

TESIS
PENGARUH PENAMBAHAN PASIR BESI TERHADAP PERUBAHAN
SIFAT-SIFAT MATERIAL ZnO

Disusun dan diajukan oleh:

LORNA

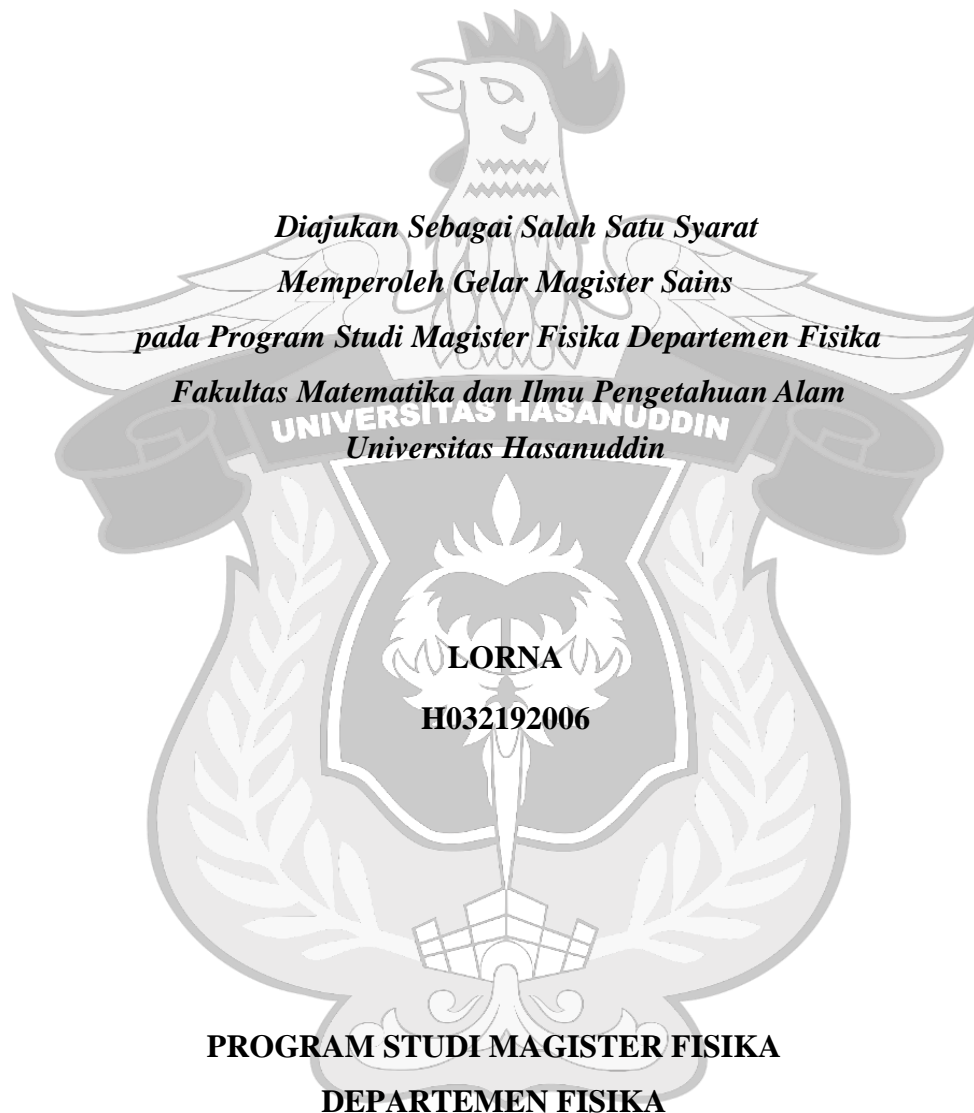
H032192006



PROGRAM STUDI MAGISTER FISIKA
DEPARTEMEN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2022

**PENGARUH PENAMBAHAN PASIR BESI TERHADAP PERUBAHAN
SIFAT-SIFAT MATERIAL ZnO**

T E S I S



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN**

MAKASSAR

2022

LEMBAR PENGESAHAN TESIS

**PENGARUH PENAMBAHAN PASIR BESI TERHADAP PERUBAHAN
SIFAT-SIFAT MATERIAL ZnO**

Disusun dan diajukan oleh

LORNA

H032192006

Telah dipertahankan di depan Panitia Ujian yang dibentuk dalam rangka penyelesaian studi program Magister Program Studi Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin

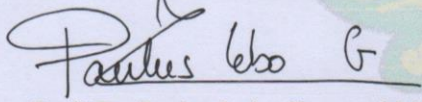
Pada tanggal 24 Agustus 2022

Dan dinyatakan telah memenuhi syarat kelulusan

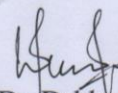
Menyetujui,

Pembimbing Utama,

Pembimbing Pendamping,



Prof. Dr. Paulus Lobo Gareso, M.Sc.
NIP. 19650305 199103 1 008



Prof. Dr. Dahlang Tahir, M.Si.
NIP. 19750907 200003 1 006



Ketua Program Studi,

Dr. Ir. Bidayatul Armynah, M.T.
NIP. 19630830 18903 2 001



Dekan Fakultas,

Dr. Eng. Amiruddin, M.Si.
NIP. 19720515 199702 1 002

PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Lorna
NIM : H032192006
Program Studi : Fisika
Jenjang : S2

Menyatakan dengan ini bahwa karya tulisan saya berjudul

PENGARUH PENAMBAHAN PASIR BESI TERHADAP PERUBAHAN SIFAT-SIFAT MATERIAL ZnO

Adalah karya tulisan saya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan tulisan atau pemikiran orang lain dan bahwa tesis yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri.

Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan bahwa sebagian atau keseluruhan isi tesis ini hasil karya orang lain, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Makassar, 24 Agustus 2022

Yang menyatakan,



Lorna

ABSTRAK

Sintesis $Zn_{1-x}Fe_xO$ telah dilakukan dengan variasi konsentrasi besi (Fe) $x= 0, 2, 4, 6, 8,$ dan 10% dibuat dengan metode kopresipitasi menggunakan Natrium Hidroksida, Asam dan pasir besi alam dari pantai Lemo, Sulawesi Selatan-indonesia. Pengaruh penambahan pasir besi terhadap karakteristik ZnO di analisis menggunakan XRD (X-Ray Diffraction), FTIR (Fourier Transform Infrared), dan dalam mendegradasi zat warna *Congo Red* (CR) diamati dan dianalisis menggunakan Uv-Vis. Hasil sintesis pasir besi dianalisis menggunakan XRF (X-Ray Fluorescence) yang menunjukkan bahwa pasir besi didominasi oleh Fe (82,48%), Ti (8,87%), Cr (5,07%), Mn (2,25%) dan beberapa elemen minor lainnya. Persentase tertinggi Fe terkonfirmasi sebagai oksida besi berupa Fe_2O_3 (Ferrite Oksida). Hasil XRD mengkonfirmasi struktur hexagonal. Kristal size dianalisis menggunakan Debye Scherrer and UDM diperoleh berkisar antara 19,89-44,72 nm. Karakterisasi FTIR tercatat pada kisaran $300 - 4000\text{ cm}^{-1}$. Pengukuran UV-Vis digunakan untuk menyelidiki penyerapan sampel yang berbeda pada rentang panjang gelombang 300 nm – 700 nm. Hasil dari pengukuran UV-Vis menunjukkan bahwa energi celah pita berkurang dengan adanya penambahan konsentrasi Fe. Dari aktivitas fotokatalitik ditemukan bahwa penambahan Fe lebih baik daripada ZnO murni.

Kata kunci: Besi (Fe), Fotokatalistik, ZnO nanopartikel

ABSTRACT

Synthesis of $Zn_{1-x}Fe_xO$ has been carried out with various concentrations of iron (Fe) $x= 0\%$, 2% , 4% , 6% , 8% , and 10% that was prepared by co-precipitation method using Sodium Hydroxide, Hydrochloric Acid and natural iron sand from Lemo beach, South-Sulawesi, Indonesia. The effect of the addition iron sand to the characteristics of ZnO in degradation of Congo Red (CR) dye was also observed and analysed using X-ray Diffraction (XRD), X-Ray Fluorescence (XRF). Spectroscopy of FTIR (Fourier Transform Infrared) and UV-Vis were used to characterize the nanoparticles. The results of XRF (X-Ray Fluorescence) showed that the iron sand was dominated by Fe (82.48%), Ti (8.87%), Cr (5.07%), Mn (2.25%) and several other minor metals elements. The highest percentage of Fe element was confirmed as iron oxide in the form of Fe_2O_3 (Ferrite Oxide). X-ray diffraction (XRD) study confirms the crystalline Hexagonal structure. Crystal size analysis using Debye Scherrer and UDM method obtained varying crystal sizes with variations in the concentration of Fe ranging from 19,89-44,72 nm. FTIR characterization was recorded in the range of 300 to 4000 cm^{-1} . UV-Vis measurements were used to investigate the absorption of different samples in the wavelength range of 300 to 700 nm. Results from UV-Vis measurements show that the band gap energy was decreased with additional of the Fe concentrations. The Photocatalytic activity was found that the additional of Fe doping was better than pure ZnO.

Keywords: Iron (Fe), photocatalytic, ZnO nanoparticles

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis ucapkan atas kehadiran Allah SWT yang senantiasa melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis magister dengan judul “**Pengaruh Penambahan Pasir Besi Terhadap Perubahan Sifat-Sifat Material Zno**” yang diajukan sebagai salah satu persyaratan dalam memperoleh gelar Magister Sains di Universitas Hasanuddin, Makassar.

