

**DEGRADASI ZAT WARNA NAPTHOL BLUE BLACK
DENGAN KATALIS ZnO/TiO_2 MENGGUNAKAN METODA
FOTOSONOLISIS**

SKRIPSI

*Diajukan Kepada Tim Penguji Skripsi Jurusan Kimia Sebagai Salah Satu
Persyaratan Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)*



**Oleh:
UMMUL KHAIRAT
16036053**

**PROGRAM STUDI KIMIA
JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2020**

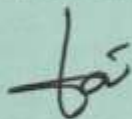
PERSETUJUAN SKRIPSI

DEGRADASI ZAT WARNA NAPHTHOL BLUE BLACK DENGAN KATALIS ZnO/TiO_2 MENGGUNAKAN METODA FOTOSONOLISIS

Nama : Ummul Khairat
NIM/TM : 16036053/ 2016
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Mengetahui:

Ketua Jurusan Kimia

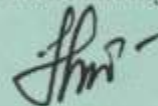


Alizar, S. Pd., M. Si., Ph. D
NIP. 19700902 199801 1 002

Padang, Februari 2020

Disetujui Oleh:

Pembimbing



Hary Sanjava, S. Si., M. Si
NIP. 19830428 200912 1 007

PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

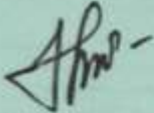
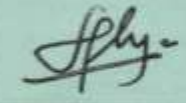
Nama : Ummul Khairat
NIM : 16036053
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

DEGRADASI ZAT WARNA NAPHTHOL BLUE BLACK DENGAN KATALIS ZNO/TIO₂ MENGGUNAKAN METODA FOTOSONOLISIS

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

Padang, 30 Januari 2020

Tim Penguji

	Nama	Tanda tangan
Ketua	: Hary Sanjaya, S.Si, M.Si	
Anggota	: Edi Nasra, S.Si, M.Si	
Anggota	: Dra. Sri Benti Etika, M.Si	

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini :

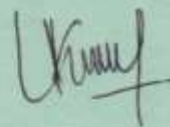
Nama : Ummul Khairat
NIM : 16036053
Tempat/Tanggal lahir : Sungai Sarik/ 05 November 1998
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Judul Skripsi : **Degradasi Zat Warna Naphthol Blue Black dengan Katalis ZnO/TiO₂**

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, 05 Februari 2020
Yang menyatakan,



Ummul Khairat
NIM/TM: 16036053/2016

Degradasi Zat Warna Naphthol Blue Black dengan Katalis ZnO/TiO₂ Menggunakan Metoda Fotosonolisis

Ummul Khairat

ABSTRAK

Penelitian mengenai degradasi zat warna Naphthol Blue Black dengan katalis ZnO/TiO₂ menggunakan metoda fotosonolisis telah dilakukan. Tujuan dari penelitian ini yaitu menentukan waktu optimum dan variasi doping katalis optimum yang digunakan dalam mencapai hasil maximum dari proses pendegradasian zat warna. Hasil persentase yang diperoleh dari variasi waktu radiasi diukur dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. Hasil persen degradasi diperoleh dari nilai absorbansi yang diukur pada ($\lambda_{maks} = 587 \text{ nm}$) adalah saat 15 menit dengan persentase degradasi sebesar 97,5% menggunakan katalis ZnO. Pengaruh variasi % konsentrasi ZnO-TiO₂ pada saat waktu optimum didapatkan saat variasi 20% ZnO/TiO₂ dengan % degradasi 92,5%. Hasil analisa XRD diperoleh ukuran kristal ZnO, TiO₂ dan ZnO-TiO₂ berturut-turut 18,25-30,86 nm, 17,99-31,95 nm, 17,98-31,96 nm. Analisis UV-DRS diperoleh nilai *bandgap* masing-masing 3,2 eV (ZnO), 3,0 eV (TiO₂) dan 3,10 eV (ZnO/TiO₂ 20%). Proses pendopingan menyebabkan turunnya nilai gap dari ZnO, sehingga dapat menggeser panjang gelombang pada sinar tampak. Sedangkan hasil analisis SEM menunjukkan bahwa saat 20%, secara morfologi struktur dari katalis yang digunakan lebih kecil dibandingkan persen konsentrasi lainnya dengan perbesaran 500nm. Dari SEM juga terlihat bentuk Kristal dari katalis yang digunakan seperti hexagonal seperti struktur awal dari ZnO yang telah dianalisis XRD.

Kata kunci: *Band gap*, Degradasi, Fotosonolisis, Naphthol Blue Black, ZnO/TiO₂

Degradation Naphthol Blue Black Dye with ZnO/TiO₂ Catalyst Using Photosonolysyt Method

Ummul Khairat

ABSTRACT

The research about Degradation Naphthol Blue Black Dye with ZnO/TiO₂ Catalyst Using Photosonolysyt Method has done. The purpose from this research to determine variation time optimum and variation doping catalyst ZnO/TiO₂ to get maximum result from dye degradation proses. The measurement of dye degradation use Spectrofotometer UV-Vis. The percent degradation of dye are determined by absorbansi value in ($\lambda_{maks} = 587 \text{ nm}$). The maximum result from degradation Naphthol Blue Black using ZnO catalyst with variation time for about 15 minutes (97,5%). The maximum result from degradation Naphthol Blue Black dye with variation % ZnO/TiO₂ is ZnO/TiO₂ 20% (92,5%=%degradation). Crystallite size ZnO, TiO₂, ZnO/TiO₂ 20% by XRD instrument are 18,25-30,86 nm, 17,99-31,96 nm, 17,98-31,96 nm. Bandgap value ZnO, TiO₂, ZnO-TiO₂ 20% are 3,2eV, 3,0 eV and 3,10 eV by UV-DRS instrument. The dopping process cause decrease bandgap value of ZnO and move wavelength to visible light. Analysis SEM show that ZnO/TiO₂ 20% has small size particle than 5%, 10%, 15%, 25% with 500nm magnification. In analysis SEM, morphologically we can see hexagonal structure from ZnO and same with XRD analysis.

Keyword: *Bandgap*, Degradation, Photosonolysist, Naphthol Blue Black, ZnO/TiO₂

KATA PENGANTAR

Dengan mengucapkan syukur atas kehadiran Allah SWT yang telah memberi kekuatan dan kesabaran kepada penulis dalam menyelesaikan Skripsi yang berjudul **“Degradasi Zat Warna *Naphthol Blue Black* dengan Katalis ZnO/TiO₂ menggunakan Metoda Fotosonolisis”**. Shalawat beserta salam untuk nabi tauladan kita Muhammad SAW yang telah memberikan tauladan dalam setiap aktivitas yang kita lalui.

Skripsi ini diajukan untuk memenuhi pesyaratan kelulusan dalam rangka memperoleh gelar 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. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih terutama kepada:

1. Bapak Hary Sanjaya, S.Si, M.Si selaku pembimbing dan penasehat akademik yang telah memberikan bimbingan serta pengarahan hingga selesainya skripsi penelitian ini.
2. Bapak Alizar, M.Si, Ph.D selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
3. Bapak Edi Nasra M.Si dan Ibu Dra. Sri Benti Etika, M.Si selaku dosen pembahas dalam penelitian ini, yang telah memberikan saran dan masukan dalam penyempurnaan skripsi ini.

4. Kedua orang tua penulis serta kakak-kakak, adik-adik tercinta yang telah memberi semangat serta dorongan kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi.
5. Sahabat serta teman terdekat yang telah memberikan masukan serta semangat hingga selesainya skripsi ini.
6. Teman – teman kimia tahun 2016 yang telah memberikan masukan dan saran serta semangat sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.

