

**SINTESIS NANOPARTIKEL ZnO DIDOPING Ni^{2+} MENGGUNAKAN
ALBUMIN MELALUI METODA SOL-GEL- SONOKIMIA DAN
APLIKASINYA UNTUK DEGRADASI METHYL ORANGE**

SKRIPSI

*Diajukan kepada Tim Penguji Jurusan Kimia sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)*



Oleh:

**RINDI ANTIKA
NIM. 14036015/2014**

**PROGRAM STUDI KIMIA
JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2018**

PERSETUJUAN SKRIPSI

Sintesis Nanopartikel ZnO didoping Ni^{2+} Menggunakan Albumin Melalui
Metoda Sol-gel- Sonokimia dan Aplikasinya untuk Degradasi *Methyl Orange*

Nama : Rindi Antika
Nim : 14036015
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Juli 2018

Pembimbing I

Pembimbing II

Sherly Kasuma W N, S.Si., M.Si

NIP. 19840914 200812 2 004

Harv Sanjava M.Si

NIP.198304282009121007

HALAMAN PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

Dinyatakan lulus setelah dipertahankan didepan Tim Penguji Skripsi
Program Studi Kimia
Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Judul : Sintesis Nanopartikel ZnO didoping Ni^{2+} Menggunakan *Albumin*
Melalui Metoda Sol-gel- sonokimia dan Aplikasinya untuk
Degradasi *Methyl Orange*
Nama : Rindi Antika
NIM : 14036015
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

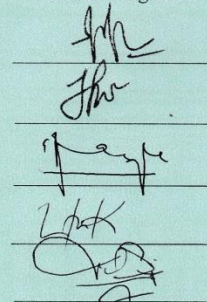
Padang, Juli 2018

Tim Penguji

Nama

Tanda Tangan

1. Ketua : Sherly Kasuma Warda Ningsih S.Si, M.Si
2. Sekretaris : Hary Sanjaya. M.Si
3. Anggota : Edi Nasra. M.Si
4. Anggota : Umar Kalmar M,Si, Ph.D
5. Anggota : Miftahul Khair M.Si, Ph.D



SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

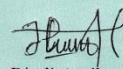
Nama : Rindi Antika
TM/NIM : 14036015/2014
Tempat/Tanggal Lahir : Alahan Panjang/ 29 Desember 1995
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : MIPA
Alamat : Alahan Panjang
No.HP/Telepon : 082288165687
Judul Skripsi : Sintesis Nanopartikel ZnO didoping Ni^{2+}
Menggunakan *Albumin* Melalui Metoda Sol-gel-
sonokimia dan Aplikasinya untuk Degradasi *Methyl*
Orange

Dengan ini saya menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademi (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 ditandatangan **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, Juli 2018
Yang membuat pernyataan,



Rindi Antika
NIM : 14036015

ABSTRAK

Rindi Antika . 2018 :“Sintesis Nanopartikel ZnO Didoping Ni^{2+} Menggunakan Albumin Melalui Metoda Sol-Gel-Sonokimia dan Aplikasinya untuk Degradasi Methyl Orange”.

Nanopartikel ZnO didoping Ni^{2+} telah berhasil disintesis oleh $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ sebagai prekursor. $\text{Ni SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ sebagai sumber dopan dengan pelarut yang digunakan aquades, dan zat aditif yang digunakan albumin. Pemanasan pada suhu 110°C selama 3 jam, kalsinasi 600°C selama 3 jam dilakukan untuk mempelajari pengaruh terhadap sintesis nanopartikel ZnO didoping Ni^{2+} . Pengujian sampel dengan FTIR, UV-DRS, XRD dan SEM. Analisis FTIR menunjukkan bahwa puncak absorpsi ZnO $400\text{-}450\text{ cm}^{-1}$. Pengukuran UV-DRS menunjukkan bahwa dengan melakukan pendopingan terhadap ZnO maka nilai energi *band gap* akan menurun dan diperoleh berkisar 2,81 eV. Analisa XRD selanjutnya dilihat dari puncak yang dihasilkan 2θ , dimana diperoleh ukuran partikel dengan penambahan albumin berturut-turut 10, 20, 30, 40 dan 50 mL yaitu 12,33-63,11, 12,13-98,33, 15,62-73,75, 13,59-98,34, dan 15,89-73,76 nm dengan struktur kristal yang dihasilkan adalah struktur *wurtzite*. Kemudian dilakukan pengukuran yang dikarakterisasi dengan SEM bertujuan untuk menentukan bentuk morfologi permukaan dari sampel. Bentuk morfologi memperlihatkan bentuk *rods like* (batang), sehingga nanopartikel yang diperoleh ini dapat diaplikasikan pada fotokatalis sebagai katalis dalam degradasi zat warna dengan persentase yang diperoleh pada masing-masing yaitu; 69,30%, 83,64%, 85,78%, 86,42%, 94,49%, 83,67%, 75,07%, dengan lamanya waktu penyinaran dibawah sinar UV yaitu 15 menit, 60 menit, 90 menit, 120 menit, 150 menit, 180 menit, dan 210 menit.

Kata Kunci : ZnO didoping Ni^{2+} , albumin, metoda sol-gel-sonokimia, *wurtzite*, *rods like*, fotosonolisis

KATA PENGANTAR

Dengan mengucapkan syukur kehadiran Allah SWT yang telah memberikan ketabahan dan petunjuk kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi yang berjudul “**Sintesis Nanopartikel ZnO didoping Ni²⁺ Menggunakan Albumin Melalui Metoda Sol-Gel Sonokimia dan Aplikasinya untuk Degradasi Methyl Orange**”. Shalawat dan salam untuk nabi junjungan 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 dan Pembimbing Akademik
2. Bapak Hary Sanjaya, M.Si selaku Pembimbing II dan Ketua Prodi Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang
3. Bapak Edi Nasra, S.Si., M.Si, Bapak Miftahul Khair, Ph.D, Bapak Umar Kalmar Nizar, S.Si, M.Si., Ph.D selaku Dosen Pembahas
4. Bapak Dr. Mawardi, M.Si., selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
5. Bapak/Ibu Staf Pengajar Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.

6. Bapak/Ibu PLP Laboratorium Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang
7. Kedua Orang Tua penulis tercinta yang telah memberikan semangat serta dorongan kepada penulis dalam penulisan skripsi.
8. Teman-teman kimia tahun 2014 yang telah memberikan masukan dan dorongan kepada penulis dalam penulisan skripsi.
9. Pembimbing dan rekan kerja *yu2 modeste* yang telah memberikan semangat dan masukan kepada penulis dalam penulisan skripsi.

Untuk kesempurnaan proposal 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 terimakasih.

