

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL NiO MELALUI  
PROSES SOL-GEL DAN APLIKASINYA UNTUK DEGRADASI  
METHYLENE BLUE SECARA FOTOLISIS**

**SKRIPSI**

*Diajukan kepada Tim Pengui Skripsi Jurusan Kimia sebagai Salah Satu  
Persyaratan guna Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)*



Oleh:  
**SILVI VERONITA**  
**NIM. 1101530-2011**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI PADANG  
2015**

PERSETUJUAN SKRIPSI

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL NIO MELALUI  
PROSES SOL-GEL DAN APLIKASINYA UNTUK DEGRADASI  
*METHYLENE BLUE* SECARA FOTOLISIS

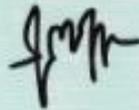
Nama :Silvi Veronita  
Nim :1101530/2011  
Program Studi :Kimia  
Jurusan :Kimia  
Fakultas :Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 05 Agustus 2015

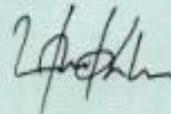
Disetujui Oleh:

Dosen Pembimbing I,

Dosen Pembimbing II,



Sherly Kasuma Warda Ningsih, S.Si, M.Si  
NIP. 19840914 200812 2 004



Umar Kalmar Nizar, S.Si, M.Si, Ph.D  
NIP. 19770311 200312 1 003

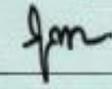
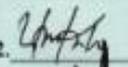
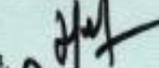
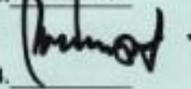
HALAMAN PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

*Dinyatakan Lulus Setelah Dipertahankan di Depan Tim Penguji Skripsi  
Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Negeri Padang*

Judul : Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel NiO Melalui  
Proses Sol-Gel dan Aplikasinya untuk Degradasi  
*Methylene Blue* Secara Fotolisis.  
Nama : Silvi Veronita  
TM/NIM : 2011/1101530  
Program Studi : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 05 Agustus 2015

Tim Penguji

No.	Jabatan	Nama	Tanda Tangan
1.	Ketua	: Sherly Kasuma Warda Ningsih, S.Si, M.Si	1. 
2.	Sekretaris	: Umar Kalmar Nizar, S.Si, M.Si, Ph.D	2. 
3.	Anggota	: Dr. Hardeli, M.Si	3. 
4.	Anggota	: Dr. Indang Dewata, M.Si	4. 
5.	Anggota	: Drs. Bahrizal, M. Si	5. 

#### SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Sivi Veronita  
TM/NIM : 2011/1101530  
Tempat/Tanggal Lahir : Padang/10Mei 1993  
Program Studi : Kimia  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : MIPA  
Alamat : Komp. Agro Griya Lestari Jln. Pertanian  
No. Hp/Telepon : 081267120949  
Judul Skripsi : Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel NiO Melalui Proses Sol-Gel dan Aplikasinya untuk Degradasi *Methylene Blue* Secara Fotolisis.

Dengan ini saya menyatakan bahwa:

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil 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 daftar pustaka.
4. Karya tulis/skripsi ini sah apabila telah ditandatangani Asli oleh tim pembimbingan tim penguji.

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

Padang, 05 Agustus 2013  
Yang membuat pernyataan.



Sivi Veronita  
NIM : 1101530

## ABSTRAK

**Silvi Veronita (2015): “Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel NiO Melalui Proses Sol-Gel dan Aplikasinya untuk Degradasi *Methylene Blue* Secara Fotolisis”.**

Nanopartikel Nikel Oksida (NiO) disintesis melalui proses sol-gel. Bahan utama dalam penelitian ini adalah nikel (II) asetat tetrahidrat sebagai prekursor, natrium karbonat (sebagai zat aditif), dan variasi suhu sintesis. Pengaruh penambahan surfaktan *Polyethylen Glycol* (PEG) 1000, *Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate* (SDBS) dan *Hexadecyl Trimethyl Ammonium Bromide* (HTAB) sebagai surfaktan untuk memperkecil ukuran partikel yang dihasilkan. NiO yang dihasilkan melalui proses sol-gel diaplikasikan sebagai katalis untuk degradasi zat warna *methylene blue* secara fotolisis. Sifat nanopartikel diidentifikasi menggunakan FTIR, XRD dan SEM. Analisa spektra FTIR nanopartikel NiO, bilangan gelombang 3400-3500  $\text{cm}^{-1}$  untuk vibrasi regangan dari ikatan O-H, vibrasi bending H-O-H pada bilangan gelombang 1650-1690  $\text{cm}^{-1}$  dan 500-600  $\text{cm}^{-1}$  untuk vibrasi regangan Ni-O. Hasil difraktogram XRD didapatkan puncak spesifik nanopartikel NiO yaitu pada  $2\theta = 37, 43, 62, 75, \text{ dan } 79^{\circ}$ , memiliki ukuran kristal 18-59 nm serta memiliki struktur kubik. Foto SEM yang dihasilkan terhadap NiO B memberikan bentuk morfologi bulat (*spheric*) dengan ukuran diameternya sekitar 1-1,6  $\mu\text{m}$ . Efektifitas nanopartikel NiO sebagai katalis dalam degradasi *methylene blue* dapat dipelajari dengan menentukan waktu optimum dan penambahan katalis dalam proses degradasi.

**Kata kunci:** Nanopartikel NiO, proses sol-gel, karakterisasi, *methylene blue*, fotolisis.

## KATA PENGANTAR

Dengan mengucapkan syukur kehadiran Allah SWT yang telah memberi kekuatan dan kesabaran kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel NiO Melalui Proses Sol-Gel dan Aplikasinya untuk Degradasi *Methylene Blue* Secara Fotolisis”. Shalawat dan salam untuk nabi tauladan kita, Muhammad SAW yang telah memberikan tauladan dalam setiap aktivitas yang kita lalui.

Skripsi ini diajukan untuk melengkapi dan memenuhi persyaratan untuk memperoleh Sarjana S-1 pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan, petunjuk, arahan, dan masukan yang berharga dari berbagai pihak. Untuk itu pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang tulus kepada :

1. Ibu Sherly Kasuma Warda Ningsih S.Si, M.Si selaku pembimbing I sekaligus Penasehat Akademik yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan hingga selesainya skripsi ini.
2. Bapak Umar Kalmar Nizar S.Si, M.Si, Ph.D pembimbing II yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan hingga selesainya skripsi ini.
3. Bapak Dr. Hardeli, M.Si, Bapak Dr. Indang Dewata, M.Si dan Bapak Drs. Bahrizal, M. Si selaku Dosen Penguji yang telah memberikan bimbingan kritik dan saran selama penulisan skripsi.

4. Ibu Dra. Andromeda, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
5. Bapak Budhi Oktavia, S.Si., M.Si., Ph.D. selaku Ketua Prodi Kimia Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
6. Bapak / Ibu Staf Pengajar Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
7. Bapak / Ibu Analis Laboratorium Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
8. Kedua Orang Tua penulis tercinta yang telah memberikan semangat serta dorongan kepada penulis dalam melakukan setiap aktivitas penelitian.
9. Teman-teman kimia tahun 2011 yang telah memberikan masukan dan dorongan kepada penulis dalam pelaksanaan penelitian.

Untuk kesempurnaan skripsi ini dan penelitian yang telah penulis lakukan, maka dengan kerendahan hati penulis mengharapkan masukan dan saran yang membangun dari semua pihak. Atas masukan dan saran yang diberikan penulis ucapakan terima kasih.

Padang, Agustus 2015

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>ABSTRAK .....</b>	<b>i</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>ii</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>iv</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>vi</b>
<b>DAFTAR TABEL.....</b>	<b>viii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>x</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Identifikasi Masalah.....	5
1.3 Pembatasan Masalah.....	5
1.4 Perumusan Masalah .....	6
1.5 Tujuan Penelitian .....	7
1.6 Manfaat Penelitian .....	8
<b>BAB II KAJIAN PUSTAKA .....</b>	<b>9</b>
2.1 Nikel Oksida .....	9
2.2 Nikel (II) Asetat Tetrahidrat .....	10
2.3 Natrium Karbonat .....	11
2.4 Surfaktan .....	12
1. <i>Polyethylen Glycol (PEG) 1000</i> .....	13
2. <i>Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate (SDBS)</i> .....	13
3. <i>Hexadecyl Trimethyl Ammonium Bromide (HTAB)</i> .....	13
2.5 Metoda Sol-Gel.....	14
2.6 <i>Methylene Blue</i> .....	16
2.7 Fotolisis.....	19
2.8 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	23
2.9 <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i> .....	25