Perjalanan panjang mulai dari perkuliahan, proses penelitian, penyusunan, revisi, hingga perampungan penulisan tesis yang penuh keringat, darah dan air mata ini Alhamdulillah berhasil terlewati tidak terlepas dari bantuan dan dukungan berbagai pihak terutama kedua orang tua, ayahanda tercinta **ABD. Rahman P.** dan ibunda tersayang **Hawati** yang sabarnya luar biasa, tak kenal lelah menyemangati dan memotivasi, kakak dan adik terkasih **Ahmad Ashari R.**, dan **Arjun**, yang senantiasa memberikan kasih sayang dan cintanya kepada penulis, serta seluruh keluarga besar penulis, terima kasih atas curahan do'a, kasih sayang, motivasi, nasehat, dukungan moril maupun materil selama penulis menempuh studi di Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin. Selain itu, dengan penuh kerendahan hati, pada kesempatan ini patutlah kiranya penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak **Prof. Dr. Paulus Lobo Gareso, M.Sc**, sebagai pembimbing utama yang senantiasa membimbing, memotivasi, dan memberikan arahan kepada penulis selama menjalani masa studi dan menyelesaikan jurnal maupun tesis.
2. Bapak **Prof. Dr. Dahlang Tahir, M.Si** sebagai pembimbing pertama dan sekaligus Kepala Laboratorium Fisika Material dan Energi yang telah banyak meluangkan waktu membimbing, mengarahkan dan menasehati penulis selama penulis melakukan penelitian, menyelesaikan jurnal maupun tesis.
3. Ibu **Dr. Nurlaela Rauf, M.Sc**, Bapak **Prof. Dr. rer-nat Wira Bahari Nurdin**, dan Ibu **Dr. Ir. Bidayatul Armynah, MT.** sebagai Tim penguji tesis fisika yang telah banyak memberikan masukan dan saran yang membangun untuk kesempurnaan tesis ini.
4. Seluruh **Dosen S2 Fisika Universitas Hasanuddin.** Terima kasih atas segala

ilmu, didikan, dan pengalaman berharga selama masa perkuliahan penulis.

5. Terkhusus untuk **Nurul Amaliah Humera S.Si., Nadia Nurafiah S. S.Si., kak Inayatul Mutmainna M.Si., Destalina S.Pd.**, dan seluruh teman-teman di jurusan Fisika yang telah memberikan semangat, arahan, motivasi dan selalu memberikan keceriaan ditengah tuntutan penyelesaian tesis.
6. Teman-teman seperjuangan Magister Fisika terkhusus **Sasa Harkiah S.Si., Annamaintin Kobong Lebang, M.Si., kak Nurul Jannah Jamal M.Si., Rekawati, S.Si., Nurhaniah S.Si.**, dan **Ainum Oktaviani Muzakkir S.Si.**, yang telah memberi saran dan motivasi selama perkuliahan dan penyusunan tesis.
7. **Jajaran Staf Departemen Fisika dan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.** Terima kasih atas bantuannya kepada penulis selama proses pengurusan administrasi selama ini.

Akhir kata, sekali lagi penulis mengucapkan terima kasih banyak kepada semua pihak yang telah membantu, semoga Allah SWT melimpahkan karunia-Nya, membalas setiap amal kebaikan dengan balasan yang setimpal, dan semoga tugas akhir ini dapat bermanfaat bagi para pembacanya hingga dapat berkontribusi dalam pengembangan ilmu pengetahuan di jajaran perguruan tinggi. Aamiin.

Makassar, 24 Agustus 2022

Lorna

DAFTAR ISI

	Halaman
SAMPUL.....	i
HALAMAN JUDUL	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN.....	iv
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
I.1 Latar Belakang	1
I.2 Rumusan Masalah	3
I.3 Tujuan Umum	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	4
II.1 Aktivitas Fotokatalis	4
II.2 <i>Zinc Oxide (ZnO)</i>	5
II.3 Pasir Besi	6
II.4 Metode Kopresipitasi	7
II.5 <i>X-Ray Diffraction</i>	7
II.6 <i>Fourier Transform Infra-Red Spectroscopy</i>	9
II.7 Spetrometer UV-Vis	9
BAB III METODE PENELITIAN.....	10
III.1 Waktu dan Tempat	10
III.2 Alat dan Bahan	10
III.2.1 Alat	10

III.2.2 Bahan	11
III.3 Prosedur Penelitian	11
III.3.1 Pemisahan Magnetik Pasir Besi.....	12
III.3.2 Sintesis Pasir Besi	12
III.3.3 Sintesis ZnO yang Didoping Fe	12
III.3.4 Fotokatalis	13
III.4 Karakterisasi.....	14
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	15
IV.1 Hasil <i>X-Ray Fluorescence</i>	15
IV.2 Hasil <i>X-Ray Diffraction</i>	16
IV.3 Hasil <i>Fourier Transform Infra-Red Spectroscopy</i>	19
IV.4 Bandgap.....	20
IV.5 Hasil Analisis Fotokatalis	21
IV.6 Siklus	24
BAB V PENUTUP.....	26
V.1 Kesimpulan	26
V.2 Saran	26
DAFTAR PUSTAKA	27
LAMPIRAN.....	35

