

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI *ZINC OXIDE* (ZnO) NANO
PARTIKEL DOPING MAGNESIUM (Mg) DAN ALUMINIUM (Al)
UNTUK APLIKASI FOTOKATALITIK**

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF NANOPARTICLE ZINC
OXIDE (ZnO) DOPED MAGNESIUM (Mg) AND ALUMINUM (Al) FOR
PHOTOCATALYTIC APPLICATIONS**

**FAKHRIAH ADAM
H032172003**



**PROGRAM STUDI MAGISTER FISIKA
DEPARTEMEN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2019**

SINTESIS DAN KARAKTERISASI *ZINC OXIDE* (ZnO) NANO PARTIKEL
DOPING MAGNESIUM (Mg) DAN ALUMINIUM (Al) UNTUK APLIKASI
FOTOKATALITIK

Tesis
Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Memperoleh Gelar Magister

Program Studi
Fisika

Disusun dan diajukan oleh

FAKHRIAH ADAM

Kepada

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2019

HALAMAN PENGESAHAN TESIS


**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZINC OXIDE (ZNO) NANOPARTIKEL
DOPING MAGNESIUM (MG) DAN ALUMINIUM (AL) UNTUK APLIKASI
FOTOKATALITIK**


Disusun dan diajukan oleh

FAKHRIAH ADAM
Nomor Pokok : H032172003

telah dipertahankan di depan Panitia Ujian Tesis
pada tanggal 31 Juli 2019
dan dinyatakan telah memenuhi syarat

Menyetujui
Komisi Penasihat,



Prof. Dr. Dahlanq Tahir, M.Sc
Ketua


Muhammad Aswad, M.Si., Ph.D., Apt.
Anggota

Ketua Program Studi
Magister Fisika


Prof. Dr. Bualkar Abdullah, M. Eng.Sc

Dekan Fakultas MIPA
Universitas Hasanuddin


Dr. Eng. Amruddin, M.Si

SURAT PERNYATAAN KEASLIAN TESIS

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : FAKHRIAH ADAM

Nomor Pokok : H032172003

Program Studi : MAGISTER (S2) FISIKA

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa tesis yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan tulisan atau pemikiran orang lain. Apabila dikemudian hari hasil karya orang lain, saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Makassar, 31 Juli 2019

Yang menyatakan

FAKHRIAH ADAM

PRAKATA

Alhamdulillah Rabbil 'Alamin, penulis panjatkan kehadirat Allah penguasa alam semesta yang ditangan-Nya gudang segala urusan. Dengan qudrah-Nya kunci segala kebaikan dan kejahatan. Segala puji bagi Allah yang Maha Pemurah mengkaruniakan kepada hamba-Nya nikmatnya rasa syukur atas segala pemberian-Nya dan nikmatnya kesabaran atas semua ujian yang dibebankan-Nya yang dengan limpahan rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyusun tesis yang berjudul “Sintesis dan karakterisasi *Zinc Oxide* (ZnO) nanopartikel doping Magnesium (Mg) dan Aluminium (Al) untuk aplikasi fotokatalitik”.

Salam dan shalawat semoga senantiasa tercurah atas junjungan Rasulullah Muhammad sebagai uswatunhasanah yang telah memberi cahaya kesucian dan kebenaran hakiki kepada seluruh ummatnya dan semoga keselamatan dilimpahkan kepada seluruh keluarga dan sahabatnya serta para pengikutnya yang setia hingga akhir zaman.

Penulis menyadari bahwa sejak penyusunan proposal sampai tesis ini rampung, banyak hambatan, rintangan dan halangan, namun berkat bantuan, motivasi dan doa dari berbagai pihak semua ini dapat teratasi dengan baik. Penulis juga menyadari bahwa tesis ini jauh dari kesempurnaan sehingga penulis mengharapkan kritik dan saran dari pembaca demi kesempurnaan tesis ini. Penulis berharap dengan selesainya tesis ini, bukanlah akhir dari sebuah karya, melainkan awal dari semuanya, awal dari sebuah perjuangan hidup.

Terima kasih yang sebesar-besarnya penulis haturkan kepada Ayahanda M. Adam S.Pd, dan Ibunda Padauleng S.Pd yang telah mendidik, memberikan segala cinta, perhatian, kasih sayang, dorongan baik moril maupun materil, dengan penuh keikhlasan serta doa restunya yang selalu mengiringi penulis dalam setiap langkah selama menempuh pendidikan, serta saudara-saudaraku (Aqwil, Yusnidar, Ardans, Nurfaumi dan Amal) atas bantuan yang diberikan kepada penulis. Sesungguhnya tiada kata yang mampu penulis definisikan untuk mengungkapkan rasa terima kasih atas segala pengorbanan dan pengertian yang kalian berikan selama penulis menempuh pendidikan.

Ucapan terima kasih dan penghargaan teristimewa dengan penuh rasa hormat kepada bapak Prof. Dr. Dahlang Tahir, M. Si selaku pembimbing satu dan bapak Muhammad Aswad S.Si.,M.Si.,Ph.D.,Apt. selaku pembimbing dua yang telah meluangkan waktunya memberikan bimbingan, arahan, dorongan, serta semangat kepada penulis. Semua ketegasan yang mereka berikan kepada penulis semata-mata agar penulis menjadi pribadi yang kuat dan melaksanakan tugas dengan benar dan penuh tanggung jawab. Semoga Allah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya kepada kita semua.

Penghargaan dan ucapan terima kasih setinggi-tingginya tak lupa penulis haturkan kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Bualkar Abdullah, M.Eng.Sc., selaku Ketua Prodi Magister Fisika FMIPA UNHAS sekaligus Pembimbing Pertama yang telah banyak meluangkan waktunya untuk membimbing, mendukung, dan memberi saran- saran kepada penulis dalam menyelesaikan tesis ini.
2. Bapak Prof. Dr. Wira Bahari Nurdin, M.Sc, Dr. Paulus Lobo Gareso, M.Sc.dan Prof. Dr. Bualkar Abdullah, M.Eng.Sc., sebagai tim Penguji tesis fisika yang telah banyak memberikan masukan dan saran-saran demi kesempurnaan tesis ini.
3. Seluruh Bapak dan Ibu dosen Departemen Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam yang telah mendidik dan membagi ilmunya kepada penulis.
4. Seluruh staf TNR, staf akademik Departemen Fisika, dan staf Fakultas MIPA yang dengan senang hati membantu penulis dalam menyelesaikan urusan-urusan akademik.
5. Tim Laboratorium Material dan Energi, Anggra, Sultan, Fahri, K'Mawan, K'Inayah, K'Neni, K'Yuli, K'Hasmi dan adik-adik lainnya yang telah menemani penulis dalam pengerjaan tesis dan selalu sedia setiap saat membantu penulis.
6. Fitriani, Achmad Himawan, Abdul Rahayuddin, Anwar Latief dan semua teman-teman S2 Fisika yang tidak bisa saya sebutkan satu-satu,

terima kasih untuk persahabatan dan canda tawa selama penulis menempuh studi

Terlalu banyak orang yang berjasa dan mempunyai andil kepada penulis selama menempuh pendidikan di Universitas Hasanuddin, sehingga tidak akan termuat bila dicantumkan namanya satu persatu, kepada mereka semua tanpa terkecuali penulis ucapkan terima kasih yang teramat dalam dan penghargaan yang setinggi-tingginya. Semoga Allah Subhanawwata'ala, membalas semua kebaikan dengan pahala yang melimpah dan tak terbatas. Aamiin.

Makassar, 31 Juli 2019

Penulis

Fakhriah Adam

ABSTRAK

Elektronik dan sifat struktural ZnO dan ZnO didoping dengan Mg atau Al (5 dan 10%) berhasil dilakukan dengan menggunakan *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) *spectroscopy*, *X-ray diffraction* (XRD) *spectroscopy*, dan *Ultra Violet Visible* (Uv-Vis) *spectroscopy* untuk kalsinasi suhu 100°C, 300°C, dan 500°C. Spektra FTIR menunjukkan intensitas ikatan getaran meningkat dengan meningkatnya suhu kalsinasi dan untuk spektra XRD menunjukkan bergeser ke 2θ lebih tinggi ditunjukkan dengan modifikasi elektronik dan sifat struktural yang menghasilkan pembentukan ikatan yang kuat dalam bentuk Zn-Zn-O untuk ZnO murni dan Zn-Mg / Al-Zn-O untuk ZnO yang didoping Mg atau Al. Celah pita ZnO dan ZnO doping Mg atau Al menurun dengan meningkatnya suhu kalsinasi karena ikatan putus oksigen yang menghasilkan modifikasi struktur elektronik. 500°C kalsinasi untuk semua sampel dalam penelitian ini hanya menunjukkan 30 menit untuk mencapai > 80% degradasi biru metilen sebagai uji model kontaminan. Penggabungan Mg atau Al menghasilkan modifikasi elektronik dan sifat struktural yang merupakan kontribusi kuat untuk meningkatkan kemampuan penyerapan melalui ikatan dengan atom dari kontaminan. Studi ini menunjukkan bahwa konsentrasi dopan dan suhu kalsinasi berperan penting dalam modifikasi elektronik dan sifat struktural untuk meningkatkan kemampuan penyerapan untuk aplikasi fotokatalitik.