Padang, Juli 2018

Penuli

DAFTAR ISI

ABSTRAK.....	i
KATA PENGANTAR.....	ii
DAFTAR ISI.....	iv
DAFTAR GAMBAR	vi
DAFTAR LAMPIRAN.....	viii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Identifikasi Masalah.....	5
1.3 Batasan Masalah.....	5
1.4 Rumusan Masalah.....	6
1.5 Tujuan Penelitian.....	6
1.6 Manfaat Penelitian.....	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	8
2.1 Penelitian Relevan.....	8
2.2 Zink Oksida(ZnO).....	11
2.3 Zink Sulfat.....	12
2.4 Nikel Sulfat.....	12
2.5 Aquades.....	13
2.6 Putih Telur.....	13
2.7 Proses Sol Gel.....	15
2.8 Proses Sonokimia.....	18
2.9 <i>Fourier Transform Infrared (FTIR)</i>	19
2.10 <i>Spektrofotometer UV-Diffuse Reflectance (UV-DRS)</i>	20
2.11 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	21
2.12 <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	22
2.13 <i>Methyl Orange</i>	24
2.14 Fotosonolisis.....	25
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	28
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian.....	27
3.2 Variabel Penelitian.....	27
3.3 Alat dan Bahan.....	27
3.4 Cara Kerja.....	28
3.4.1 Sintesis Nanopartikel ZnO dengan Varian Volume <i>Albumin</i>	28
3.4.2 Karakterisasi Nanopartikel ZnO didoping Ni^{2+}	28

3.4.3 Karakterisasi Sampel Menggunakan <i>Fourier Transform InfraRed</i> (FTIR).....	29
3.4.4 Karakterisasi Sampel Menggunakan <i>Ultra Violet Diffuse Reflectance spektra</i> (UV-DRS).....	29
3.4.5 Karakterisasi Sampel Menggunakan <i>Difraksi Sinar-X</i> (XRD).....	30
3.4.6 Karakterisasi Sampel Menggunakan SEM.....	31
3.4.7 Aplikasi ZnO didoping Ni ²⁺ untuk Mendegradasi <i>Methyl Orange</i>	32
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	35
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	51
DAFTAR PUSTAKA.....	53

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1.Struktur kristal ZnO.....	11
2.Aquades.....	1
3.Putih telur.....	15
4.Skema Sol Gel.....	16
5.Gambar <i>methyl orange</i>	25
6.Grafik Spektra FTIR.....	39
7. <i>Band gap</i> Nanopartikel ZnO didoping Ni ²⁺	40
8.Difraktogram XRD Nanopartikel ZnO didoping Ni ²⁺	42
9.Morfologi Nanopartikel ZnO didoping Ni ²⁺ Menggunakan SEM.....	47
10. Grafik Degradasi <i>Methyl Orange</i>	49

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Sifat Fisika Kimia Zink Oksida.....	12
2. Hasil Pengamatan sol ZnO didoping Ni^{2+}	35
3. Hasil Pengamatan Pengeringan Sol ZnO didoping Ni^{2+}	37
4. Hasil Pengamatan Kalsinasi ZnO didoping Ni^{2+}	38
5. Hasil Visual Bandgap ZnO didoping Ni^{2+}	41
6. Analisis XRD Sampel ZnO didoping Ni^{2+} dengan Penambahan 10 mL <i>albumin</i>	43
7. Analisis XRD Sampel ZnO didoping Ni^{2+} dengan Penambahan 20 mL <i>albumin</i>	44
8. Analisis XRD Sampel ZnO didoping Ni^{2+} dengan Penambahan 30 mL <i>albumin</i>	44
9. Analisis XRD Sampel ZnO didoping Ni^{2+} dengan Penambahan 40 mL <i>albumin</i>	45
10. Analisis XRD Sampel ZnO didoping Ni^{2+} dengan Penambahan 50 mL <i>albumin</i>	46
11. <i>Methyl orange</i>	48

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1.Sintesis Nanopartikel ZnO didoping Ni ²⁺	57
2.Degradasi Methyl Orange	58
3.Perhitungan nanopartikel ZnO didoping Ni ²⁺	59
4. Pembuatan Larutan Model Limbah <i>Methyl Orange</i>	60
5. Perhitungan Persen Degradasi <i>Methyl Orange</i>	61
6. Hasil Pengukuran Spektra FTIR.....	63
7. Hasil pengukuran reflektan dari nanopartikel ZnO didoping Ni ²⁺	66
8. Difraktogram XRD Nanopartikel ZnO didoping Ni ²⁺	70
9. Perhitungan Penentuan Ukuran Kristal ZnO didoping Ni ²⁺	74
10. ICSD-ICDD Nanopartikel ZnO didoping Ni ²⁺ Menggunakan <i>Albumin</i>	83

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pada saat ini, teknologi yang sedang berkembang adalah teknologi berbasis nano atau sering disebut nanoteknologi. Nanoteknologi adalah ilmu dan rekayasa dalam pembuatan material, struktur fungsional, maupun piranti dalam skala nanometer. Sintesis nanopartikel bermakna pembuatan partikel dengan ukuran yang 100 nm dan sekaligus mengubah sifat atau fungsinya. Material berukuran nanometer dapat memiliki sejumlah sifat kimia dan fisika tertentu yang bisa lebih unggul dari material berukuran besar (*bulk*) (Abdullah, 2008).

Nanopartikel banyak diaplikasikan dalam berbagai bidang yaitu, katalisis, pigmen, sensor kimia, perawatan medis (Khorsand, Ali., 2017). Salah satu material yang disintesis sebagai nanopartikel adalah material semikonduktor. Material semikonduktor berskala nano akhir – akhir ini banyak menarik perhatian karena sifat elektronik, optik dan mekaniknya yang unik sehingga menjadikan material ini memiliki potensi yang besar dalam aplikasi divais nano. Banyak percobaan telah dilakukan untuk mensintesis material semikonduktor berskala nano salah satunya adalah zink Oksida (ZnO) (Abdullah, 2006). ZnO merupakan senyawa semikonduktor golongan II-VI (Rana, et al., 2010).

Zink oksida juga memiliki nilai band gap 3,37 eV dan memiliki energi eksitasi yang sangat besar yaitu 60 MeV pada suhu kamar (Kumar, et al., 2012). ZnO banyak diterapkan konsepnya dalam berbagai macam bentuk struktur nano yaitu seperti: partikel, prisma, kawat, batang, elips, tabung dan serat

(Panda.N.R, et al., 2014). Zink oksida ini memiliki struktur kristal *hexagonal wurtzite* (Ganesh, et al., 2012). Ada beberapa metoda sintesis ZnO didoping Ni^{2+} yaitu, metoda microwave, sol gel, presipitasi kimia dan sol gel sonolisis atau sonokimia (Mohseni,et al., 2011).

Disamping itu, material ZnO dapat dengan mudah didoping dengan unsur lain, salah satunya Nikel Oksida (NiO) sehingga akan didapatkan material baru yang memiliki sifat berbeda. Doping merupakan salah satu metoda yang efektif berfungsi untuk mempengaruhi celah pita ZnO, mengubah struktur kristal ZnO dan sifat fisik ZnO (Senol.S.D, et al., 2016).Logam-logam yang bisa mendoping ZnO adalah, carbon (Sun.X.W,et al., 2007) litium, nikel dan indium.