DAFTAR TABEL

No.	Keterangan Tabel	Halaman
4.1	Komposisi kimia pasir besi (%) ditentukan oleh XRF.....	15
4.2	Parameter geometri nanopartikel ZnO doping Fe dengan model berbeda..	17
4.3	Laju kinetik (Kr) sampel ZnO doping Fe.....	23

DAFTAR GAMBAR

No. Keterangan Gambar	Halaman
2.1 Degradasi polutan organik ZnO dengan adanya cahaya matahari	4
3.1 Bagan alir penelitian	11
4.1 (a) Pola XRD nanopartikel ZnO dengan Variasi doping Fe	16
4.1 (b) Pergeseran puncak pada hkl (101).....	16
4.2 Plot W-H method untuk sampel ZF dan dengan variasi doping Fe	18
4.3 Spektrum FTIR dari ZnO murni dan ZnO doping iron (Fe)	19
4.4 Variasi bandgap menggunakan metode Touch plot	20
4.5 Spektrum absorpsi UV-Vis terhadap waktu degradasi fotokatalitik CR dengan berbagai konsentrasi	21
4.6 Persentase degradasi ZnO tanpa doping dan yang didoping Fe.....	22
4.7 (a) Kinerja fotokatalis	23
4.7 (b) Kurva laju kinetik sampel.....	23
4.8 Efisiensi ZF ₈ untuk pewarna Congo Red (CR) dalam 5 kali siklus.....	24

DAFTAR LAMPIRAN

No. Keterangan Lampiran	Halaman
1 Data hasil pengujian <i>X-Ray Diffraction</i> untuk sampel ZnO tanpa dan dengan doping Fe	35
2 Hasil perhitungan ukuran kristal dan regangan nanopartikel sampel ZF ₈ metode Debye Scerrer	36
3 Hasil perhitungan ukuran kristal dan regangan nanopartikel sampel ZF ₈ metode Williamson Hall	36
4 Data hasil pengujian FT-IR untuk sampel ZnO tanpa dan dengan doping Fe.....	37
5 Data hasil pengujian UV-Vis untuk sampel bandgap ZnO tanpa dan dengan doping Fe	38
6 Data hasil perhitungan bandgap dengan metode touch plot.....	39
7 Data hasil pengujian UV-Vis untuk persentase degradasi sampel ZF	40
8 Hasil persentase fotokatalis terhadap waktu degradasi fotokatalitik CR dengan berbagai konsentrasi	41
9 Hasil Kinerja fotokatalis terhadap waktu degradasi fotokatalitik CR dengan berbagai konsentrasi	42
10 Hasil laju Kinetik fotokatalis terhadap waktu degradasi fotokatalitik CR dengan berbagai konsentrasi	42
11 Data hasil pengujian UV-Vis untuk Siklu Cr-0,08 gr	43
12 Hasil persentase degadasi terhadap waktu degradasi fotokatalitik dengan berbagai konsentrasi CR.....	44

BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar belakang

Pencemaran lingkungan telah menjadi permasalahan global yang dominan terhadap berkembangnya perindustrian dan teknologi [1]. Hal ini diikuti dengan semakin meningkatnya dampak pencemaran yang semakin meluas, salah satunya adalah limbah cair industri tekstil. Hal ini disebabkan oleh senyawa organik dari limbah yang sulit terdegradasi alamiah dan tidak ramah lingkungan karena memiliki sifat toksinitas yang tinggi [2]. *Congo red* merupakan salah satu zat warna yang digunakan dalam industri tekstil [3].

Teknologi pengolahan limbah dengan berbagai teknik telah dilakukan untuk menekan dampak negatif seperti adsorpsi [4], mekanisme biosorpsi membran [5]; namun konsentrasi proses ini hanya mengubah polutan organik dari cair ke padat sehingga memerlukan perawatan tambahan untuk mengolah dan meregenerasi adsorben [6]. Salah satu metode yang berpotensi adalah fotokatalis karena laju degradasi yang cepat, mineralisasi senyawa organik menjadi produk ramah lingkungan, dan radikal hidroksil (OH^-) yang dihasilkan merupakan oksidan kuat yang mampu mendegradasi senyawa organik [7].

Peningkatan katalis terus dikembangkan dan umumnya bahan semikonduktor adalah fotokatalis yang baik karena kemampuannya untuk menghasilkan jumlah *electron-hole* yang cukup pada irradiasi fotokatalis [8]. Diantara bahan semikonduktor, *zinc oxide* (ZnO) memiliki kemampuan dalam menyerap fraksi spektrum cahaya lebih besar dengan luar permukaan spesifik tertinggi dan juga merupakan salah satu material ramah lingkungan dengan sifat optik, mekanik dan listrik yang sangat baik [7,9,10] yang memiliki celah pita lebar 3.36 eV dan energy ikat eksitasi yang besar 61 meV [2,12], sifat mobilitas elektron yang tinggi, transparansi yang baik, semi konduktivitas lebar [13]. Partikel ZnO akan menunjukkan perubahan sifat yang signifikan ketika didoping dengan elemen yang sesuai dan juga tergantung dari metode sintesisnya [11]. Namun semikonduktor ZnO sebagai fotokatalis dibatasi oleh efisiensi pemisahan muatan

