

**DEGRADASI ZAT WARNA *ERIOCHROME BLACK-T* (EBT)  
DENGAN KATALIS  $ZnO-TiO_2$  MENGGUNAKAN METODE  
SONOLISIS**



**SANTIKA PUTRI  
18036022/2018**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI PADANG  
2022**

**DEGRADASI ZAT WARNA *ERIOCHROME BLACK-T* (EBT)  
DENGAN KATALIS  $ZnO-TiO_2$  MENGGUNAKAN METODE  
SONOLISIS**

**SKRIPSI**

*Diajukan Sebagai Salah Satu Persyaratan Untuk Memperoleh Gelar  
Sarjana Sains (S.Si)*



**SANTIKA PUTRI  
18036022/2018**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI PADANG  
2022**

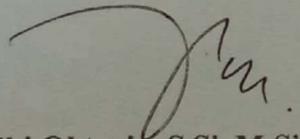
**PERSETUJUAN SKRIPSI**

**DEGRADASI ZAT WARNA *ERIOCHROME BLACK-T* (EBT) DENGAN  
KATALIS ZnO-TiO<sub>2</sub> MENGGUNAKAN METODE SONOLISIS**

Nama : Santika Putri  
NIM : 18036022  
Program Studi : Kimia (NK)  
Departemen : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

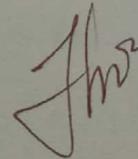
Padang, 06 Juni 2022

Mengetahui:  
Kepala Departemen



**Budhi Oktavia, S.Si, M.Si, Ph.D**  
NIP. 19721024 199803 1 001

Disetujui oleh:  
Dosen Pembimbing



**Hary Sanjaya, S.Si., M.Si**  
NIP. 19830428 200912 1 007

## PENGESAHAN UJIAN SKRIPSI

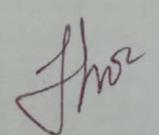
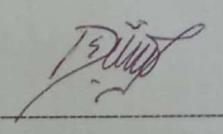
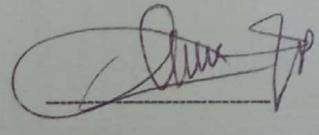
Nama : Santika Putri  
NIM : 18036022  
Program Studi : Kimia (NK)  
Departemen : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

### DEGRADASI ZAT WARNA *ERIOCHROME BLACK-T* (EBT) DENGAN KATALIS $ZnO-TiO_2$ MENGGUNAKAN METODE SONOLISIS

Dinyatakan Lulus Setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi  
Program Studi Kimia Departemen Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Negeri Padang

Padang, 06 Juni 2022

Tim Penguji

	Nama	Tanda tangan
<b>Ketua</b>	<b>: Hary Sanjaya, S.Si., M.Si</b>	
<b>Anggota</b>	<b>: Dr. Desy Kurniawati, S.Pd., M.Si</b>	
<b>Anggota</b>	<b>: Ananda Putra, S.Si., M.Si., Ph.D</b>	

## SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini :

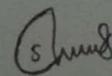
Nama : Santika Putri  
NIM : 18036022  
Tempat/Tanggal lahir : Sungai Aur/ 01 Juni 2000  
Program Studi : Kimia  
Departemen : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
JudulSkripsi : **Degradasi Zat Warna Eriochrome Black-T (EBT) dengan Katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> menggunakan Metode Sonolisis**

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil karya saya dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademik (sarjana) baik di UNP maupun perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis/skripsi ini murni gagasan, rumusan, dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali arahan tim pembimbing.
3. Pada karya tulis/skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali tertulis dengan jelas dicantumkan pada kepustakaan.
4. Karya tulis/skripsi ini sah apabila telah ditandatangani **Asli** oleh tim pembimbing dan tim penguji.

Pernyataan ini saya buat dengan sungguh-sungguh dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran di dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima **Sanksi Akademik** berupa pencabutan gelar akademik yang telah diperoleh karena karya tulis/skripsi ini, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi

Padang, 06 Juni 2022  
Yang menyatakan



**Santika Putri**  
**NIM : 18036022**

## Degradasi Zat Warna *Eriochrome Black-T* (EBT) dengan Katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> menggunakan Metode Sonolisis

Santika Putri

### ABSTRAK

*Eriochrome Black-T* (EBT) merupakan salah satu zat warna yang banyak digunakan dalam industri tekstil, pewarnaan sutra, wol, nilon, serat ganda dan di laboratorium sebagai titran kompleksometri untuk estimasi Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup> dan Zn<sup>2+</sup>. Zat warna EBT ini berbahaya jika dilepaskan ke perairan alami yang secara signifikan dapat mempengaruhi aktivitas fotosintesis lingkungan akuatik karena produk penguraiannya seperti naphthoquinone yang bersifat karsinogenik. Jadi, keberadaannya di air minum dan air permukaan bisa mematikan. Oleh karena itu, dilakukan degradasi pada zat warna ini sebelum dibuang ke lingkungan agar pencemaran lingkungan yang ditimbulkan dapat diuraikan. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan waktu optimum dan konsentrasi optimum dari penambahan doping TiO<sub>2</sub> pada katalis ZnO terhadap degradasi EBT dengan metode sonolisis. Persentase degradasi zat warna EBT diperoleh dari nilai absorbansi yang diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Pengukuran absorbansi dilakukan pada panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{maks}$ ) EBT yaitu 535,60 nm. Hasil penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi optimum doping katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> pada proses degradasi EBT dengan metode sonolisis diperoleh pada konsentrasi ZnO-TiO<sub>2</sub> 10% dengan %D sebesar 77,78% dan waktu optimum diperoleh pada variasi waktu 30 menit dengan %D sebesar 78,74%. Karakterisasi katalis dianalisis menggunakan XRD dan spektrofotometer UV-DRS. Hasil Analisis menggunakan XRD didapatkan katalis memiliki ukuran kristal berkisar antara 13,85-40,16 nm. Hasil Analisis menggunakan spektrofotometer UV-DRS didapatkan nilai band gap katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> 5% (3,23 eV), ZnO-TiO<sub>2</sub> 10% (3,22 eV), ZnO-TiO<sub>2</sub> 15% (3,24 eV), ZnO-TiO<sub>2</sub> 20% (3,25 eV), dan ZnO-TiO<sub>2</sub> 25% (3,27 eV).

**Keywords:** Degradasi, *Eriochrome Black-T* (EBT), ZnO-TiO<sub>2</sub>, Sonolisis, Band gap

## KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kehadiran Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan nikmat-Nya yang selalu dicurahkan kepada seluruh hamba-Nya. Shalawat beserta salam dikirimkan kepada tauladan ummat Islam yakni Nabi Muhammad SAW. Alhamdulillah dengan nikmat dan hidayah-Nya, penulis telah dapat menyelesaikan penelitian yang berjudul **“Degradasi Zat Warna *Eriochrome Black-T* (EBT) dengan Katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> Menggunakan Metode Sonolisis”**.

Tugas Akhir ini diajukan untuk memenuhi persyaratan untuk mata kuliah pada Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang. Penulisan Tugas Akhir ini tidak terlepas dari bantuan, petunjuk, arahan, dan masukan yang berharga dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terimakasih terutama kepada:

1. Bapak Hary Sanjaya, S.Si, M.Si selaku pembimbing dan penasihat akademis yang telah memberikan bimbingan serta pengarahan hingga selesainya Tugas Akhir ini.
2. Bapak Ananda Putra, S.Si., M.Si, Ph.D dan Ibu Dr. Desy Kurniawati, M.Si selaku dosen pembahas.
3. Bapak Budhi Oktavia, S.Si, M.Si, Ph.D selaku Kepala Departemen dan Ketua Prodi Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang.

Dalam penyusunan skripsi ini, penulis berpedoman kepada buku Panduan Penulisan Skripsi Non Kependidikan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang. Sebagai langkah penyempurnaan, penulis mengharapkan masukan, kritikan, dan saran yang bersifat membangun demi perbaikan skripsi ini. Semoga masukan, kritikan, dan saran yang diberikan menjadi amal ibadah, aamiin. Akhirnya penulis berharap semoga skripsi ini bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan khususnya di dunia Sains.

