.91	0.4015	7.15096	6.11
19.8916	51.46	0.3346	4.46359	10.18
20.8750	117.61	0.2342	4.25549	23.27
25.5410	56.44	0.5353	3.48768	11.17
26.6183	505.51	0.2676	3.34891	100.00
27.8650	62.44	0.2007	3.20185	12.35
29.9554	28.54	0.5353	2.98301	5.65
31.2748	27.20	0.2007	2.86011	5.38
35.0288	54.00	0.2676	2.56172	10.68
36.6563	51.12	0.2342	2.45163	10.11
37.6784	13.59	0.4015	2.38744	2.69
39.4880	23.24	0.2007	2.28211	4.60
42.5393	53.68	0.1338	2.12521	10.62
50.2029	48.23	0.2007	1.81729	9.54

60.0227	74.92	0.0612	1.54007	14.82
61.8456	14.56	0.3346	1.50022	2.88
67.9014	21.34	0.8029	1.38042	4.22
70.0122	4.77	0.9368	1.34388	0.94



### d. ZnO Main Graphics, Analyze View

Pos.	Height	FWHM Left	d-spacing	Rel. Int.
[°2Th.]	[cts]	[°2Th.]	[Å]	[%]
31.8111	1376.71	0.1840	2.81310	52.54
34.4535	1071.63	0.0816	2.60101	40.90
34.5479	1175.16	0.0502	2.59627	44.85
36.3303	2620.13	0.2342	2.47288	100.00
42.7944	23.62	0.4015	2.11313	0.90
47.6311	606.30	0.1506	1.90923	23.14
56.6353	916.85	0.0836	1.62522	34.99
62.9722	708.99	0.1506	1.47607	27.06
66.4499	106.29	0.3346	1.40701	4.06
68.0078	577.55	0.2342	1.37852	22.04
69.1179	297.90	0.1673	1.35907	11.37
72.7002	62.34	0.2676	1.30068	2.38
76.9847	107.63	0.1338	1.23863	4.11
81.4508	44.87	0.2676	1.18163	1.71
89.6527	160.58	0.1673	1.09359	6.13



Pos.	Height	FWHM Left	d-spacing [Å]	Rel. Int.
[°2Th.]	[cts]	[°2Th.]		[%]
25.6461	60.28	0.3124	3.45619	3.96
31.8805	1674.48	0.1338	2.80713	57.06
34.5221	1329.36	0.1020	2.59600	45.30
34.6242	1244.82	0.0816	2.59501	42.42
36.3675	2934.67	0.2396	2.46839	100.00
43.7334	48.51	0.3264	2.06820	1.65
47.6409	556.18	0.1224	1.90728	18.95
56.6752	840.38	0.1224	1.62282	28.64
62.9394	598.85	0.2856	1.47553	20.41
66.4198	100.23	0.4896	1.40640	3.42
68.0150	501.53	0.3672	1.37725	17.09
69.1746	234.40	0.4080	1.35697	7.99
72.6975	36.62	0.4896	1.29965	1.25
75.6781	21.49	0.5712	1.25569	0.73
77.1549	57.79	0.4080	1.23530	1.97
81.6126	34.51	0.4896	1.17872	1.18



e. ZnO/rGO 10% Main Graphics, Analyze View

Pos.	Height	FWHM Left	d-spacing	Rel. Int.
[°2Th.]	[cts]	[°2Th.]	[Å]	[%]
25.6461	62.28	0.3346	3.44719	4.12
31.8805	1674.48	0.1359	2.80713	57.06
34.5221	1329.36	0.1020	2.59600	45.30
34.6242	1244.82	0.0816	2.59501	42.42
36.3675	2934.67	0.2444	2.46839	100.00
43.7334	48.51	0.3264	2.06820	1.65
47.6409	556.18	0.1224	1.90728	18.95
56.6752	840.38	0.1224	1.62282	28.64
62.9394	598.85	0.2856	1.47553	20.41
66.4198	100.23	0.4896	1.40640	3.42
68.0150	501.53	0.3672	1.37725	17.09
69.1746	234.40	0.4080	1.35697	7.99
72.6975	36.62	0.4896	1.29965	1.25
75.6781	21.49	0.5712	1.25569	0.73
77.1549	57.79	0.4080	1.23530	1.97
81.6126	34.51	0.4896	1.17872	1.18