Untuk kesempurnaan skripsi dan penelitian yang akan penulis lakukan, penulis mengharapkan masukan dan saran yang membangun dari berbagai pihak. Atas masukan dan saran yang telah diberikan penulis mengucapkan terimakasih.

Padang, Januari 2020

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR GAMBAR	v
DAFTAR TABEL	vi
DAFTAR LAMPIRAN	vii
BAB I <u>P</u> ENDAHULUAN	1
A.Latar Belakang.....	1
B.Identifikasi masalah	3
C.Batasan Masalah	4
E.Tujuan Penelitian	5
F.Manfaat Penelitian	5
BAB II <u>K</u> ERANGKA TEORITIS.....	6
A.Karakteristik Naphthol Blue Black.....	6
B.Katalis ZnO / TiO ₂	9
C.Metoda Fotosonolisis	16
D.XRD (X-Ray Diffraction).....	20
E.UV- DRS.....	23
F.Spektrofotometer UV-Vis	24
BAB III <u>M</u> ETODOLOGI PENELITIAN.....	26
A.Jenis Penelitian, Waktu dan Tempat	26
B.Objek Penelitian.....	26
C.Variabel Penelitian.....	26
D.Alat dan Bahan	27
E.Prosedur Kerja	27

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	32
A.Degradasi Naphthol Blue black dengan menggunakan metoda fotosonolisis	31
B.Karakterisasi Katalis	33
C.Pengukuran nilai persen degradasi zat warna Naphthol Blue Black	43
BAB V PENUTUP.....	50
A.Kesimpulan.....	50
B.Saran.....	51
KEPUSTAKAAN	52
LAMPIRAN.....	55

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur Senyawa <i>Napthol AS</i>	6
2. Reaksi antara <i>Napthol</i> dengan NaOH.....	7
3. Proses reaksi <i>Naptholat</i> dengan garam diazonium.....	7
4. Struktur senyawa <i>Napthol Blue Black</i>	7
5. Skema pita energi dari bahan konduktor, semikonduktor dan isolator.....	10
6. Proses dihasilkannya energi celah pita dari suatu semikonduktor.....	11
7. Mekanisme penyerapan foton oleh katalis.....	18
8. Perbandingan zat warna <i>Napthol Blue Black</i> sebelum dan sesudah degradasi dengan katalis ZnO menggunakan variasi waktu radiasi.....	31
9. Perbandingan perubahan intensitas warna <i>Napthol Blue Black</i> dengan variasi doping katalis ZnO/TiO ₂ sebelum dan sesudah degradasi.....	32
10. Difraktogram ZnO, TiO ₂ dan katalis ZnO/TiO ₂ optimum terhadap degradasi <i>Napthol Blue Black</i> secara fotsonolisis.....	33
11. Difraktogram ZnO, TiO ₂ dan variasi % ZnO/TiO ₂ terhadap degradasi <i>Napthol Blue Black</i> secara fotsonolisis.....	34
12. Grafik bandgap ZnO/TiO ₂ 20% terhadap degradasi <i>Napthol Blue Black</i> secara fotsonolisis.....	38
13. Mekanisme penyerapan foton dan proses pendegradasian zat warna <i>Napthol Blue Black</i> dengan Metoda Fotsonolisis.....	39
14. SEM	41
15. Kurva pengaruh variasi waktu radiasi (0-90 menit) terhadap degradasi <i>Napthol Blue Black</i> secara fotsonolisis.....	43
16. Kurva pengaruh variasi waktu radiasi (0-25 menit) terhadap degradasi <i>Napthol Blue Black</i> secara fotsonolisis.....	45
17. Kurva pengaruh %katalis ZnO/TiO ₂ terhadap degradasi <i>Napthol Blue Black</i> secara fotsonolisis.....	47

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Struktur Senyawa Napthol AS	6
2. Reaksi antara Napthol dengan NaOH	7
3. Proses reaksi Naptholat dengan garam diazonium	7
4. Struktur senyawa Naptho Blue Black	7

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Perhitungan preparasi katalis ZnO/TiO ₂	55
2. Preparasi Katalis ZnO/TiO ₂	57
3. Pembuatan Larutan Model Limbah <i>Napthol Blue Black</i>	58
4. Degradasi <i>Napthol Blue Black</i> dengan variasi waktu radiasi secara fotsonolisis	59
5. Penentuan Katalis ZnO/TiO ₂ Optimum dalam mendegradasi <i>Napthol Blue Black</i>	60
6. Skema Penelitian	61
7. Perhitungan persen degradasi <i>Napthol Blue Black</i> dengan variasi waktu radiasi menggunakan Katalis ZnO secara Fotsonolisis	62
8. Hasil Degradasi <i>Napthol Blue Black</i> dengan variasi waktu radiasi menggunakan Katalis ZnO secara Fotsonolisis	64
9. Perhitungan Persen degradasi <i>Napthol Blue Black</i> dengan variasi waktu radiasi (0-25 menit) menggunakan Katalis ZnO secara Fotsonolisis.	65
10. Perhitungan Persen degradasi <i>Napthol Blue Black</i> dengan variasi % Konsentrasi ZnO/TiO ₂ pada waktu optimum menggunakan Katalis ZnO/TiO ₂ secara Fotsonolisis	67
11. Hasil Degradasi <i>Napthol Blue Black</i> dengan variasi % Konsentrasi ZnO/TiO ₂ pada waktu optimum secara Fotsonolisis	69
12. Difraktogram XRD Katalis ZnO	70
13. Perhitungan Penentuan Crystallite Size ZnO Menggunakan Persamaan Scherrer.	71
14. Data ICSD dan ICDD Katalis ZnO	72
15. Difraktogram XRD Katalis TiO ₂	75
16. Perhitungan Penentuan Crystallite Size TiO ₂ Menggunakan Persamaan Scherrer.	76
17. Data ICSD dan ICDD Katalis TiO ₂	78
18. Difraktogram Katalis ZnO/TiO ₂ 20%	81
19. Perhitungan Penentuan Crystallite Size ZnO/TiO ₂ 20 % Menggunakan Persamaan Scherrer.	82

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Indonesia merupakan negara yang cukup aktif dalam dunia textile, terutama dalam produksi kain batik yang menjadi ikon dari Indonesia sendiri. Textile tidak terlepas dari berbagai jenis polimer yang digunakan dan zat warna sebagai penambah nilai estetika dari suatu barang. Zat warna yang digunakan ada yang organik (alami) ada yang anorganik (buatan). Namun seiring dengan perkembangan zaman pada umumnya zat warna organik telah digantikan dengan pewarna sintetik (buatan). Zat warna sintetik ini merupakan penghasil limbah zat cair yang cukup banyak. Kebanyakan zat warna yang digunakan ini, sulit terdegradasi dalam air sehingga dapat mencemari air.

Salah satu jenis zat warna sintetik yang umum digunakan adalah Naphthol Blue Black yang merupakan senyawa kompleks diazo yang mempunyai stabilitas yang tinggi (Luo, 2001). Senyawa kompleks ini banyak digunakan untuk proses pencelupan pada kain batik, sutera, dan nilon (Ferkous, 2015). Senyawa yang memiliki stabilitas yang tinggi ini pada umumnya sulit terdegradasi dalam air dan membutuhkan waktu yang cukup lama selain itu juga bersifat karsinogenik dan mutagenik (Ferkous, 2015). Sifat karsinogenik dari senyawa diazo ini disebabkan oleh tidak dapatnya senyawa ini berkoordinasi dengan senyawa dalam tubuh sehingga amina-amina dari senyawa dalam tubuh akan menjadi amina-amina aromatik oleh enzim dalam usus dan hati, inilah yang yang bisa menyebabkan kanker (Mikhairi, 2009).