Kata kunci : Fotokatalitik, FTIR, XRD, UV-Vis, sifat elektronik, ZnO

ABSTRACT

Electronic and structural properties of ZnO and ZnO doped with Mg or Al (5 and 10%) were successfully carried out by using Fourier transform infra-red (FTIR) spectroscopy, X-ray diffraction (XRD) spectroscopy, and ultra violet visible (Uv-Vis) spectroscopy for calcination temperature 100°C, 300°C, and 500°C. FTIR spectra shows intensity of vibration bond was increase with increasing the calcination temperature and for XRD spectra shows shifted to higher 2θ indicated modification of electronic and structural properties resulting strong bonding formation in the form of Zn-Zn-O for pure ZnO and Zn-Mg/Al-Zn-O for ZnO doped Mg or Al. The band gap of ZnO and ZnO doped Mg or Al was decreased with increasing the calcination temperature due to the breaking bond of oxygen resulting in the modification of electronic structure. The calcination 500°C for all samples in this study shows only 30 minutes to reached >80% degradation of methylene blue as model test contaminant. The incorporation of Mg or Al resulting in the modification of electronic and structural properties which were a strong contribution to increasing the absorption ability via bonding with atom from contaminant. This study shows that dopant concentration and calcination temperature play an important role in the modification of the electronic and structural properties for increasing the absorption ability for photocatalytic applications.

Key words: *Photo-catalytic; FTIR; XRD; UV-VIS; electronic properties; ZnO*

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PENGESAHAN TESIS	iii
SURAT PERNYATAAN KEASLIAN TESIS	iv
PRAKATA	v
ABSTRAK	viii
ABSTRACT	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
I.1. Latar Belakang	1
I.2. Rumusan Masalah	2
I.3. Tujuan Penelitian	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	3
II.1. Definisi	3
II.1.1 Zink Oxide	3
II.1.2 Fotokatalisis	3
II.2. Karakterisasi	4
II.2.1. Spektrofotometer <i>Ultra Violet Visible Light</i> (UV-Vis)	4

II.2.2. <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FTIR)	5
II.2.3. <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	5
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	6
III.1. Alat dan Bahan	6
III.1.1. Alat	6
III.1.2. Bahan	7
III.2. Prosedur Penelitian	7
III.2.1. Sintesis ZnO, ZnO doping Mg dan ZnO doping Al	7
III.2.2. Mekanisme Fotokatalisis	8
III.3. Gambar Bagan Alir Penelitian	9
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	10
IV.1 Sintesis ZnO, ZnO doping Mg dan ZnO doping Al	10
IV.2 Hasil Fotokatalisis	15
BAB V PENUTUP	18
V.1 Kesimpulan	18
V.2 Saran	18
DAFTAR PUSTAKA	19
LAMPIRAN	22

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar II.1 Mekanisme Fotokatalis	4
Gambar IV.1 Spektrum FTIR ZnO, ZnO doping Mg dan ZnO doping Al dengan suhu kalsinasi 100, 300, dan 500°C.....	10
Gambar IV. 2 Spektrum XRD ZnO, ZnO doping Mg dan ZnO doping Al dengan suhu kalsinasi 100, 300, dan 500°C.	12
Gambar IV.3 Band gap dari ZnO, 5% and 10% Mg-ZnO, and 5% Al-ZnO	14
Gambar IV.4 Grafik hubungan antara waktu radiasi dengan absorbansi.....	16
Gambar IV.5 Grafik hubungan antara waktu radiasi dengan persen degradasi.....	17

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel IV.1	
Ukuran rata-rata kristal dan Band Gap ZnO, ZnO doping Mg dan ZnO doping Al	13

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1	Proses sintesis ZnO, ZnO doping Mg dan ZnO doping Al 22
Lampiran 2	Sampel ZnO, ZnO doping Mg dan ZnO doping Al... 22
Lampiran 3	Proses Fotokatalitik..... 23
Lampiran 4	Perubahan warna Metilen Biru setelah diradiasi 30 menit..... 23
Lampiran 5	Perubahan warna Metilen Biru setelah diradiasi 60 menit..... 24
Lampiran 6	Perubahan warna Metilen Biru setelah diradiasi 90 menit..... 24
Lampiran 7	Perubahan warna Metilen Biru setelah diradiasi 120 menit..... 24

BAB I

PENDAHULUAN

I.1. Latar Belakang

Permintaan konsumen meningkat setiap tahunnya, yang diikuti oleh meningkatnya pasar industri tekstil. Efek negatif bagi industri tekstil saat ini adalah limbah dalam bentuk fenol. Fenol adalah salah satu jenis limbah yang bisa sangat mudah mengalir di air dan di tanah yang menyebabkan kerusakan pada air permukaan, air tanah, tanah dan tumbuhan. Efek tidak langsung bagi manusia sebagai pengguna air dan tumbuh-tumbuhan juga akan menyebabkan penyakit; ulserasi perdarahan kulit, mual, iritasi kulit yang parah, dan dermatitis [1].

Metode yang dilakukan untuk mengurangi efek negatif dari limbah industri tekstil adalah perawatan dengan menggunakan metode kimia, fisik, dan biologis. Kombinasi antara metode kimia dan fisik menggunakan fotokatalitik untuk pengolahan air limbah. Fotokatalitik biasanya menggunakan bahan dengan karakteristik mudah mengikat dengan atom lain dari polutan seperti yang dapat ditugaskan oleh oksigen dalam bentuk bahan oksida, tidak beracun, dan juga mudah di sintesis [2]. Bahan-bahan yang memiliki karakteristik tersebut adalah bahan semikonduktor II-VI [3,4].

ZnO adalah bahan semikonduktor golongan II-VI yang telah banyak digunakan untuk aplikasi fotokatalitis dalam limbah industri karena kategori tidak beracun dan mudah disintesis [5]. ZnO memiliki mobilitas elektron yang tinggi, pengotor intrinsik yang tinggi dan peningkatan transfer elektron karena beberapa jenis cacat, saat ini termasuk kekosongan oksigen, pengantara seng, dan pengantara oksigen yang meningkatkan reaksi katalitik [6]. Selain itu, potensi fotokatalitik potensial rendah yang dimiliki ZnO dapat direkombinasikan sebagai pembawa elektron/hole (e^-/h^+) fotogenerasi dan luas permukaan rendah [4,7]. Aktivitas photokatalitik ZnO dapat didoped dengan elemen-elemen logam ataupun nonlogam.

Dalam penelitian ini ZnO akan didoped dengan unsur logam Magnesium (Mg) dan Aluminium (Al) dengan menggunakan metode kopresipitasi. Efek penambahan doping, variasi suhu kalsinasi dan hasil fotokatalisis menjadi fokus utama dalam penelitian ini. Hasil fotokatalisis dan band gap diperoleh dari hasil karakterisasi Uv-Vis sedangkan struktur kristal dan gugus fungsi diperoleh dengan karakterisasi XRD dan FTIR.

I.2. Rumusan Masalah

1. Bagaimana sintesis ZnO, ZnO doping Mg dan ZnO doping Al?
2. Bagaimana band gap yang diperoleh pada hasil spektrofotometer UV-Vis?
3. Bagaimana persen degradasi fotokatalisis pada hasil spektrofotometer UV-Vis?

I.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mensintesis ZnO, ZnO doping Mg dan ZnO doping Al
2. Menganalisis band gap dengan plot Tauc pada hasil spektrofotometer UV-Vis.
3. Menganalisis persen degradasi fotokatalisis pada hasil spektrofotometer UV-Vis.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1. Definisi

II.1.1 Zink Oxide (ZnO)

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.[8]

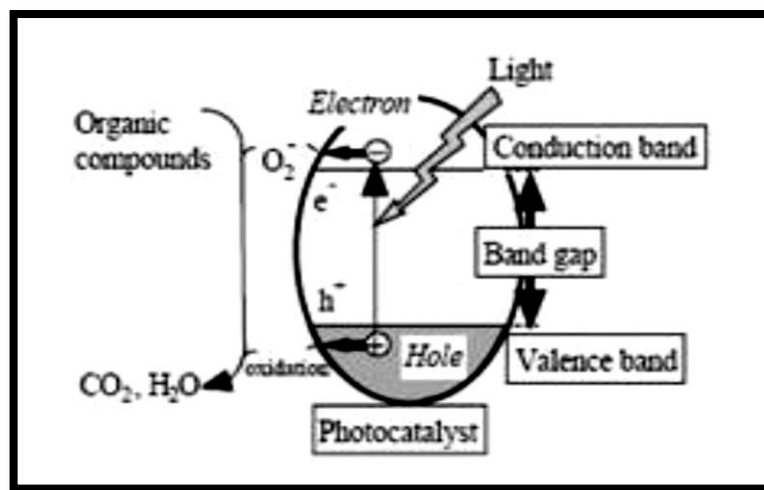
Kebanyakan metaloid dan *non* logam dapat membentuk senyawa biner dengan seng, terkecuali gas mulia. Oksida ZnO merupakan bubuk berwarna putih yang hampir tidak larut dalam larutan netral tetapi dapat larut di dalam basa atau asam. ZnO merupakan material unik dan menarik sehingga banyak diteliti dan dikembangkan seperti evaluasi sifat listrik, sifat fisis, struktur kristal dan struktur mikro.