yang rendah sehingga untuk memodifikasi sifat fisik dan kimia ZnO dapat dilakukan dengan menambahkan doping seperti logam dan non-logam untuk menggeser energy valensi ZnO ke atas dan mempersempit energi celah pita ke wilayah UV *Visible* [7]. Dalam beberapa tahun terakhir tentang oksida logam transisi banyak diselidiki karena sifat struktur, optik dan magnetiknya ketika dijadikan doping dapat menghasilkan sifat yang berguna dalam optik, photoluminescence, sifat listrik, fotokatalis [9,10]. Fe sebagai salah satu logam transisi menunjukkan sifat feromagnetik [14] yang menunjukkan efisiensi fotodegradasi senyawa ZnO meningkat dengan adanya magnetit yaitu dari 13.5% menjadi 88.5% [15]. Bahan ferit tersebut terkandung dalam pasir besi alami dengan mineral magnetik seperti magnetik (Fe_3O_4), hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), dan maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) [16,17]. Pasir besi telah banyak dimanfaatkan dalam berbagai bidang seperti campuran beton [18,19] filter anti-bakteri [20-23], penggunaan pasir besi dilapisi kitosan [24], ion tembaga [25] yang dapat juga digunakan untuk memisahkan unsur logam dan banyak lagi seiring perkembangan pasir besi sebagai salah satu sumber material magnetik.

Penggunaan logam transisi sebagai doping ZnO diidentifikasi sebagai kandidat yang menjanjikan. Di antara logam transisi, Fe memiliki moment magnetik efektif yang besar. Dalam penelitian yang dilakukan S. Roguai dan A. Djelloul [26], memperlihatkan hasil dengan penambahan doping Fe, degradasi Methylene Blue (MB) sebesar 20% sementara yang dilakukan E. A. Setiadi, et al [27], dengan perlakuan penambahan PEG 6000 menunjukkan bahwa efektif dalam mendegradasi ion logam Cu dan Pb yaitu sebesar 91%. Sehingga dalam tulisan ini, pasir besi alami yang diperoleh dari pesisir pantai Lemo disintesis dengan penambahan PEG 6000 menggunakan metode kopresipitasi untuk memperoleh bahan magnetik Fe dan selanjutnya digunakan sebagai doping untuk meningkatkan kualitas dari ZnO nanopartikel yang disintesis menggunakan metode kopresipitasi. Banyak metode telah digunakan untuk menyiapkan bahan nano ZnO yang didoping Fe, termasuk kopresipitasi [24-26,28,29], sol-gel [30,31], proses plasma larutan satu langkah [14]. Metode kopresipitasi memiliki keunggulan pada teknik pengendapan sederhana. Hasil yang diperoleh selanjutnya dianalisis menggunakan

karakterisasi XRD, FTIR, dan UV-Vis untuk mengetahui struktur kristal, dan optiknya. Selanjutnya fotokatalitik bahan ZnO yang didoping Fe dideteksi dengan degradasi *congo red* (CR) dibawah penerangan cahaya tampak.

I.2 Rumusan masalah

1. Bagaimana komposisi kimia pasir besi berdasarkan data *X-ray Fluorescence*?
2. Bagaimana pengaruh doping Fe pada sifat struktur, optik dan kinerja fotokataliknya terhadap fotodegradasi *Congo Red* (CR) dari nanopartikel ZnO?

I.3 Tujuan penelitian

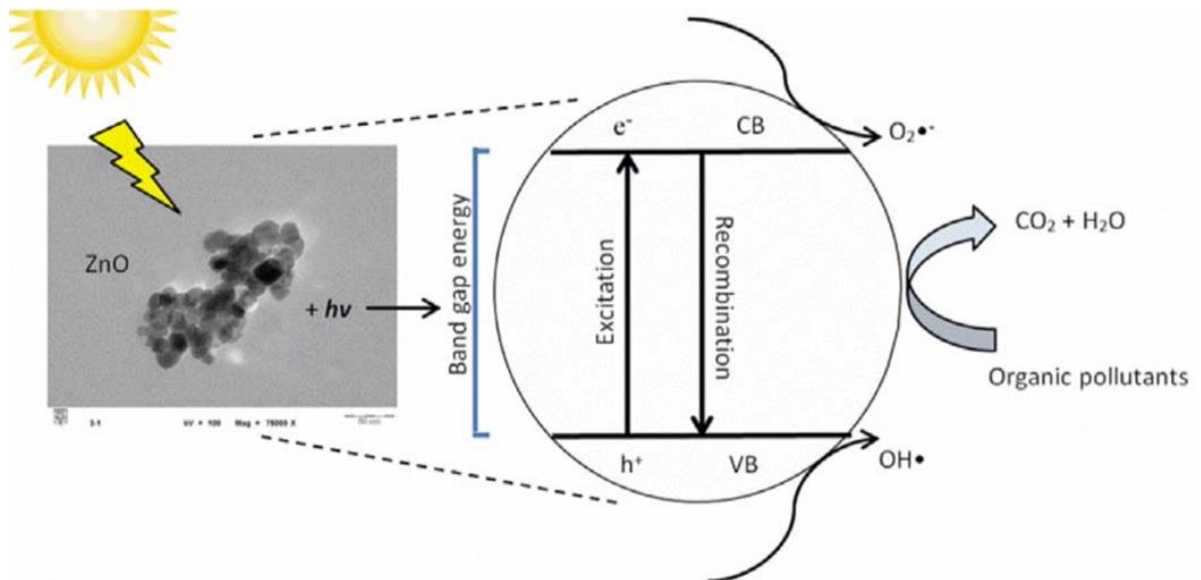
1. Mengidentifikasi komposisi kimia hasil sintesis pasir besi berdasarkan data *X-ray Fluorescence*.
2. Menganalisis pengaruh doping Fe pada sifat struktur, optik dan kinerja fotokatalitik nanopartikel ZnO.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Aktivitas fotokatalis