NiO merupakan salah satu oksida dengan lebar pita energy 3,6-4,0 eV dan tepi penyerapan dekat dengan UV Visibel. Hal ini menunjukkan bahwa NiO memiliki sifat fungsional yang menjanjikan untuk digunakan diberbagai aplikasi seperti optoelektronika,elektroda positif dalam baterai,katalis diperangkat sensor gas (Monika Pakabu, at al, 2016). Penelitian ini yang lebih menarik adalah penambahan zat aditif (*albumin*) yang mana penambahan *albumin* disini kami variasikan volumenya yaitu, 10 mL,20 mL,30 mL, 40 mL, 50 mL. *Albumin* memiliki ph basa yaitu ph 9 sehingga albumin bisa menggantikan posisi MEA dan DEA. Metoda yang digunakan adalah sol gel sonolisis karena metode ini sangat efektif dan merupakan teknik yang baik dan menarik untuk memperoleh hasil seperti bubuk (powder) yang menggunakan fasilitas lebih sederhana dan biaya murah (Meziane.K, et al., 2016).

Proses dari metoda ini sangat menarik karena pengendalian komposisi dari fasilitas yang sederhana (Shinobu et al., 2001). Pada tahun 2012 Ismail, et al melakukan penelitian didapatkan hasil dengan analisis XRD yaitu puncak yang berbeda. Pada tahun 2013 Prakash, et al melakukan penelitian dengan hasil yang diperoleh dari analisa XRD yaitu terdapat struktur heksagonal pada ZnO, dan struktur ortorombik pada Zn(OH)_2 . Menurut persamaan Scherrer, ukuran partikel rata-rata nanopartikel ZnO adalah sekitar 29 nm. Dapat diperoleh nilai indeks masing-masing yaitu, (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), dan (201). Analisis XRD menunjukkan bahwa fase ZnO murni diperoleh dengan adanya albumen. Selain itu, ukuran partikel rata-rata fase ZnO adalah lebih rendah.

Pada tahun 2011 Thangaraj et al melakukan penelitian dengan hasil dari analisis XRD yaitu dari sampel-B menunjukkan pembentukan nanocrystals ZnO dengan struktur *fase wurzite heksagonal*. Proses Contoh-C telah mengubah seng oksida menuju struktur yang lebih tinggi kristalinitas nya. Berikut indeks miller (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), (004), (202) yang diamati. Ukuran kristal rata-rata nanopartikel seng oksida dihitung menggunakan rumus Debye Scherrer dan ditemukan di kisaran 13-28 nm.

Analisis menggunakan TEM diperoleh struktur tunggal kristal yaitu sferik. Ukuran partikel yang diamati adalah di kisaran 15-27 nm. Dalam penelitian ini menggunakan prekursor yang mana prekursor itu adalah bahan dasar. Bahan dasar tersebut bisa dalam fasa padat, cair dan gas (Ningsih, S.W.K.2016). Dalam penelitian ini prekursor yang digunakan yaitu zink sulfat. Selain prekursor

penelitian ini juga menggunakan pelarut. Pelarut tersebut adalah suatu zat yang dapat melarutkan suatu senyawa atau zat lain menggunakan fasa cair yaitunya aquades.

Pada penelitian ini digunakan zat warna *methyl orange* untuk mendegradasi nanopartikel. Zat warna tekstil merupakan salah satu pencemar yang bersifat non- biodegradable, umumnya dibuat dari senyawa azo dan turunannya yang merupakan gugus benzena. Senyawa azo digunakan sebagai bahan celup, yang dinamakan azo dyes. Salah satu zat warna azo yang banyak digunakan dalam proses pencelupan adalah methyl orange. Senyawa azo bila terlalu lama berada di lingkungan, akan menjadi sumber penyakit karena sifatnya karsinogenik dan mutagenik. Oleh karena itu perlu dicari alternatif efektif untuk menguraikan limbah tersebut (Christina dkk., 2007). Berdasarkan uraian diatas maka dilakukan penelitian dengan judul "Sintesis Nanopartikel ZnO didoping Ni^{2+} Menggunakan *Albumin* Melalui Metoda Sol-Gel Sonokimia dan Aplikasinya untuk Degradasi *Methyl Orange*"

1.2 Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang dapat diidentifikasi bahwa ZnO memiliki kelemahan yaitu ukuran partikel yang besar dan luas permukaan yang kecil serta *bandgap* yang lebar sehingga dilakukan modifikasi terhadap ZnO dengan cara menyisipkan logam lain (doping) yaitu Ni^{2+} agar dapat diaplikasikan untuk mendegradasi zat warna *methyl orange*.

1.3 Batasan Masalah

Berdasarkan identifikasi masalah diatas dapat dibatasi masalah dalam penelitian ini yaitu sebagai berikut:

1. Sintesis nanopartikel ZnO didoping Ni^{2+} menggunakan prekursor zink sulfat $(\text{ZnSO}_4) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, dopan nikel sulfat $(\text{Ni SO}_4) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, pelarut aquades dengan metoda sol gel sonokimia.
2. Penambahan dopan nikel dalam sintesis nanopartikel ZnO didoping Ni^{2+} dengan konsentrasi 5% dengan variasi volume *albumin* 10 mL, 20 mL, dan 30 mL, 40 mL, 50 mL.
3. Distirer selama 3 jam, suhu oven 110°C selama 3 jam, suhu *furnace* 600°C selama 3 jam
4. Karakterisasi nanopartikel ZnO didoping Ni^{2+} dilakukan dengan menggunakan FTIR, UV-DRS, XRD, SEM.
5. Zat warna yang didegradasi adalah *methyl orange*

1.4 Rumusan Masalah

Berdasarkan batasan masalah diatas peneliti dapat merumuskan beberapa masalah yaitu:

1. Bagaimana gugus fungsi ZnO didoping Ni^{2+} yang dikarakterisasi dengan FTIR.
2. Bagaimana nilai *bandgap* yang didapat dari nanopartikel ZnO didoping Ni^{2+} menggunakan UV-DRS
3. Bagaimana kristalinitas ZnO didoping Ni^{2+} menggunakan XRD

4. Bagaimana morfologi dari senyawa ZnO didoping Ni^{2+} yang dikarakterisasi dengan SEM .
5. Bagaimana pengaruh penambahan putih telur itik terhadap struktur kristal dari ZnO didoping Ni^{2+} sehingga dapat diaplikasikan untuk pendegradasi zat warna *methyl orange*?

1.5 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah dapat ditentukan tujuan dari penelitian ini yaitu:

1. Mengetahui pengaruh penambahan 10, 20, 30, 40 dan 50 mL albumin terhadap struktur dan ukuran nanopartikel ZnO didoping Ni^{2+} menggunakan FTIR, XRD dan UV-DRS.
2. Mengetahui morfologi nanopartikel ZnO didoping Ni^{2+} menggunakan SEM.
3. Mengetahui bagaimana nanopartikel ZnO didoping Ni^{2+} dapat mendegradasi zat warna *methyl orange* dengan penyinaran lampu UV selama 15, 60, 90, 120, 150, 180 dan 240 menit

1.6 Manfaat Penelitian

Berdasarkan tujuan penelitian diatas dapat ditentukan manfaat dari penelitian ini yaitu:

1. Dapat mengetahui pengaruh penambahan albumin terhadap struktur dan ukuran nanopartikel ZnO didoping Ni^{2+} menggunakan FTIR, XRD dan UV-DRS.