Keuntungan *Zinc oxide* dari bahan-bahan 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.[9]

II.2.1 Fotokatalitik

Fotokatalis adalah bahan yang dapat meningkatkan laju reaksi oksidasi dan reduksi yang diinduksikan oleh cahaya. Penggunaan fotokatalis dianggap sebagai metode yang efisien memisahkan senyawa polutan. Ketika fotokatalis menyerap radiasi Ultraviolet (UV) dari sinar matahari atau sumber cahaya yang diterangi (lampu fluoresen/halogen), ia akan menghasilkan pasangan elektron dan lubang. Elektron dari pita valensi dari oksida logam menjadi bersemangat ketika diterangi oleh cahaya. Energi berlebih dari elektron yang tereksitasi ini mendorong elektron ke pita konduksi sehingga menciptakan pasangan elektron

negatif (e^-) dan lubang positif (h^+) seperti ditunjukkan pada gambar II.1. Tahap ini disebut sebagai keadaan 'foto-eksitasi' semikonduktor. Perbedaan energi antara pita valensi dan pita konduksi dikenal sebagai 'Band Gap'. Panjang gelombang cahaya yang diperlukan untuk foto-eksitasi adalah: 1240 (konstanta Planck, h) / $3,2$ eV (energi celah pita) = 388 nm. Lubang positif dioksida memecah molekul air untuk membentuk gas hidrogen dan radikal hidroksil. Elektron negatif bereaksi dengan molekul oksigen untuk membentuk anion oksida. Siklus ini berlanjut ketika cahaya tersedia.[10]



Gambar II.1 Mekanisme Fotokatalis

II.2 Karakterisasi

Karakterisasi ZnO bertujuan untuk mendeskripsikan hasil dari proses fotokatalisis, struktur kristal dan gugus fungsi ZnO. Adapun alat yang digunakan yaitu:

II.2.1 Spektrofotometer *Ultra Violet Visible Light* (UV-Vis)

Spektrofotometer UV-Vis adalah pengukuran energi cahaya untuk mengkaji sifat absorpsi material pada panjang gelombang 200 nm hingga 800 nm dalam rentang cahaya tampak. Proses absorbansi sampel melalui UV-Vis mengakibatkan terjadinya transisi elektron yaitu elektron-elektron dari orbital

dasar tereksitasi ke orbital yang lebih tinggi. Dalam keadaan tidak stabil, elektron kembali ke keadaan dasar dengan memancarkan energi. Energi yang terpancarkan itulah terdeteksi sebagai puncak-puncak absorpsi.

II.2.2 *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*

Spektroskopi FTIR adalah suatu alat yang digunakan untuk mengidentifikasi adanya gugus fungsi tertentu dalam sebuah molekul pada spektrum $\sim 4000\text{ cm}^{-1}$ sampai $\sim 200\text{ cm}^{-1}$. Proses dimulai ketika radiasi IR (*infrared*) yang dipancarkan melewati *interferometer* memodulasi radiasi tersebut selanjutnya diolah menggunakan transformasi *Fourier* oleh komputer untuk mendapatkan spektrum IR dari sampel. Proses karakterisasi suatu zat dengan menggunakan FTIR memungkinkan terjadi karena setiap bahan memiliki frekuensi getaran yang berbeda. Melalui hasil penyerapan frekuensi getarannya, gugus kimia pada sampel dapat teridentifikasi.

II.2.3 *X-ray Diffraction (XRD)*

X-ray Diffraction (XRD) adalah suatu alat yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juni-Desember 2018 di Pusat Kegiatan Penelitian (PKP) Laboratorium Biofarmaka, Laboratorium Farmasetika Fakultas Farmasi Universitas Hasanuddin, Laboratorium Material dan Energi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin, Makassar. Sintesis ZnO dan ZnO doping Mg dan Al dilakukan di Laboratorium Material dan Energi, Sentrifuge sampel dilakukan di Laboratorium Farmasetika, proses fotokatalisis dilakukan di PKP Laboratorium Biofarmaka. Analisis data selanjutnya dilakukan di Laboratorium Material dan Energi Jurusan Fisika FMIPA UNHAS.

III.1. Alat Dan Bahan

III.1.1. Alat

Alat-alat yang digunakan untuk sintesis dan karakterisasi dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. Gelas Beker digunakan sebagai media tampung sampel.
- b. Timbangan digital digunakan untuk mengukur massa sampel yang akan digunakan untuk sintesis ZnO
- c. *Magnetic stirrer* digunakan untuk menghomogenisasikan larutan sampel.
- d. *Centrifuge* adalah alat yang digunakan untuk memisahkan larutan induk dengan endapan ZnO
- e. Tabung *Centrifuge* adalah tabung kecil sebagai tempat sampel dalam *centrifuge*
- f. *Microwave* digunakan untuk mengeringkan endapan ZnO menjadi bubuk ZnO.
- g. *Furnance* digunakan untuk mengkalsinasi sampel
- h. *Cuvvette* kwarsa digunakan sebagai tempat sampel dalam pengujian fotokatalisis

- i. Lampu halogen (300 W, OSRAM 645, Jerman) digunakan sebagai pencahayaan pada pengujian fotokatalisis
- j. Perangkat pengujian UV-Vis digunakan untuk melihat besar serapan absorbansi sampel. UV-Vis yang digunakan adalah *Shimadzu UV-Vis Spectrophotometer UV-1800*.
- k. Perangkat pengujian FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dalam sampel. FTIR yang digunakan adalah *IRPrestige-21 FTIR spectrometer (Shimadzu Corp.)*
- l. Perangkat Pengujian XRD digunakan untuk mengukur ukuran kristal sampel. XRD yang digunakan adalah *X-ray Diffraction (XRD) Spectroscopy (Shimadzu 7000)* dengan radiasi $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1,5405 \text{ \AA}$) pada rentang sudut $15^\circ \leq 2\theta \leq 80^\circ$ operasi pada 30 kV dan 10 mA

III.1.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Zink Klorida (ZnCl_2), Natrium Hidroksida (NaOH), Magnesium Chloride Hexahydrate ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), Aluminum Chloride (AlCl_3) dan Ethanol Pro Analysis 99.99%. Untuk uji fotokatalitik digunakan larutan Metilen Biru (MB) dan aquades.

III.2 Prosedur Penelitian

III.2.1. Sintesis ZnO, ZnO doping Mg dan ZnO doping Al

ZnO, ZnO doping Mg dan Al nanopartikel disiapkan dengan hidrolisis Zink Klorida dan natrium hidroksida (NaOH). Larutan 0,035 M ZnCl_2 disiapkan dalam 100 mL etanol dengan refluks pemanasan 65°C selama 30 menit dengan pengadukan magnet 600rpm kemudian didinginkan dengan suhu kamar. Sintesis ZnO doping Mg atau Al dimulai dengan mencampur ZnCl_2 dengan $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan ZnCl_2 dengan AlCl_3 (masing-masing 5% dan 10%). Kemudian 0,070 M NaOH dilarutkan dalam 100 mL etanol pada suhu kamar dan ditambahkan setetes demi setetes pada larutan ZnCl_2 , ZnCl_2 dengan $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, dan ZnCl_2 dengan AlCl_3 sambil terus diaduk. Proses pengadukan dilanjutkan selama 60 menit (600rpm) pada suhu kamar. Kemudian di sentrifugasi berkecepatan tinggi (3000

rpm / 5 menit) digunakan untuk pemisahan ZnO dari larutan induk, diikuti dengan dibilas dengan etanol selama 3 kali dengan masing-masing 10 menit. Setelah di Sentrifuge hasil endapannya dimasukkan kedalam cawan dan di oven dengan suhu 80°C selama 3 jam. Setelah itu, bubuk dikalsinasi pada suhu 100, 300, 500 dan 600°C selama 2 jam [3].