Permasalahan yang sekarang dihadapi yaitu limbah dari zat warna yang terakumulasi dalam perairan Indonesia. Dari limbah yang dihasilkan pada proses kimia terutama limbah zat warna, sebelumnya telah ditemukan penanganan limbah yang bersifat *nonbiodegradable* tersebut. Ada 3 cara yaitu secara fisika, kimia, dan biologi. Penanganan secara kimia, ditambahkan dengan koagulan sehingga dihasilkan endapan. Proses fisika melalui proses sedimentasi yang juga menghasilkan endapan. Secara biologis menggunakan mikroorganisme yang hanya dapat menguraikan senyawa biodegradable (Cristina, 2007).

Penelitian sebelumnya, telah banyak dilakukan penelitian yang merujuk dalam mendegradasi zat warna, seperti proses absorpsi, klorinasi, dan ozonisasi. Juga telah dilakukan penelitian dalam mendegradasi zat warna Naphthol Blue Black, dimana menggunakan TiO_2 . Penelitian sebelumnya yaitu (Safni, 2007) proses degradasi zat warna Naphthol Blue Black dengan fotolisis dan sonolisis bersamaan dengan menggunakan katalis TiO_2 , dengan hasil degradasi 92,5% selama 60 menit.

Salah satu metoda yang banyak digunakan dalam penanganan limbah zat warna tersebut, yaitu AOPs (*Advanced Oxidation Processes*). Metoda ini menggunakan penggabungan antara fotolisis dan sonolisis. Fotolisis terjadi karena adanya interaksi cahaya matahari (UV-VIs) dengan zat warna sedangkan sonolisis efek kavitasi pada air yang dipengaruhi oleh mekanika gelombang (Safni, et al, 2007). Pada proses AOPs dapat menghasilkan suatu spesi berupa radikal hidroksil yang memiliki nilai efektivitas yang tinggi, sehingga dapat mengoksidasi senyawa organik yang sulit terdegradasi (Maldonado M.C.C *et al*, 2013).

Selain menggunakan metoda fotosonolisis yang digunakan dalam proses degradasi zat warna yang sulit terdegradasi, maka digunakan juga suatu semikonduktor. Semikonduktor ini digunakan untuk mempercepat terjadinya reaksi katalitik. Semikonduktor ini dilakukan pendopingan untuk menurunkan energi bandgap dari ZnO, sehingga didoping dengan TiO_2 yang memiliki bandgap lebih rendah, sehingga energi yang dihasilkan kecil, dapat dapat menyerap panjang gelombang pada sinar tampak, saat proses fotolisis.

Pada proses degradasi ada beberapa hal yang mempengaruhi faktor degradasi diantaranya waktu kontak antara katalis dengan foton yang datang, % doping. Dalam teori yang ada, semakin lama waktu kontak antara foton dengan katalis, dapat meningkatkan proses degradasi dari zat warna, namun dapat berkurang jika H_2O_2 yang dihasilkan terlalu banyak atau waktu kontak yang terlalu lama.

Berdasarkan uraian diatas, penulis tertarik untuk melakukan penelitian mengenai degradasi zat warna naphthol blue black dengan katalis ZnO/TiO_2 menggunakan metoda fotosonolisis. Dengan menggunakan metode gabungan fotolisis, sonolisis dan logam katalis semikonduktor $\text{ZnO} / \text{TiO}_2$, diharapkan degradasi zat warna Naphthol Blue Black yang sulit terdegradasi akan segera terdegradasi dengan variasi konsentrasi katalis dan waktu dalam degradasi sempurna zat warna Nophthol Blue Black dengan waktu yang lebih singkat dari penelitian sebelumnya, dengan penggunaan katalis yang berbeda.

B. Identifikasi masalah

Naphthol Blue Black merupakan zat warna diazo yang sulit terdegradasi. Salah satu metode yang digunakan untuk degradasi zat warna ini adalah

fotosonolisis menggunakan katalis ZnO/TiO_2 . Penggunaan metode ini lebih efisien dalam mendegradasi zat warna. Semikonduktor yang digunakan dapat menghilangkan zat warna dengan cepat karena sifat fotokatalitik dari katalis semikonduktor.

C. Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Larutan Naphthol Blue Black dengan konsentrasi 10 ppm
2. Pengaruh waktu radiasi yaitu 15, 30, 45, 60, 75, 90 menit terhadap proses degradasi zat warna Naphthol Blue Black dengan katalis ZnO menggunakan metoda fotosonolisis.
3. Pengaruh konsentrasi doping katalis ZnO/TiO_2 yang digunakan terhadap degradasi zat warna Naphthol Blue Black dengan metode fotosonolisis yaitu variasi 5%, 10%, 15%, 20% da 25% pendopingan.

D. Rumusan masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah dijabarkan, maka rumusan masalah pada penelitian ini adalah “ Berapa waktu radiasi optimum, dan konsentrasi doping katalis optimum yang digunakan dalam mendegradasi zat warna Naphthol Blue Black dengan metoda fotosonolisis.

E. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk :

1. Mengetahui konsentrasi doping katalis yang digunakan dalam proses degradasi untuk mencapai hasil degradasi yang maksimum.
2. Mengetahui waktu radiasi optimum dengan katalis ZnO terhadap degradasi maksimum dari Naphthol Blue Black
3. Mengetahui karakterisasi katalis ZnO, TiO₂ dan ZnO/TiO₂ menggunakan XRD, Vis, DRS, SEM.

F. Manfaat Penelitian

Melalui penelitian ini diharapkan kita mendapatkan informasi tentang konsentrasi tertentu dari pendopingan katalis yang digunakan dan dapat mendegradasi zat warna Naphthol Blue Black secara maksimum, serta mengetahui informasi lama waktu radiasi maksimum dengan katalis ZnO yang didapatkan untuk mendegradasi sempurna zat warna Naphthol Blue Black. Informasi ini sangat dibutuhkan untuk membantu menangani masalah lingkungan yang menjadi sorotan terutama limbah zat cair dari pewarna sintetik yang pada umumnya bersifat nonbiodegradable atau memiliki waktu degradasi yang lama didalam air.

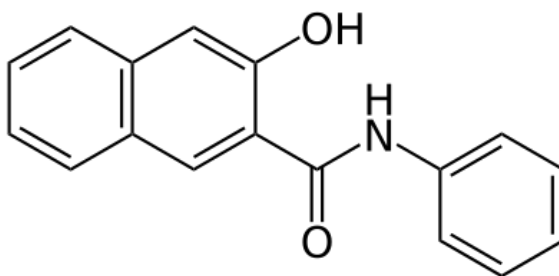
BAB II

KERANGKA TEORITIS

A. Karakteristik Napthol Blue Black

Napthol Blue Black merupakan salah satu zat warna textile yang mengandung senyawa organik dan anorganik yang mengandung gugus kromofor dan ausokrom. Gugus kromofor merupakan gugus pembangkit warna yang ditandai dengan adanya gugus azo, nitro, dan gugus karbonil. Sedangkan ausokrom adalah gugus yang mengaktifkan kromofor, seperti NH_2 , COOH (Noor Fitrihana, 2010).