2. Dapat mengetahui morfologi nanopartikel ZnO didopingNi²⁺ menggunakan SEM.
3. Dapat mengetahui pengaruh penambahan albumin pada sintesis nanopartikel ZnO didopingNi²⁺ menggunakan metoda sol gel dan dapat diaplikasikan untuk degradasi zat warna *methyl orange*.
4. Dapat memberikan sumber ide dan referensi untuk penelitian selanjutnya serta menambah wawasan mengenai pengembangan riset dalam bidang kimia terutama berbasis nanoteknologi.
5. Untuk mengetahui pengaruh penambahan putih telur itik terhadap struktur kristal dari ZnO didopingNi²⁺ sehingga dapat diaplikasikan untuk pendegradasi zat warna *methyl orange*

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Penelitian Relevan

Penelitian serupa dilakukan oleh Siti, et al. 2014 menggunakan metode *sol-gel* pada temperatur 500°C dengan variasi doping NiO 0%, 1%, 2%, dan 3%, data ukuran kristal secara berturut-turut yaitu 42.47, 56.63, 48.54, dan 84.94 nm. Hasil penelitian tersebut menunjukkan adanya variasi ukuran kristal pada setiap kadar NiO. Pada penelitian ini dilakukan pengembangan lapisan tipis ZnO doping NiO dengan komposisi NiO 0%, 3%, 5% dan 7% menggunakan metode *sol-gel spin coating* pada temperatur *annealing* 500°C untuk melihat pengaruh komposisi terhadap struktur serta ukuran kristal dari lapisan tipis ZnO doping NiO.

Pada tahun 2014 Kumar Arora, et al melaporkan penelitian dengan hasil yang diperoleh dari difraksi sinar X yaitu tidak ada puncak yang terdeteksi karena tingkat kemurnian ZnO sangat kecil. Hasil analisis XRD menunjukkan bentuk struktur heksagonal. Analisis FTIR terdapat 3 puncak pada bilangan gelombang 504,54 cm⁻¹, 3443,83 cm⁻¹ dan 1638,63 cm⁻¹. Analisis SEM menunjukkan luas permukaan yang sangat spesifik menggunakan metode BET adalah 4,3737 m⁻²/g, sampel diaktifkan pada suhu 473°K selama 4 jam sebelum pengukuran, kemudian terbentuk zink oksida yang berwarna putih yaitu zink oksida murni. Analisis TEM terbentuknya ukuran partikel pada kisaran 27 nm- 82 nm dan ukuran distribusi histogram nanopartikel masing-masing 45,9 ± 18,9 nm, 61,7 ± 19,8 nm dan 57,2 ± 19 nm. Pada tahun 2012 Ismail et al melakukan penelitian didapatkan hasil dengan analisis XRD yaitu puncak yang berbeda. Penelitian yang dilakukan oleh Zafaran

(2016), dengan membandingkan ZnO tanpa doping dan ZnO yang didoping NiO dengan variasi NiO 1%, 3%, dan 5% menggunakan metode *sol-gel* pada temperatur *annealing* 400°C. Hasil dari penelitian tersebut diperoleh data ukuran Kristal dari ZnO tanpa doping, dan dengan doping NiO 1%, 3%, 5 % secara berturut-turut yaitu 16,54nm, 13,82 nm, 12,63 nm, dan 13,03 nm. Data ini menunjukkan bahwa ukuran Kristal menurun dengan meningkatnya kadar NiO sampai 3%.

Pada tahun 2011 Thangaraj melakukan penelitian dengan hasil dari analisis XRD yaitu dari sampel-B menunjukkan pembentukan nanocrystals ZnO dengan struktur *fase wurzite heksagonal*. Proses Contoh-C telah mengubah seng oksida menuju tatanan yang lebih tinggi kristalinitas nya. Berikut indeks miller [100], [002], [101], [102], [110], [103], [200], [112], [004], [202] yang diamati. Ukuran kristal rata-rata nanopartikel seng oksida dihitung menggunakan rumus Debye Scherrer dan ditemukan di kisaran 13-28 nm. Hasil analisis menggunakan TEM diperoleh struktur tunggal kristal yaitu sperik. Ukuran partikel yang diamati adalah di kisaran 15-27 nm. Hasil analisis menggunakan FTIR yaitu diperoleh bubuk zink oksida untuk Sampel AEC. Pita absorpsi pada 668 cm A1 dianggap berasal dari adanya gugus hidroksil di sampel-A. Sampel-B memiliki band penyerapan luas berpusat di 528,4 cm A1, yang telah dikaitkan dengan ZnO peregangan frekuensi Zn-O. Ini menegaskan bahwa transformasi hidroksida ke fase oksida terjadi selama proses sintering. *Band* berpusat di 1596 cm⁻¹ dianggap berasal dari keberadaan molekul-molekul air. Sampel-C juga memiliki puncak pada 1117-1596 cm⁻¹ yang disebabkan oleh penyerapan kembali molekul air dari

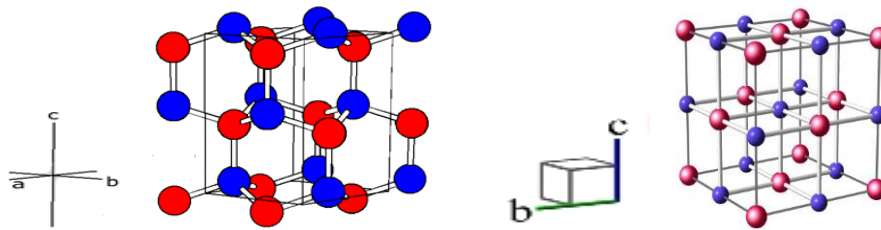
lingkungan atmosfer. Pita absorpsi pada 3436 cm^{-1} karena frekuensi peregangan kelompok hidroksil air yang diserap pada tingkat yang lebih tinggi dari struktur nano ZnO di udara atmosfer disebabkan oleh molekul oksigen teradsorpsi pada permukaan bahan untuk membentuk O_2 , O^- , O^{2-} ion dengan menangkap elektron dari pita konduksi dari ZnO (Thangaraj, 2011).

Pada tahun 2013 Prakash, et al melakukan penelitian dengan hasil yang diperoleh dari analisa XRD yaitu terdapat struktur heksagonal pada ZnO, dan struktur ortorombik pada Zn(OH)_2 . Menurut persamaan Scherrer, ukuran partikel rata-rata nanopartikel ZnO adalah sekitar 29 nm. Dapat diperoleh nilai indeks masing- masing yaitu, (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), dan (201). Analisis XRD menunjukkan bahwa fase ZnO murni diperoleh hanya dalam kehadiran albumin. Selain itu, ukuran partikel rata-rata fase ZnO adalah lebih rendah. Hal ini dapat diduga bahwa, dalam proses pembentukan di tidak adanya albumen, spesies zink hidroksida pertama kali diproduksi langkah demi langkah oleh reaksi antara spesies Zn dan ion hidroksil yang berasal dari disosiasi molekul amonia terhidrasi, kemudian dalam reaksi berturut-turut ZnO nanopartikel terbentuk di hadapan molekul template, tampak bahwa reaksi kedua ini sangat dipromosikan; sehingga semua spesies zink hidroksida awal dan berubah menjadi ZnO.