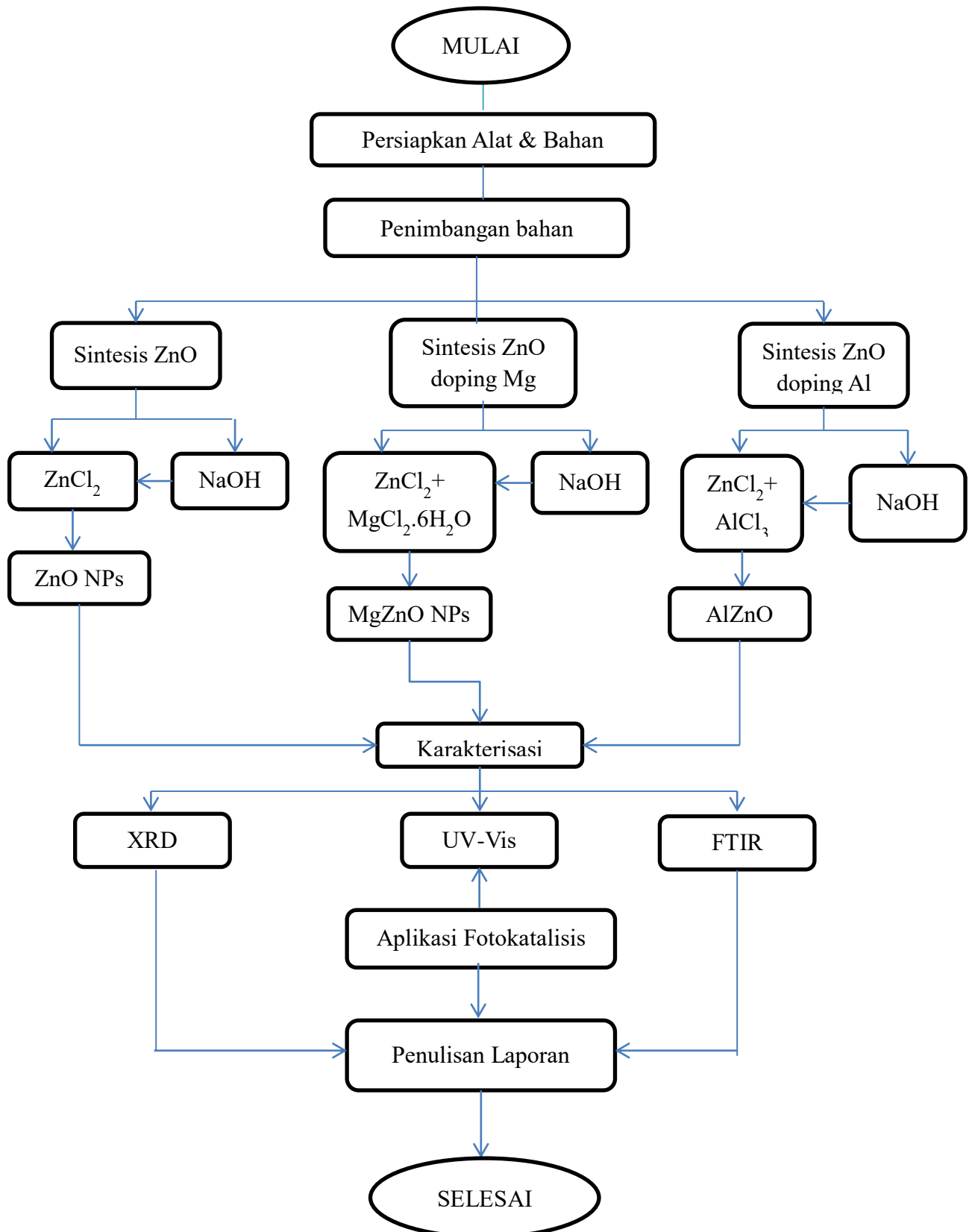
III.2.2. Mekanisme Fotokatalitik

Aktivitas fotokatalitik dari ZnO, 5% dan 10% Mg doping ZnO dan 5% dan 10% Al doping ZnO dengan memantau metilen biru sebagai model polutan dengan peralatan yang dirakit sendiri menggunakan lampu halogen (300 W, OSRAM 645, Jerman) sebagai sumber radiasi. Khusus untuk percobaan fotokatalitik, 0,06 gram sampel disuspensi dengan 50 ml metilen biru dalam gelas kimia dengan konsentrasi 1×10^{-5} M. Larutan suspensi di stirrer selama 30 menit kemudian diradiasi, setiap 30 menit spektra absorpsi di ukur dengan Shimadzu Uv-vis spektrometer UV-1800. Persentasi degradasi metilen biru pada proses fotokatalis dihitung dengan persamaan (1):

$$D (\%) = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\% \quad (1)$$

Dimana $D (\%)$ adalah persentase degradasi, C_0 adalah absorbansi awal (sebelum diradiasi), dan C_t adalah absorbansi setelah waktu t .