# f. ZnO/rGO 15% Main Graphics, Analyze View



Peak List

Pos.	Height	FWHM Left	d-spacing	Rel. Int.
[°2Th.]	[cts]	[°2Th.]	[Å]	[%]
25.6461	67.68	0.3862	3.83559	6.12
31.8805	1674.48	0.1331	2.80713	57.06
34.5221	1329.36	0.1121	2.59600	45.30
34.6242	1244.82	0.0816	2.59501	42.42
36.3675	2934.67	0.2448	2.46839	100.00
43.7334	48.51	0.3264	2.06820	1.65
47.6409	556.18	0.1224	1.90728	18.95
56.6752	840.38	0.1224	1.62282	28.64
62.9394	598.85	0.2856	1.47553	20.41
66.4198	100.23	0.4896	1.40640	3.42
68.0150	501.53	0.3672	1.37725	17.09
69.1746	234.40	0.4080	1.35697	7.99
72.6975	36.62	0.4896	1.29965	1.25
75.6781	21.49	0.5712	1.25569	0.73
77.1549	57.79	0.4080	1.23530	1.97
81.6126	34.51	0.4896	1.17872	1.18

### xxxiii







xxxiv











xxxvi

# III. Perhitungan Regresi Linear.

$$y = a + bx$$

$$a = \frac{(\sum Y_i)(\sum X_i^2) - (\sum X_i)(\sum X_iY_i)}{n\sum X_i^2 - (\sum X_i)^2}$$

$$b = \frac{n\sum X_iY_i - (\sum X_i)(\sum Y_i)}{n\sum X_i - (\sum X_i)^2}$$

Х	у	ху	x <sup>2</sup>	$y^2$
2	0.04	0.08	4	0.0016
4	0.097	0.388	16	0.009409
6	0.119	0.714	36	0.014161
8	0.18	1.44	64	0.0324
10	0.221	2.21	100	0.048841
12	0.247	2.964	144	0.061009
$\Sigma = 42$	0.904	7.796	364	0.16742

a = 0,004533

b = 0,02097

- y = 0,02097x + 0,004533
- $R^2 = 0,9864$

#### IV. Pengujian UV Vis ZnO iradiasi 1 jam 2.0 1.5 -Abs 1.0 0.5 0.0 400 500 600 700 800 Wavenumber (cm<sup>-1</sup>) ZnO iradiasi 2 jam 2.0 1.5 Abs 1.0 0.5 0.0 500 600 700 800 400 Wavenumber (cm-1) 2.5 ZnO iradiasi 3 jam 2.0 1.5 Abs 1.0 0.5 0.0 500 600 700 800 400 Wavenumber (cm-1) xxxviii











#### xliii





### **BIODATA PENULIS**



Penulis bernama Renaldi Morgantua Situmorang, dilahirkan di Tiga Balata, 12 November 1996 dari pasangan B. Situmorang dan M. Marpaung. Penulis tinggal di il. Bawang 25 Tiga Balata no. Kecamatan Jorlang Hataran Kabupaten Simalungun Sumatra Utara. Penulis merupakan anak ketiga dari lima bersaudara. Penulis pernah menempuh pendidikan formal di SDN Plus Tiga Balata (2002-2008),SMP Sw RK **BINTANG TIMUR Pematangsiantar** 

(2008-2011), SMA N 2 Balige (Asrama Yayasan Soposurung) (2011-2014). Penulis merupakan mahasiswa aktif Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS tahun masuk 2014.

Selama menjalankan pendidikan di kampus ITS, penulis berpartisipasi aktif dalam organisasi MBP (Mahasiswa Bona Pasogit) ITS sebagai wakil ketua dan HMMT (Himpunan Mahasiswa Teknik Material dan Metalurgi) sebagai staf BSO Minat Bakat.

Semasa kuliah penulis juga melakukan kerja praktik di PT. ANTAM (Tbk) UBPP Logam Mulia, Jakarta. Sebagai penutup, penulis di bawah bimbingan dosen Diah Susanti, S.T., M.T, Ph.D., telah menyelesaikan Tugas Akhir dengan Judul "Analisis Pengaruh Penambahan RGO terhadap Sifat Fotokatalitik dari Komposit ZnO/RGO dengan Metode Reduksi Grafit Oksida dan Zink Nitrate untuk Degradasi *Rhodamine B*. Penulis dapat dihubungi melalui e-mail :

renaldisitumorang3@gmail.com dan kontak : 082163501798.