2.10	<i>Spektrofotometer Fourier Transform-Infra Red Spectroscopy (FTIR)</i> ..	27
2.11	Spektrofotometri Sinar Ultraviolet-Tampak (UV-Vis).....	28
<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>		<b>30</b>
3.1	Waktu dan Tempat Penelitian.....	30
3.2	Alat dan Bahan .....	30
1.	Alat .....	30
2.	Bahan .....	30
3.3	Prosedur Kerja .....	31
1.	Sintesis NiO .....	31
2.	Pembuatan Model Limbah <i>Methylene Blue</i> .....	33
3.	Penentuan efektifitas fotokatalis NiO terhadap degradasi zat warna <i>Methylene Blue</i> .....	33
4.	Analisis Sampel .....	35
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>		<b>36</b>
4.1	Sintesis Nanopartikel Nikel Oksida (NiO) .....	36
1.	Pembuatan Larutan Homogen NiO .....	36
2.	Pengeringan Gel Ni(OH) <sub>2</sub> .....	38
3.	Kalsinasi Gel NiO.....	39
4.2	Karakterisasi Nanopartikel NiO .....	41
1.	Analisis Spektra FTIR Nanopartikel NiO. ....	41
2.	Analisis Pola Difraksi Nanopartikel NiO .....	43
3.	Karakteristik Mikrostruktur Permukaan NiO.....	48
4.3	Degradasi <i>Methylene Blue</i> Secara Fotolisis Menggunakan Katalis NiO.....	50
1.	Penentuan Waktu Optimum Degradasi <i>Methylene Blue</i> .....	51
2.	Penentuan Berat Katalis NiO Optimum Degradasi <i>Methylen Blue</i> ..	56
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>		<b>61</b>
5.1	Kesimpulan.....	61
5.2	Saran.....	62
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>		<b>63</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>		<b>69</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Struktur Nikel Oksida .....	9
2.2 Bentuk padatan nikel (II) asetat tetrahidrat.....	10
2.3 Struktur dari nikel asetat tetrahidrat.....	11
2.4 Gambar dan struktur natrium karbonat.....	11
2.5 Struktur dari <i>Polyethylen Glycol</i> .....	13
2.6 Struktur molekul <i>Sodium Dedocyl Benzene Sulfonat</i> .....	13
2.7 Struktur molekul dari <i>Hexadecyl Trimethyl Ammonium Bromide</i> .....	14
2. 8 Proses polimerisasi dari sol menjadi gel.....	14
2. 9 <i>Methylen Blue</i> .....	16
2.10 Mekanisme reaksi degradasi <i>methylen blue</i> .....	17
2.11 Skema proses fotoeksitasi dalam padatan yang diikuti peristiwa deeksitasi.	21
2.12 Kristal atom dikenai berkas sinar-X.....	24
2.13 Bagan instrumentasi SEM.....	26
2.14 Sistim optik interferometer Michelson pada Spektrofotometer FTIR. ....	27
2. 15 Skema alat Spektrofotometri UV-Vis. ....	29
4.1 Spektra FTIR nanopartikel NiO.....	42
4. 2 Difraktogram XRD nanopartikel NiO.....	44
4.3 Foto SEM nanopartikel NiO B, a) perbesaran 5000 x, dan b) perbesaran 10000 x.....	49
4. 4 Kurva penentuan waktu optimum degradasi <i>methylene blue</i> menggunakan katalis nanopartikel NiO sintesis. ....	52
4. 5 Kurva penentuan waktu optimum degradasi menggunakan katalis NiO komersial.....	54
4. 6 Kurva penentuan berat optimum katalis nanopartikel NiO B. ....	57
4.7 Kurva %D dengan lama penyinaran menggunakan katalis nanopartikel NiO komersial.....	58

4.8 Grafik penentuan berat optimum degradasi <i>methylene blue</i> menggunakan NiO B dan NiO komersial. ....	59
---	----

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
4. 1 Hasil pengamatan secara visual pembuatan larutan homogen tanpa pemanasan dan pemanasan. ....	37
4.2 Hasil pengamatan pembuatan nanopartikel NiO dengan penambahan surfaktan.....	37
4.3 Hasil pengamatan secara visual pengeringan gel Ni(OH) <sub>2</sub> tanpa pemanasan dan pemanasan. ....	38
4. 4 Hasil pengamatan secara visual pengeringan gel Ni(OH) <sub>2</sub> dengan variasi surfaktan.....	39
4. 5 Hasil pengamatan secara visual kalsinasi gel NiO tanpa pemanasan dan dengan pemanasan. ....	40
4.6 Hasil pengamatan kalsinasi nanopartikel NiO dengan variasi surfaktan. ....	40
4.7 Analisa data FTIR sampel nanopartikel NiO. ....	43
4.8 Analisis data XRD sampel NiO tanpa pemanasan dan tanpa surfaktan (NiO A). ....	45
4.9 Analisis data XRD sampel NiO tanpa pemanasan dan penambahan surfaktan PEG 1000 (NiO B).....	46
4.10 Analisis data XRD sampel NiO tanpa pemanasan dan penambahan surfaktan PEG 1000 (NiO C).....	46
4.11 Analisis data XRD sampel NiO tanpa pemanasan dan penambahan surfaktan HTAB (NiO D). ....	47
4.12 Analisis data XRD sampel NiO tanpa pemanasan dan penambahan surfaktan HTAB (NiO D). ....	47
4.13 Data hasil pengukuran absorbansi <i>methylene blue</i> dengan katalis nanopartikel NiO B. ....	51
4.14 Gambar 4. 5 Data hasil pengukuran absorbansi <i>methylene blue</i> dengan katalis NiO komersial.....	53
4.15 Data hasil pengukuran absorbansi <i>methylene blue</i> dengan katalis nanopartikel NiO B. ....	56

4.16 Data hasil pengukuran absorbansi <i>methylene blue</i> dengan katalis NiO	
komersial.....	58

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Prosedur Kerja Sintesis NiO. ....	69
2. Pembuatan Model Limbah <i>Methylen Blue</i> .....	71
3. Penentuan Waktu Optimum Degradasi Katalis Nanopartikel NiO B. ....	72
4. Penentuan Jumlah Optimum Nanopartikel NiO B. ....	73
5. Penentuan Waktu Optimum Degradasi Katalis NiO Komersial. ....	74
6. Penentuan Jumlah Optimum Katalis NiO Komersial. ....	75
7. Perhitungan Pembuatan Larutan Nikel (II) Asetat dalam Pelarut Aquades. ....	76
8. Spektra Difraktogram Nanopartikel NiO. ....	77
9. Spektra FTIR Nanopartikel NiO. ....	78
10. Data Hasil Pengukuran XRD dan Perhitungan Ukuran Nanopartikel NiO. ...	81
11. ICSD-ICCD Nanopartikel NiO B. ....	90
12. Data Penentuan Waktu Optimum Degradasi <i>Methylene Blue</i> Secara Fotolisis. .....	92
13. Data Penentuan Berat Optimum Degradasi <i>Methylene Blue</i> Secara Fotolisis.	94
14. Dokumentasi Hasil Penelitian. ....	96

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Nanopartikel adalah partikel berukuran antara 1-100 nanometer (Shahmiri, 2013). Partikel-partikel ini merupakan bagian dari nanoteknologi yang sangat populer dan semakin pesat perkembangannya sejak awal tahun 2000 (Suwarda & Syamsul. 2013). Material ini telah diaplikasikan dalam berbagai bidang seperti katalisis, coating, semikonduktor, produk farmasi dan elektronik (Saez & Mason. 2009).

Material yang berukuran nano akan menunjukkan perubahan yang signifikan dalam berbagai sifat seperti sifat mekanik, sifat magnet dan sifat listrik jika dibandingkan dengan material bongkahan dalam jumlah besar (Gnanajobitha *et al.*, 2013). Hal ini disebabkan karena nanopartikel memiliki sifat yang unik yaitu permukaannya yang luas terhadap volume, sehingga memberikan sifat yang berbeda dibandingkan dengan bahan asal yang terbuat dari bahan yang sama (Saez & Mason. 2009). Berdasarkan jenis materi partikel, nanopartikel diklasifikasikan kedalam lima kelompok yaitu kuantum dot, nanokristal, lipopartikel, nanopartikel magnetik, dan nanopartikel polimer (Suwarda & Syamsul. 2013).

Salah satu oksida logam transisi yang banyak digunakan dalam bentuk nanopartikel adalah nikel oksida (NiO). Nikel oksida (NiO) merupakan senyawa yang memiliki stabilitas kimia, sifat optik, listrik dan sifat magnetik

yang baik sehingga NiO telah digunakan sebagai bahan antiferromagnetik, serta dianggap menjadi model semikonduktor karena lebar *band gap*nya rentang energi 3,6-4,0 eV (Chen *et al.*, 2005). Oleh karena itu, nanopartikel NiO mempunyai aplikasi yang luas seperti pembuatan magnet permanen, energi adsorpsi surya, elektroda sel bahan bakar (Wang *et al.*, 2008), pembuatan keramik, elektrokromat, bahan heterogen katalitik (Ganachari *et al.*, 2012), semikonduktor, resistor, sensor gas, perangkat optik transparan dan lapisan optik (Sookman. 2005).