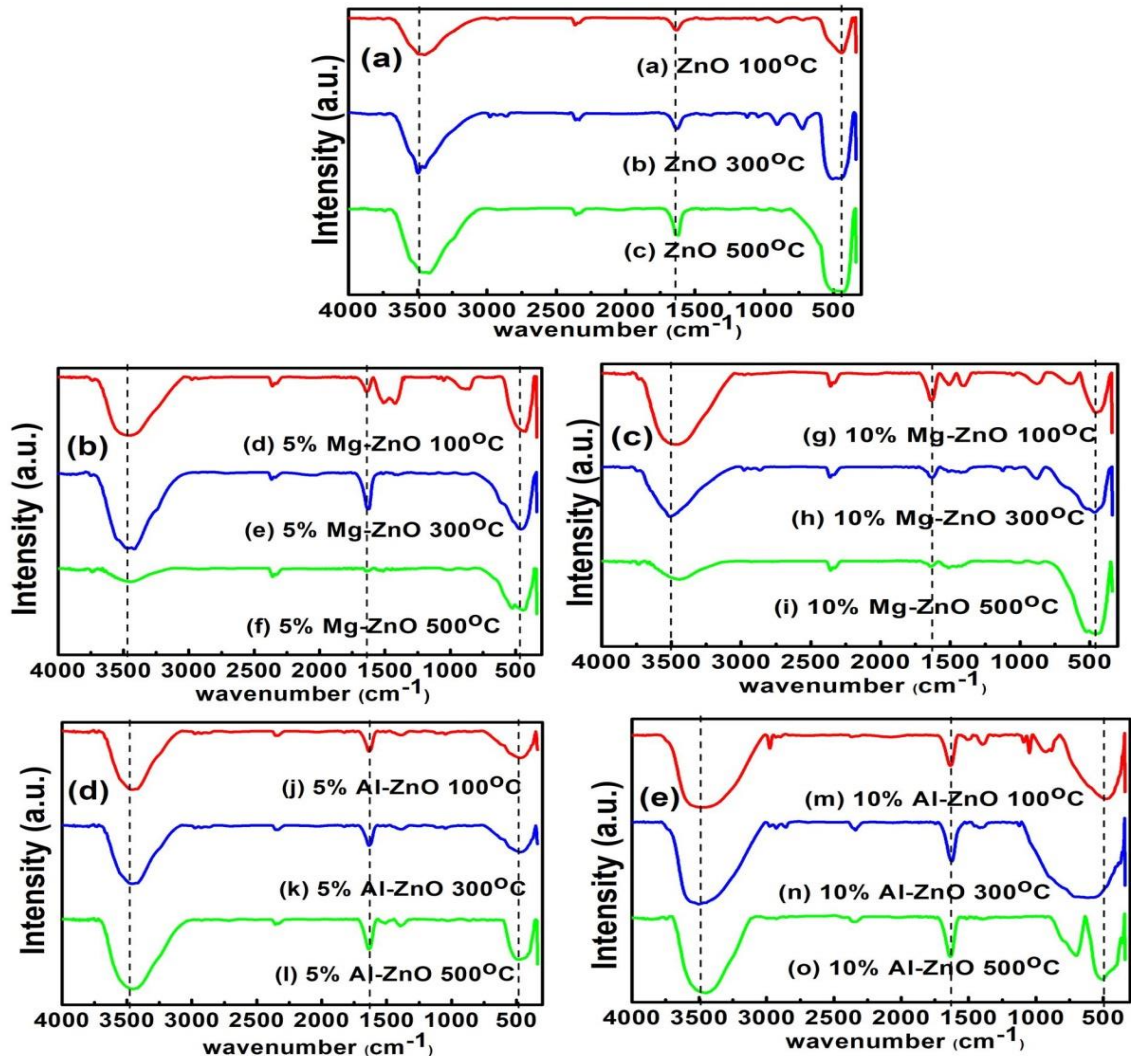
III.3 Bagan Alir Penelitian



HASIL DAN PEMBAHASAN

IV.1 Sintesis ZnO, ZnO doping Mg dan ZnO doping Al

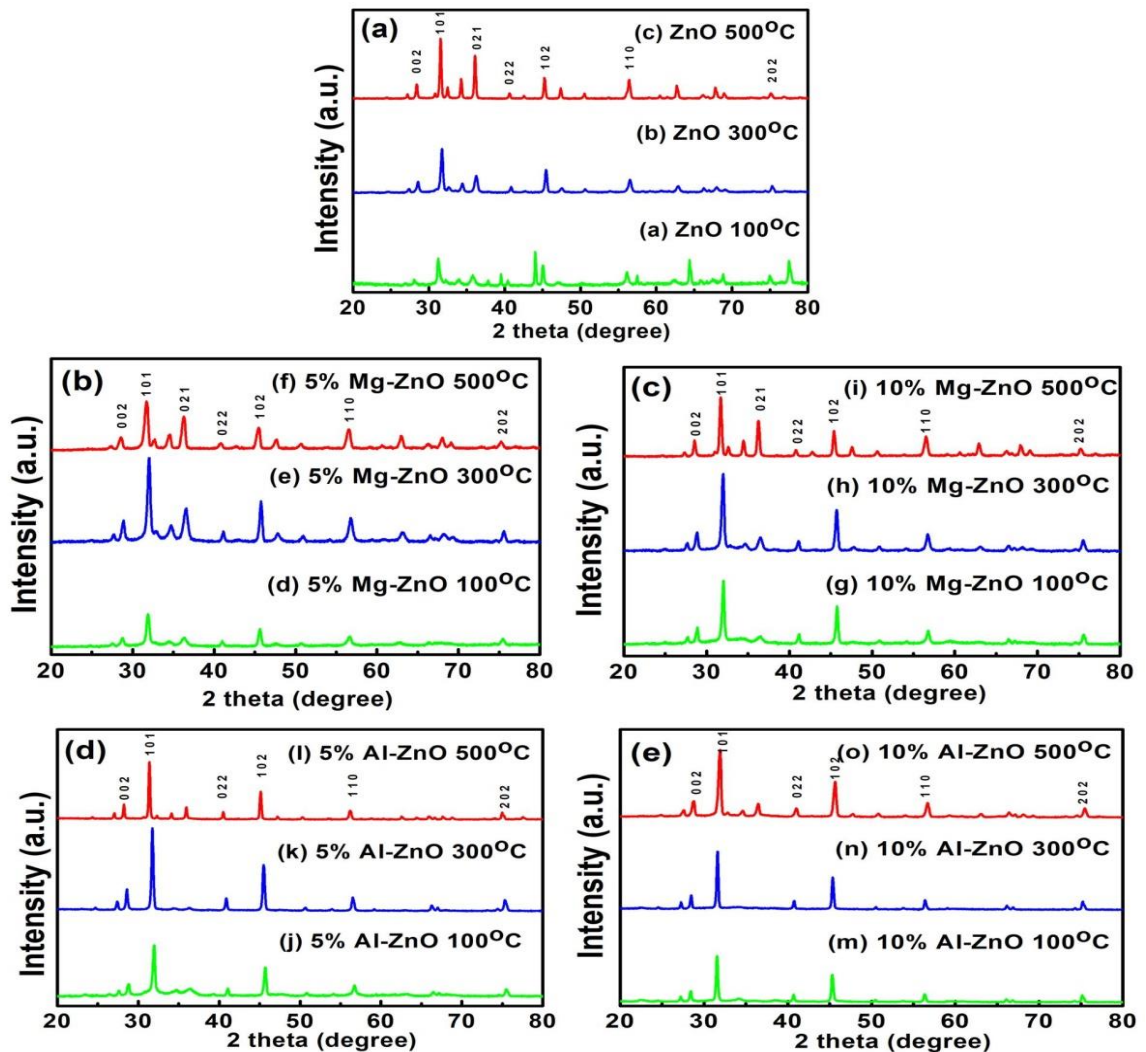
Hasil uji FTIR, XRD dan UV-Vis ZnO dan ZnO doping Mg dan Al dengan suhu kalsinasi 100, 300 dan 500°C seperti gambar dibawah ini:



Gambar IV.1 Spektrum FTIR ZnO, ZnO doping Mg dan ZnO doping Al dengan suhu kalsinasi 100, 300 dan 500°C [11]

Berdasarkan hasil FTIR pada gambar IV.3 menunjukkan peregangan ikatan O-H pada pita frekuensi 3417-3510 cm⁻¹ yang menunjukkan gugus hidroksil. Penyerapan untuk ZnO dan ZnO doping Al menunjukkan hal yang sama untuk pita OH pada 3500 cm⁻¹ dan pita C=C pada 1630 cm⁻¹ meningkat seiring

meningkatnya suhu kalsinasinya, hal ini mengindikasikan mungkin karena modifikasi elektronik yang menghasilkan pembentukan ikatan yang kuat dari Al-Zn-O [12]. Sedangkan untuk ZnO doping Mg menunjukkan fenomena yang berlawanan, dimana seiring meningkatnya suhu kalsinasinya besar puncak yang dihasilkan semakin kecil hal ini mungkin disebabkan oleh pemindahan beberapa gugus fungsi dan pembentukan struktur wurtzit murni [13] untuk material polimer. Puncak pada kisaran $424\text{-}574\text{ cm}^{-1}$ dikaitkan dengan peregangan pada Zn-O dimana puncak semakin melebar seiring bertambahnya suhu kalsinasi karena atom oksigen keluar dari Zn-O dan membentuk Zn-Zn-O. Serupa dengan ZnO doped Al yang mengindikasikan pembentukan ikatan adalah Zn-Al-Zn-O [14]. Untuk ZnO yang didoping Mg, peregangan O-H dari residu alkohol, air, Zn-OH dan Mg-Zn-OH terbentuk pada 300°C . Untuk kalsinasi pada suhu 500°C , intensitas puncak menurun secara drastis mungkin karena atom Mg hampir mencapai suhu leleh dan hampir semua atom Mg dan O memutuskan ikatan dengan atom Zn dan membentuk ikatan Zn-Mg-Zn-O / OH [15]. Sedangkan sampel yang dikalsinasi pada suhu 600°C menunjukkan bahwa puncak melebar seiring bertambahnya penambahan konsentrasi doping dengan mengindikasikan bahwa atom oksigen yang berada pada ZnO ditempati atau diduduki oleh atom Mg menjadi ZnMgO [16].



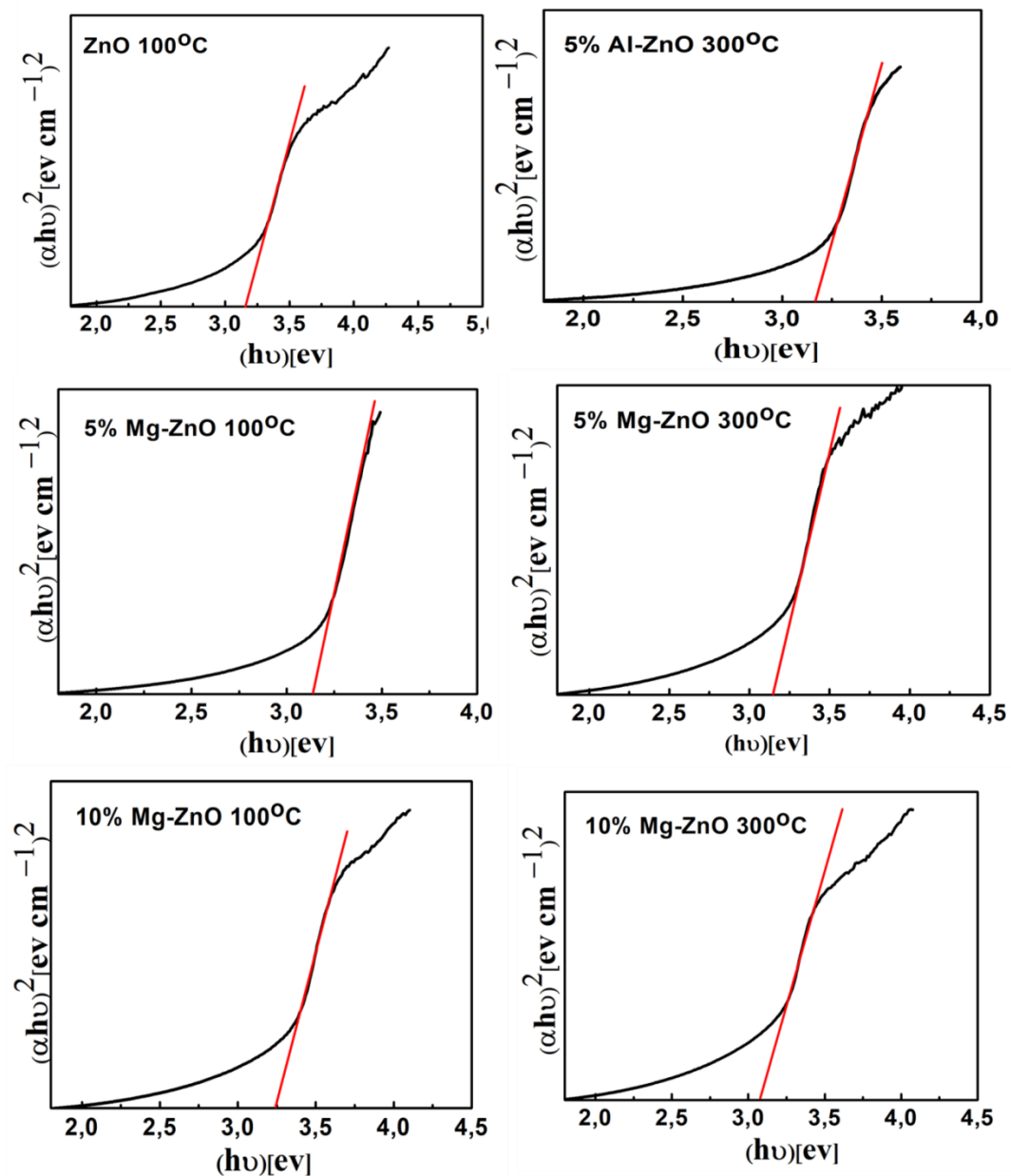
Gambar IV.2 Spektrum XRD ZnO, ZnO doping Mg dan ZnO doping Al dengan suhu kalsinasi 100, 300 dan 500°C [11]

Berdasarkan Gambar IV.2 menunjukkan spektrum XRD ZnO, ZnO didoping dengan Mg dan Al dengan konsentrasi 5% dan 10% untuk suhu kalsinasi 100°C, 300°C, dan 500°C. Pola XRD menunjukkan puncak difraksi (002), (101), (021), (022), (102), (110), dan (202) untuk semua sampel dengan intensitas berbeda. Puncak difraksi (101) ditunjukkan untuk semua sampel yang biasanya puncak untuk struktur heksagonal. Fase transformasi untuk ZnO yang didoping Mg dan Al yang ditunjukkan oleh puncak difraksi bergeser ke yang lebih tinggi 2θ untuk (101) mungkin karena elektronegativitas Mg dan Al lebih rendah dari atom Zn dan O. Sudut difraksi antara tetangga terdekat dan tetangga terdekat kedua ikatan Mg-O dan parameter kisi berkurang dengan meningkatnya suhu kalsinasi

[17]. Efek penambahan Mg pada suhu kalsinasi 600°C meningkatkan intensitas ZnMgO, ion Mg²⁺ telah menempati ion Zn²⁺ dan ion Mg akan mempengaruhi konsentrasi ion Zn interstitial dan lowongan seng dan oksigen [16]. Hasil XRD menunjukkan sifat struktural yang stabil pada 500°C yang konsisten dengan analisis FTIR. Suhu kalsinasi tidak berubah secara linier dengan kalsinasi suhu dapat mempengaruhi solidifikasi [18], ukuran kristal dan celah pita selama kalsinasi seperti yang ditunjukkan pada Tabel. IV.1 [12].