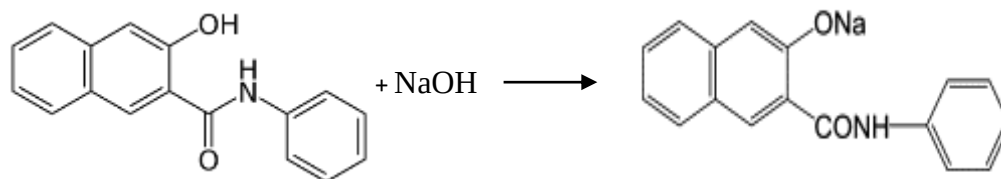
Menurut (Sewan, 1980), senyawa Napthol terdiri dari 2 komponen utama yaitu Napthol AS atau yang disebut sebagai *Azoic Coupling Component*, sedangkan komponen kedua adalah diazo berupa garam diazonium, dimana ketika kedua larutan saling dicampurkan maka akan dihasilkan zat warna napthol.



Gambar 1. Struktur Senyawa Napthol AS (Sumber: Sewan, 1980)

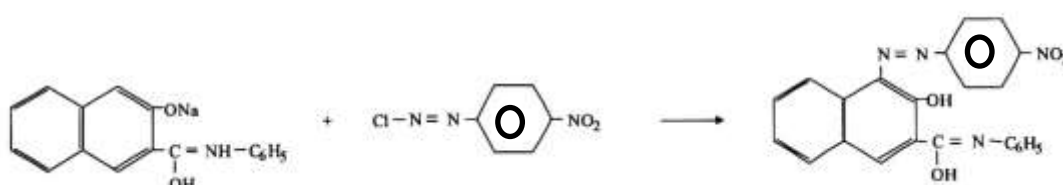
Suatu komponen napthol, agar dapat bereaksi dan menghasilkan zat warna dengan garam diazonim, maka napthol harus diubah menjadi naptholat dengan melarutkan dengan NaOH dalam keadaan panas.

Naphthol AS + Kaustik Soda dalam keadaan panas $\longrightarrow$ Naphtholat



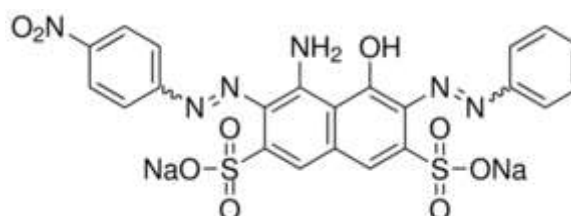
Gambar 2. Reaksi antara Naphthol dengan NaOH

Setelah natrium naftolat terbentuk maka untuk membentuk suatu kompleks berwarna naftolat dilarutkan kembali dalam garam diazonium, reaksi yang terjadi:



Gambar 3. Proses reaksi Naptholat dengan garam diazonium (Sumber: Endang, 2009)

Reaksi diatas merupakan reaksi antara naphtholat dengan salah satu garam diazonium. Naphthol Blue Black sendiri yaitu menggunakan garam diazonium Blue Black, sehingga dihasilkan Naphthol Blue Black. Senyawa ini termasuk senyawa golongan azo yang memiliki rumus $C_{22}H_{14}N_6Na_2O_9S_2$. Struktur umum Naphthol Blue Black:



Gambar 4. Struktur Umum Napthol Blue Black

Beberapa sifat utama dari Naphthol adalah senyawa ini tidak mudah larut dalam air, tetapi mudah larut dalam piridin dalam suhu yang tinggi (mendidih). Komponen dasar dari naphthol yaitu asam anilat dan zat pembangkit warna berupa garam diazonium, jika kedua komponen ini saling bercampur akan menimbulkan warna (Riyanto, 1995). Seperti yang dikatakan tadi bahwa naphthol tidak dapat larut dari air, sehingga agar dapat larut dalam air maka harus dilarutkan dalam NaOH membentuk garam Natrium Naftholat. Selain tidak mudah larut dalam air, zat warna naphthol juga memiliki bahaya bagi lingkungan karena sifat yang sulit terdegradasi dalam air, sehingga jika kontak dengan kulit dapat menyebabkan kanker kulit, karena sifat karsinogeniknya.

Naphthol Blue Black merupakan campuran antara senyawa Naphthol AS.BO dengan garam diazonium berupa blue black. Dalam melakukan atau mencari suatu warna dengan pewarna naphthol, maka harus tau warna pokok dari setiap naphthol dan warna dari garam pembangkitnya. Tabel 1 memperlihatkan daftar pewarnaan Naphthol dengan garamnya:

Tabel 1. Daftar pewarnaan Naphthol dan garam

Garam	Naphthol					Soga Kopel
	AS.G	AS.LB	AS.D	AS.BO	AS.GR	
Kuning GC	Kuning Muda	Coklat Tua	Orange	Orange	Violet Muda	Soga Orange
Orange GC	Kuning Muda	Coklat	Orange	Merah	Violet muda	Coklat merah
Merah B	Kuning Tua	Coklat Tua	Merah Tua	Merah tua	Abu abu	Coklat merah
Biru B	Coklat	Coklat Hitam	Biru	Biru Tua	Biru	Coklat Tua
Biru BB	Kuning Coklat	Coklat Tua	Biru	Biru Tua	Hijau Tua	
Violet B	Kuning	Coklat	Violet	Violet	Violet	
Garam GG	Kuning	Coklat	Merah	Merah	Violet muda	Coklat merah

Garam G	Kuning	Coklat	Merah	Merah Tua	Violet	Coklat Merah
---------	--------	--------	-------	-----------	--------	--------------

Napthol Blue Black akan menyerap pada panjang gelombang 616 nm (Luo, 2001). Untuk pH akan optimum pada 4.5. Napthol Blue Black akan menyerap pada panjang gelombang yang 620 nm, dengan pH optimum rentangan pada pH asam 1- 4.5. Pada penelitian yang merujuk pada aktivitas degradasi dari zat warna yang dihasilkan cukup rendah dan memakan waktu yang cukup lama dalam proses degradasi.

B. Katalis ZnO / TiO₂

Katalis merupakan suatu zat yang dapat mempercepat reaksi, tetapi tidak ikut bereaksi, artinya diakhir reaksi masih ada katalis yang terbentuk tetapi dengan efisiensi yang lebih rendah dari yang awal.

Katalis semikonduktor merupakan katalis yang memiliki sifat konduktivitas listrik yang berada diantara konduktor dan isolator. Semikonduktor memiliki struktur pita yang sama dengan isolator, tetapi energi gap yang berbeda, sehingga semikonduktor memiliki sifat yang berbeda dari isolator.

Istilah lain dalam logam semikonduktor adalah *energi bandgap*. Energi bandgap sangat mempengaruhi dalam proses fotosonolisis. Energi bandgap adalah besaran energi yang diperlukan suatu elektron untuk tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi. Jika suatu semikonduktor memiliki celah pita cukup besar, maka elektron tidak mampu tereksitasi dari pita valensi menuju pita konduksi sendirinya. Namun ketika disinari oleh suatu foton atau proses fotolisis, maka elektron dapat tereksitasi ketingkat pita konduksi dan terbentuk lubang pada pita

valensi. Ada beberapa hal yang mempengaruhi reaksi fotokatalis dari suatu semikonduktor dilihat dari struktur pita yang dimilikinya:

1. Pita larangan

Pita larangan ini disebut juga sebagai energi gap, dimana pita ini terbentuk diantara pita valensi dan pita konduksi. Sedangkan energi gap yaitu energi yang dibutuhkan oleh suatu elektron untuk dapat berpindah dari pita valensi menuju pita konduksi.