Padang, 27 Mei 2022

Santika Putri

## DAFTAR ISI

ABSTRAK .....	i
KATA PENGANTAR .....	ii
DAFTAR ISI .....	iv
DAFTAR GAMBAR .....	vi
DAFTAR TABEL .....	vii
DAFTAR LAMPIRAN .....	viii
BAB I PENDAHULUAN .....	1
A. Latar Belakang .....	1
B. Identifikasi Masalah .....	6
C. Batasan Masalah .....	6
D. Rumusan Masalah .....	7
E. Tujuan Penelitian .....	7
F. Manfaat Penelitian .....	8
BAB II KERANGKA TEORITIS .....	9
A. Eriochrome Black-T (EBT) .....	9
B. Zink Oksida (ZnO) .....	10
C. Titanium dioksida (TiO <sub>2</sub> ) .....	12
D. Doping ZnO-TiO <sub>2</sub> .....	14
E. Metode Sonolisis .....	17
F. Metode Sol-Gel .....	21
G. Spektrofotometer UV-Vis .....	24
H. X-Ray Diffraction (XRD) .....	25
I. Spektroskopi FT-IR ( <i>Fourier Transform Infrared</i> ) .....	26
J. UV- DRS (Spektrofotometer UV-Diffuse Reflectance) .....	28
BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....	30
A. Waktu dan Tempat Penelitian .....	30
B. Objek penelitian .....	30

C. Variabel Penelitian .....	30
D. Alat dan Bahan.....	31
E. Prosedur Penelitian.....	31
F. Teknik Analisa Data.....	35
G. Skema Penelitian.....	35
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>36</b>
A. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dan Kurva Standar <i>Eriochrome Black-T</i> (EBT).....	36
B. Pengaruh Variasi Konsentrasi ZnO-TiO <sub>2</sub> terhadap Degradasi <i>Eriochrome Black-T</i> (EBT) dengan Metode Sonolisis .....	38
C. Pengaruh Variasi Waktu Degradasi <i>Eriochrome Black-T</i> (EBT) menggunakan Katalis ZnO-TiO <sub>2</sub> pada Konsentrasi Optimum dengan Metode Sonolisis.....	40
D. Perbandingan Degradasi <i>Eriochrome Black-T</i> (EBT) pada Waktu Optimum dan Konsentrasi Optimum ZnO-TiO <sub>2</sub> 10% .....	43
E. Karakterisasi FTIR .....	45
F. Karakterisasi Katalis ZnO-TiO <sub>2</sub> menggunakan UV-DRS .....	47
G. Karakterisasi Katalis ZnO-TiO <sub>2</sub> 10% menggunakan XRD .....	50
<b>BAB V PENUTUP .....</b>	<b>54</b>
A. Kesimpulan .....	54
B. Saran.....	54
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>55</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>61</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Struktur Eriochrome Black-T (EBT).....	10
Gambar 2. Model struktur ZnO .....	12
Gambar 3. Perbedaan bentuk kristal dari TiO <sub>2</sub> .....	12
Gambar 4. Peran gelembung kavitasasi dalam proses sonolitik dan sonokatalitik .....	17
Gambar 5. Diagram peralatan ultrasonik untuk sonikasi .....	18
Gambar 6. Kemungkinan mekanisme degradasi sonokatalitik .....	20
Gambar 7. Diagram skematis metode sintesis sol-gel .....	23
Gambar 8. Skema Spektrofotometer UV-Vis.....	24
Gambar 9. Skema spektrofotometer FTIR .....	27
Gambar 10. Spektrum UV-Vis larutan EBT 10 ppm.....	36
Gambar 11. Kurva standar larutan EBT .....	37
Gambar 12. Kurva pengaruh variasi konsentrasi doping degradasi EBT .....	39
Gambar 13. Kurva pengaruh variasi waktu degradasi EBT .....	42
Gambar 14. Kurva degradasi EBT pada waktu dan konsentrasi optimum .....	44
Gambar 15. Spektrum FTIR EBT sebelum dan sesudah degradasi.....	46
Gambar 16. Grafik band gap katalis ZnO-TiO <sub>2</sub> (5%, 10%, 15%, 20%, dan 25%) .....	48
Gambar 17. perbandingan band gap ZnO, TiO <sub>2</sub> , dan ZnO-TiO <sub>2</sub> variasi Konsentrasi .	49
Gambar 18. Pola XRD pada katalis ZnO-TiO <sub>2</sub> 10% .....	51

## DAFTAR TABEL

Tabel 1. Sifat zat warna EBT .....	10
Tabel 2. Sifat Fisika ZnO .....	11
Tabel 3. Perbandingan bentuk kristal TiO <sub>2</sub> anatase dan rutil .....	13
Tabel 4. parameter pada proses sol-gel.....	23
Tabel 5. Gugus fungsi EBT sebelum dan setelah degradasi .....	46
Tabel 6. Nilai band gap dari katalis ZnO, TiO <sub>2</sub> , ZnO-TiO <sub>2</sub> .....	49

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan preparasi katalis .....	61
Lampiran 2. Hasil preparasi katalis ZnO-TiO <sub>2</sub> dengan variasi konsentrasi doping ...	62
Lampiran 3. Preparasi katalis ZnO- TiO <sub>2</sub> dengan variasi konsentrasi dopan .....	63
Lampiran 4. Preparasi pembuatan larutan Eriochrome Black-T (EBT) .....	64
Lampiran 5. Degradasi Eriochrome Black-T (EBT) menggunakan variasi waktu .....	65
Lampiran 6. Degradasi larutan Eriochrome Black-T (EBT) variasi konsentrasi .....	66
Lampiran 7. Absorbansi larutan standar EBT .....	67
Lampiran 8. Larutan standar EBT .....	68
Equation 9. Absorbansi EBT setelah didegradasi dengan variasi konsentrasi dopan .	69
Lampiran 10. Perhitungan persen degradasi EBT dengan variasi konsentrasi dopan	70
Lampiran 11. Hasil degradasi EBT dengan variasi konsentrasi dopan .....	72
Lampiran 12. Absorbansi degradasi EBT variasi waktu sonikasi - .....	73
Lampiran 13. Perhitungan persen degradasi EBT dengan variasi waktu sonikasi ....	74
Lampiran 14. Hasil degradasi EBT dengan variasi waktu sonikasi .....	76
Lampiran 15. Absorbansi degradasi EBT pada waktu dan konsentrasi optimum.....	77
Lampiran 16. Perhitungan degradasi EBT pada waktu dan konsentrasi optimum.....	78
Lampiran 17. Hasil degradasi EBT pada waktu dan konsentrasi optimum .....	80
Lampiran 18. Difraktogram XRD Katalis ZnO-TiO <sub>2</sub> 10% .....	81
Lampiran 19. Perhitungan penentuan ukuran partikel kristal ZnO-TiO <sub>2</sub> 10% .....	82
Lampiran 20. Data reflektan ZnO-TiO <sub>2</sub> 5% .....	86
Lampiran 21. Data reflektan ZnO-TiO <sub>2</sub> 10% .....	94
Lampiran 22. Data reflektan ZnO-TiO <sub>2</sub> 15% .....	102
Lampiran 23. Data reflektan ZnO-TiO <sub>2</sub> 20% .....	110
Lampiran 24. Data reflektan ZnO-TiO <sub>2</sub> 25% .....	118

## BAB 1

### PENDAHULUAN

#### A. Latar Belakang

Industri tekstil di Indonesia mengalami perkembangan pesat dari tahun ke tahun. Perkembangan industri tekstil ini memiliki dampak negatif bagi kehidupan manusia dan lingkungan, karena menghasilkan air limbah dari proses pencelupan (Nuengmatcha *et al.*, 2016).Warna dan potensi toksisitas yang dihasilkan air limbah tekstil menimbulkan masalah lingkungan yang serius.Air limbah tekstil ini terkontaminasi dengan konsentrasi tinggi dari berbagai senyawa zat warna seperti garam tersuspensi dan terlarut, senyawa aromatik dan terhalogenasi serta bahan tahan api lainnya (Ferkous *et al.*, 2015).

Zat warna tekstil umumnya tersusun dari senyawa golongan azo dan turunannya yang memiliki gugus benzena.Gugus benzena merupakan gugus yang sangat sulit didegradasi, walaupun terjadi degradasi dibutuhkan waktu yang lama.Hal ini disebabkan karena pada senyawa azoterdapat ikatan rangkap ( $-N=N-$ ).Ikatan rangkap( $-N=N-$ ) ini harus dipecah agar pencemaran lingkungan yang ditimbulkan dapat diuraikan(Jannah *et al.*, 2017).

Salah satu pewarna sintesis yang mengandung senyawa azo adalah *Eriochrome Black-T* (EBT). EBT merupakan senyawa golongan azo yang bersifat karsinogenik dan *nonbiodegradable* sehingga mudah untuk disintesis. Zat warna ini juga banyak digunakan dalam pewarnaan sutra, wol, nilon, serat ganda dan di laboratorium sebagai titran kompleksometri untuk estimasi  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  dan  $\text{Zn}^{2+}$ . Zat warna EBT ini berbahaya jika dilepaskan ke perairan alami yang secara signifikan dapat mempengaruhi aktivitas fotosintesis lingkungan akuatik karena produk penguraiannya seperti *naphthoquinone* yang bersifat karsinogenik. Jadi, keberadaannya di air minum dan air permukaan bisa mematikan (Rapo *et al.*, 2020).