Beberapa metoda telah dilaporkan dalam pembuatan nanopartikel NiO. Mohammadjoo *et al.*, (2014) dengan menggunakan metoda *thermochemical*, memperoleh NiO yang berukuran nanopartikel dengan  $\text{NiCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  sebagai prekursor. Hasil yang sama didapatkan oleh Rifaya *et al.*, (2012) dengan metoda *chemical capping* dan prekursor  $\text{NiCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  NiO yang diperoleh mempunyai ukuran nano dan termasuk dalam jenis semikonduktor tipe-p.

Penelitian Kumar *et al.*, (2013) dengan menggunakan metoda mikroemulsi dan  $\text{NiCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  sebagai prekursor, menghasilkan NiO dengan ukuran 5-100 nm. Mohammadyanni *et al.*, (2012) memperoleh nanopartikel NiO menggunakan  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  sebagai prekursor dan NaOH sebagai zat aditif dengan metoda *microwave*. Dharmaraj *et al.*, (2005) melakukan sintesis menggunakan prekursor  $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_4$  dan poly (vinyl acetat). Dengan metoda sol-gel, hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa nanopartikel NiO memiliki struktur kubik dengan ukuran partikel 40-50 nm.

Teknik sol-gel lebih umum digunakan dalam sintesis nanopartikel karena memiliki beberapa kelebihan sebagai berikut: berdasarkan produk yang dihasilkan dengan proses sol-gel diperoleh homogenitas yang lebih baik, kemurnian tinggi dan proses pembentukan kristalinitas cepat. Berdasarkan energi yang digunakan, teknik sol-gel cukup hemat karena dapat berlangsung pada suhu rendah. Oleh karena reaksi berlangsung pada suhu rendah, fasa pemisahan dan proses pembentukan kristal cepat maka dari segi biaya operasional pada proses sol-gel cukup ekonomis. Dari segi lingkungan proses sol-gel termasuk ramah lingkungan karena limbah yang dihasilkan cukup rendah (Sookman. 2005).

Dalam penelitian ini, NiO disintesis dengan menggunakan teknik sol-gel dan prekursor nikel (II) asetat tetrahidrat ( $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_4$ ) ditambahkan kedalam pelarut aquades dengan variasi suhu sintesis (suhu ruangan dan suhu  $65^\circ\text{C}$ ). Kedalam larutan yang mengandung  $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_4$  ditambahkan natrium karbonat ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) sebagai zat aditif setra *Polyethylen Glycol* (PEG) 1000, *Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate* (SDBS) dan *Hexadecyl Trimethyl Ammonium Bromide* (HTAB) sebagai surfaktan untuk melihat perbedaan ukuran partikel yang dihasilkan. NiO yang dihasilkan dari metoda sol-gel ini diharapkan memiliki sifat semikonduktor dan dapat diaplikasikan sebagai katalis untuk mendegradasi zat warna *methylene blue*.

*Methylene blue* banyak digunakan oleh industri tekstil dalam proses pewarnaan kulit, kain mori, kain katun, dan tannin. Penggunaan *methylene blue*

dapat menimbulkan beberapa efek, seperti iritasi saluran pencernaan jika tertelan, menimbulkan sianosis jika terhirup, dan iritasi pada kulit jika tersentuh oleh kulit (Hamdaoui & Chiha, 2006). Senyawa *methylene blue* mempunyai struktur benzena yang sulit untuk diuraikan, bersifat toksik, karsinogenik dan mutagenik (Slamet *et al.*, 2006). Oleh sebab itu, masalah limbah oleh zat warna ini tersebut perlu mendapatkan perhatian yang serius.

Upaya penanganan limbah tekstil secara konvensional seperti adsorpsi dan lumpur aktif telah banyak dilakukan. Metode adsorpsi kurang efektif karena zat warna yang diadsorpsi terakumulasi dalam adsorben sehingga dapat menimbulkan masalah baru (Wijaya *et al.*, 2006). Metode lumpur aktif juga kurang efektif karena beberapa jenis limbah zat warna memiliki sifat yang sulit untuk didegradasi secara biologis.

Salah satu alternatif dalam menjawab permasalahan tersebut adalah dengan proses oksidasi lanjut (AOPs: *Advanced Oxydation Process*) menggunakan metoda fotolisis. Fotolisis merupakan proses degradasi zat warna yang dibantu dengan adanya cahaya dan material katalis (fotokatalis). Limbah zat warna dapat dioksidasi menjadi CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O dengan bantuan cahaya Ultraviolet (Safni *et al.*, 2007).

Berdasarkan uraian diatas, maka dilakukan penelitian dengan judul **“Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel NiO Melalui Proses Sol-Gel dan Aplikasinya untuk Degradasi *Methylene Blue* Secara Fotolisis”**.

## 1.2 Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah, dapat diidentifikasi beberapa masalah sebagai berikut:

1. Nikel oksida adalah senyawa oksida logam dengan rumus NiO yang bersifat sebagai semikonduktor dan katalis. Dari sifat tersebut diharapkan nanopartikel NiO dapat disintesis menggunakan nikel (II) asetat tetrahidrat sebagai prekursor dengan pelarut aquades.
2. Pada pembuatan nanopartikel NiO dipengaruhi oleh suhu sintesis.
3. Penambahan natrium karbonat ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) digunakan sebagai zat aditif dengan metoda sol-gel.
4. Sintesis nanopartikel NiO dipengaruhi oleh jenis surfaktan yang digunakan yaitu *Polyethylen Glycol 1000* (PEG 1000), *Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate* (SDBS) dan *Hexadecyl Trimethyl Ammonium Bromide* (HTAB).
5. Pada aplikasi katalis nanopartikel NiO untuk degradasi *methylene blue* secara fotolisis dipengaruhi oleh waktu irradiasi dan jumlah katalis yang digunakan.

## 1.3 Pembatasan Masalah

Berdasarkan identifikasi masalah diatas, maka dalam penelitian ini masalah dibatasi pada:

1. Sintesis nanopartikel NiO dilakukan menggunakan prekursor nikel (II) asetat tetrahidrat, pelarut yang digunakan yaitu aquades, serta penambahan zat aditif menggunakan metoda sol-gel.

2. Suhu yang digunakan untuk sintesis yaitu suhu ruangan dan suhu 65°C.
3. Jenis surfaktan yang digunakan dalam sintesis nanopartikel NiO adalah PEG 1000, SDBS dan HTAB.
4. Karakteristik nanopartikel NiO dilakukan menggunakan XRD untuk melihat kristalinitas, FTIR untuk analisis gugus fungsi dan SEM untuk melihat morfologi permukaan dari nanopartikel NiO yang didapatkan.
5. Degradasi *methylene blue* dengan metode fotolisis.
6. NiO yang digunakan dipilih berdasarkan hasil terbaik dari karakterisasi dan dibandingkan dengan NiO komersial.

#### **1.4 Perumusan Masalah**

Berdasarkan pembatasan masalah diatas didapatkan perumusan masalah dalam proposal ini sebagai berikut:

1. Apakah nanopartikel NiO dapat terbentuk dengan menggunakan prekursor, pelarut, penambahan zat aditif dan perbedaan suhu sintesis melalui proses sol-gel.
2. Apakah nanopartikel NiO dapat terbentuk dengan menggunakan prekursor, pelarut, penambahan zat aditif dan perbedaan surfaktan melalui proses sol-gel.
3. Bagaimana analisis gugus fungsi nanopartikel NiO yang dihasilkan menggunakan FTIR.

4. Bagaimana pengaruh variasi surfaktan terhadap ukuran dan struktur nanopartikel yang dihasilkan dan dianalisis menggunakan XRD.
5. Bagaimana morfologi permukaan nanopartikel NiO yang dihasilkan dengan menggunakan SEM.
6. Bagaimana pengaruh NiO pada degradasi senyawa *methylene blue* secara fotolisis.

### **1.5 Tujuan Penelitian**

Berdasarkan perumusan masalah diatas didapatkan tujuan penelitian dalam proposal ini sebagai berikut:

1. Mempelajari dan memahami sintesis nanopartikel NiO dengan prekursor nikel (II) asetat tetrahidrat, pelarut aquades dan penambahan zat aditif dalam proses sol-gel.
2. Menentukan pengaruh suhu terhadap sintesis nanopartikel NiO.
3. Menentukan pengaruh penambahan variasi surfaktan pada sintesis nanopartikel NiO.
4. Menentukan gugus fungsi nanopartikel NiO yang dihasilkan menggunakan FTIR.
5. Menentukan pengaruh variasi surfaktan terhadap ukuran dan struktur nanopartikel yang dihasilkan dan dianalisis menggunakan XRD.
6. Menentukan morfologi permukaan nanopartikel NiO yang dihasilkan dengan menggunakan SEM.