2.2 Zink Oksida (ZnO)

Zink oksida adalah komponen anorganik dengan rumus kimia ZnO, dan merupakan senyawa semikonduktor golongan II-VI yang mempunyai sifat elektronik dan fotonik penting karena memiliki stabilitas termal yang baik, celah

energi yang lebar (3,37 eV) pada suhu kamar, dan energi ikat eksitasi yang besar (60 meV). Zink oksida mengkristal dalam tiga fasa yaitu heksagonal *wurtzite*, kubik dan *zink blende*.



Gambar 2.1. Struktur-struktur kristal ZnO: (a) *wurtzite*, (b) Kubik (www.tyndall.ie)

ZnO terkenal untuk berbagai aplikasi seperti perangkat sensor gas, dan konduktor transparan untuk transistor film tipis dan sel surya. Aplikasi lainnya yang berkembang termasuk *light emitting diode*(LED), diode laser(LDS) dan detektor cahaya. ZnO ini memiliki nilai band gap (3,37 eV) dan energi eksitasi (60 MeV)(Ismail, et al, 2012). ZnO murni berbentuk serbuk putih, tapi di alam ia terdapat sebagai mineral langka , yang biasanya mengandung mangan dan ketidak murnian lainnya yang menimbulkan warna kuning hingga warna merah. Nama lain dari zink putih ini yaitu, *calamine*, *wol filsuf*, *tiongkok putih*, *bunga seng*.

ZnO memiliki sifat fisika dan sifat kimia yang terdapat pada tabel dibawah ini yaitu sebagai berikut:

Tabel 2.1 sifat kimia dan fisika ZnO

Sifat	
Rumus molekul	ZnO
Massa molar	81.38 g/mol
Penampilan	Padatan putih
Bau	Tak berbau
Densitas	5.606 g/cm ³
Titik lebur	
Titik didih	
Kelarutan dalam air	0.0004% (17.8 °C)[1]
Celah pita	3.3 eV (langsung)
Suseptibilitas magnetik (χ)	$-46.0 \cdot 10^{-6}$ cm ³ /mol
Indeks bias (nD)	20.041

2.3 Zink Sulfat

Zink sulfat heptahidrat adalah senyawa kristalin putih dengan rumus $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Massa molekul relatifnya 287,53 g/mol, terdekomposisi pada suhu 100 °C. Kegunaan utama zink sulfat heptahidrat adalah untuk bahan sintesis, sebagai koagulan pada industri rayon, digunakan sebagai prekursor dalam pembuatan pigmen litopon.

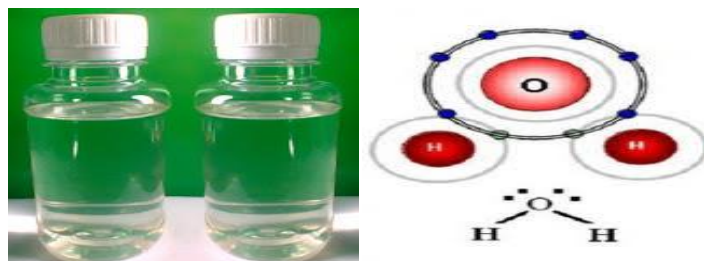
2.4 Nikel Sulfat

Nikel adalah logam putih perak yang keras. Logam ini bersifat liat, dapat ditempa, dan sedikit magnetis. Titik lebur nikel adalah 1455 °C (Svehla, 1996). Nikel merupakan logam transisi yang berada pada periode ke-4 dalam sistem periodik unsur. Nikel(II) mempunyai elektron pada kulit terluar 3d⁸. Konfigurasi

elektron Ni dan ion Ni(II). Jika Nikel(II) membentuk senyawa kompleks, biasanya memiliki bilangan koordinasi 6 atau 4, sehingga mampu membentuk senyawa dengan struktur oktahedral, tetrahedral, atau segiempat planar. Ion Ni(II) mampu membentuk senyawa kompleks dengan ligan karena ion ini mempunyai orbital d yang belum terisi penuh oleh elektron. Orbital-orbital tersebut dapat berfungsi sebagai penerima pasangan elektron dari ligan sehingga terbentuk senyawa kompleks jika telah kosong karena terjadi pengaturan elektron (King, 2005).

2.5 Aquades

Aquades adalah substansi dengan rumus molekul H_2O . Satu molekul air tersusun atas 2 atom hidrogen yang terikat secara kovalen pada satu atom oksigen. Sifat air tidak berwarna, tidak berasa dan tidak berbau pada kondisi standar pada tekanan 100 kPa dan temperatur 273,15°K (0°C). Zat kimia ini mempunyai kemampuan untuk melarutkan berbagai jenis zat kimia lainnya seperti, gula, garam dan molekul organik lainnya.

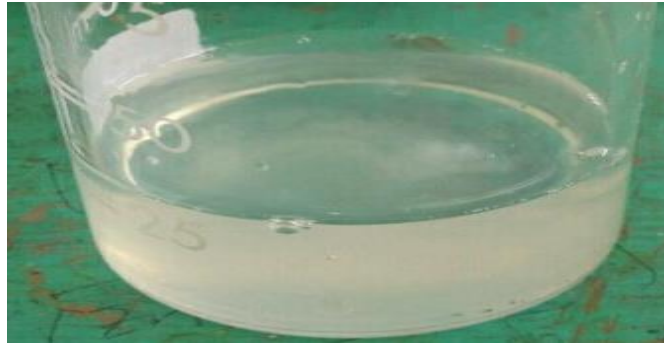


Gambar 2.2 .a) wujud aquades (b) struktur aquades
(www.wikipedia)

2.6 Putih Telur

Putih telur adalah cairan putih (disebut juga albumen atau *glair/glaire*) yang terkandung di dalam sebuah telur. Cairan ini terdapat di dalam telur yang sudah dibuahi dan yang belum dibuahi. Putih telur terdiri dari 10% protein terlarut di air. Kegunaan putih telur adalah untuk melindungi kuning telur dan menyediakan nutrisi tambahan bagi pertumbuhan embrio, karena putih telur kaya akan protein dan rendah lemak, yang merupakan kebalikan dari kuning telur, yang mengandung nilai lemak yang tinggi. Putih telur (albumen) ditandai sebagai elemen struktur teratur sekuens asam amino dicampur dengan segmen rantai secara acak diperpanjang. Dalam keadaan awal, molekul protein yang dilipat menjadi konfigurasi bola dengan ukuran beberapa nanometer .

Para peneliti menyatakan bahwa kegunaan putih telur menyederhanakan proses dan membuka jalan alternatif lain, proses sintesis yang sederhana dan ekonomis untuk produksi nanopartikel. Hal ini karena putih telur memiliki sifat seperti pembentuk gel, berbusa dan pengemulsi dengan kualitas gizi tinggi dan juga kelarutannya dalam air dan kemampuannya untuk menggabungkan dengan ion logam. Teknik ini mencapai waktu konsumsi yang sedikit untuk mensintesis serbuk nano dengan ukuran partikel yang lebih kecil. Dalam literatur, banyak metode telah diusulkan untuk mempersiapkan nanopartikel ZnO. Dalam metode ini ukuran partikel berada dalam kisaran 26-34 nm (Thangaraj, et al. 2011).