Pengolahan limbah zat warna tekstil secara konvensional telah dikembangkan dalam beberapa metode diantaranya koagulasi (Liang *et al.*, 2014), adsorpsi (Santhi *et al.*, 2016) dan elektrokimia (P. Sarala, 2012). Namun, metode ini kurang efektif karena menghasilkan limbah sekunder yang membutuhkan perlakuan lebih lanjut untuk pembuangannya yang aman (Putri *et al.*, 2019). Metode koagulasi menghasilkan limbah baru berupa lumpur yang mengandung konstituen pencemar, menghasilkan produk-produk mutagenik dan memerlukan biaya operasional yang tinggi. Metode adsorpsi yang saat ini banyak digunakan kurang efektif, karena limbah organik yang teradsorpsi masih terakumulasi dalam adsorben dan akhirnya menimbulkan masalah baru bagi lingkungan (Naimah *et al.*, 2014). Untuk itu dibutuhkan suatu metode yang lebih efektif untuk menghilangkan limbah zat warna yaitu proses oksidasi lanjutan (AOPs).

Metode proses oksidasi lanjutan (AOPs) meliputi proses ozonolisis, sonokatalisis, fotokatalisis, foto-fenton dan lainnya. Produk akhir pengolahan limbah zat warna ini tidak berbahaya, ramah lingkungan, menghasilkan CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O (Kansal *et al.*, 2013). Keunggulan metode AOPs antara lain (1) mampu mendegradasi polutan organik yang tidak terdegradasi secara konvensional, (2) dapat mereduksi zat warna yang tidak bisa diuraikan dengan metode lain, (3) tidak membentuk sludge seperti pada metode koagulasi/sedimentasi, dan (4) tidak memerlukan proses regenerasi atau proses pencucian (Augustia *et al.*, 2018).

Berdasarkan penelitian sebelumnya degradasi zat warna *Eriochrome Black-T* (EBT) ini dilakukan dengan metode fotokatalitik menggunakan katalis TiO<sub>2</sub>. Hasil penelitian menunjukkan bahwa EBT terdegradasi secara fotokatalitik sebesar 82% pada waktu 90 menit (Kansal *et al.*, 2013). Namun metode sonolisis juga terbukti efektif dalam mendegradasi zat warna berbahaya tekstil. Hal ini telah dibuktikan pada penelitian (Arief *et al.*, 2015) mengenai degradasi senyawa *Rhodamin B* secara sonolisis dengan penambahan 0,1 g TiO<sub>2</sub> -anatase adalah 90% selama 6 jam. Sehingga degradasi zat warna EBT ini dilakukan dengan metode sonolisis.

Metode Sonolisis yaitu proses degradasi zat warna organik dalam media air dapat diuraikan dengan bantuan getaran ultrasonik. Metode pemurnian air limbah pewarna ini sangat efektif, efisien dan dapat dengan mudah dioperasikan. Metode ini memiliki kelebihan yaitu ultrasound dapat ditranmisikan dari sistem yang tidak transparan (Safni *et al.*, 2009). Pada proses degradasi ini akan menghasilkan radikal hidroksil(OH<sup>-</sup>) dan efek kavitasi, sehingga *Eriochrome Black-T* (EBT) dapat didekomposisi menjadi senyawa lain yang lebih sederhana. Dekomposisi dapat ditingkatkan dengan penambahan katalis yang telah terbukti efektif dalam mengkatalisis zat warna.

Degradasi polutan pewarna dapat ditingkatkan dengan menambahkan katalis semikonduktor padat. Semikonduktor yang telah digunakan sebagai sonokatalis pada penelitian sebelumnya seperti TiO<sub>2</sub>, ZnO, CdSe, -Bi<sub>2</sub>HAI<sub>3</sub>, LuFeO<sub>3</sub>, dan AgBr (Khataee *et al.*, 2017). Di antaranya, TiO<sub>2</sub> dan ZnO telah banyak digunakan dalam proses *sonocatalytic* untuk degradasi polutan organik. Semikonduktor TiO<sub>2</sub> dan ZnO memiliki sifat kimia, fisika dan optik yang baik, tidak beracun, biayanya relatif murah, dan mineralisasi lengkap. Pada proses sonolisis, katalis tersebut akan bereaksi dengan molekul H<sub>2</sub>O dan kemudian menghasilkan radikal hidroksil yang akan memineralisasi EBT menjadi senyawa yang lebih sederhana (Safni, dkk 2007).

Efisiensi sonokatalisis dapat ditingkatkan dengan menghalangi rekombinasi pasangan elektron. Hal ini dapat dilakukan dengan doping katalis yang terbukti efektif dalam degradasi zat warna (Nuengmatcha *et al.*, 2016). Menurut penelitian (Sanjaya *et al.*, 2018) mengenai degradasi zat warna metil violet menggunakan metode fotosonolisis dengan katalis ZnO-TiO<sub>2</sub>. Meningkatkan efisiensi semikonduktor dengan mengurangi band gap ZnO. Band gap ZnO dikurangi dengan menambahkan semikonduktor lain yang memiliki band gap lebih kecil dari ZnO, seperti TiO<sub>2</sub>. Hasil penelitian menunjukkan bahwa degradasi optimum polutan dengan variasi doping TiO<sub>2</sub> 5% mencapai persentase degradasi sebesar 96,25%. Oleh karena itu, degradasi *Eriochrome Black-T* (EBT) ini dilakukan dengan doping katalis ZnO-TiO<sub>2</sub>.

Berdasarkan penjabaran di atas maka dilakukan penelitian mengenai “**Degradasi Zat Warna *Eriochrome Black-T* (EBT) dengan Katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> menggunakan Metode Sonolisis**”. Degradasi *Eriochrome Black-T* (EBT) dipengaruhi oleh lamanya waktu degradasi dan jumlah persentase katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> yang digunakan. Penelitian ini diharapkan bisa memberikan edukasi dan solusi untuk mengurangi dampak limbah zat warna yang dihasilkan industri khususnya untuk industri tekstil itu sendiri agar tidak melakukan pembuangan limbah tidak pada tempatnya yang berakibat negatif terhadap lingkungan disekitarnya.

## B. Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas diidentifikasi beberapa masalah :

1. *Eriochrome Black-T* (EBT) merupakan jenis pewarna sintetis yang digunakan oleh industri tekstil yang mengandung limbah berbahaya dan dapat merusak lingkungan dan gangguan terhadap tubuh manusia.
2. Zink Oksida (ZnO) merupakan nanopartikel yang bersifat semikonduktor yang digunakan sebagai katalis. Katalis ZnO telah banyak digunakan untuk degradasi zat warna. Untuk itu ZnO dimodifikasi dengan menggunakan doping logam TiO<sub>2</sub> untuk menambah sifat katalitik pada katalisnya.
3. Beberapa metode telah diupayakan dalam meminimalisir toksisitas dari zat warna tekstil, akan tetapi upaya tersebut masih kurang efektif dalam mendegradasi. Sehingga pada degradasi *Eriochrome Black-T* (EBT) digunakan metode yang lebih efektif yaitu sonolisis.

## C. Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah :

1. Pengaruh variasi konsentrasi dopan terhadap proses sintesis katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> dengan metode sol-gel, variasi konsentrasi yang digunakan 5%, 10%, 15%, 20% dan 25%.
2. Pengaruh konsentrasi doping katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> 5%, 10%, 15%, 20% dan 25% terhadap persen degradasi *Eriochrome Black-T* (EBT) secara sonolisis.

3. Pengaruh variasi waktu sonikasi pada proses degradasi *Eriochrome Black-T* (EBT) yang digunakan yaitu (15, 30, 45, 60 dan 75) menit.

#### **D. Rumusan Masalah**

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah :

1. Bagaimana karakteristik katalis ZnO terdoping TiO<sub>2</sub> variasi konsentrasi menggunakan instrument XRD dan UV-DRS?
2. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi doping katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> terhadap degradasi *Eriochrome Black-T* (EBT)?
3. Bagaimana pengaruh variasi waktu sonikasi dengan penambahan katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> yang digunakan terhadap degradasi *Eriochrome Black-T* (EBT) secara sonolisis?