Tabel IV. 1. Ukuran Rata-rata Kristal dan Band Gap ZnO, ZnO Doping Mg dan ZnO doping Al

Sample	Temperature (°C)	Average Crystallite Size (nm)	Band-gap (eV)
ZnO	100	44,86	3,13
	300	24,02	3,03
	500	34,62	2,76
5% Mg-ZnO	100	19,58	3,13
	300	19,47	3,12
	500	16,61	2,93
10% Mg-ZnO	100	27,78	3,22
	300	23,84	3,06
	500	27,83	2,64
5% Al-ZnO	100	26,07	3,08
	300	32,4	3,15
	500	27,55	2,92
10% Al-ZnO	100	34,13	3,08
	300	37,19	3,26
	500	23,71	2,34



Gambar IV.3 Band gap dari ZnO, 5% and 10% Mg-ZnO, and 5% Al-ZnO [11]

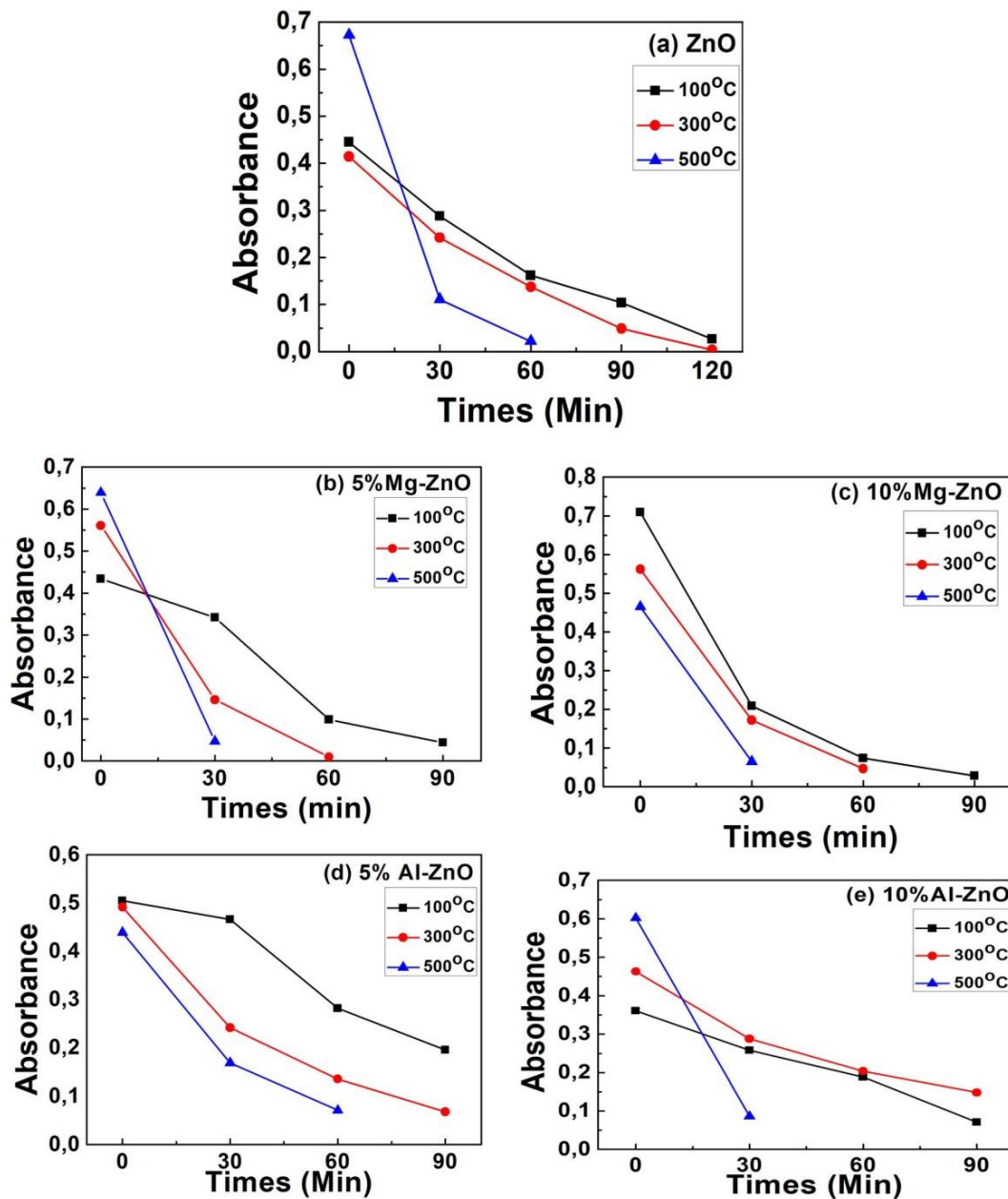
Gambar IV.3 menunjukkan spektrum serapan ZnO, ZnO doped Mg, dan ZnO doped Al dengan konsentrasi dopan adalah 5% dan 10% untuk suhu 100°C, 300°C, dan 500°C. Semua sampel menunjukkan penyerapan pada panjang gelombang di kisaran 300-400 nm. Tabel IV.1 menunjukkan celah pita untuk suhu kalsinasi 100°C, 300°C dan 500°C, sampel ZnO menunjukkan nilai celah pita masing-masing 3,13, 3,03 dan 2,76 eV, sedangkan penambahan nilai celah pita 5% Mg adalah 3,13, 3,12 dan 2,93 eV dan lagi meningkat menjadi 3,22, 3,06 dan

2,64 eV dengan penambahan 10% Mg. Peningkatan celah pita energi dengan doping Mg dapat dikaitkan dengan efek Moss-Burstein yang disebabkan oleh keberadaan oksigen [19]. Substitusi Zn^{2+} oleh Mg^{2+} menghasilkan peningkatan lowongan oksigen dan konsentrasi elektron karena perbedaan elektronegativitas dan jari-jari ionik antara Zn dan Mg [20]. Celah pita meningkat dengan meningkatnya konsentrasi Mg karena modifikasi elektronik sebagai efek penggabungan MgO sebagai celah pita yang lebih tinggi dibandingkan dengan ZnO. Celah pita terendah yang diamati untuk sampel pada 500°C mungkin karena modifikasi struktur elektronik sebagai efek dari pemutusan ikatan O dari MgO dan ZnO yang menghasilkan Zn-Mg-Zn-O, hal serupa terjadi pada semua sampel pada 500°C. Penambahan aluminium 5% pada 300°C menunjukkan celah pita 3,15 eV dan meningkat menjadi 3,26 eV untuk aluminium 10% dan untuk suhu meningkat celah pita berkurang. Hal ini juga menunjukkan bahwa penambahan dopan menghasilkan peningkatan celah pita menunjukkan bahwa ikatan putus dengan oksigen untuk kalsinasi pada suhu 300°C [21]. Semua sampel menunjukkan celah pita berkurang dengan meningkatnya suhu kalsinasi karena modifikasi sifat elektronik dan struktural yang menghasilkan pembentukan ikatan yang kuat dalam bentuk Zn-Zn-O untuk ZnO dan Zn-Mg / Al-Zn-O untuk ZnO yang didoping Mg atau Al.