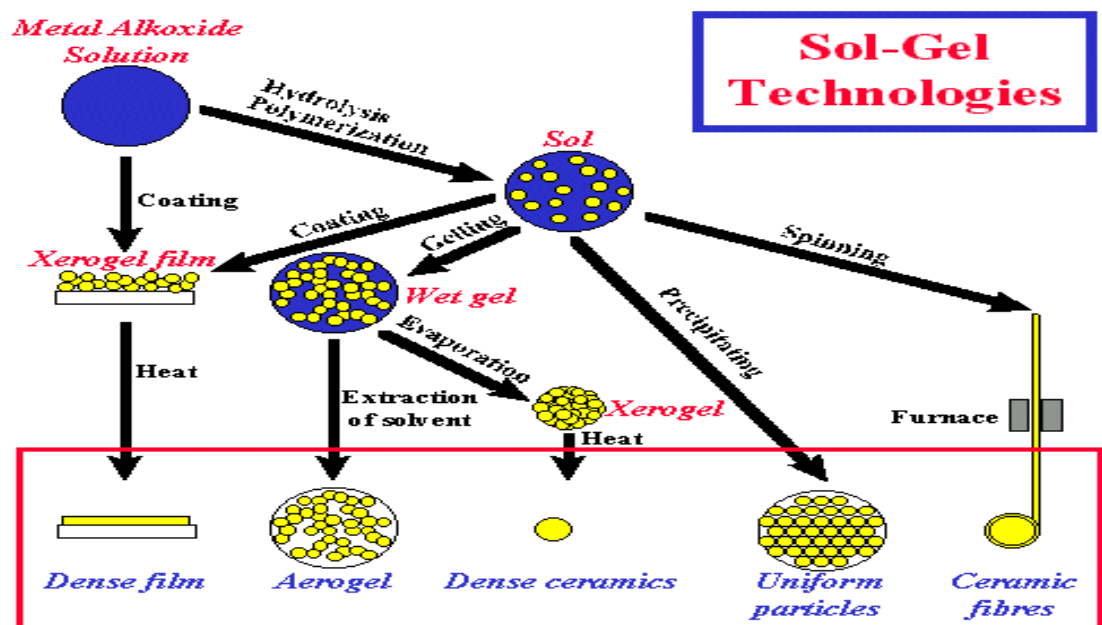
Gambar 2.3 foto *albumin*

Telur merupakan bahan pangan dengan nilai nutrisi yang tinggi dan bahan pangan yang sempurna karena mengandung zat-zat gizi yang lengkap bagi pertumbuhan makhluk hidup. Dalam penelitian ini, obyek yang akan digunakan sebagai sampel adalah obyek telur, dimana obyek ini akan dibedakan berdasarkan warnanya. Telur yang akan digunakan sebagai sampel adalah telur ayam negeri, ayam kampung dan bebek. Pada akuisisi citra, citra yang dihasilkan berupa citra berwarna 24 bit. Telur yang baik memiliki buih sebesar 6-8 kali dari volume awal putih telur. Umumnya, telur itik memiliki sifat dan kestabilan buih yang lebih rendah dibandingkan dengan telur ayam ras sehingga pemanfaatan telur itik masih sangat kurang digunakan dalam olahan pangan (Budiman dan Rukmiasih, 2007). Citra berwarna ini memiliki komponen red, green dan blue (RGB). Citra RGB ditransformasikan ke model warna HSV (Hue Saturation Value), dimana pada citra HSV ini akan dilakukan ekstraksi ciri. Ciri citra yang diperoleh dari proses ekstraksi ciri digunakan untuk mengklasifikasikan citra ke dalam jenis telur tertentu. Metode klasifikasi yang digunakan adalah *minimum distance classifier* (Retno Yustina W U, 2010).

2.7 Proses Sol Gel

Proses sol gel dapat digunakan untuk membuat berbagai material termasuk kaca (glass), bubuk (powder), lapisan tipis (film), serat (fiber) dan monolit. Secara seerhana, pada umumnya proses sol gel melibatkan hidrolisis dan kondensasi logam alkoksida. Logam alkoksida merupakan prekursor yang bagus karena mudah terhidrolisis. Pada tahap hidrolisis tersebut, sebuah alkoksida dengan gugus hidroksida dari air dan alkohol bebas terbentuk.

Hidrolisis akan terjadi, sol akan bereaksi dan selanjutnya terkondensasi (polimerisasi). Reaksi kondensasi akan mengakibatkan pembentukan gel.



Gambar 2.4 Bagan proses sol gel

Beberapa faktor yang mempengaruhi proses sol-gel adalah sebagai berikut:

1. Senyawa logam (prekursor)

Senyawa alkoksida adalah senyawa yang paling sering digunakan sebagai prekursor pada proses sol-gel karena tersedia secara komersial. Persyaratan umum

dari prekursor yang digunakan yaitu harus dapat larut dalam media reaksi dan harus cukup reaktif dalam pembentukan gel. Perbedaan senyawa logam yang digunakan sebagai prekursor dalam proses sol-gel akan memberikan perbedaan yang jelas pada densitas, ukuran pori dan luas permukaan gel. Saat pemanasan senyawa organik yang terikat di dalam senyawa logam alkoksida akan mengalami penguraian, sehingga suhu pembentukan lebih rendah dibandingkan dengan cara konvensional yang menggunakan oksida logamnya sebagai prekursor.

2. Pelarut

Pelarut digunakan untuk melarutkan bahan dasar agar didapat bahan yang lebih homogen. Pelarut pada umumnya berfungsi untuk mengontrol waktu pembentukan gel, morfologi partikel dan ukuran partikel. Pelarut dapat dikelompokkan sebagai pelarut polar, nonpolar, protik dan aprotik. Pemakaian pelarut tergantung pada bahan asal yang digunakan. Bila bahan sangat reaktif maka digunakan pelarut nonpolar sedangkan bila bahan dasar kurang reaktif digunakan pelarut polar. Pelarut yang biasanya digunakan dalam reaksi pembentukan suatu larutan adalah alkohol, karena alkohol mempunyai tekanan uap yang tinggi pada suhu kamar dan mudah menguap pada saat pemanasan.

3. Suhu

Suhu mempengaruhi kecepatan pembentukan gel. Proses sol-gel yang dilakukan pada suhu lebih tinggi dari suhu kamar maka laju hidrolisis dan kondensasi akan lebih cepat sehingga pembentukan gel cepat terbentuk.

4. Aditif

Penggunaan aditif dengan tepat akan menghasilkan larutan yang stabil dan homogen. Aditif digunakan 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. Perbedaan daya kompleks dari aditif yang digunakan menyebabkan terjadinya perbedaan waktu dan mekanisme pembentukan gel. Metoda sol gel memiliki kelebihan dibandingkan metoda konvensional. Beberapa kelebihan dari metoda sol gel diantaranya yaitu:

1. Kehomogenan yang lebih baik
2. Kemurnian yang lebih tinggi
3. Suhu yang digunakan relatif rendah
4. Kehilangan bahan akibat penguapan dapat diperkecil
5. Tidak terjadi reaksi dengan senyawa sisa.
6. Dapat mengurangi pencemaran udara
7. Menghasilkan produk berupa film tipis

Adapun kelemahan dari metoda sol adalah sebagai berikut.