#### **E. Tujuan Penelitian**

Berdasarkan rumusan masalah, penelitian ini bertujuan :

1. Untuk mengetahui karakteristik katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> menggunakan instrumen XRD dan UV-DRS.
2. Menentukan konsentrasi optimum doping katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> terhadap degradasi zat warna *Eriochrome Black-T* (EBT) dengan metode sonolisis.
3. Menentukan waktu optimum degradasi *Eriochrome Black-T* (EBT) dengan metode sonolisis menggunakan katalis ZnO-TiO<sub>2</sub>.

## **F. Manfaat Penelitian**

Hasildari penelitian ini diharapkan dapat memberikan edukasi dan sumber ilmu pengetahuan terutama dalam bidang sonolisis untuk mendegradasi zat warna *Eriochrome Black-T* (EBT) secara efektif dan efisien serta dapat dijadikan referensi untuk penelitian selanjutnya agar pendegradasian ini dapat diterapkan dalam bidang industri.

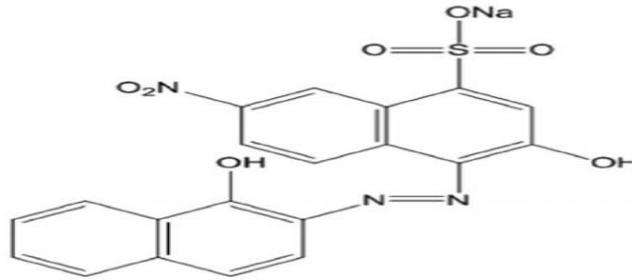
## BAB II

### KERANGKA TEORITIS

#### A. Eriochrome Black-T (EBT)

*Eriochrome Black-T* (EBT) ( $C_{20}H_{12}N_3NaO_7S$ ) dengan berat molekul = 461,39 g/mol, mengandung gugus -N = N- dalam molekulnya, termasuk dalam kelompok pewarna azo organik. Pewarna yang telah diolah sebelumnya dengan garam kromium digunakan untuk mewarnai sutra, wol, dan serat nilon, karena bentuk murni merupakan indikator untuk menentukan ion  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ , dan  $Zn^{2+}$  dalam titrasi kompleksometri. *Eriochrome Black-T* (EBT) digunakan sebagai senyawa model pewarna azo, yang mewakili lebih dari 50% dari produksi pewarna global (Rapo *etal.*, 2020).

*Eriochrome Black-T* (EBT) adalah pewarna yang larut dalam air yang diklasifikasikan sebagai pewarna berbahaya karena struktur molekulnya yang besar dan stabilitas kimianya. *Eriochrome Black-T* (EBT) ini banyak digunakan dalam industri tekstil tetapi sulit untuk dihilangkan dari fase air karena struktur molekulnya yang kompleks. *Eriochrome Black T* (EBT) disebut juga pewarna *azoic Mordant Black 11* yang banyak digunakan dalam industri pewarnaan dan dalam kimia analitik (Canizares *et al.*, 2006).



Gambar 1. Struktur Eriochrome Black-T (EBT)(Canizares *et al.*, 2006).

Tabel 1. Sifat zat warna EBT

Type of dye	Anionic azo dye
Molecular formula	$C_{20}H_{12}N_3NaO_7S$
Molecular wt.	461.38 g/mol
Max. wavelength ( $\lambda_{max}$ )	530 nm
Solubility in water (20 °C)	50 g/L
Solubility in ethanol (20 °C)	2 g/L
Color	Black

(Canizares *et al.*, 2006).

## B. Zink Oksida (ZnO)

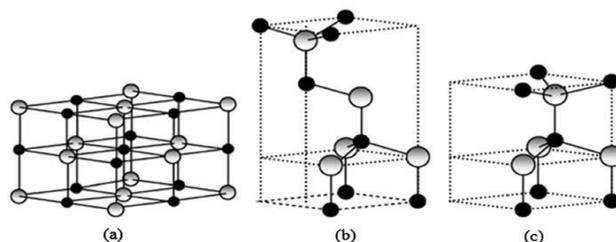
Zink (Zn) adalah suatu logam yang tahan terhadap udara dan air pada suhu kamar, sedangkan pada suhu tinggi logam Zn bereaksi dengan oksigen membentuk oksida berupa ZnO. Bahan semikonduktor ZnO dalam keadaan dingin berbentuk bubuk putih, sedangkan dalam keadaan panas berwarna kuning, memiliki rasa pahit dan tidak berbau. Zink Oksida (ZnO) banyak digunakan karena memiliki sifat elektronik dan fotonik yang unik. Zink Oksida (ZnO) adalah semikonduktor golongan II-IV yang memiliki band gap 3,37 eV dan energi ikat eksiton 60 meV yang menjadikannya bahan nano serbaguna (Guha Ray *et al.*, 2020).

Tabel 2. Sifat Fisika ZnO

Sifat	Nilai
Bentuk Kristal	Wurtzite, Zinc blende, Rocksalt
Band-gap	3,37 Ev
Energi ikat eksitasi	60 meV
Densitas	5,606 g/cm <sup>3</sup>
Titik leleh	1975 °C

(Guha Ray *et al.*, 2020).

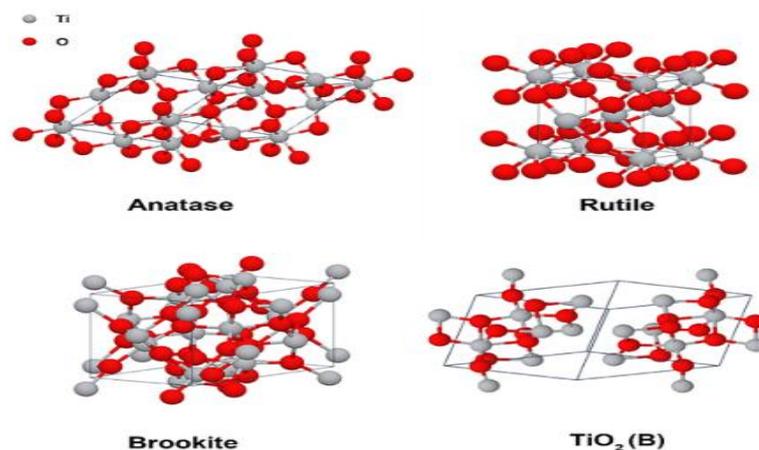
Semikonduktor seperti ZnO telah mendapat perhatian yang cukup besar karena kemampuannya untuk mendegradasi pewarna organik sintetis sepenuhnya ke dalam air, karbon dioksida, dan senyawa tidak beracun lainnya (Mahana *et al.*, 2020) ZnO adalah semikonduktor senyawa II-IV yang ionitasnya berada antara semikonduktor kovalen dan ionik. Sebagian besar semikonduktor senyawa biner golongan II-IV mengkristal dalam bentuk kubik zinc-blende atau struktur wurzit heksagonal dimana setiap anion dikelilingi oleh empat kation disudut tetrahedron. Struktur kristal yang dimiliki oleh ZnO adalah rocksalt (B1), zinc blende (B3), dan wurtzite (B4) (Ozgur *et al.*, 2005), struktur ZnO dapat dilihat pada gambar berikut:



Gambar 2. Model struktur ZnO (a) rocksalt (B1), (b) zinc blende (B3) dan (c) wurtzite (B4) (heksagonal) (Ozgur *et al.*, 2005).

### C. Titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>)

Pada konfigurasi oktahedral, senyawa TiO<sub>2</sub> terdiri dari ion Ti<sup>4+</sup> dan O<sub>2</sub>. Senyawa TiO<sub>2</sub> memiliki tiga bentuk kristal, yaitu anatase, rutil dan brookite. Bentuk rutil dan anatase mudah diamati di alam, sedangkan bentuk brookite sulit diamati karena bentuknya tidak stabil. Senyawa TiO<sub>2</sub> memiliki sifat tidak beracun, tahan lama, dan cukup murah, serta secara oksidatif memiliki kemampuan besar untuk mendegradasi polutan organik (Reghunath *et al.*, 2021).



Gambar 3. Perbedaan bentuk kristal dari TiO<sub>2</sub> (Reghunath *et al.*, 2021).

Pada suhu tinggi fase anatase dan brookite akan berubah menjadi fase rutil. Namun, fase anatase dan brookite ini dapat stabil pada suhu tinggi jika terdapat dopan selama sintesisnya yang berfungsi untuk mencegah transisi dari fase anatase dan brookite ke fase rutil (Fransisco dan Mastelaro, 2002). Perbedaan struktur Kristal mempengaruhi densitas (anatase = 3,9 g/cm<sup>3</sup> dan rutil = 4,2 g/cm<sup>3</sup>), luas permukaan dan pusat

aktif dari senyawa  $\text{TiO}_2$  (Arutanti *et al.*, 2009). Struktur anatase berbentuk tetragonal dengan band gap 3,2 eV (Weirich *et al.*, 2000).