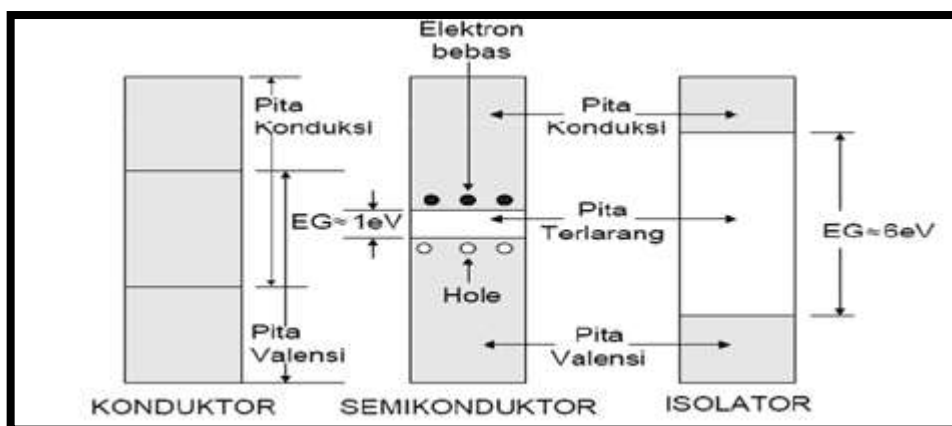
2. Pita konduksi

Tempat bergerak elektron yang terlepas dari atom, sehingga atom dapat bergerak bebas dan menghantarkan energi listrik.

3. Pita valensi

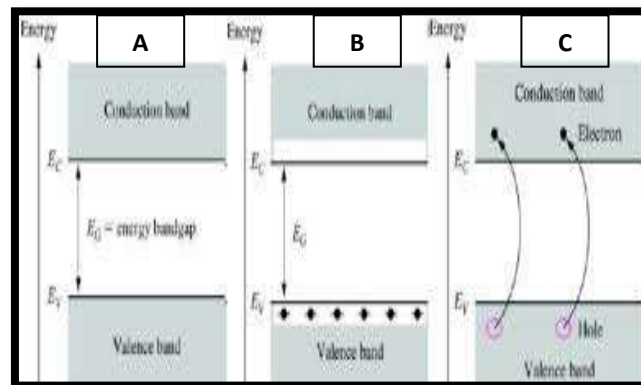
Terbentuknya pita valensi disebabkan oleh elektron yang lepas dari ikatan suatu atom karena menerima sebuah energi. (Thre Bond Techniqal , 2004)

Berdasarkan prinsip pita energi, terlihat bahwa semikonduktor memiliki pita valensi yang penuh, pita konduksi yang kosong sedangkan pita terlarang sangat kecil. Berikut struktur pita energi dari bahan konduktor, semikonduktor dan isolator:



Gambar 5. Skema pita energi dari bahan konduktor, semikonduktor dan isolator

Sedangkan proses suatu semikonduktor menghasilkan suatu energi celah pita:



Gambar 6 . Proses dihasilkannya energi celah pita dari suatu semikonduktor

Pada keadaan gambar A, terlihat bahwa masih kuatnya ikatan kovalen antar atom pada pita valensi, jika terjadi kenaikan suhu, maka ikatan kovalen akan terputus dan inilah yang akan menghasilkan elektron bebas, seperti yang terlihat pada gambar B dan setiap elektron ini memiliki energi sebesar E_v . Sedangkan pada proses C terlihat bahwa elektron dalam keadaan bebas tadi tereksitasi ke pita konduksi. Selisih antara tingkat energi dari pita valensi ke pita konduksi ini menandakan bahwa itulah energi minimal yang dibutuhkan untuk memutuskan ikatan kovalen pada bahan semikonduktor.

ZnO merupakan logam transisi yang sering digunakan sebagai katalis, karena memiliki sifat yang unik diantaranya adalah penyerapan radiasi yang baik dan fotostabilitas yang baik, dan juga memiliki harga yang lebih murah dan ramah lingkungan karena dapat didetoksifikasi air, sehingga asam peroxide yang dihasilkan ada diambang batas (Pimentel *et al*, 2016; Kołodziejczak *et al*, 2014).

ZnO merupakan senyawa anorganik yang umum digunakan sebagai katalis, karena memiliki efisiensi yang tinggi, serta tidak bersifat toksik. Selain

digunakan sebagai katalis ZnO dapat digunakan sebagai kapasitor, *Photoprintin*, lapisan pelindung, anti mikroba (Pimentel A *et al*, 2016; Hasnidawani J. N *et al*, 2016).

ZnO memiliki sifat yang menguntungkan seperti memiliki transparansi yang tinggi, dan energi celah pita yang lebar. Dengan memiliki nilai celah pita yang lebar, maka ZnO dapat menyerap sinar matahari, pada panjang gelombang sinar tampak. Ketika proses absorpsi sinar tampak, maka photon yang diserap digunakan sebagai energi yang dibutuhkan untuk perpindahan electron pita valensi ke pita konduksi, sehingga terbentuknya pasangan elektron dan hole positif (Susanto dan singgih, 2015).

ZnO merupakan senyawa anorganik golongan transisi, yang memiliki 3 struktur kristal yaitu hexagonal, cubic, dan cubic rocksalt . Dalam rujukan yang ada ZnO memiliki *bandgap* 3,37 eV pada temperatur ruang dan excitation binding energi yang besar yaitu 60 meV (Wong, 1999). Dalam bidang penelitian semikonduktor ini banyak digunakan karena memiliki banyak kelebihan, terutama dalam bidang katalitik. Senyawa ini memiliki bandgap yang tinggi karena unsur penyusunnya berada pada golongan II-VI (Wikipedia, 2011). Senyawa senyawa semikonduktor memiliki bandgap yang berbeda dan panjang gelombang berbeda. Berikut table 2 memperlihatkan beberapa logam semikonduktor dengan nilai bandgapnya:

Tabel 2. Daftar nilai bandgap dari beberapa senyawa semikonduktor

N O	Logam semikonduktor	Bandgap	Wavelength
1	BaTiO ₂	3.3	375

2	CdO	2,1	590
3	CdS	2,5	497
4	CdSe	1,7	730
5	Fe ₂ O ₃	2,2	565
6	GaAs	1,4	887
7	GaP	2,3	540
8	SnO ₂	3,9	318
9	TiO ₂	3,0	390
10	WO ₃	2,8	443
11	ZnO	3,2	390
12	ZnS	3,7	336

Karena memiliki nilai bandgap yang cukup tinggi inilah ZnO mampu menyerap energi matahari (foton) yang lebih banyak. Selain itu juga dapat dilihat nilai panjang gelombang cahaya matahari yang dapat diserap oleh semikonduktor untuk fotokatalisis limbah zat warna yang diinginkan. Panjang gelombang yang dibutuhkan hanya 390, artinya hanya dengan butuh sinar yang berenergi yang rendah maka semikonduktor ZnO mampu mengeksitasi elektron sehingga dihasilkan elektron dan hole. Jika semakin besar bandgap dari suatu senyawa semikonduktor, maka semakin sulit suatu elektron untuk dapat tereksitasi, sehingga berkurang efek fotokatalisis yang diberikan terhadap suatu limbah. Energi celah pita dari suatu konduktor dapat dilihat dari besarnya panjang gelombang yang dapat diserap untuk mengeksitasi elektron. Jika suatu semikonduktor memiliki energi pita yang cukup besar maka elektron sulit

terekstasi menuju pita konduksi , namun jika diberi foton dari luar, maka elektron akan terekstasi membentuk lubang pita valensi akibatnya terbentuk hole dan elektron (Gunlazuardi).