1. Memerlukan bahan dasar yang relatif mahal
2. Masa pemrosesan yang relatif lama
3. Terbentuknya sisa hidroksil dan karbon
4. Terjadi penyusutan yang besar dalam pemrosesan.
5. Menggunakan larutan organik yang berbahaya bagi kesehatan

6. Sukar untuk mendapatkan produk yang bebas dari pecahan pada waktu pengeringan (Ningsih,S.K.W, 2015).

2.8 Proses Sonokimia

Sonokimia adalah suatu metoda sintesis material dengan menggunakan energi suara untuk mendorong perubahan fisika dan kimia dalam medium cairan. Metoda sonokimia merupakan metoda sintesis kimia menggunakan ultrasonik. Proses itu menggunakan gelombang suara sebagai sumber energi. Metode sonokimia secara luas digunakan untuk sintesis material baru yang memiliki sifat yang bagus. Metode ini menghasilkan material dengan ukuran yang lebih kecil dan luas permukaan yang tinggi.

Efek kimia dari ultrasonik menghasilkan kavitas akustik, yaitu terjadinya pembentukan dan pertumbuhan busa pada cairan. Sonokimia menggunakan aplikasi ultrasonik dalam reaksi kimia. Ultrasonik memiliki rentang frekuensi antara 20 kHz-10 MHz. Ultrasonik dapat dibagi atas tiga, yaitu frekuensi rendah, ultrasonik berkekuatan tinggi (20-100 kHz); frekuensi sedang, (kekuatan ultrasonik sedang 100 kHz-2MHz), dan frekuensi tinggi(kekuatan ultrasonik rendah 2-10 MHz). Frekuensi yang mempunyai rentang 20 kHz-2 MHz yang digunakan dalam proses sonokimia (Ningsih,Sherly.W.K.2016).

2.9 *Fourier Transform Infrared*(FTIR)

Prinsip kerja FTIR adalah menggunakan sinar infrared dalam spektroskopi radiasi infrared melalui sampel. Spektroskopi IR mempunyai dua variasi instrumen yaitu metoda dispersif dan *Fourier Transform* (FT). Metoda dispersif menggunakan prisma atau kisi yang berfungsi untuk mendispersikan radiasi

inframerah sedangkan untuk metoda *Fourier transform* menggunakan prinsip interferometri.

Keunggulan dari FTIR adalah mencakup persyaratan ukuran sampel yang kecil, perkembangan spektrum yang cepat, dan karena instrumen ini mempunyai komputer yang terintegrasi sehingga memiliki kemampuan untuk menyimpan dan memanipulasi spektrum. Karakterisasi dengan FTIR berguna untuk menyelidiki ikatan-ikatan yang terbentuk dalam material hasil penelitian. Spektroskopi FTIR merupakan metoda dispersiv atau filter dari analisis spektral infra merah dengan beberapa alasan:

- 1 FTIR merupakan teknik non-destruktif.
- 2 Metoda pengukuran dengan FTIR memiliki ketelitian yang tinggi tanpa melibatkan kalibrasi internal.
- 3 Dapat meningkatkan kecepatan, mengumpulkan hasil scan setiap detik.
- 4 Sensitivitasnya dapat meningkat, setiap scan satu detik dapat ditambahkan secara bersama.
- 5 Analisa yang sederhana secara mekanik hanya dengan satu bagian pergerakan .

Spektrometri FT-IR dikembangkan untuk mengatasi keterbatasan peralatan dispersiv yang ada. Kesulitan utama dari instrumen dispersiv ini adalah proses scanningnya sangat lambat. Sebuah metoda yang digunakan untuk mengukur semua frekuensi IR secara simultan lebih dibutuhkan dari pada secara individual. Untuk mengatasi permasalahan ini dikembangkanlah sebuah solusi dengan menggunakan peralatan optik yang sangat sederhana yakni interferometer. Interferometer menghasilkan tipe sinyal yang khas pada seluruh frekuensi IR.

Sinyal secara cepat dapat diukur biasanya dalam satu detik. Sehingga dibutuhkan waktu yang lebih cepat untuk pengukuran sampel (Ningsih, Sherly. 2016).

2.10 Spektrofotometer UV-Diffuse Reflectance (UV-DRS)

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 (*band gap*). Prinsip spektrofotometer UV-DRS 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. Metode Kubelka-Munk dapat digunakan untuk mencari energi celah pita (E_g), dimana:

Energi celah pita diperoleh dari grafik hubungan antara $h\nu$ (eV) vs $(F(R'_{\infty})h\nu)^{1/2}$. 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 $(F(R'_{\infty})h\nu)^{1/2} = 0$, yang diperoleh dari persamaan regresi linier kurva tersebut (Fiolida, 2016).

2.11 X-Ray Diffraction (XRD)

Sinar X merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang yang lebih pendek jika di bandingkan dengan sinar tampak. Sinar X akan menunjukkan gejala difraksi bila sinar tersebut jatuh pada jarak antara atomnya kira-kira sama dengan panjang gelombang sinar tersebut. 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. 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 terpental 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 :

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

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 dan mengidentifikasi fasa kristal.

Beberapa kegunaan dari difraksi sinar-X adalah:

1. Mengetahui struktur kristal
2. Mendapatkan informasi, komposisi dan keadaan material polikristalin.

Dapat menentukan ukuran kristalin, derajat kristalinitas, dan konstanta kisi kristalografi secara tepat (Ningsih, S.K.W, 2016).

2.12 Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning Electron Microscope (SEM) merupakan salah satu tipe mikroskop elektron yang dapat menghasilkan resolusi tinggi dari gambaran suatu permukaan sampel. Prinsip kerja dari SEM 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. 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 terintensitas tertinggi yang dipantulkan oleh benda atau material yang dianalisis. Selain itu juga dapat menentukan lokasi berkas elektron yang berintensitas tinggi tersebut (Sujatno *et al.*, 2015).

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 perbesaran 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.

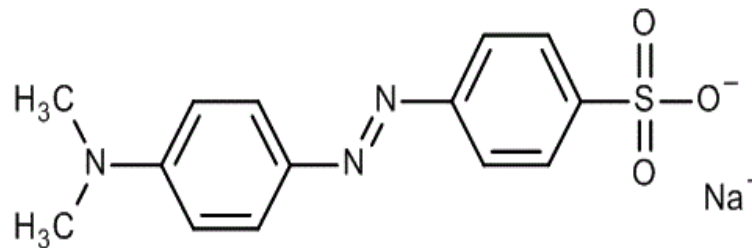
2.13 *Methyl Orange*

Methyl orange merupakan salah satu zat warna sintetik yang termasuk dalam golongan azo. Zat warna ini banyak digunakan pada industri tekstil, makanan, kertas dan kulit. Senyawa ini juga digunakan sebagai indikator asam basa pada proses titrasi perubahan warna merah menjadi kuning pada kisaran pH 3,1-4,4 (Mehra *and* Sharma, 2012). Keberadaan senyawa golongan azo dalam limbah yang melebihi ambang batas sebesar 5 mg/L (Kep Men LH No 51 Tahun 1995) dapat menimbulkan terjadinya pencemaran lingkungan. Kasus pencemaran di industri tekstil yang pernah terjadi pada tahun 1930 seperti yang dilaporkan oleh Chung *and* Cernigla dalam Dwiasi dan Kurniasih (2007) telah mengakibatkan terjadinya alergi dan iritasi pada kulit.