Tabel3. Perbandingan bentuk kristal  $\text{TiO}_2$  anatase dan rutile

Perbedaan	Anatase	Rutile
Band-gap	3,2 eV	3,0 Ev
Densitas	3,984 gr/cm <sup>3</sup>	4,250 gr/cm <sup>3</sup>
Jarak Ti-Ti	3,79 °A dan 3,04 °A	3,57 °A dan 2,96 °A
Jarak Ti-O	1,934 °A dan 1,980 °A	1,949 °A dan 1,980 °A
Parameter Kisi	a = 3,784 °A c = 9,515 °A	a = 4,593 °A c = 2,959 °A

(Leisenberg *et al.*, 1995)

Pada bidang industri senyawa  $\text{TiO}_2$  banyak digunakan sebagai pigmen, adsorben, dan bahan semikonduktor. Senyawa ini memiliki beberapa keunggulan antara lain bersifat tidak beracun, stabil, tidak korosif, dan ramah lingkungan (Wijaya *et al.*, 2005).

Menurut penelitian (Wang *et al.*, 2005) serbuk rutile dan anatase  $\text{TiO}_2$  digunakan sebagai sonokatalis untuk degradasi metil jingga. Ultrasonografi digunakan sebagai sumber iradiasi. Hasil penelitian ditemukan bahwa rasio degradasi sonokatalitik dari metil jingga dengan adanya bubuk  $\text{TiO}_2$  jauh lebih baik daripada yang tanpa  $\text{TiO}_2$ , tetapi aktivitas sonokatalitik partikel  $\text{TiO}_2$  rutile jelas lebih tinggi dari pada partikel  $\text{TiO}_2$  anatase. Selain itu, aktivitas katalis  $\text{TiO}_2$  rutile yang

digunakan kembali juga dipelajari dan ternyata lebih baik daripada katalis  $\text{TiO}_2$  rutil baru. Semua hasil eksperimen menunjukkan bahwa metode degradasi sonokatalitik polutan organik dengan adanya bubuk  $\text{TiO}_2$  merupakan pilihan yang disarankan untuk mengolah air limbah organik yang tidak transparan atau rendah transparan.

#### **D. Doping ZnO-TiO<sub>2</sub>**

Doping merupakan suatu teknik yang digunakan untuk mengontrol sifat semikonduktor. Doping dapat dilakukan dengan menambahkan atom pengotor (dopan) dalam jumlah kecil pada struktur permukaan semikonduktor (Norris D., Efros, 2008). Doping adalah salah satu metode yang efektif untuk mengefisienkan fungsi semikonduktor dengan cara menyisipkan nanostruktur logam transisi pada semikonduktor tersebut. Meningkatnya konsentrasi doping logam transisi akan meningkatkan sifat fisika dan sifat optis suatu semikonduktor yang ditandai dengan terjadinya perubahan tingkat energi (R. Chauhan *et al.*, 2010). Salah satu jenis logam transisi tersebut adalah titanium (Ti). Doping pada logam Ti dapat meningkatkan jumlah elektron yang terjebak dengan menghambat proses rekombinasi *electronhole* sehingga aktivitas sonokatalitiknya meningkat (A. Zaleska *et al.*, 2008).

Baru-baru ini, seng oksida (ZnO) muncul sebagai kandidat yang efisien dalam aplikasi sonokatalitik karena kestabilan kimianya di alam. ZnO juga dikenal sebagai bahan yang menjanjikan untuk menghilangkan kontaminan organik termasuk pewarna seperti *Eriochrome Black-T* (EBT). Untuk meningkatkan aktivitas sonokatalitik, doping

merupakan cara yang penting dan efektif untuk meningkatkan sifat sonokatalitik semikonduktor (Vaiano *et al.*, 2015).

Semikonduktor celah pita besar dan tipe-n seperti ZnO, TiO<sub>2</sub>, dan SnO<sub>2</sub> memicu rasa ingin tahu para peneliti untuk mengeksplorasi katalis tersebut. Untuk mendapatkan keuntungan dari fleksibilitas ZnO dalam sintesis, morfologi dan stabilitas TiO<sub>2</sub>, penggabungan nanopartikel TiO<sub>2</sub> dan ZnO adalah pendekatan yang mudah untuk menyebabkan efek substansial pada morfologi, porositas, elektronik, dan fotokarakteristik elektrokimia. Aktivitas katalitik ZnO ditingkatkan dengan menambahkan TiO<sub>2</sub> dimana elektron dan lubang transfer antara konduksi dan pita valensi menyebabkan pemisahan yang baik dari pembawa muatan yang difotogenerasi (Toghan *et al.*, 2020).

Semikonduktor perlu menyerap energi yang melebihi celah pita untuk bertindak sebagai sonokatalis. Semikonduktor TiO<sub>2</sub> dan ZnO memiliki struktur elektronik atom logam dengan pita valensi terisi dan pita konduksi kosong. Penggunaan semikonduktor TiO<sub>2</sub> dan ZnO ini sebelumnya telah dibuktikan pada penelitian (Esther *et al.*, 2015) mengenai degradasi *Eriochrome Black-T* secara fotokatalisis menunjukkan bahwa degradasi fotokatalitik *Eriochrome Black-T* (EBT) yang diuji menunjukkan aktivitas tinggi dengan 61% degradasi polutan.

Berdasarkan penelitian (Sanjaya *et al.*, 2018) terhadap degradasi zat warna metil violet menggunakan metode fotosonolisis dengan katalis ZnO-TiO<sub>2</sub>. Meningkatkan efisiensi semikonduktor dengan mengurangi band gap ZnO. Band gap ZnO dikurangi dengan menambahkan

semikonduktor lain yang memiliki band gap lebih kecil dari ZnO, seperti TiO<sub>2</sub>. Hasil penelitian menunjukkan bahwa degradasi optimum polutan dengan variasi doping TiO<sub>2</sub> 5% mencapai persentase degradasi sebesar 96,25%.

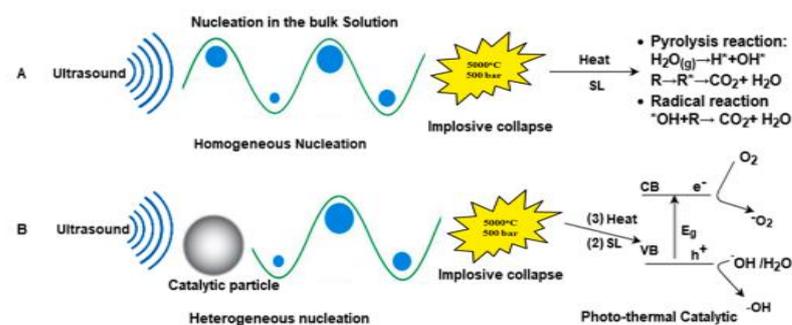
Kemampuan semikonduktor TiO<sub>2</sub> dan ZnO untuk menangkap energi dari panjang gelombang ultrasonik, degradasi sonokatalisis juga menjadi peluang dalam upaya menemukan teknik baru yang efektif untuk degradasi. Berdasarkan eksperimental baru-baru ini telah menunjukkan bahwa senyawa beracun dapat didegradasi dengan proses oksidasi lanjutan yang digabungkan melalui pengaktifan radikal hidroksil yang kuat ( $\bullet$ OH). Selain fotokimia, sonokimia merupakan salah satu proses penting untuk skema serupa ini. Sonolisis melibatkan penggunaan gelombang ultrasonik untuk produksi gelembung kavitasi. Pirolisis dalam kavitasi gelembung, serta radikal hidroksil yang dihasilkan yang diperlukan untuk mengoksidasi senyawa organik yang ditargetkan.

Pembentukan TiO<sub>2</sub> dan ZnO dalam komposit TiO<sub>2</sub>-ZnO banyak diteliti untuk aplikasi fotokatalisis dan juga sonokatalisis. Beberapa penelitian sebelumnya melaporkan kelayakan TiO<sub>2</sub>-ZnO dalam memproduksi material fotoaktif untuk degradasi senyawa. Dari penelitian sebelumnya aktivitas fotokatalisis dan sonokatalisis dapat menciptakan efek sinergis dengan metode kombinasi fotokatalitik dan sonokatalik (Fatimah dan Novitasari, 2016).