Fotokatalis adalah zat yang membantu terjadinya reaksi kimia dengan menggunakan cahaya atau foton. Fotokatalis merupakan salah satu diantara banyak teknologi untuk penanganan organik polutan. *Congo Red* (CR) digunakan sebagai referensi polutan organik dalam air dimana aktivitas fotokatalitik dievaluasi dari variasi efisiensi degradasi dengan waktu penyinaran yang ditentukan. Penambahan doping (logam transisi) umumnya meningkatkan efisiensi degradasi secara signifikan. ZnO sebagai salah satu bahan semikonduktor yang dimanfaatkan sebagai fotokatalis sangat baik karena aktivitas kataliknya yang tinggi [15].

Teknik fotokatalis menawarkan solusi untuk degradasi zat berbahaya menjadi signifikan karena keunggulannya yang unik tanpa menghasilkan polutan sekunder. Fotokatalis mendegradasi zat berbahaya menjadi komponen yang ramah seperti karbon dioksida dan air. Terkhusus ketika fotokatalis memiliki sifat magnetik mudah digunakan beberapa kali.



Gambar 2.1 Degradasi polutan organik ZnO dengan adanya cahaya matahari[7]

Langkah-langkah oksidasi fotokatalis [7]:

1. Polutan organik berdifusi dari fase cair ke permukaan ZnO
2. Adsorpsi polutan organik pada permukaan ZnO
3. Reaksi oksidasi dan reduksi pada fase teradsorpsi
4. Desorpsi produk
5. Penghapusan produk dari wilayah antarmuka.

Ketika ZnO diinduksi foton oleh cahaya matahari dengan energi fotonik ($h\nu$) sama dengan atau lebih besar dari energi eksitasi (E_g), e^- dari pita valensi (VB) terisi dan pita konduksi (CB) mengalami kekosongan. Proses induksi foto ini menghasilkan pasangan *electron-hole* (e^-/h^+). Elektron yang dihasilkan foto e^- bergerak, tereksitasi dari VB ke CB, sehingga menciptakan h^+ pada VB. Pasangan *electron-hole* dapat bermigrasi ke permukaan ZnO dan terlihat dalam reaksi redoks, dimana pada h^+ bereaksi dengan air dan ion hidroksida untuk menghasilkan radikal hidroksil (OH^-) sedangkan e^- bereaksi dengan oksigen untuk menghasilkan anion radikal superoksida lalu hidrogen peroksida. Kemudian hidrogen peroksida akan bereaksi dengan radikan superoksida membentuk radikal hidroksil. Radikal hidroksil yang dihasilkan merupakan oksidator kuat yang akan mengoksidasi polutan yang teradsorpsi di permukaan ZnO untuk menghasilkan senyawa akhir menjadi senyawa CO_2 , H_2O dan asam mineral [32].

Penggunaan doping juga dapat berkontribusi dalam produksi radikal OH yang lebih besar sehingga menyebabkan degradasi polutan organik yang tinggi. Dimana dopan bertindak mempercepat migrasi *electron-hole* untuk mencegah rekombinasi pasangan *electron-hole* [7,32].

II.2 Zinc Oxide (ZnO)

Zinc oxide merupakan senyawa organik dengan rumus ZnO. Zinc oksida adalah semikonduktor dengan sifat fisik dan kimia yang unik, seperti stabilitas kimia yang tinggi, koefisien kopling elektrokimia yang tinggi, berbagai penyerapan radiasi dan fotostabilitas yang tinggi [33,34].