7. Menentukan banyaknya penambahan katalis dan kondisi optimum lamanya waktu degradasi *methylene blue*.

### **1.6 Manfaat Penelitian**

Berdasarkan tujuan penelitian diatas didapatkan manfaat penulisan dalam proposal ini sebagai berikut:

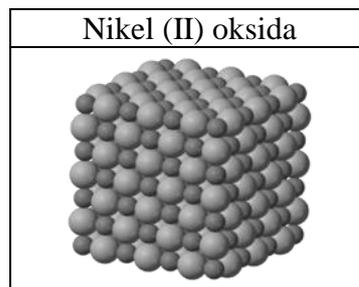
1. Dapat memberikan informasi tentang pengaruh pembuatan nanopartikel NiO yang disintesis menggunakan prekursor, pelarut dan pengaruh suhu serta penambahan zat aditif melalui proses sol-gel.
2. Dapat memberikan informasi tentang pengaruh surfaktan yang berbeda melalui proses sol-gel.
3. Dapat memberikan informasi kepada pembaca tentang penambahan nanopartikel NiO dan waktu optimum yang digunakan dalam proses degradasi *methylene blue* secara sonolisis dan fotolisis.
4. Dapat memberikan sumber ide dan referensi untuk penelitian selanjutnya serta menambah wawasan mengenai pengembangan riset dalam bidang kimia terutama berbasis nanoteknologi.

## BAB II KAJIAN PUSTAKA

### 2.1 Nikel Oksida

Nikel oksida memiliki nama IUPAC *Oxonikel* dan rumus molekul NiO pada umumnya berbentuk bubuk dan berwarna hitam. Memiliki massa molekul relatif 74,7 g/mol, densitas 6,67 g/mL pada suhu 25°C, titik didih 1955°C dan larut dalam ammonium hidroksida dan KCN. Nikel Oksida (NiO) merupakan bahan semikonduktor tipe-p (Mohammadyani *et al.*, 2012) yang memiliki *band gap* 3,6-4.0 eV (Sathishkumar *et al.*, 2014) dan cocok digunakan sebagai katalis (Saleh. 2013).

Oleh karena itu, nanopartikel NiO mempunyai aplikasi yang luas seperti pembuatan magnet permanen, energi adsorpsi surya, elektroda sel bahan bakar (Wang *et al.*, 2008), pembuatan keramik, elektrokromat, bahan heterogen katalitik (Ganachari *et al.*, 2012), semikonduktor, resistor, sensor gas, perangkat optik transparan dan lapisan optik (Sookman. 2005).



Gambar 2.1 Struktur Nikel Oksida (Kittle. 2002)

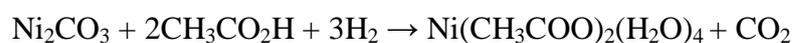
Bagian besar dari NiO berbentuk kubik (fcc) struktur dengan distorsi rhombohedral yang mengadopsi struktur NaCl, dengan bentuk oktahedral bagian Ni (II) dan O<sup>2-</sup>. NiO sering kali dalam bentuk nonstoikiometri yang

berarti bahwa ratio Ni:O menyimpang dari satu (Keith *et al.*, 2005). Pada NiO non-stoikiometri ini ditandai dengan perubahan warna. Warna NiO secara stoikiometri adalah hijau sedangkan nonstoikiometri berwarna hitam (Mohammadyani, 2010).

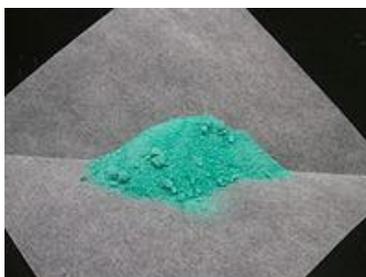
## 2.2 Nikel (II) Asetat Tetrahidrat

Nikel (II) asetat tetrahidrat memiliki rumus molekul  $\text{NiC}_4\text{H}_6\text{O}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  yang berbentuk padat, berwarna hijau, banyak digunakan untuk elektroplating dan memiliki bau asetat. Titik leleh dari nikel (II) asetat tetrahidrat adalah  $250\text{ }^\circ\text{C}$  ( $482\text{ }^\circ\text{F}$ ), kelarutan dalam air 27% pada  $0\text{ }^\circ\text{C}$ , densitas 1,744 g/mL dan memiliki berat molekul 248.7832 g/mol (Merck. 2009).

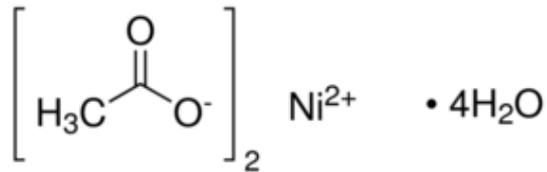
Senyawa ini dapat dibuat dengan mencampurkan nikel atau nikel (II) karbonat dengan asam asetat:



Nikel (II) asetat tetrahidrat berwarna hijau telah ditunjukkan oleh kristalografi sinar-X untuk menggambarkan struktur oktahedral, atom nikel pusat dikoordinasikan oleh empat molekul air dan dua ligan asetat. Garam nikel bersifat karsinogenik dan mengiritasi kulit (Keith *et al.*, 2005).



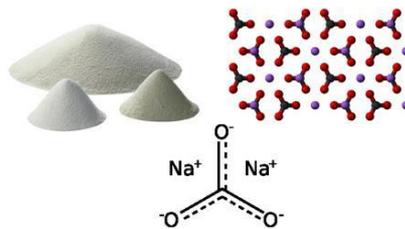
Gambar 2.2 Bentuk padatan nikel (II) asetat tetrahidrat.



Gambar 2.3 Struktur dari nikel asetat tetrahidrat.

### 2.3 Natrium Karbonat

Natrium karbonat ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) juga dikenal sebagai soda cuci atau soda abu merupakan garam natrium dari asam karbonat yang mudah larut dalam air. Natrium karbonat murni berwarna putih, bubuk tanpa warna yang menyerap uap air dari udara, mempunyai rasa alkalin/pahit, dan membentuk larutan alkali yang kuat. Memiliki pH 11,6 dalam bentuk larutan, titik didih  $400^\circ\text{C}$ , titik leleh  $851^\circ\text{C}$ , densitas 1,55 g/mL, dan berat molekul relatif 105,978 g/mol (Merck, 2012).



Gambar 2.4 Gambar dan struktur natrium karbonat.

Natrium karbonat digunakan sebagai bahan aditif yang akan menghasilkan larutan yang stabil dan homogen. Aditif berfungsi untuk menstabilkan logam alkoksida (*stabilization agent*) dan juga sebagai pembantu kelarutan (*dissolution agent*). Aditif sangat berpengaruh pada struktur mikrogel dan dapat mempercepat atau memperlambat pembentukan gel.

## 2.4 Surfaktan

Surfaktan merupakan suatu molekul yang sekaligus memiliki gugus hidrofilik dan gugus lipofilik sehingga dapat mempersatukan campuran yang terdiri dari air dan minyak. Surfaktan adalah bahan aktif permukaan. Molekul surfaktan memiliki bagian polar yang suka akan air (hidrofilik) dan bagian non polar yang suka akan minyak/lemak (lipofilik) (Probowati *et al.*, 2012).

Berdasarkan muatannya surfaktan terbagi atas 4 jenis yaitu:

### 1. Surfaktan anionik

yaitu surfaktan yang bagian alkilnya terikat pada suatu anion. Contohnya adalah garam alkana sulfonat, garam olefin sulfonat, garam sulfonat asam lemak rantai panjang.

### 2. Surfaktan kationik

yaitu surfaktan yang bagian alkilnya terikat pada suatu kation. Contohnya garam alkil trimetil ammonium, garam dialkil-dimetil ammonium dan garam alkil dimetil benzil ammonium.

### 3. Surfaktan nonionik

yaitu surfaktan yang bagian alkilnya tidak bermuatan. Contohnya ester gliserin asam lemak, ester sorbitan asam lemak, ester sukrosa asam lemak, polietilena alkil amina, glukamina, alkil poliglukosida, mono alkanol amina, dialkanol amina dan alkil amina oksida.

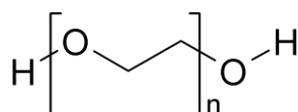
### 4. Surfaktan amfoter

yaitu surfaktan yang bagian alkilnya mempunyai muatan positif dan negatif. Contohnya surfaktan yang mengandung asam amino, betain, fosfobetain.

Surfaktan yang digunakan dalam pembuatan nanopartikel NiO antara lain:

1. *Polyethylen Glycol* (PEG) 1000

*Polyethylen Glycol* (PEG) 1000 memiliki rumus molekul  $(C_2H_4O)_n.H_2O$ , berbentuk padatan berwarna putih dan memiliki titik didih  $54-58^\circ C$  ( $129-136$  F) serta memiliki densitas 1,1-1,2 g/mL setiap kenaikan berat molekul (Merck. 2003)



Gambar 2.5 Struktur dari Polyethylen Glycol.