## E. Metode Sonolisis

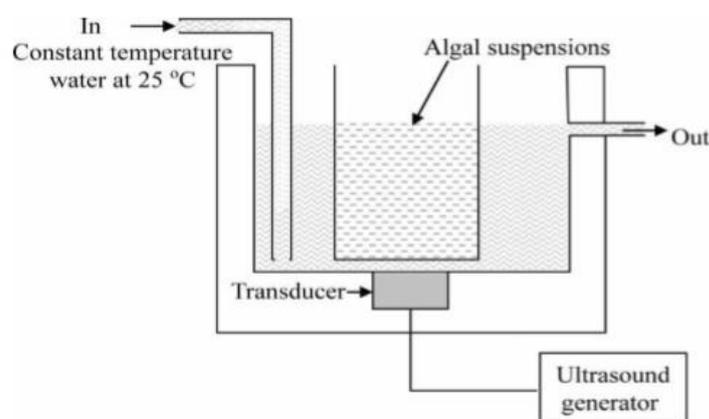
Sonolisis merupakan suatu metode degradasi senyawa organik didalam air dengan menggunakan bantuan gelombang ultrasonik. Metoda ini menggunakan gelombang ultrasonik pada frekuensi 20-500 kHz (Destailats *et al.*, 2001). Sonolisis menghasilkan siklus kompresi dan penghalusan ultrasound sehingga gelembung kavitasasi terbentuk dari nuklei dan kemudian mengalami kondisi suhu dan tekanan yang ekstrim (suhu sekitar 5000°C dan tekanan atmosfer 500 bar selama mikrodetik). Fenomena tersebut menimbulkan pembelahan pirolitik dari molekul (termasuk air) di dalam gelembung dan reaksi kimia dengan radikal yang dihasilkan pada antarmuka gelembung (Atacan *et al.*, 2019).

Sonolisis mampu merubah polutan organik menjadi karbon dioksida dan air atau mengubah polutan tersebut menjadi senyawa sederhana yang kurang berbahaya dibandingkan polutan awal. Gelombang ultrasonik memiliki kemampuan untuk mendegradasi senyawa pada air limbah yang sukar terurai karena dalam prosesnya akan menghasilkan radikal OH dan efek kavitasasi (N.L. Stock *et al.*, 2002).



Gambar 4. Peran gelembung kavitasasi dalam proses sonolitik dan sonokatalitik meliputi; nukleasi heterogen, sonoluminescence, dan mekanisme katalitik termal (N.L. Stock *et al.*, 2002).

Sonolisis melibatkan penggunaan getaran *ultrasound* untuk menjalankan proses oksidasi radikal OH yang dihasilkan melalui efek kavitasi. Reaksi antara radikal OH dan molekul polutan dapat terjadi di dalam gelembung (*pyrolysis*) atau antarmuka gelembung cair atau di *bulk* tergantung pada sifat dari polutan (Elvinawati, 2009). Adanya partikel semikonduktor menyebabkan pembentukan preferensial inti pada permukaan padat atau batas fase, yang meningkatkan formulasi gelembung kavitasi dan radikal bebas ( $\bullet\text{OH}$ ). Selain itu, nukleasi heterogen lebih dapat diterapkan daripada kavitasi homogen.



Gambar 5. Diagram peralatan ultrasonik untuk sonikasi (N.L. Stock *et al*, 2002).

Efek kavitasi muncul karena adanya energi mekanik yang dihasilkan dari gelombang ultrasonik dan tidak diserap oleh molekul. Menurut (Mahvi A.H, 2009), Proses kavitasi ultrasonik dilakukan dengan tiga tahapan, yaitu sebagai berikut.

1. Tahap nukleasi atau pembentukan gelembung

Terjadi nukleasi karena terperangkapnya gelembung mikro dalam celah mikro partikel yang tersuspensi dalam air.

## 2. Tahap Pertumbuhan Gelembung

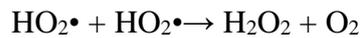
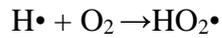
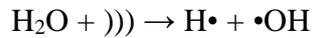
Pertumbuhan gelembung-gelembung mikro semakin besar dan sangat cepat akibat intensitas gelombang ultrasonik yang tinggi. Sedangkan pada intensitas yang rendah laju pertumbuhannya menjadi lebih lambat. Sebelum akhirnya membesar maka gelembung tersebut harus melewati beberapa siklus akustik terlebih dahulu.

## 3. Tahap Pecahnya Gelembung atau *Implosive collapse*

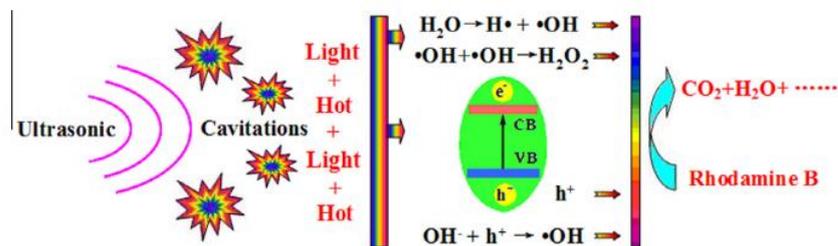
Setelah gelembung partikel yang membesar tersebut menerima gelombang ultrasonik yang melebihi ambang batas (20 kHz untuk larutan) maka gelembung partikel tadi akan terus menerus membesar sampai energi yang dihasilkan gelombang ultrasonik tidak mampu diserap secara efisien dan akhirnya pecah. Pemecahan gelembung pada proses sonikasi ini akan menghasilkan radikal bebas yang dapat mendegradasi zat organik. Tahap ini juga disebut dengan *catastrophic collapse*.

Spesies-spesies reaktif dalam larutan berair teroksidasi dari proses sonolisis berupa  $\bullet\text{OH}$ ,  $\bullet\text{H}$  dan  $\text{HO}_2\bullet$ . Efek dari sonolisis dapat merusak senyawa organik dalam larutan akibat pemecahan molekul air menjadi  $\bullet\text{OH}$ , dan  $\bullet\text{H}$ . Rusaknya senyawa organik tersebut akan menghasilkan senyawa-senyawa organik intermediet dan jika sonolisis terus berlangsung maka pada akhirnya akan menjadi molekul  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{HNO}_3$  dan sebagainya (Safni *et al*, 2009).

Proses degradasi oleh sonolisis akan terus berlangsung selama proses sonikasi. Dimana persamaan reaksi yang terjadi yaitu:



Dimana tanda  $\xrightarrow{\text{sonication}}$  menunjukkan proses sonikasi (Joseph C.G, 2015).



Gambar 6. Kemungkinan mekanisme degradasi sonokatalitik partikel b-Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada degradasi RhB (J. Peller O *et al.*, 2001).

Molekul zat terlarut yang berdifusi ke dalam gelembung mampu mendegradasi senyawa berbahaya karena bersifat sangat reaktif. Radikal OH berperan penting dalam reaksi degradasi, akan tetapi dalam air radikal OH dapat bergabung satu sama lain membentuk senyawa H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, sehingga mengurangi efisiensi degradasi dari proses sonolisis. Untuk meningkatkan produksi radikal OH dari proses sonolisis dengan penambahan katalis sehingga dapat mempercepat proses degradasi (J. Peller O *et al.*, 2001).

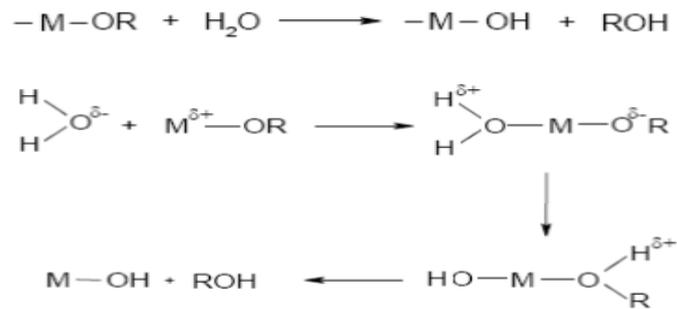
## F. Metode Sol-Gel

Metode sol-gel merupakan salah satu metode yang digunakan untuk pembentukan struktur nanomaterial metal oksida. Proses sol-gel membutuhkan waktu yang relatif singkat dan suhu yang lebih rendah serta menghasilkan serbuk oksida logam berukuran nanopartikel (Widodo, 2010). Sintesis sol-gel biasanya dilakukan dengan adanya pelarut polar seperti alkohol atau media air, yang memfasilitasi dua reaksi utama hidrolisis dan kondensasi. Selama proses sol-gel, berat molekul produk oksida terus meningkat (Fahlman, D, 2007).

Metode sol-gel adalah suatu proses reaksi kimia untuk membuat bahan padat seperti oksida logam dari prekursor keadaan larutan. Prekursor cair diubah menjadi suspensi koloid yang didefinisikan sebagai sol dan kemudian ke struktur jaringan multifase yang disebut gel pada suhu rendah (Zhou, 2020). Prinsip dasar sol-gel adalah pembentukan larutan prekursor senyawa dari pelarut organik, polimerisasi dalam larutan, proses pengeringan dan kalsinasi yang bertujuan untuk menghilangkan senyawa organik dan membentuk bahan anorganik berupa oksida. Metode ini banyak digunakan di bidang komposit, keramik, polimer, lensa, kontak dan manufaktur serat.