ZnO diklasifikasikan sebagai semikonduktor tipe-n dengan celah pita 3,37 eV dan energi ikat eksitasi yang cukup tinggi yaitu 60 meV [35], berupa bubuk putih, dan secara luas digunakan sebagai bahan adiktif. *Zinc oxide* juga telah diprediksi dapat mempertahankan sifat feromagnetik pada suhu kamar dengan doping dari berbagai logam transisi seperti Ni, Fe dan Co yang banyak digunakan dalam DMS (Semikonduktor magnetik encer) sebagai elemen magnet. ZnO memiliki konfigurasi ikatan tetrahedral dan memiliki ionitas yang tinggi pada batas antara semikonduktor kovalen dan ionik dan akibatnya ZnO memiliki celah pita lebar yang menyebabkan eksitasinya pada kisaran UV dibawah 400 nm. Sehingga menjadikannya sebagai salah satu bahan fotokatalis yang sangat baik [15]. ZnO dapat membentuk kristal dalam 3 bentuk yaitu wurtzite heksagonal, Zincblende kubik, dan batu garam. ZnO wurtzite heksagonal secara termodinamika paling stabil dalam kondisi ambien, Zincblende kubik dapat distabilkan dengan menumbuhkan ZnO pada substrat kubik, sedangkan batu garam hanya terbentuk jika tekanan yang relatif tinggi [7].

II.3 Pasir besi

Pasir besi alam merupakan material magnetik yang memiliki potensi yang cukup besar sebagai sumber biji besi (Fe). Pasir besi berwarna abu-abu tua atau kehitaman. Secara alami, mineral utama dalam bijih besi adalah magnetit (Fe_3O_4) yang termaksud dalam golongan feromagnetik. Bahan yang tergolong bahan feromagnetik memiliki sifat kemagnetan dengan daya tarik magnet yang kuat. Pasir besi alam bercampur dengan material non-magnetik lainnya sehingga perlu dilakukan preparasi sampel. Sampel pasir besi yang diperoleh diekstraksi menggunakan magnet permanen untuk memisahkan material magnetik dan non magnetik. Mineral non-magnetik yang tinggi pada pasir besi seperti silikon oksida (SiO_2) memiliki persentase yang cukup tinggi dan merupakan faktor utama penyebab penurunan sifat kemagnetan pasir besi. Selain silika, terdapat juga mineral minor berupa oksida logam alkali, alkali tanah dan oksida logam golongan utama lainnya yang berkontribusi terhadap penurunan sifat magnetik pasir besi.

Pasir besi yang bersifat magnetis telah diaplikasikan pada pengembangan absorben yang memiliki sifat magnet untuk digunakan dalam proses absorpsi [16].

II.4 Metode kopresipitasi

Kopresipitasi merupakan metode kimia yang melibatkan teknik pengendapan logam dalam bentuk hidroksida dari prekursor garam dengan bantuan basa dalam pelarut [36]. Dalam teknik ini reagen dicampur pada tingkat molekuler dan ada pemantauan stoikiometri, kemurnian, homogenitas, dan morfologi yang baik [26] dengan prosedur sederhana dan mudah dilakukan pada suhu yang relatif rendah [27,37], sehingga kopresipitasi menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil [38]. Pelepasan anion dan kation yang terkontrol membantu mengatur nukleasi, kinetika pertumbuhan partikel dan dengan modifikasi yang tepat pada parameter eksperimental seperti pH, prekursor besi, konsentrasi reaktan dan ion, dan suhu dapat menentukan proses pengendapan [36,39] serta untuk mengontrol morfologi, ukuran, kristalinitas dan distribusi ukuran oksida besi. Reaksi kimia dimulai dengan mencampurkan reaktan dalam gelas kimia. Ketika produk reaksi menjadi jenuh, nukleasi spontan terjadi dan selanjutnya, melalui mekanisme pertumbuhan. Metode ini menguntungkan karena dapat mencapai nanopartikel dengan kondisi reaksi ringan, bahan kimia yang relatif murah dan tanpa persyaratan peralatan khusus [38,40].

II.5 X-ray diffraction

XRD (*X-ray diffraction*) adalah suatu metode analisis difraksi sinar x yang digunakan untuk mengetahui fasa kristalin serta ukuran partikel suatu bahan dengan menentukan parameter kisi. Prinsip dasar XRD adalah mendifraksi cahaya yang melalui celah kristal yang dapat terjadi jika panjang gelombang setara dengan jarak antar atom yaitu sekitar 1 Å. Sinar X merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang 0,5–2,5 Å dengan frekuensi antara 10¹⁷-10²⁰ Hz dan memiliki energi 10³ eV - 10⁶ eV. Ketika berkas sinar X berinteraksi dengan suatu material, maka sebagian berkas akan diabsorpsi, ditransmisikan, dan sebagian lagi terdifraksi atau dihamburkan. Hamburan terdifraksi inilah yang dideteksi oleh XRD, ada yang

saling menguatkan (interferensi konstruktif) karena fasanya yang sama dan ada yang saling menghilangkan (interferensi deduktif) karena fasa yang berbeda. Berkas sinar X yang saling menguatkan ini disebut dengan berkas difraksi. Untuk mempelajari kristal dari difraksi sinar X digunakan hukum Bragg [26].