TiO₂ adalah semikonduktor yang baik dalam aktivitas katalitik. Oleh sebab itu TiO₂ umum digunakan sebagai semikonduktor yang reaksi fotokatalis. Selain itu dalam beberapa riset yang telah ada TiO₂ dalam menghasilkan hasil yang bagus maka digunakan gas nitrogen untuk meningkatkan aktivitas katalitik dan juga penyerapan pada panjang gelombang sinar tampak. TiO₂ telah banyak digunakan sebagai katalis karena memiliki banyak kelebihan dalam aktivitas katalitik. TiO₂ telah banyak digunakan sebagai katalis dengan berbagai pendoping yang dilakukan. Hasil yang didapatkan pada umumnya banyak menggunakan doping N₂ dalam meningkatkan aktivitas katalitik dari suatu TiO₂.

Secara umum TiO₂ dapat dibagi menjadi 3 struktur kristal yaitu anatase, rutile dan brookite. Semua jenis struktur kristal ini memiliki nilai kelebihan masing masingnya. Perbedaan itu dapat dilihat dari besarnya bandgap yang dihasilkan serta aktivitas katalitik yang berbeda.

Logam ZnO / TiO₂ merupakan logam semikonduktor. Semikonduktor merupakan suatu logam yang memiliki konduktivitas berada diantara konduktor dan isolator. Bahan semikonduktor sangat bagus digunakan untuk reaksi fotokatalitik. Proses fotokatalisis dapat terjadi apabila energi yang diberikan sesuai dengan energi celah pita dari logam semikonduktor tersebut. Ada dua istilah yang digunakan dalam semikonduktor yaitu pita valensi dan pita konduksi. Orbital molekul yang saling berikatan (bonding) membentuk suatu pita disebut

dengan pita valensi sedangkan pita konduksi merupakan pita yang terbentuk dari orbital molekul yang saling tidak berikatan (nonbonding).

ZnO dan TiO_2 telah banyak digunakan sebagai fotokatalis karena harga yang relatif murah, bersifat nontoxic, banyak tersedia, ramah lingkungan serta memiliki stabilitas termal yang baik. Selain itu TiO_2 yang banyak digunakan adalah dalam bentuk nanokomposit. Dan hasil yang dibandingkan dengan P-25 (80 anatase:20rutile). Hasil yang didapatkan dimana hasil ZnO/ TiO_2 nanokomposit menghasilkan hasil yang lebih bagus dibandingkan dengan katalis P-25. Pada pendopongan yang telah dilakukan ZnO/ TiO_2 , katalis ini bertujuan untuk mempercepat penghasilan radikal hidroksil pada permukaan katalis yang akan mendegradasi zat warna yang digunakan.

Pada percobaan sebelumnya telah dilakukan degradasi zat warna dengan menggunakan katalis ini, didapatkan hasil bahwa katalis ini mampu mendegradasi zat warna dengan sangat baik, karena meningkatnya luas permukaan dari katalis karna adanya pendopongan terhadap ZnO oleh TiO_2 (Hary sanjaya, 2018).

Pendopongan pada suatu senyawa semikonduktor bertujuan untuk meningkatkan aktivitas dari semikonduktor tersebut, sehingga bahan tersebut menjadi tipe n atau tipe p, tergantung dopan yang diberikan. Sastra Kusuma, 1992 menyatakan bahwa dopan dapat dikelompokkan menjadi:

- a. Donor, dimana dopan yang digunakan bervalensi +5, seperti As, P, Sb.
- b. Akseptor, dopan yang digunakan bervalensi +3 misalnya In, Ga, B

Pendopongan itu sendiri berarti menambah ketidakmurnian dari suatu senyawa dengan adanya zat pengotor untuk merubah suatu sifat atau karakteristik dari suatu bahan semikonduktor. Suatu semikonduktor yang telah mengalami proses

pendopingan untuk mendapatkan hasil yang lebih baik, maka semikonduktor tersebut dinamakan semikonduktor ekstrinsik. Suatu semikonduktor ekstrinsik ini dapat dibedakan mejadi semikonduktor tipe -n dan semikonduktor tipe -p.

Semikonduktor dari tipe -n merupakan semikonduktor yang telah didoping dengan dopan donor atau penegotor donor, dimana ia memiliki kebanyakan pembawa muatan elektron, sedangkan hole minoritas (Kittel, 2005). Sedangkan semikonduktor tipe P, merupakan semikonduktor yang telah didoping dengan dopan akseptor, dimana pembawa muatan yang mayoritas merupakan hole, sedangkan elektron sebagai minoritas.

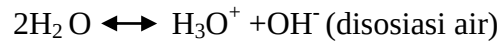
Untuk itu digunakan logam TiO_2 untuk menghasilkan semikonduktor tipe -n, sehingga dihasilkan banyak hole, yang dapat diisi oleh H_2O dalam menghasilkan radikal hidroksil. Selain itu pendopingan juga bertujuan untuk dapat menurunkan energi bandgap dari ZnO . Semakin rendah energi yang digunakan untuk tereksitasi, maka panjang gelombang yang diserap juga semakin kecil, artinya katalis ini dapat menyerap cahaya pada panjang gelombang sinar tampak (UV).

C. Metoda Fotosonolisis

Metoda ini merupakan bagian dari AOPs (*Advanced Oxidation Process*) atau disebut juga dengan metode oksidasi lanjut. Fotosonolisis berasal dari dua kata yaitu fotolisis dan sonolisis.

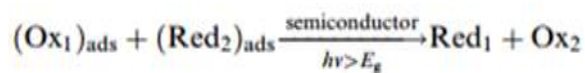
Fotolisis merupakan pemecahan suatu senyawa dengan bantuan energi matahari (foton). Pada proses photolysis terjadi reaksi antara foton dengan suatu

senyawa, sehingga terjadinya pemecahan senyawa, berikut mekanisme reaksi photolysis:



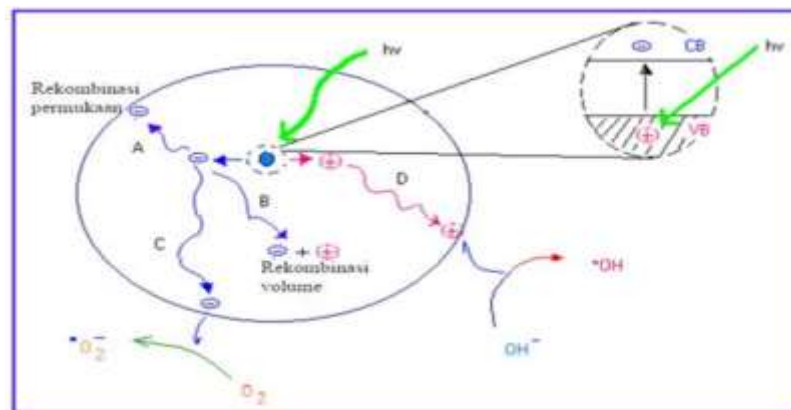
Fotolisis merupakan metoda lanjutan dari fotokatalis. Fotokatalis merupakan suatu reaksi fotokimia yang menggabungkan antara foton dan katalis, dalam mempercepat suatu reaksi fotokimia. Reaksi fotokatalis juga merupakan bagian dari AOPs (Yahdiana, 2011).

Secara umum reaksi photokatalis yaitu:



Secara umum reaksi fotokatalitik, dapat dibagi menjadi 2 yaitu: fotokatalitik homogen dan fotokatalitik heterogen. Fotokatalitik homogen merupakan reaksi fotokatalitik dengan bantuan oksidator seperti ozon dan bantuan peroksida. Sedangkan reaksi fotokatalitik heterogen merupakan reaksi fotokatalitik yang dibantu dengan suatu semikonduktor seperti ZnO, Fe₂O₃, CdS (Yahdiana, 2011).