2. *Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate* (SDBS)

*Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate* (SDBS) memiliki rumus molekul  $C_{18}H_{29}NaO_3S$ , berbentuk bubuk kristal berwarna putih dengan berat molekul 348,48 g/mol. Kelarutan dalam air SDBS adalah 250 g/L ( $20^\circ C$ ), pH 6.5 - 9.5 dengan struktur molekul seperti gambar dibawah ini:

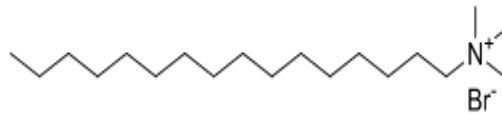


Gambar 2.6 Struktur molekul Sodium Dodecyl Benzene Sulfonat

(Ashokkuma et al., 2003).

3. *Hexadecyl Trimethyl Ammonium Bromide* (HTAB)

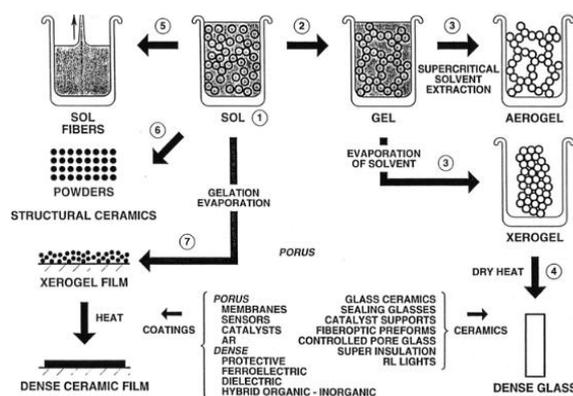
*Hexadecyl Trimethyl Ammonium Bromide* (HTAB) berbentuk bubuk berwarna putih, memiliki rumus molekul  $C_{19}H_{42}NBr$  dengan berat molekul 364.45 g/mol. Memiliki titik didih  $235^\circ C$  dan titik leleh  $248 - 251^\circ C$  (Meck. 2011)



Gambar 2.7 Struktur molekul dari Hexadecyl Trimethyl Ammonium Bromide (Schell & Jedidiah. 2012).

## 2.5 Metoda Sol-Gel

Kimia sol-gel didasarkan pada hidrolisis dan kondensasi dari prekursor. Pada proses sol-gel, prekursor dirubah menjadi partikel berukuran nano untuk membentuk suspensi koloid atau sol. Nanopartikel koloid ini kemudian berikatan satu dengan yang lain melalui proses polimerisasi untuk membentuk gel. Polimerisasi membuat proses difusi kimia terus meningkat kemudian gel tersebut dikeringkan dan dikalsinasi untuk menghasilkan bubuk. Proses polimerisasi dari sol menjadi gel ditunjukkan pada Gambar 2.8.



Gambar 2. 8 Proses polimerisasi dari sol menjadi gel (Mark et al., 2005).

Tahapan Proses Sol-Gel metoda sol gel sendiri meliputi:

#### A. Hidrolisis

Pada tahap pertama logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, basa atau netral menghasilkan sol koloid. Hidrolisis menggantikan ligan alkoksi (-OR) dengan gugus hidroksil (-OH).

#### B. Kondensasi

Setelah mengalami reaksi hidrolisis, maka reaksi kondensasi akan berlangsung. 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.

#### C. Pematangan (Ageing)

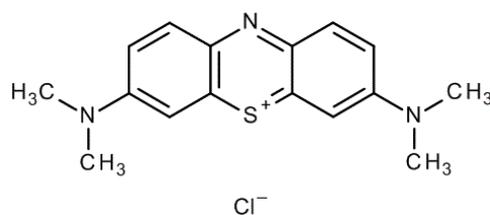
Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan proses pematangan gel yang terbentuk. Proses ini lebih dikenal dengan proses ageing. Pada proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat, dan menyusut didalam larutan.

#### D. Pengerangan

Tahapan terakhir adalah proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol-gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi.

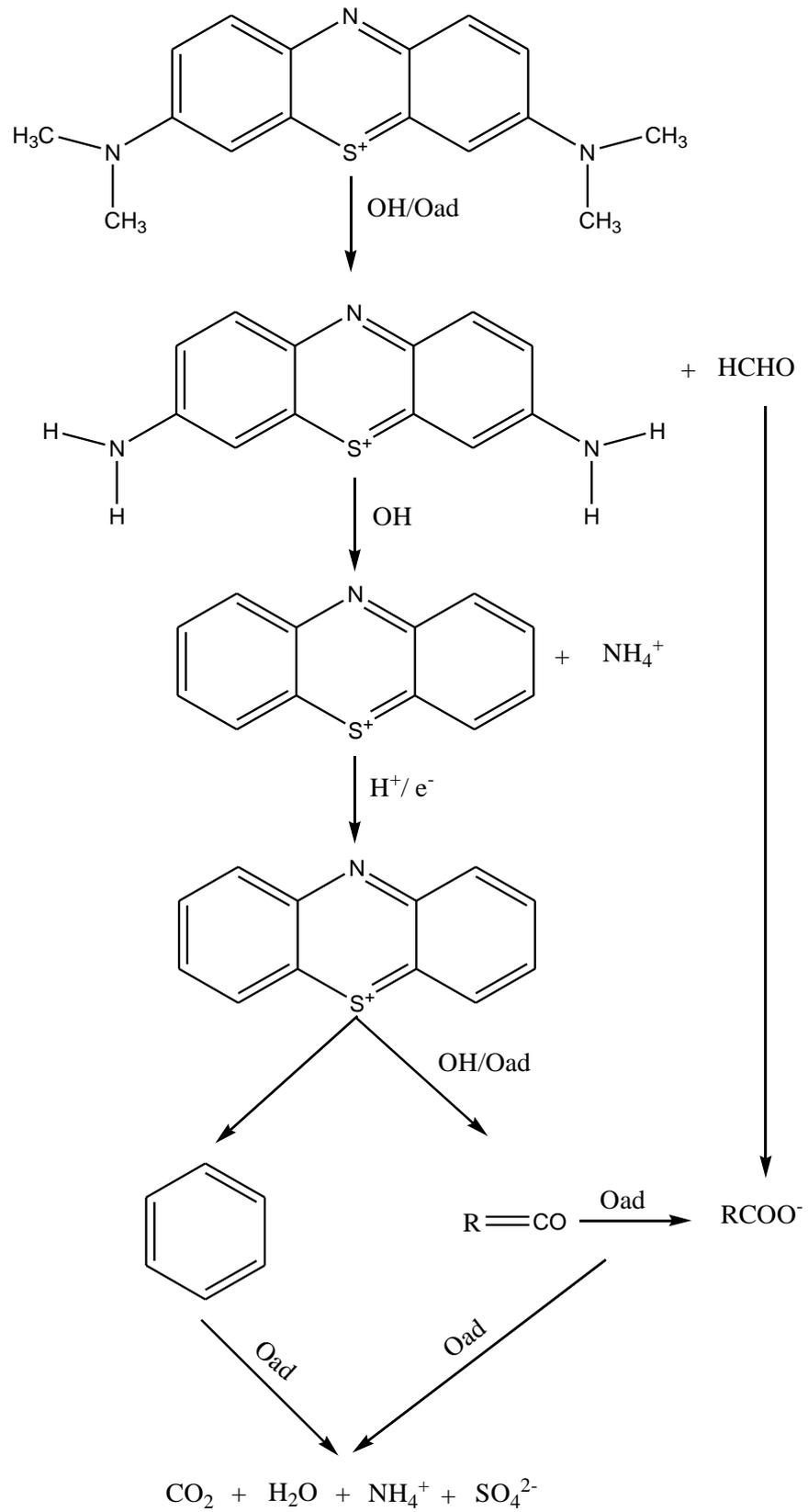
## 2.6 Methylene Blue

*Methylene Blue* yang memiliki rumus kimia  $C_{16}H_{18}ClN_3S$ , adalah senyawa hidrokarbon aromatik yang beracun dan merupakan zat warna kationik dengan daya adsorpsi yang sangat kuat. Pada umumnya *methylene blue* digunakan sebagai pewarna sutra, wool, tekstil, kertas, peralatan kantor dan kosmetik. Senyawa ini berupa kristal berwarna biru gelap. Ketika dilarutkan *methylene blue* dalam air atau alkohol akan menghasilkan larutan berwarna biru. *Methylene blue* memiliki berat molekul 319,86 gr/mol, dengan titik lebur di  $105^{\circ}C$  dan daya larut sebesar  $4,36 \times 10^4$  mg/L.