Hasil analisisnya berupa diagnosa puncak-puncak intensitas berdasarkan hamburan berkas sinar X terhadap 2θ . Metode yang sering digunakan dalam menganalisa struktur kristal adalah metode Scherrer. Ukuran sejumlah kristal terkandung dalam suatu partikel. Namun ketika partikel berukuran nanometer maka biasanya satu partikel hanya mengandung satu kristal. Dengan begitu ukuran kristal yang diprediksi metode Scherrer juga merupakan ukuran partikel. Berdasarkan metode ini, semakin kecil ukuran kristallites maka semakin lebar puncak difraksi yang dihasilkan. Puncak difraksi dihasilkan oleh interferensi cahaya yang dipantulkan secara konstruktif oleh bidang-bidang kristal. Hubungan antara ukuran kristal dengan lebar puncak difraksi sinar x berdasarkan formula Scherrer persamaan (2.1) dan persamaan (2.2) dari [41]:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.1)$$

$$\beta = \sqrt{FWHM_{sampel} - FWHM_{standar}} \quad (2.2)$$

dimana D merupakan ukuran kristal dalam nanometer, panjang gelombang λ , θ sudut Bragg, β lebar puncak difraksi pada setengah maksimum. Sementara regangan mikro dari pola difraksi digunakan dengan persamaan (2.3) dari [42]:

$$\varepsilon = \frac{\beta_{hkl}}{4 \tan \theta} \quad (2.3)$$

Sedangkan dalam metode Williamson-Hall, ukuran kristal dan regangan diperoleh dengan persamaan (2.4) dari [43]:

$$\beta_{hkl} \cos \theta = \frac{k\lambda}{D} + 4\varepsilon \sin \theta \quad (2.4)$$

Dimana β_{hkl} adalah *full width at half maximum* (FWHM) dan ε adalah regangan kisi. Kesesuaian kuadrat terkecil digunakan dalam $\beta_{hkl} \cos \theta$ terhadap $4 \sin \theta$ untuk mengukur kemiringan dan intersep untuk menghitung D dan ε [44].

Data hasil uji sampel diperoleh tersimpan dalam format RAW data yang kemudian dianalisis dengan menggunakan *software* Origin dan data yang diperoleh berupa peak [26].

II.6 *Fourier Transform Infrared*

Fourier transform infrared (FTIR) merupakan suatu metode yang mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik. FTIR digunakan untuk mengidentifikasi keberadaan bahan magnetik atau gugus-gugus fungsional yang terkandung dalam suatu senyawa yang diinterpretasikan dalam bentuk grafik spektra IR yang menunjukkan garis-garis serapan hubungan antara panjang gelombang dan absorbansi [45].

II.7 Spektrometer UV-Vis

Spektrometer UV-Vis adalah tehnik analisis spektroskopi yang menggunakan sumber radiasi elektromagnetik di wilayah *ultraviolet-visible* pada rentang panjang gelombang 185 nm – 760 nm dengan menggunakan instrument spektrofotometer. Radiasi elektromagnetik yang disediakan instrument diserap oleh analit, dimana daya radiasi yang datang akan berkurang saat melewati sampel. Jumlah radiasi yang diserap meningkat dengan konsentrasi analit dan dengan jarak yang dilalui radiasi. Karena radiasi diserap dalam sampel, maka kekuatan berkas radiasi yang tiba di detektor foto berkurang. Panjang gelombang radiasi elektromagnetik yang datang dikendalikan oleh monokromator. Radiasi yang ditransmisikan atau absorbansi menghasilkan plot yang disebut spektrum transmitansi atau absorpsi. Untuk mengidentifikasi komponen analit diamati dari panjang gelombang dimana puncak absorbansi maksimum [46]. Untuk menentukan celah pita digunakan persamaan (2.5) dari persamaan Plot Touch [26]:

$$(\alpha hv)^2 = A(hv - Eg) \quad (2.5)$$

Dimana α adalah absorbansi koefisien, A konstanta karakteristik, h konstanta planck, ν frekuensi dan Eg energi bandgab.

BAB III

METODE PENELITIAN

III.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Material dan Energi, Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin, Makassar.

III.2 Alat dan Bahan Penelitian

III.3.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi alat sintesa dan karakterisasi. Alat-alat sintesa yang digunakan meliputi:

- | | |
|--|--------------------------------------|
| 1. Magnet | 9. Corong Kaca |
| 2. <i>Magnetic Stirrer</i> dan <i>Magnetic Bar</i> | 10. <i>Stopwatch</i> |
| 3. <i>Furnace</i> | 11. Kertas PH |
| 4. Oven | 12. Kertas Saring <i>Whatmann 42</i> |
| 5. Neraca Ohaus Digital (Sartorius) | 13. Batang Pengaduk Kaca 15 cm |
| 6. Gelas Ukur 100 ml | 14. Cawan Kursible 30 mL Porselin |
| 7. Gelas Kimia 250 ml | 15. Cawan Petri |
| 8. Pipet Tetes | 16. Lampu Halogen 300 W |
| | 17. Mortar Stamper |

Sedangkan alat-alat yang digunakan untuk karakterisasi yaitu:

1. *X-ray Fluorescence (XRF)*
2. *X-Ray Diffraction Spectrum (XRD)*
3. *Fourier Transform Infra-Red Analysis (FT-IR)*
4. Spektrofotometer UV-Vis