Ada dua tahap proses sol-gel:

- 1) Hidrolisis metal alkoksida



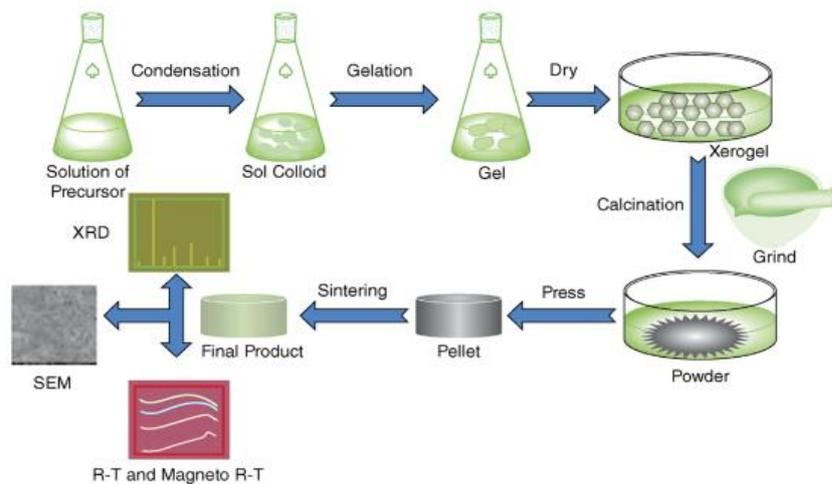
Langkah pertama dalam proses sol-gel adalah logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan kemudian dihidrolisis dengan menambahkan air dalam kondisi asam, basa atau netral untuk membuat sol koloid. Hidrolisis menggantikan ligan alkoksi (OR) dengan gugus hidroksil (OH)

## 2) Kondensasi



Pada proses kondensasi akan dihasilkan produk dari reaksi intermediet hasil reaksi hidrolisis sangat berperan dalam proses reaksi kondensasi, sehingga didapatkan nanopartikel. Kondensasi dari molekul hidroksida dengan proses eliminasi air membentuk terjadinya struktur gel dari metal hidroksida.

Berikut skema umum dari proses sol-gel



Gambar 7. Diagram skematis metode sintesis sol-gel(Darwish and Mohammadi, 2018).

Tabel 4. parameter pada proses sol-gel

Tahapan proses	Tujuan proses	Parameter proses
<b>Larutan kimia</b>	Membentuk gel	Tipe precursor, tipe pelarut, kadar air, konsentrasi precursor, temperatur, dan pH
<i>Aging</i>	Mendiamkan gel untuk mengubah sifat	Waktu, temperatur, komposisi cairan, lingkungan aging
<b>Pengeringan (Drying)</b>	Menghilangkan air dari gel	Metode pengeringan ( <i>ovaporative</i> , <i>supercritical</i> , dan <i>freeze drying</i> ), temperatur, tekanan, waktu
<b>Kalsinasi</b>	Mengubah sifat-sifat fisik/kimia padatan, sering menghasilkan kristalisasi dan densifikasi	Temperatur, waktu, gas (inert atau reaktif)

(Widodo, 2010).

Keuntungan yang diperoleh dari metode sol-gel antara lain :

- 1) Temperatur rendah, homogenitas dan kemurniannya baik serta hemat energi.
- 2) Tingkat pencemarannya rendah.
- 3) Proses pemisahan dan kristalinitas cepat.
- 4) Terbentuknya kristal baru dari padatan non kristal.

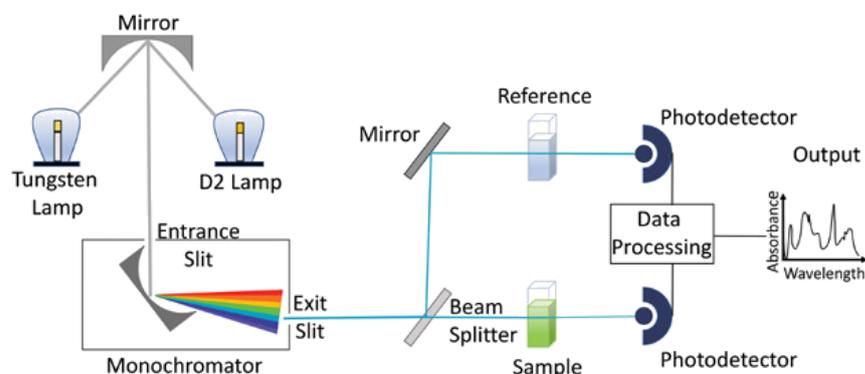
5) Produk glass, film lebih baik ditentukan dengan sifat-sifat gel.

Kerugian metode sol-gel antara lain :

- 1) Material yang digunakan cukup mahal
- 2) Waktu proses yang lama (Widodo, 2010).

### G. Spektrofotometer UV-Vis

Metode analisis spektrofotometer UV-Vis didasarkan pada interaksi antara radiasi elektromagnetik dan molekul zat yang dianalisis menggunakan sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet 190-380 nm dan sinar tampak 380-780 nm. Spektrofotometer UV-Vis terbagi menjadi dua bagian yaitu spektrometer dan fotometer. Pada panjang gelombang tertentu spektrometer akan memancarkan cahaya yang berasal dari spektrum sedangkan fotometer digunakan untuk mengukur berkas cahaya yang ditransmisikan ataupun diserap. Spektrofotometer terdiri dari sumber spektral kontinu, monokromator, sel serapan untuk larutan sampel atau blanko, dan alat untuk mengukur perbedaan penyerapan antara sampel dan blanko sebagai pembanding.



Gambar 8. Skema Spektrofotometer UV-Vis (Rocha et al., 2018).

Spektroskopi UV-Vis didasarkan pada transisi elektronik molekul organik yang menyerap cahaya yang mengeksitasi elektron dari orbital berenergi lebih rendah ke orbital kosong berenergi lebih tinggi (Rocha *et al.*, 2018). Pengukuran spektrofotometri UV-Vis sering digunakan untuk analisa kuantitatif. Metode ini sangat sensitif sehingga cocok untuk tujuan analisis dengan hasil pengukuran kuantitatif dan jumlah cahaya yang diserap oleh sampel didasarkan pada hukum Lambert-Beer.

Hukum Lambert menyatakan bahwa perbandingan intensitas sinar yang diserap suatu bahan ataupun medium tidak bergantung pada intensitas cahaya datang, akan tetapi hukum ini hanya berlaku jika intensitas cahaya datang tidak dapat mempengaruhi reaksi kimia atau proses fisika apapun.

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c$$

Absorbansi = A, absorptivitas molar =  $\epsilon$  ( $L \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ ), konsentrasi molar = c ( $\text{mol} \cdot L^{-1}$ ) dan panjang/ketebalan medium = b (cm) (Day and Underwood, 2002).

#### H. X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar-X adalah suatu teknik untuk menentukan sifat material mengenai ukuran atom suatu kristal dan non-kristal, struktur kristal, dan orientasi sampel padat atau bubuk polikristalin. Untuk mempelajari kisi kristal menggunakan XRD didasarkan pada persamaan Bragg:

$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \Theta$  ; dimana  $n = 1, 2, \dots$

Dimana  $\lambda$  adalah panjang gelombang pancaran sinar-X dengan jarak dua bidang kisi ( $d$ ), sudut antara berkas datang dan bidang normal ( $\Theta$ ) dan orde bias berupa bilangan bulat ( $n$ ).

Menurut persamaan Bragg, sinar-X dibiaskan pada bidang kristal dengan panjang gelombang yang sama dengan jarak antara kisi pada bidang kristal, ketika sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal. Kemudian detektor mencatat cahaya yang dibiaskan dan diterjemahkan sebagai puncak difraksi. Analisis difraktogram pada XRD digunakan untuk menghitung ukuran partikel, yang ditentukan menurut metode Debye-Scherrer dengan persamaan:

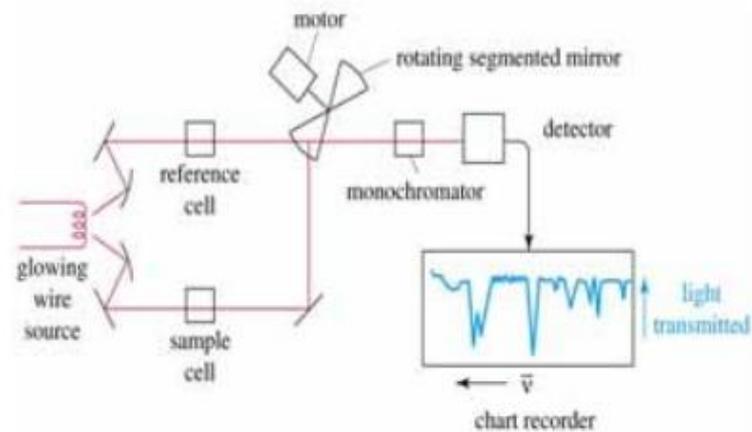
$$D = \frac{K \cdot \lambda}{B \cos \Theta}$$

Dengan ketebalan kristalnya adalah  $D$  (nm), konstanta material ( $K < 1$ ) yaitu sekitar 0,9, panjang gelombang sinar-x adalah  $\lambda$  (nm), lebar  $\frac{1}{2}$  puncak difraktogram adalah  $B$ , dan  $\Theta$  berasal dari data grafik  $2\Theta$  (Astuti *et al.*, 2009).