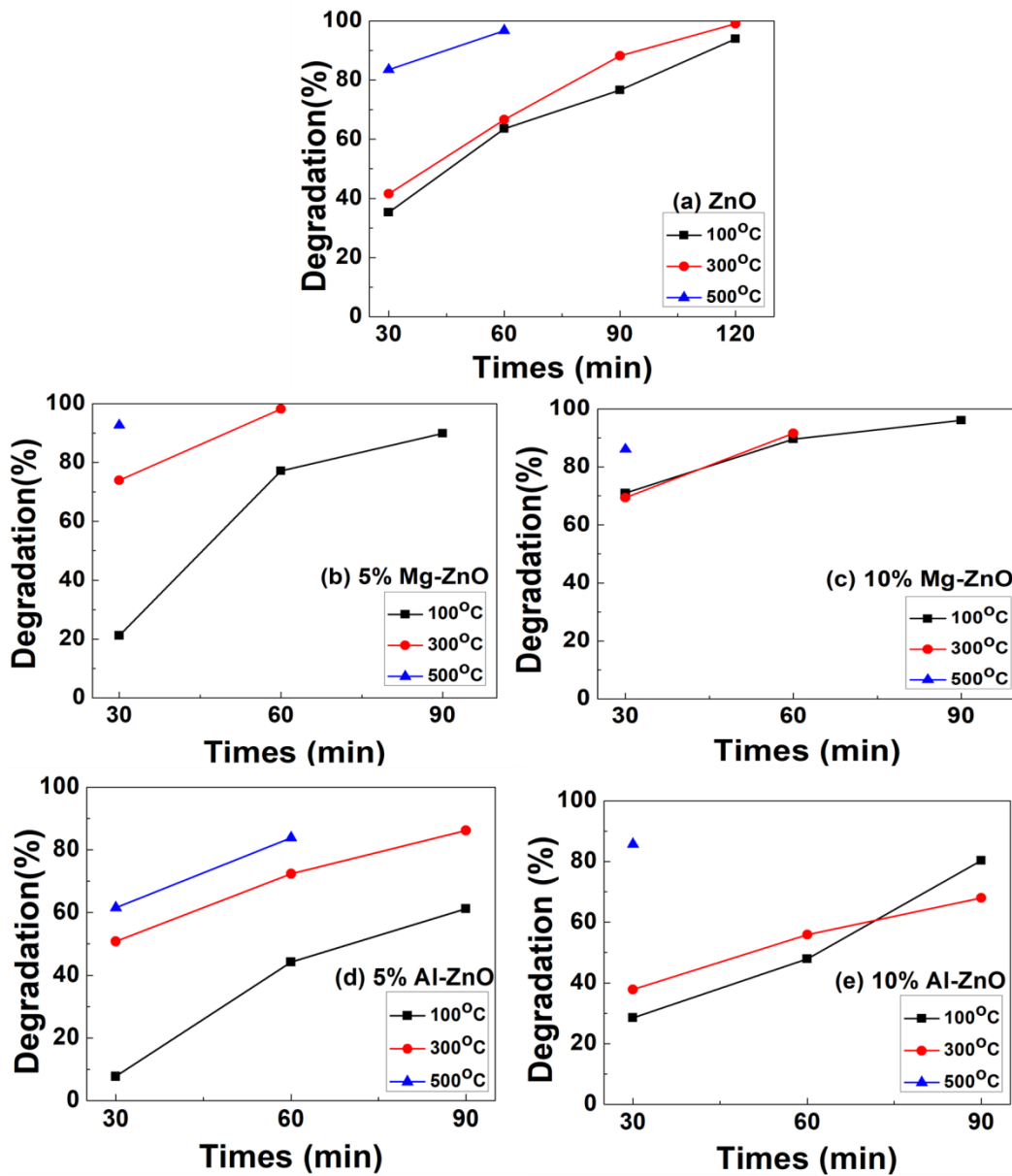
IV.2 Hasil Fotokatalisis

Gambar IV.4 menunjukkan absorbansi sebagai fungsi waktu radiasi yang ditentukan dari spektrum UvVis dengan menggunakan metilen biru sebagai limbah untuk pengujian dan kemampuan degradasi terkait seperti ditunjukkan pada Gambar 6. Untuk sampel ZnO tanpa dopan menunjukkan bahwa sampel ZnO untuk suhu kalsinasi 100°C dan 300°C hanya membutuhkan 120 menit untuk mencapai degradasi 94% dan 99%, masing-masing seperti yang ditunjukkan pada Gambar 6, dan untuk 500°C hanya perlu 60 menit untuk degradasi 97%. Untuk ZnO yang didoping Mg dan Al menunjukkan peningkatan kemampuan degradasi yang signifikan, untuk suhu 300°C hanya membutuhkan 90 menit untuk degradasi >80% dan untuk 500°C hanya perlu 30 menit. Untuk suhu tinggi mungkin

meningkatkan kekosongan oksigen dengan formasi ikatan kuat Zn-Zn-O untuk ZnO murni dan Zn-Mg / Al-Zn-O untuk ZnO yang didoping Mg atau Al. Penggabungan Mg atau Al menghasilkan modifikasi sifat elektronik dan struktural yang berkontribusi kuat untuk meningkatkan kemampuan penyerapan melalui ikatan dengan polutan atom seperti yang terlihat jelas pada Gambar. IV.5.



Gambar IV.4 Grafik hubungan antara waktu radiasi dan absorbansi [11]



Gambar IV.5 Grafik hubungan antara waktu radiasi dan persen degradasi [11]

Dapat disimpulkan bahwa pada kalsinasi suhu tinggi menunjukkan sangat baik untuk aplikasi fotokatalitik karena peningkatan kekosongan oksigen sebagai hasil modifikasi sifat elektronik dan struktural dan doping dengan Mg dan Al juga meningkatkan kemampuan degradasi karena ikatan kuat pembentukan Zn-Mg / Al-Zn-O

BAB V

PENUTUP

V.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa:

1. ZnO, ZnO doping Mg dan ZnO doping Al berhasil disintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi.
2. Sampel yang dikalsinasi pada suhu 100°C menghasilkan band gap pada kisaran 3,14, dan semakin mengecil setelah dikalsinasi pada suhu 300°C dan 500°C.
3. Aplikasi fotokatalisis berhasil dilakukan. Pada 500°C, hanya dibutuhkan 30-60 menit untuk penurunan > 85% metilen biru yang mengindikasikan bahwa modifikasi sifat elektronik dan struktural memainkan peran penting dalam meningkatkan kemampuan penyerapan.

V.2 Saran

Mengacu pada hasil akhir karakterisasi dan pembahasan diatas, eksperimen ini masih harus disempurnakan. Oleh karena itu untuk eksperimen selanjutnya disarankan melakukan sintesis dan variasi dengan parameter yang lain untuk mendapatkan hasil yang lebih baik.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] M. Mostafa. (2016). Waste water treatment in Textile Industries- the concept and current removal Waste water treatment in textile Industries - the concept and current removal technologies Mohammad Mostafa. *Journal of Biodiversity and Environmental Sciences (JBES)*. 7 (2015), 501–525.
- [2] M. Sughosh, A. Ahmad, P. Singh, P. K. Mishra. A review of textile industry : Wet processing , environmental impacts , and effluent treatment methods. *Environ Qual Manage*. 27 (2018) 31–41.
- [3] V. Muşat, M. B. Ibănescu, D. Tutunaru, & F. Potecaşu. Fe-Doped ZnO Nanoparticles : Structural , Morphological , Antimicrobial and Photocatalytic Characterization.1143.(2017).233–239.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.1143.233>
- [4] S. Sitthichai, A. Phuruangrat, T. Thongtem, & S. Thongtem. Influence of Mg dopant on photocatalytic properties of Mg-doped ZnO nanoparticles prepared by sol – gel method. 1(100). (2017). 124–126.
- [5] R. Yousefi, J. Beheshtian, S. M. Seyed-Talebi, H. R. Azimi, F.J. Sheini. Experimental and Theoretical Study of Enhanced Photocatalytic Activity of Mg-Doped ZnO NPs and ZnO/rGO Nanocomposites. *Chemistry - An Asian Journal*. 13. (2018) 194–203.
- [6] R.S. Ganesh, M. Navaneethan, G. K. Mani, S. Ponnusamy, K.Tsuchiya, C. Muthamizhchelvan, S. Kawasaki, Y. Hayakawa. Influence of Al doping on the structural, morphological, optical, and gas sensing properties of ZnO nanorods. *Journal of Alloys and Compounds*. 698(2017). 555–564.
- [7] A. Behzadnia, M. Montazer, & M. M. Rad. In Situ Photo Sonosynthesis of Organic / Inorganic Nanocomposites on Wool Fabric Introducing Multifunctional Properties, (19), (2016) 76–86.
<https://doi.org/10.1111/php.12546>