Fotokatalis heterogen dapat menyerap cahaya matahari dengan bantuan suatu semikonduktor, dengan jumlah energi yang tepat. Berikut mekanisme penyerapan dari suatu reaksi fotokatalis:



Gambar 7 . Mekanisme penyerapan foton oleh katalis

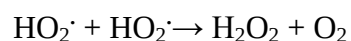
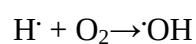
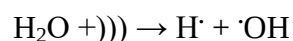
Pada gambar menunjukkan bagaimana proses eksitasi terjadi, dimana suatu elektron mengalami eksitasi dari pita valensi menuju pita konduksi dengan bantuan energi yang diserap dari cahaya matahari, yang sesuai dengan nilai bandgap ataupun lebih besar. Penyerapan photon oleh material semikonduktor, maka akan terbentuk 2 pasang elektron dan hole. Pasangan elektron akan bereaksi dengan O_2 dan membentuk anion (O_2^-) . Sedangkan hole akan mengoksidasi OH^- menjadi OH radikal dan memiliki energi yang besar. Energi yang besar ini dapat digunakan untuk akan mengubah senyawa nonbiodegradable menjadi senyawa yang lebih sederhana.

Elektron yang telah tereksitasi pada pita konduksi, akan ditangkap oleh senyawa akseptor elektron, sedangkan hole pada pita valensi akan diisi oleh donor electron. Hasil dari reaksi pada hole akan menghasilkan OH radikal yang dapat mendegradasi zat warna. Produk sampingan dari reaksi berupa mineral (CO_2) dihasilkan dari reaksi OH radikal dengan R radikal $+$. Sedangkan H_2 dihasilkan dari reaksi antara electron pada pita konduksi dengan H^+ yang berasal dari pemecahan air pada proses fotolisis (BhernamaG. B, 2015).

Setelah fotolisis kita menggunakan metode sonolisis. Sonolisis merupakan metoda yang digunakan untuk mendegradasi senyawa didalam air dengan adanya efek kavitasi. Senyawa yang sulit terdegradasi didalam air akan dengan mudah didegradasi dengan adanya gelombang ultrasonik yang menghasilkan efek kavitasi, sehingga diakhir dapat menghasilkan OH radikal. Dan OH radikal inilah yang dapat mendegradasi zat warna (N.L.Stock *et al*, 2000).

Efek kavitasi muncul karena, adanya energi mekanik yang dihasilkan dari gelombang ultrasonik yang tidak dapat diserap oleh molekul. Proses kavitasi ultrasonik dilakukan dengan beberapa tahapan. Yang pertama yaitu nukleasi atau pembentukan gelembung, tahap ini pembentukan gelembung terjadi karena adanya gelembung mikro yang terperangkap dalam celah mikro partikel yang tersuspensi air. Kemudian dengan adanya gelombang ultrasonik yang semakin banyak, maka akan mengakibatkan gelembung mikro tadi membesar. Dan tahap terakhir ketika gelembung partikel yang membesar tadi menerima gelombang ultrasonik yang melebihi ambang batas (20kHz untuk liquid) maka gelembung partikel tadi akan terus membesar, hingga ia tidak mampu menyerap energi lagi, dan akhirnya pecah. Tahap terakhir ini dinamakan *catastrophic collapse* (Mahvi A.H, 2009). Pemecahan pada tahap sonikasi inilah yang akan menghasilkan radikal bebas yang dapat mendegradasi zat warna.

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





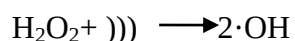
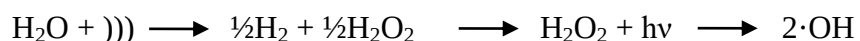
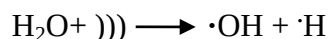
))) Menunjukkan sonication

(Joseph C.G, 2015)

Metoda AOPs merupakan metoda yang menghasilkan hidroskil yaitu spesies yang memiliki kereaktifan yang tinggi, dan kereaktifan ini dapat mendegradasi polusi dan zat warna. Pengembangan dari metode ini adalah metoda fotosonolisis. Metode ini telah terbukti efektif dalam pengurai polusi air yang disebabkan oleh dyes dan juga pestisida (Safni. 2019).

Metoda fotosonolisis ini menggabungkan antara katalis semikonduktor dengan sumber foton yang berasal dari cahaya. Elektron dari katalis yang dihasilkan akan mengalami perubahan pita valensi menjadi pita konduksi dan dikarenakan adanya bandgap. Selain itu proses ini akan menghasilkan lubang dan hidroksil kuat yang bertindak sebagai oxidant bagi senyawa target (Safni. 2019).

Persamaan reaksi untuk proses fotosonolisis adalah (Joseph C.G, 2015) :



dimana,))) menunjukkan proses sonikasi.

D. XRD (X-Ray Diffraction)

Sinar X adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang 0,5 – 2,0 Å. Sinar-X dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron energi tinggi. Elektron itu mengalami perlambatan saat masuk ke dalam logam dan menyebabkan elektron pada kulit atom logam tersebut terpental membentuk

kekosongan. Elektron dengan energi yang lebih tinggi masuk ke tempat kosong dengan memancarkan kelebihan energinya sebagai foton sinar-X .

Difraksi sinar-X merupakan suatu teknik yang digunakan untuk mengidentifikasi adanya fasa kristalin di dalam material-material benda dan serbuk, serta untuk menganalisis sifat-sifat struktur (seperti tegangan, ukuran butir, fasa komposisi orientasi kristal, dan cacat Kristal) dari tiap fasa. Metode ini menggunakan sebuah sinar-X yang terdifraksi seperti sinar yang direfleksikan dari setiap bidang, dibentuk berturut-turut oleh atom-atom kristal dari material tersebut (Zakaria,2003).

Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik, akan menunjukkan gejala difraksi bila sinar tersebut jatuh pada jarak antar atomnya kira-kira sama dengan panjang gelombang sinar tersebut. Bila berkas elektron menjeratui suatu kristal, maka sinar-X yang terbentuk akan dihamburkan. Panjang gelombang hamburan ini keluar dari seluruh atom dalam sampel dan interferensi dari radiasi hamburan yang berasal dari atom-atom yang berbeda menyebabkan intensitas berbeda (Sibilia,1996).

Ketika pancaran elektron berenergi tinggi mengenai suatu target material, maka akan terjadi interaksi dengan elektron-elektron dari target. Pancaran tersebut berhubungan dengan energi maksimum dari elektron untuk menembus atom target. Elektron pada kulit dalam atom material tersebut akan terjerat dan kekosongan akan diisi oleh elektron berenergi lebih tinggi sambil memancarkan kelebihan energinya sebagai foton sinar-X. Energi yang hilang akan dikonversikan ke dalam radiasi sinar-X disebut dengan *Bremsstrahlung*.

XRD merupakan suatu metoda untuk melihat bentuk kristal zat padat. XRD dapat menentukan struktur kristal dengan mengukur selisih antar bidang dalam kristalnya.