Gambar 2. 9 *Methylen Blue*.

Molekul zat warna merupakan gabungan dari zat organik tidak jenuh dengan kromofor sebagai pembawa warna. Zat organik tidak jenuh yang dijumpai dalam zat warna antara lain senyawa aromatik yang meliputi senyawa hidrokarbon aromatik dan turunannya, fenol dan turunannya serta senyawa-senyawa hidrokarbon yang mengandung nitrogen (Manurung. 2004). Mekanisme reaksi degradasi *methylene blue* dapat dilihat pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 Mekanisme reaksi degradasi *methylene blue*.

*Methylene blue* merupakan salah satu zat warna *thiazine* yang sering digunakan oleh industri tekstil karena harganya ekonomis dan mudah diperoleh. Zat warna *methylene blue* merupakan zat warna dasar yang penting dalam proses pewarnaan kulit, kain mori, kain katun, dan tannin. Limbah zat warna yang dihasilkan oleh industri tekstil menjadi perhatian serius karena penggunaan tekstil akan selalu mengikuti peningkatan populasi penduduk (Albanis, 2000). Penggunaan *methylene blue* dapat menimbulkan beberapa efek, seperti iritasi saluran pencernaan jika tertelan, menimbulkan sianosis jika terhirup, dan iritasi pada kulit jika tersentuh oleh kulit (Hamdaoui & Chiha, 2006). Senyawa *methylene blue* mempunyai struktur benzena yang sulit untuk diuraikan, bersifat toksik, karsinogenik dan mutagenik. Selain itu, banyaknya molekul zat warna dalam air akan mengganggu proses fotosintesis (Slamet *et al.*, 2006).

Limbah cair tekstil yang mengandung zat warna dapat memberikan masalah tersendiri karena zat warna tekstil berbahaya bagi makhluk hidup khususnya manusia. pengolahan limbah zat warna menjadi sulit karena struktur aromatik pada zat warna sulit terdegradasi.

## 2.7 Fotolisis

Fotolisis adalah bagian dari proses oksidasi lanjut (AOPS; *Advanced Oxydation Process*) dan fotolisis merupakan proses transformasi kimia (fotokimia) yang berlangsung dengan bantuan radiasi UV. Secara khusus, yang dimaksudkan dengan fotolisis ini adalah proses pemutusan ikatan dari suatu senyawa organik dengan pantuan energi foton sinar UV yang sesuai (Zilfa *et al.*, 2011).

### a. Pengertian Fotokatalitik

Fotokatalitik merupakan gabungan dari proses fotokimia dan katalis. Dalam hal ini diperlukan unsur cahaya dan katalis untuk mempercepat suatu transformasi kimia. Katalis pada proses ini lebih khas disebut fotokatalis dan memiliki kemampuan untuk menyerap foton dan umumnya dimiliki oleh bahan-bahan semikonduktor. Fotokatalisis merupakan suatu proses kimia yang mempercepat suatu transformasi kimia yang dimiliki kemampuan untuk menyerap foton (Linsebigler, 1995).

Fotokatalitik dibagi menjadi dua macam yaitu fotokatalitik homogen dan fotokatalitik heterogen. Fotokatalitik homogen adalah proses fotokatalis dengan bantuan zat pengoksidasi seperti ozon dan hidrogen peroksida, sedangkan fotokatalitik heterogen merupakan suatu teknologi yang didasarkan pada radiasi fotokatalis semikonduktor dengan sinar UV seperti titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ), seng oksida ( $\text{ZnO}$ ) dan cadmium sulfide ( $\text{CdS}$ ) (Linsebigler, 1995).

## b. Prinsip Dasar Fotokatalitik

Proses fotokatalitik heterogen secara umum dapat didefinisikan sebagai proses reaksi kimia yang dibantu oleh cahaya dan katalis padat. Sistem fotokatalis heterogen yang terdiri dari partikel semikonduktor (fotokatalis) yang kontak dengan medium gas atau cair. Penyinaran katalis dengan cahaya UV akan menimbulkan keadaan tereksitasi yang bisa memulai proses lanjutan seperti reaksi redoks dan transformasi molekular.

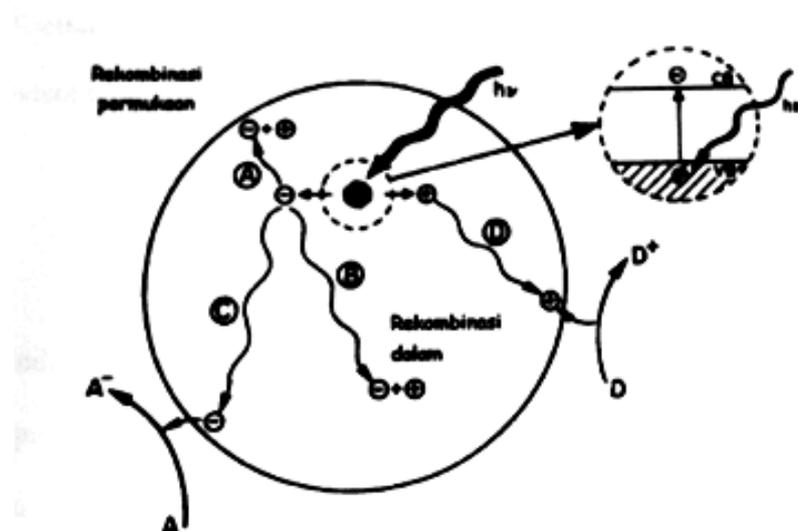
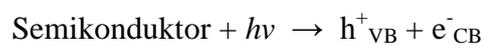
Bahan semikonduktor memiliki daerah energi kosong (*void energy region*). Dalam daerah tersebut tidak tersedia tingkatan-tingkat energi untuk rekombinasi elektron dan *hole* yang diproduksi oleh proses fotoeksitasi dalam semikonduktor tersebut. Daerah kosong itu memanjang dari puncak pita valensi terisi (*filled valancy band*) hingga dasar pita konduksi kosong (*vacant conduction band*) disebut celah pita (*band gap*). Celah pita tersebut menentukan sensitifitas panjang gelombang dari semikonduktor yang bersangkutan terhadap radiasi (Linsebigler, 1995).

## c. Proses Fotokatalitik

Teknologi fotokatalitik merupakan kombinasi proses fotokimia dan katalis (Slamet *et al.*, 2003). Fotokimia adalah sintesis atau transformasi secara kimiawi dengan melibatkan cahaya sebagai pemicunya. Sedangkan katalis adalah substansi yang dapat mempercepat laju reaksi tanpa ikut bereaksi secara keseluruhan. Artinya, pada awal dan akhir reaksi, jumlah katalis sama. Katalis dapat mengadakan interaksi dengan minimal satu molekul reaktan menghasilkan senyawa antara yang lebih reaktif. Katalis

dalam proses ini disebut fotokatalis karena kemampuannya menyerap energi foton.

Zat yang dapat berperan sebagai fotokatalis merupakan suatu bahan semikonduktor. Hal ini disebabkan semikonduktor memiliki daerah energi kosong diantara pita valensi dan pita konduksi yang disebut celah pita (*band gap*). Dalam daerah ini tidak tersedia tingkat-tingkat energi untuk mempromosikan elektron *hole*. Proses fotokatalitik heterogen pada bahan semikonduktor diawali dengan fotoeksitasi sebagai akibat cahaya yang mengenai bahan semikonduktor. Cahaya ini berenergi sama atau lebih besar dari energi celah pita, sehingga dapat mentransfer elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Jadi, pada proses fotoeksitasi dihasilkan elektron pada pita konduksi dan *hole* pada pita valensi. Reaksi yang terjadi adalah:



Gambar 2.11 Skema proses fotoeksitasi dalam padatan yang diikuti peristiwa deeksitasi (Linsebigler, 1995).

Gambar 2.11 menunjukkan proses eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi yang diinisiasi oleh absorpsi cahaya. Pada jalur C, semikonduktor mendonasikan elektron ke spesi penerima elektron. Spesi ini harus memiliki potensial yang lebih positif dari pada tingkat energi potensial pita konduksi semikonduktor. Pada jalur D, *hole* bergerak ke permukaan dan mengoksidasi spesies donor elektron. Spesi pendonor harus memiliki potensial yang lebih negatif dari ada tingkat energi potensial pita valensi semikonduktor.



Pada jalur B dan A, masing-masing terjadi rekombinasi elektron *hole* di dalam dan dipermukaan partikel semikonduktor disertai pelepasan panas. Perlu dicatat bahwa proses transfer elektron akan lebih efektif jika elektron akseptor teradsorp pada permukaan katalis (Linsebigler, 1995).