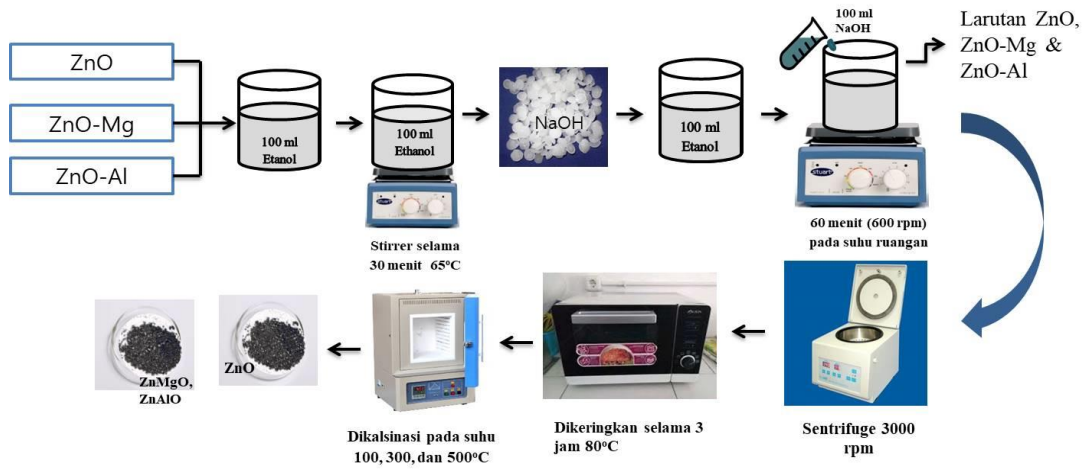
- [8] Bednarek, Paulina. *Ceramic Materials – Forming Methods and Properties of Final Elements*. Division of Inorganic Technology and Ceramics. Warsaw University of Technology.
- [9] P. Nugroho. 2004. *Devais Mikroelektronika ZnO*. Teknik Elektro UGM. Yogyakarta.
- [10] D.V. Lakshmi, M. Madhu, M. Kumar, & S. D. Prasad. Water Treatment In Industries By Using Metal Doped Semiconductor Nanoparticles. (2018). 513–520.
- [11] F. Adam, A. Himawan, M. Aswad, & D. Tahir. Photo-catalytic Performance of Nanoparticle Zinc Oxide Doped Magnesium or Aluminum. hal. 1-12. Akan Di publiks Pada Jurnal Internasional.
- [12] H. Munawaroh, S. Wahyuningsih, A.H. Ramelan. Synthesis and Characterization of Al doped ZnO (AZO) by Sol-gel Method. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. 176 (2017).1-6
- [13] S. Getei, A. Belay, B. Bekele, C. Reddy. Effects of Temperature and Polyvinyl Alcohol Concentrations in the Synthesis of Zinc Oxide Nanoparticles. Journal of Nanomedicine & Nanotechnology. 5 (2018) 44–50.
- [14] N. R. Yogamalar, A.C. Bose. Absorption-emission study of hydrothermally grown Al:ZnO nanostructures. Journal of Alloys and Compounds, 509 (2011) 8493–8500.
- [15] L. Umaralikhan, M. J. M. Jaffar (2017). Green synthesis of ZnO and Mg doped ZnO nanoparticles , and its optical properties. Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 28 (2017) 7677-7685
- [16] F. Adam, A. Himawan, M. Aswad, & D. Tahir. Structural Properties and Bonding Characteristic of Magnesium (Mg) Doped Zinc Oxide (ZnO). *International Confrence on Mathematics, Sciences, Education, and*

Technology 2018. hal 1-5. Padang, 4-5 Oktober 2018.

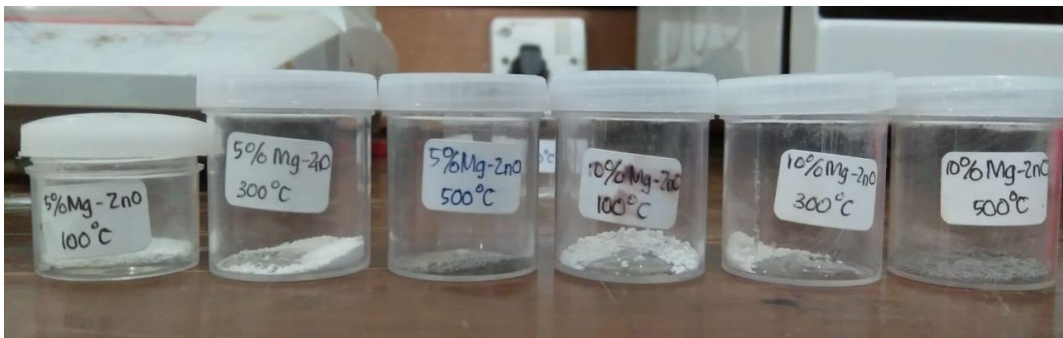
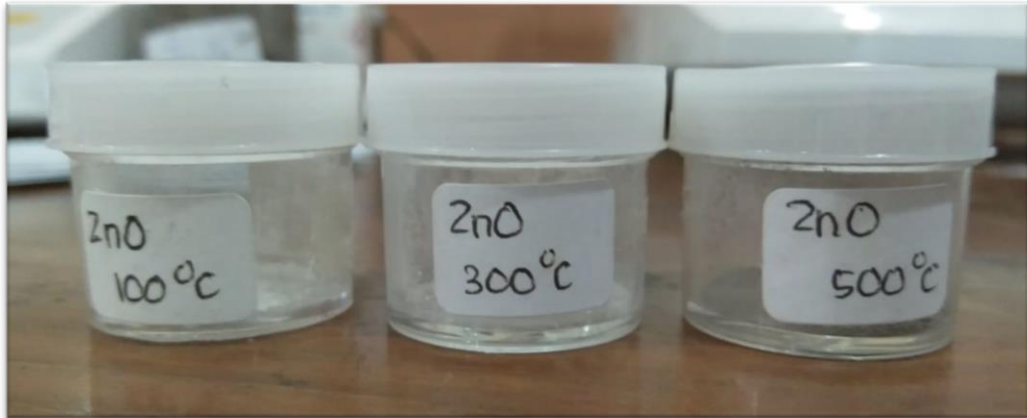
- [17] A. Kaushal, D. Kaur. Effect of Mg content on structural, electrical and optical properties of $Zn_{1-x}Mg_xO$ nanocomposite thin films. *Solar Energy Materials and Solar Cells*. 93 (2009) 193–198.
- [18] M. Ahmad, E. Ahmed, Y. Zhang, N. R. Khalid, J. Xu, M. Ullah, Z. Hong. Preparation of highly efficient Al-doped ZnO photocatalyst by combustion synthesis. *Current Applied Physics*. 13 (2013) 697–704.
- [19] T. D. Malevu, R. O. Ocaya. Effect of Annealing Temperature on Structural , Morphology and Optical Properties of ZnO Nano-Needles Prepared by Zinc-Air Cell System Method. *International Journal Of Electrochemical Science*, 10 (2015) 1752–1761.
- [20] A. Wang, T. Chen, S. Lu, Z.Wu, Y. Li, H. Chen, Y. Wang. Effects of doping and annealing on properties of ZnO films grown by atomic layer deposition. *Nanoscale Research Letter*. 10 (2015) 1–10.
- [21] V. Etacheri, R. Roshan, V. Kumar. Mg-Doped ZnO Nanoparticles for Efficient Sunlight-Driven Photocatalysis. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 4 (2012) 2717-2725

LAMPIRAN

Lampiran 1. Proses Sintesis ZnO, ZnO doping Mg/Al

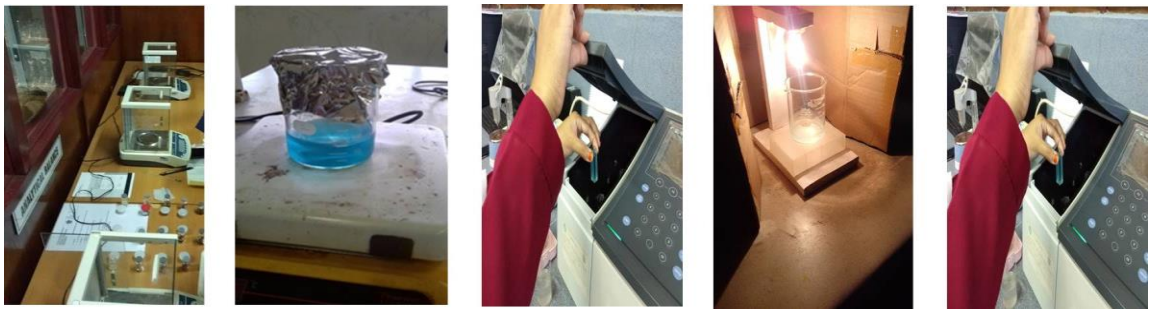


Lampiran 2. Sampel ZnO, ZnO doping Mg dan ZnO doping Al





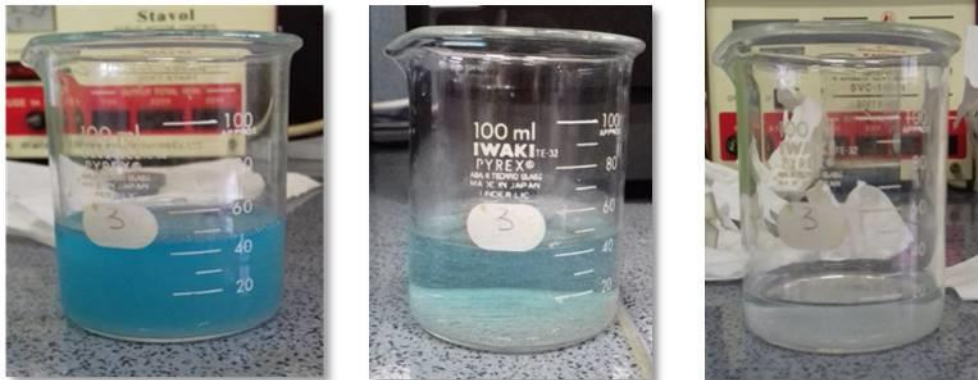
Lampiran 3. Proses Fotokatalisis



Lampiran 4. Perubahan warna metilen biru setelah diradiasi 30 menit



Lampiran 5. Perubahan warna metilen biru setelah di radiasi 60 menit



Lampiran 6. Perubahan warna metilen biru setelah diradiasi 90 mnt



Lampiran 7. Perubahan warna metilen biru setelah diradiasi 120 mnt