Dasarnya hukum *Bragg* dengan persamaan :

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

Dimana :

n = orde difraksi (bilangan bulat)

λ = panjang gelombang sinar yang sefasa

d = jarak antar bidang *Bragg* yang dipilih sebagai bidang hambur

θ = sudut datang terhadap bidang *Bragg*

Persamaan ini memberikan hubungan jarak antara bidang dalam kristal dan sudut yang radiasi refleksinya menunjukkan intensitas maksimum untuk panjang gelombang tertentu. Sistem, bentuk serta sel satuan dari kristal yang menentukan arah difraksi atau sudut teta dalam kristal. Difraksi sinar-X dapat digunakan untuk membedakan antara material yang bersifat kristal dengan amorf, menentukan struktur kristal, mengidentifikasi fasa kristal.

Beberapa kegunaan dari difraksi sinar-X adalah (Mark T, 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.

E. UV- DRS

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

Energi celah pita pada suatu senyawa dapat dicari menggunakan spektrofotometri UV-Vis *diffuse reflectance* yang didasarkan pada pengukuran intensitas UV-Vis yang direfleksikan oleh sampel. Karakterisasi UV-DRS digunakan untuk menentukan nilai celah energi (*bandgap*). 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.

Persamaan reflektansi yang telah terukur adalah sebagai berikut:

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

Nilai ini dapat digunakan untuk mengetahui persamaan Kubelka-Munk:

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

Hubungan absorbansi (A) dengan reflektansi dinyatakan dalam persamaan sebagai berikut:

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

Metode Kubelka-Munk dapat digunakan untuk mencari energi celah pita (E_g), dimana:

$$E_g = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$$

Energi celah pita diperoleh dari grafik hubungan antara $h\nu$ (eV) vs $(F(R')h\nu)^{1/2}$. E_g adalah energi celah pita (eV), h adalah konstanta planck ($6,626 \times 10^{-34}$ Js), c adalah kecepatan cahaya (3×10^8 m/s) dan λ adalah panjang gelombang (nm). Energi celah pita semikonduktor adalah besarnya $h\nu$ pada saat $(F(R' \rightarrow \infty)h\nu)^{1/2} = 0$, yang diperoleh dari persamaan regresi linier kurva tersebut. (Fiolida, 2016).

F. Spektrofotometer UV-Vis

Analisis dengan Spektrofotometri UV-Vis didasarkan pada interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan molekul atau zat yang dianalisis. Spektrofotometri UV-Vis adalah suatu teknik analisis spektroskopi yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm) dengan memakai instrument Spektrofotometer UV-Vis.

Spektrofotometer terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi. Spektrofotometer tersusun atas sumber spektrum yang kontinyu, monokromator, sel pengabsorpsi untuk larutan sampel atau blanko dan suatu alat untuk mengukur perbedaan absorpsi antara sampel dan blanko ataupun pembanding (Khopkar, 1990).

Pengukuran dengan Spektrofotometri UV-Vis melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometri UV-Vis lebih banyak digunakan untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif. Metoda ini sangat sensitif dan dengan demikian sangat

cocok untuk tujuan analisis. Spektrofotometri UV-Vis sangat kuantitatif dan jumlah sinar yang diserap oleh sampel dikemukakan dalam hukum *Lambert-Beer*.

Hukum *Lambert* menyatakan bahwa proporsi berkas cahaya yang diserap oleh suatu bahan/medium tidak bergantung pada intensitas berkas cahaya yang datang. Hukum ini hanya berlaku jika tidak terjadi reaksi kimia ataupun proses fisis yang dapat dipengaruhi oleh berkas cahaya datang tersebut.

$$A = \epsilon b c$$

Keterangan:

A = Absorbansi

ϵ = Absorptivitas molar (dalam $\text{L mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$)

c = Konsentrasi molar (mol L^{-1})

b = Panjang / ketebalan dari bahan / medium yang dilintasi oleh cahaya (cm) (Day dan Underwood, 2002)

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Waktu radiasi optimum dalam mendegradasi zat warna Naphthol Blue Black 10 ppm 80 ml pada pH 3 dengan katalis ZnO 0,1 gram menggunakan metoda fotosonolisis adalah 15 menit dengan persen degradasi 97,5%.
2. Konsentrasi % katalis ZnO-TiO₂ optimum dalam mendegradasi zat warna Naphthol Blue Black 10 ppm, 80 ml saat waktu optimum dengan katalis ZnO/TiO₂ adalah 20% dengan persen degradasi 92,5%.
3. Karakterisasi menggunakan XRD didapatkan bahwa range cristallite size dari ZnO, TiO₂ dan ZnO-TiO₂ 20% (18-30nm, 17-31 nm, 17-31nm. Nilai bandgap dari katalis menggunakan instrument UV-DRS sebesar 3,2 eV (ZnO), 3,0 eV (TiO₂) dan 3,1 (ZnO/TiO₂ 20%). Untuk hasil analisis SEM menunjukan bahwa bentuk Kristal dari katalis optimum berukuran lebih kecil dan berbentuk hexagonal.

B. Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka penulis memberi saran antara lain:

1. Mempelajari degradasi zat warna Naphthol Blue Black dengan metoda fotostonolisis menggunakan katalis yang berbeda
2. Mempelajari pengaruh jumlah katalis dan konsentrasi larutan dalam proses degradasi
3. Perlu dipelajari lagi karakteristik katalis dalam medegradasi zat warna

KEPUSTAKAAN

- Amelia Fitrah. 2016. *Degradasi Zat Warna Rhodamin B Secara Sonolisis Menggunakan Katalis ZnO-H₂O₂*. Jurnal Dimensi Vol 1 No. 1
- Amanati wilda, Susanto Heru. 2015. *Analisis Sifat Optis Lapisan Tipis ZnO, TiO₂, TiO₂:ZnO, dengan dan Tanpa Lapisan Penyangga yang Dideposisikan Menggunakan Metode Sol-Gel Spray Coating*. Universitas Negeri Semarang.
- Bhernama, Bhayu Gita. 2015. *Degradasi Zat Warna Metanil Yellow Secara Fotolisis Dan Penyinaran Matahari Dengan Penambahan Katalis TiO₂-anatase dan SnO₂*. Elkawnie: Journal of Islamic Science and Technology Vol. 1, No.1.
- Cristina, M.S Munisatyn sataji. 2007. *Studi pendahuluan Mengenai Degradasi Zat Warna Azo dalam Pelarut Air menggunakan mesin berkas Elektron 350 eV/10mA*. JFN, vol 1 no.1 mei 2007.
- Day, R. dan Underwood, A. L. 2002. *Analisa Kuantitatif Kimia (Terjemahan Sopyan, I.)*. Jakarta: Penerbit Erlangga
- Endang, w laksono. 2009. *Complex Surface Formation Model On Chitosan Adsorption to Metals*, Proceeding International Conference of Mathematica and natural Sciens Bandung, November 2006
- Ferkous, H. Merovani, S. Handoki. 2015. *Comprehensive Exsperimental and Numerical Investigation of The Effect and Frequency and Acoustic Intensity on The Sonolitic Degradation of Naphthol Blue Black in water*. Ultrasonic Chemistry, 26 (2015)
- Ferkous, H. 2015. *Sonochemical Degradation of Naphthol Blue Black in water. Effect of Operating Parameter*. Ultrasonic Sonochemistry.
- Fiolida, I. A. S. 2016. *Preparasi Dan Karakterisasi Komposit CuO-Zeolit Alam Untuk Fotodegradasi Zat Warna Rhodamin B Dengan Sinar Ultraviolet*. Skripsi. Universitas Negeri Yogyakarta, Yogyakarta
- Fitrihana, Noor. (2010). *Teknologi Tekstile Dan Fashion*. Yogyakarta: UNY Press
- Gun Lazuardi. *Diklat Perkuliahan Semikonduktor Fotokatalitik untuk Mahasiswa S2 Departemen Kimia*. FMIPA -UI.