Fotolisis merupakan suatu interaksi atau reaksi intensif antara energi cahaya (yang disebut sebagai energi foton) dengan molekul-molekul sekitarnya, yang menghasilkan degradasi molekul-molekul tersebut menjadi senyawa-senyawa lain yang lebih kecil. Fotokatalis adalah reaksi yang melibatkan cahaya (fotoreaksi) dan mengalami peningkatan kecepatan reaksi akibat adanya katalis yang mengabsorpsi energi cahaya Ultraviolet (UV) sehingga menghasilkan senyawa pereduksi dan pengoksidasi pada permukaan katalis.

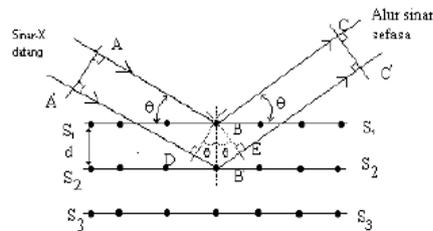
Fotodegradasi adalah reaksi pemecahan senyawa oleh adanya cahaya. Proses fotodegradasi memerlukan suatu fotokatalis, yang umumnya merupakan bahan semikonduktor. Prinsip fotodegradasi adalah adanya loncatan elektron dari pita valensi ke pita konduksi pada logam semikonduktor jika dikenai suatu energi foton. Loncatan elektron ini menyebabkan timbulnya hole (lubang elektron) dapat berinteraksi dengan pelarut (air) membentuk radikal  $\text{OH}\cdot$ . Radikal bersifat aktif dan dapat berlanjut untuk menguraikan senyawa organik target (Husin, 2012).

## **2.8 X-Ray Diffraction (XRD)**

*X-Ray Diffraction* atau XRD merupakan salah satu alat yang digunakan untuk karakterisasi material. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Dasar dari prinsip pendifraksian sinar X yaitu difraksi sinar-X terjadi pada hamburan elastis foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Berkas sinar-X tersebut, apabila melalui atom yang tersusun secara teratur seperti pada kristal, maka akan terjadi interferensi konstruktif (saling memperkuat) karena fasanya sama. Berkas inilah yang disebut sebagai berkas difraksi.

Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik, akan menunjukkan gejala difraksi bila sinar tersebut jatuh pada jarak antara dua atomnya kira-kira sama dengan panjang gelombang sinar tersebut. Bila berkas electron menjatuhkan suatu kristal, maka sinar-X yang terbentuk akan dihamburkan. Panjang gelombang

hamburan ini keluar dari seluruh atom-atom yang berbeda menyebabkan intensitas berbeda (Silibia,1996).



Gambar 2.12 Kristal atom dikenai berkas sinar-X

Dasar dari penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg:

$$n.\lambda = 2.d.\sin \theta$$

dimana:  $n$  = orde reaksi (bilangan bulat)

$\lambda$  = panjang gelombang sinar yang sefasa

$d$  = jarak antara bidang *Bragg* yang dipilih sebagai bidang hambur

$\theta$  = sudut datang terhadap bidang *Bragg*

Difraksi sinar-X dapat memberikan informasi tentang struktur polimer, termasuk tentang keadaan amorf dan kristalin polimer. Polimer dapat mengandung daerah kristalin yang secara acak bercampur dengan daerah amorf. Difraktogram sinar-X polimer kristalin menghasilkan puncak-puncak yang tajam, sedangkan polimer amorf cenderung menghasilkan puncak yang melebar. Pola hamburan sinar-X juga dapat memberikan informasi tentang konfigurasi rantai dalam kristalit, perkiraan ukuran kristalit, dan perbandingan daerah kristalin dengan daerah amorf (derajat kristalinitas) dalam sampel polimer (Rohaeti. 2009).

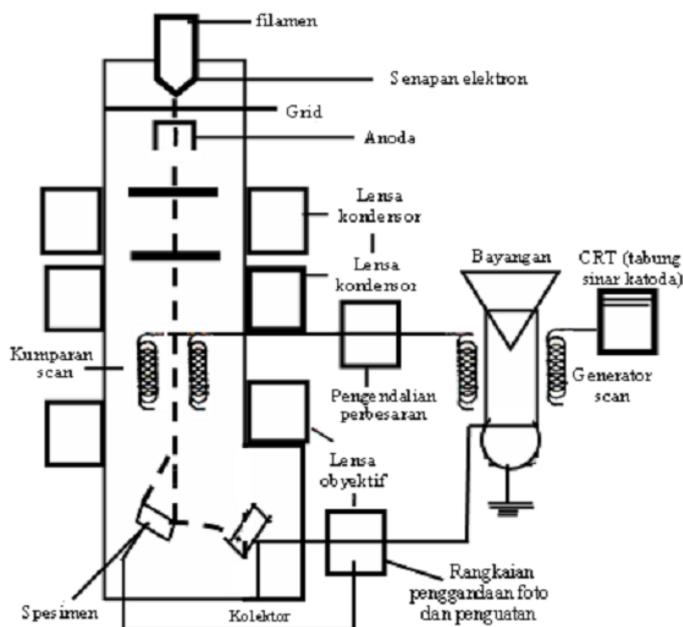
Beberapa kegunaan dari difraksi sinar-X adalah (Weller, 1994):

1. Mengetahui struktur kristal
2. Mendapatkan informasi, komposisi dan keadaan material polikristalin.
3. Dapat menentukan ukuran kristalin, derajat kristalinitas dan konstanta kisi kristalografi secara tepat.

Dari hasil XRD ini dapat dilakukan karakterisasi secara kualitatif dan kuantitatif. Secara kualitatif yaitu untuk mengetahui jenis kristal dengan cara membandingkan puncak-puncak difraktogram dengan data difraktogram standar. Sedangkan secara kuantitatif untuk mengetahui persen kristalinitas dengan cara membandingkan puncak tertinggi difraktogram sampel terhadap difraktogram standar pada nilai  $d$  (jarak antar unit sel) yang sama (Nakagaito, 2005).

## **2.9 Scanning Electron Microscopy (SEM)**

*Scanning Electron Microscopy* adalah suatu mikroskop elektron yang menerapkan prinsip difraksi elektron dimana prinsip kerjanya sama dengan mikroskop optik. Sebagai pengganti sumber cahaya digunakan suatu sumber elektron yang dapat menembakkan elektron berenergi tinggi. SEM dapat menampilkan hasil gambar dari suatu permukaan yang dianalisis dengan pembesaran yang cukup tinggi serta kedalaman medan yang baik. Hasil ditampilkan secara tiga dimensi dengan sangat detail. SEM merupakan alat yang dapat digunakan untuk mempelajari atau mengamati rincian bentuk maupun struktur mikro permukaan suatu objek yang tidak dapat dilihat dengan mata atau dengan mikroskop optik.



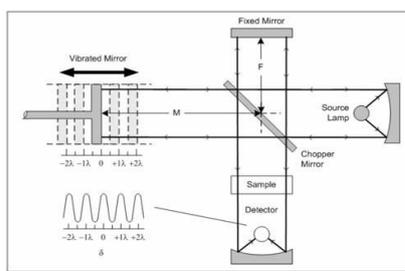
Gambar 2.13 Bagan instrumentasi SEM.

Prinsip kerja dari SEM ini adalah dengan menggambarkan permukaan benda atau material dengan berkas elektron yang dipantulkan dengan energi tinggi. Permukaan material yang disinari atau terkena berkas elektron akan memantulkan kembali berkas elektron atau dinamakan berkas elektron sekunder ke segala arah. Tetapi dari semua berkas elektron yang dipantulkan terdapat satu berkas elektron yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor yang terdapat di dalam SEM akan mendeteksi berkas elektron berintensitas tertinggi yang dipantulkan oleh benda atau material yang dianalisis. Selain itu juga dapat menentukan lokasi berkas elektron yang berintensitas tertinggi itu.

## 2.10 Spektrofotometer *Fourier Transform-Infra Red Spectroscopy* (FTIR)

*Fourier Transform-Infra Red Spectroscopy* atau yang dikenal dengan FT-IR merupakan suatu teknik yang digunakan untuk menganalisa komposisi kimia dari senyawa-senyawa organik, polimer, coating atau pelapisan, material semikonduktor, sampel biologi, senyawa-senyawa anorganik, dan mineral. FT-IR mampu menganalisa suatu material baik secara keseluruhan, lapisan tipis, cairan, padatan, pasta, serbuk, serat, dan bentuk yang lainnya dari suatu material. Spektroskopi FT-IR tidak hanya mempunyai kemampuan untuk analisa kualitatif, namun juga bisa untuk analisa kuantitatif.

Sistim optik Spektrofotometer FTIR seperti pada gambar dibawah ini dilengkapi dengan cermin yang bergerak tegak lurus dan cermin yang diam. Dengan demikian radiasi infra merah akan menimbulkan perbedaan jarak yang ditempuh menuju cermin yang bergerak (M) dan jarak cermin yang diam (F). Perbedaan jarak tempuh radiasi tersebut adalah  $2$  yang selanjutnya disebut sebagai retardasi ( $\delta$ ). Hubungan antara intensitas radiasi IR yang diterima detektor terhadap retardasi disebut sebagai interferogram. Sedangkan sistim optik dari Spektrofotometer IR yang didasarkan atas bekerjanya interferometer disebut sebagai sistim optik *Fourier Transform Infra Red*.