### **I. Spektroskopi FT-IR (*Fourier Transform Infrared*)**

Spektroskopi inframerah (IR) telah banyak digunakan untuk identifikasi gugus fungsi dalam senyawa organik karena fakta bahwa spektrumnya umumnya kompleks dan memberikan banyak maksimum dan minimum yang dapat digunakan untuk perbandingan. Faktanya, spektrum serapan inframerah dari senyawa organik mewakili salah satu sifat fisiknya yang sebenarnya. Metode ini didasarkan pada fakta bahwa atom-atom dalam molekul bergetar relatif satu sama lain dengan frekuensi yang

terdefinisi dengan sangat baik untuk sekumpulan atom atau gugus fungsi tertentu (Surfactant, 2014).



Gambar 9. Skema spektrofotometer FTIR (Surfactant, 2014).

Prinsip kerja spektroskopi FTIR adalah identifikasi senyawa organik kompleks yang spektrumnya memiliki banyak puncak. Metode analisis menggunakan spektroskopi FTIR adalah mengkarakterisasi sampel bahan organik dan menganalisis gugus fungsi kemudian hasil spektrum residu dan penyerapan energi dari molekul organik di rekam dalam sinar inframerah (Gustian *et al.*, 2013). Jenis analisis ini dapat digunakan untuk mengkarakterisasi sampel berupa cairan, larutan, pasta, serbuk, gas dan untuk menganalisis material pada permukaan substrat (Fan *et al.*, 2009).

Pada proses analisis FTIR, sampel dikontakkan dengan radiasi infra merah (IR). Radiasi IR ini mempengaruhi vibrasi atom atau molekul dalam sampel dan menyebabkan penyerapan spesifik dan transfer energi. Setiap gugus fungsi dalam suatu molekul umumnya memiliki

karakteristik masing-masing, sehingga spektroskopi FTIR dapat digunakan sebagai pendeteksi gugus fungsi molekul tertentu (Kirk and Othmer, 1953).

#### **J. UV- DRS (Spektrofotometer UV-Diffuse Reflectance)**

UV-DRS adalah instrumen yang sangat baik digunakan untuk menganalisis sampel bubuk atau kristal serta juga bisa digunakan untuk analisis sampel padat. Prinsip UV-DRS berdasarkan transisi elektron yang terjadi dalam molekul orbital, atom atau ion dalam bentuk padat.

Energi celah pita dalam suatu senyawa dapat ditemukan dengan menggunakan spektrofotometri reflektansi difus UV-Vis yang didasarkan pada pengukuran intensitas UV-Vis yang dipantulkan oleh sampel. Karakterisasi UV-DRS digunakan untuk menentukan nilai celah energi (*band gap*). Prinsip spektrofotometer UV-DR berdasarkan teori Kubelka-Munk. Berdasarkan teori Kubelka – Munk, jika suatu lapisan material dengan ketebalan  $x$ , diradiasikan dengan sejumlah energi foton, maka material tersebut akan menyerap atau menghamburkan foton.

Berikut Persamaan reflektansi yaitu:

$$R' = \frac{R'(\text{sampel})}{R'(\text{standar})}$$

persamaan Kubelka-Munk:

$$F R' = \frac{(1 - R')^2}{2 R'}$$

Persamaan yang menyatakan hubungan absorbansi (A) dan reflektansi adalah sebagai berikut:

$$\text{Log } \frac{1}{R'} = A$$

Persamaan yang menyatakan hubungan absorbansi (A) dan reflektansi adalah sebagai berikut:

$$Eg = hv = \frac{hc}{\lambda}$$

(Fiolida & Singyu, 2016)

## BAB V

### PENUTUP

#### A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa :

1. Katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> 10% dikarakterisasi menggunakan XRD didapatkan ukuran partikel 13,85-40,16 nm dan nilai band gap ZnO-TiO<sub>2</sub> 10% diukur dengan spektrofotometer UV-DRS didapatkan 3,22 eV.
2. Konsentrasi optimum doping katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> pada proses degradasi EBT dengan metode sonolisis diperoleh pada konsentrasi ZnO-TiO<sub>2</sub> 10% dengan %D sebesar 77,78%.
3. Waktu optimum yang diperoleh dalam mendegradasi EBT pada konsentrasi optimum katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> 10% dengan metode sonolisis yaitu pada variasi waktu 30 menit dengan %D sebesar 78,74%.

#### B. Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka penulis memberikan saran:

1. Mempelajari aplikasi dari degradasi zat warna secara sonolisis dengan menggunakan doping katalis yang berbeda.
2. Mempelajari pengaruh pH, waktu dan konsentrasi larutan pada proses degradasi.
3. Mempelajari sifat optik dari katalis ZnO doping dalam mendegradasi suatu zat warna.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abbasi, M., & Razzaghi-Asl, N. (2008). Sonochemical degradation of Basic Blue 41 dye assisted by nanoTiO<sub>2</sub> and H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. *Journal of Hazardous Materials*, 153(3), 942–947. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2007.09.045>
- Arfi, F., Safni, S., & Abdullah, Z. (2017). Degradasi Senyawa Paraquat dalam Pestisida Gramoxone Secara Sonolisis dengan Penambahan ZnO. *Lantanida Journal*, 3(1), 71. <https://doi.org/10.22373/lj.v3i1.1442>
- Arief, S., -, S., & Roza, P. P. (2015). Degradasi Senyawa Rhodamin B Secara Sonolisis dengan Penambahan TiO<sub>2</sub> Hasil Sintesa Melalui Proses Sol-Gel. *Jurnal Riset Kimia*, 1(1), 64. <https://doi.org/10.25077/jrk.v1i1.86>
- Arief, S., -, S., & Roza, P. P. (2015). Degradasi Senyawa Rhodamin B Secara Sonolisis Dengan Penambahan TiO<sub>2</sub> Hasil Sintesa Melalui Proses Sol-Gel. *Jurnal Riset Kimia*, 1(1), 64. <https://doi.org/10.25077/jrk.v1i1.86>
- Arutanti, O., dkk. 2009. Penjernihan Air Dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalis pada Permukaan Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>). *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*. ISSN 1979-0880.
- Astuti, M, dan Khairurrijal. 2009. Sintesis Nanopartikel Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu (Yttria) yang Didispersikan dalam Larutan Polivinil Alkohol Sebagai Tinta Luminisens, *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*, Edisi Khusus.
- Atacan, K., Güy, N., Çakar, S., & Özacar, M. (2019). Efficiency of glucose oxidase immobilized on tannin modified NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles on decolorization of dye in the Fenton and photo-biocatalytic processes. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 382(February), 111935.
- Augustia, V. A. S., Dwi, I., & Dian, M. (2018). *Degradasi Limbah Zat Warna Direk Dengan Metode Advanced Oxidation Processes ( AOPs ) Kombinasi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> / MnO<sub>2</sub> dengan Parameter Uji BOD , COD dan pH Degradation of Direct Dyes Waste by Advanced Oxidation Processes ( AOPs ) Method of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> / MnO<sub>2</sub> Combin.* 15(1), 5–8.
- A. Zaleska, “Doped-TiO<sub>2</sub>: A Review,” *Recent Patents Eng.*, vol. 2, no. 3, pp. 157–164, 2008.
- Bhernama, B. G. (2017). Degradasi Zat Warna Malachite Green Secara Ozonolisis Dengan Penambahan Katalis TiO<sub>2</sub> anatase dan ZnO. *Elkawanie*, 3(1), 1–10. <https://doi.org/10.22373/ekw.v3i1.535>
- Boguta, P., Sokołowska, Z., & Skic, K. (2017). Use of thermal analysis coupled with differential scanning calorimetry, quadrupole mass spectrometry and