Gambar 2.14 Sistim optik interferometer Michelson pada Spektrofotometer FTIR.

Secara keseluruhan, analisis menggunakan Spektrofotometer FTIR memiliki dua kelebihan utama dibandingkan metoda konvensional lainnya, yaitu:

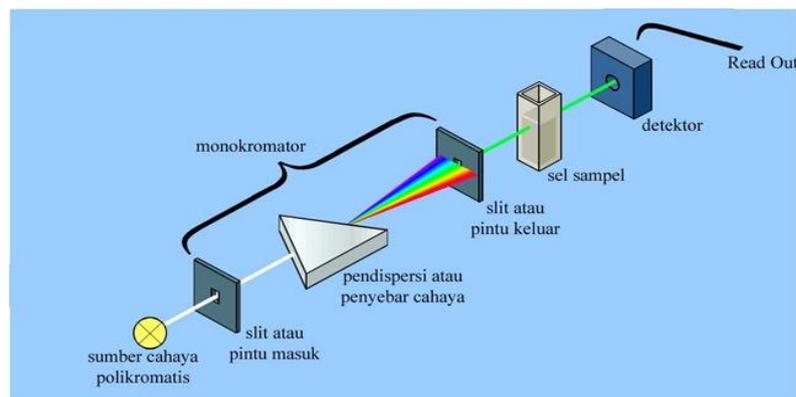
1. Dapat digunakan pada semua frekwensi dari sumber cahaya secara simultan sehingga analisis dapat dilakukan lebih cepat daripada menggunakan cara sekuensial atau scanning.
2. Sensitifitas dari metoda Spektrofotometri FTIR lebih besar daripada cara dispersi, sebab radiasi yang masuk ke sistim detektor lebih banyak karena tanpa harus melalui celah (*slitless*).

### **2.11 Spektrofotometri Sinar Ultraviolet-Tampak (UV-Vis)**

Spektrofotometri UV-Vis adalah anggota teknik analisis pektroskopik yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm) dengan memakai instrumen spektrofotometer. Spektrofotometri UV-Vis melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometri UV-Vis lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif.

Absorpsi cahaya spektrofotometri UV-Vis mengakibatkan transisi elektronik, yaitu promosi elektron-elektron dari orbital keadaan dasar yang berenergi rendah ke orbital keadaan tereksitasi berenergi lebih tinggi. Energi yang terserap kemudian terbuang sebagai cahaya atau tersalurkan dalam reaksi kimia. Absorpsi cahaya tampak dan radiasi ultraviolet meningkatkan energi elektronik sebuah molekul, artinya energi yang disumbangkan oleh foton-foton memungkinkan elektron-elektron itu mengatasi kekangan inti dan pindah

keluar ke orbital baru yang lebih tinggi energinya. Semua molekul dapat menyerap radiasi dalam daerah spektrofotometri UV-Vis karena mereka mengandung elektron, baik sekutu maupun menyendiri, yang dapat dieksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi.



Gambar 2. 15 Skema alat Spektrofotometri UV-Vis.

Panjang gelombang dimana terjadi eksitasi elektronik yang memberikan absorbansi maksimum disebut sebagai panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{maks}$ ). Penentuan panjang gelombang maksimum yang pasti (tetap) dapat dipakai untuk identifikasi molekul yang bersifat karakteristik-karakteristik sebagai data sekunder. Dengan demikian spektrum visibel dapat dipakai untuk tujuan analisis kualitatif (data sekunder) dan kuantitatif.

Prinsip dasar dalam spektrofotometri UV-Vis berdasarkan Hukum Lambert-Beer yaitu:

$$A = a \cdot b \cdot C$$

Keterangan: A = absorbansi

a = koefisien absorbansi molar

C = konsentrasi larutan (mol/L)

b = tebal cuvet.

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan.

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Nanopartikel NiO dapat disintesis menggunakan proses sol-gel dengan bahan dasar nikel (II) asetat tetrahidrat, aquades sebagai pelarut dan natrium karbonat sebagai zat aditif.
2. Suhu berpengaruh terhadap ukuran rata-rata nanopartikel NiO yaitu 33,06 nm pada pembuatan sol dengan suhu ruangan dan ukuran rata-rata nanopartikel NiO yang dihasilkan dengan proses pemanasan adalah 17,89 nm.
3. Penambahan surfaktan mempengaruhi ukuran nanopartikel NiO yang sintesis yaitu 35.19-59.12 nm untuk penambahan surfaktan PEG 1000, 23.39-35.27 nm dengan penambahan HTAB dan 23.39-35.25 nm pada penambahan SDBS .
4. Analisa spektra FTIR didapatkan pada bilangan gelombang 3400-3500  $\text{cm}^{-1}$  untuk vibrasi regangan dari ikatan O-H, vibrasi bending H-O-H pada bilangan gelombang 1650-1690  $\text{cm}^{-1}$  dan 500-600  $\text{cm}^{-1}$  untuk vibrasi regangan Ni-O.
5. Hasil analisa XRD didapatkan puncak spesifik nanopartikel NiO, serta memiliki struktur kubik dengan ukuran kristal 17.89-59,12 nm.
6. Mikrostruktur NiO B memberikan bentuk morfologi bulat (*spheric*) dengan ukuran diameternya sekitar 1-1,6  $\mu\text{m}$ .
7. Waktu optimum degradasi *methylene blue* menggunakan katalis nanopartikel NiO yaitu pada 150 menit sedangkan menggunakan katalis NiO komersial pada waktu 30 menit. Berat optimum penambahan nanopartikel NiO B dengan jumlah katalis 50 mg pada %D=73,63%, sedangkan katalis NiO komersial pada penambahan 60 mg dengan %D yaitu 33,45.

## **5.2 Saran.**

Disarankan bagi peneliti selanjutnya:

1. Mempelajari pengaruh perbedaan prekursor dan pelarut dalam sintesis nanopartikel NiO.
2. Untuk dapat mempelajari proses sintesis lainnya dalam pembuatan nanopartikel NiO.
3. Untuk mempelajari pengaruh jenis surfaktan yang digunakan terhadap katalis yang dihasilkan.

## DAFTAR PUSTAKA

- Albanis T.A., D.G. Hela, T.M., Sakellarides & T.G. Danis. 2000. Removal of Dyes from Aqueous Solution by Adsorption on Mixtures of Fly Ash and Soil in Batch and Column Techniques, *Global Nest: The Int. J.* Vol. 2 no. 3 pp 237-244.
- Anandan, A & V. Rajendran. 2012. Structural, Optical and Magnetic properties of Well-Dispersed NiO Nanoparticles Synthesized by CTAB Assisted Solvothermal Process. *Nanoscience and Nanotechnology: An International Journal*.
- Andari, Nevi Dwi & Sri Wardhani. 2014. Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Ziolit untuk Degradasi Metilen Biru. *Chem Prog, Vol. 7, no 1*. Universitas Prawijaya.
- Ashokkuma., Muthupandian., Tyson, N., Lyndon, T & Franz, G. 2003. *Sonochemical Degradation of Sodium Dedocylbenzene Sulfonat in Aqueous Solutions*. Australia: School of Chemistry, University of Melbourne.
- Chen, H.L., Yang, M.L & Weng, S.H. 2005. *Characterization of sputtered NiO thin films*. Tainan, Taiwan 71003, Republic of China.
- Dharmaraj, P., Prabu, P., Nagarajan, S. & Kim, C.H. 2005. Synthesis of nickel oxide nanoparticles using nickel acetate and poly(vinyl acetate) precursor. *Materials Science and Engineering B 128 (111-114)*.
- Ejhieh, Alireza Nezamzadeh & Zahra Shams Ghahfarokhi. 2013. Photodegradation of Methyl Green by Nikel-Dimethylglyoxime/ZSM-5 Zeolit a Heterogeneous Catalyst. *Hindawi Publishing Corporation Journal of Chemistry*.
- Ganachari, Sharanabasava, V., Ravishankar B.R.D. & Venkataraman, A. 2012. Synthesis and characterization of nickel oxide nanoparticles by self-propagating low temperature combustion method. ISSN: 2076-5061. *Recent Research in Science and Technology*. India: University Gubbarga.
- Gnanajobitha, G., Kanniah, P., Mahendran, V., Shanmugam, R., Chelladurai, M., Gurusamy, A. & Cellapandian, K. 2013. Fruit mediated synthesis of silver nanoparticles using Vitis vinifera and evaluation of their antimicrobial efficacy. *Environmental Nanotechnology Division, Sri Paramakalyani*