Pengolahan limbah *methyl orange* yang dilakukan dengan cara fisika, biologi dan kimia telah dilaporkan oleh beberapa peneliti. Ketiga metode pengolahan tersebut, antara lain adsorpsi *methyl orange* dengan menggunakan kitosan (Sha *et al.*, 2010; Umpuch *and* Sakaew, 2013), degradasi dengan menggunakan bakteri *Pseudomonas* sp (Shah *et al.*, 2013), *Bacillus* sp (Pourbabaee, 2005) serta fotodegradasi dengan menggunakan TiO₂ (Mehra *and* Sharma, 2012; Su *et al.*, 2013), katalis ZnO yang berukuran nano (Chen *et al.*, 2011), Cr yang didoping pada ZnS (Eyasv *et. al*, 2013), nanopartikel besi

bervalensi nol (Shih *et al.*, 2010), dan tembaga termodifikasi (El-Moselhy, 2013). Hasil-hasil penelitian yang dilaporkan tersebut menunjukkan terjadinya penurunan konsentrasi *methyl orange* dalam limbah.

Beberapa permasalahan yang ditemui pada saat melakukan proses pengolahan maupun setelah proses pengolahan yaitu terdapatnya limbah padatan baru yang mengandung *methyl orange* dengan menggunakan proses adsorpsi serta tingginya biaya operasional dan lamanya waktu untuk mendegradasi *methyl orange* dengan menggunakan bakteri. Penggunaan fotokatalis dalam proses degradasi *methyl orange* memang dapat meningkatkan jumlah *methyl orange* yang terdegradasi, namun pengambilan kembali katalis yang telah digunakan akan memerlukan waktu yang lebih lama dan tambahan biaya operasional. *Methyl orange* memiliki struktur molekul seperti gambar di bawah ini:



Gambar 2.5 Struktur zat warna *methyl orange* (Wikipedia, 2017)

2.14. Fotosonolisis

Metoda sonolisis dan fotolisis dalam proses kimianya sama-sama menghasilkan radikal OH dalam larutan berair yang akan menyerang senyawa organik untuk mengawali proses mineralisasi. Sonolisis dengan gelombang ultrasonik mendegradasi senyawa *methyl orange* dengan memproduksi radikal OH dan spesies radikal lainnya pada permukaan dalam gelembung kavitasi. Pada metoda fotolisis, radikal OH dihasilkan melalui oksidasi permukaan anion hidroksida dan penyerapan molekul senyawa organik pada permukaan semikonduktor dengan adanya *hole* pada pita valensi. Dengan penggabungan kedua metoda ini, maka jumlah dan kecepatan pembentukan radikal OH akan semakin besar sehingga degradasi senyawa *methyl orange* akan semakin cepat. Degradasi fotokatalitik merupakan proses reaksi yang melibatkan cahaya (foton) dan katalis. Dalam media air, senyawa organik dapat dioksidasi menjadi karbondioksida dan air, berarti proses tersebut dapat membersihkan air dari pencemar organik. Senyawa-senyawa anorganik seperti sianida dan nitrit dapat diubah menjadi senyawa lain yang relatif tidak beracun (Hoffmann et al., 1995). Semikonduktor tipe n apabila dikenai cahaya ($h\nu$) dengan energi yang sesuai, maka elektron (e^-) pada pita valensi akan berpindah ke pita konduksi dan meninggalkan lubang positif (*hole* atau disimbolkan h^+) pada pita valensi. Elektron dan *hole* pada permukaan semikonduktor, masing-masing berperan sebagai reduktor dan oksidator. Pasangan elektron *hole* dapat berekombinasi, yaitu kembali ke keadaan awal dengan melepas panas atau bermigrasi ke permukaan dan bereaksi dengan senyawa teradsorpsi (Macias, 2003).

Ketika terjadi penyerapan foton dengan energi $h\nu$ yang besarnya sesuai atau melebihi perbedaan energi E_g dari semikonduktor, maka elektron (e) berpindah dari pita valensi ke pita konduksi, meninggalkan hole yang bermuatan positif di pita valensi. Peristiwa eksitasi elektron ini diikuti beberapa proses selanjutnya, yaitu:

- a. Rekombinasi elektron dan hole dalam semikonduktor atau di permukaan, masing-masing disertai dengan pembebasan energi panas
 - b. Pemerangkapan elektron dan hole dalam keadaan permukaan metastabil
 - c. Reduksi suatu akseptor elektron oleh elektron pada pita konduksi
 - d. Oksidasi suatu donor elektron oleh hole pada pita valensi
- Jika energi yang diperoleh cukup besar untuk terjadinya pemerangkapan, maka rekombinasi bisa dicegah dan reaksi redoks dapat terjadi (Linsebigler et al, 1995)

Hole merupakan oksidator yang kuat, sedangkan elektron merupakan reduktor yang baik. Sebagian besar reaksi fotodegradasi senyawa organik menggunakan kekuatan hole untuk mengoksidasi baik secara langsung maupun tidak langsung, sehingga untuk mempertahankan muatan perlu ditambahkan spesies lain yang dapat tereduksi oleh elektron. Oleh karena itu tingkat keefektifan semikonduktor meningkat dengan modifikasi permukaan semikonduktor dengan logam tertentu (Hoffman et al., 1995). Lama waktu penyinaran saat proses degradasi fotokatalis akan menghasilkan banyak radikal hidroksil. Radikal hidroksil dihasilkan dari hole positif (h^+) dari uap air yang teradsorpsi pada permukaan katalis semikonduktor. Pembentukan h^+ dipengaruhi oleh energi ($h\nu$)

yang dipancarkan oleh sinar. Semakin besar $h\nu$ yang dipancarkan oleh sinar visible, maka h^+ yang terbentuk akan semakin banyak (Linsebigler et al., 1995).

Photosonolysis atau *sonophotolysis* adalah reaksi yang disebabkan oleh penggunaan gabungan dari sinar *ultraviolet irradiation* (UV) dan *ultrasonocation* (AS) dengan atau tanpa kehadiran katalis (Rashid, 2011). Dibandingkan dengan fotolisis dan sonolisis, *photosonolysis* adalah teknologi pengolahan air yang lebih baru dan telah dipelajari , terutama dalam penghapusan senyawa organik.

Metode fotosonolisis ini mengkombinasikan fotolisis dan sonolisis , pada sonolisis dihasilkan gelombang mekanik dengan mempengaruhi efek kapitasi pada air dan pada fotolisis terjadi interaksi antara molekul air dan radiasi sinar matahari (UV) (Safniet et al, 2007).

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan dari hasil penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Analisis FTIR pada nanopartikel ZnO didoping Ni^{2+} dengan penambahan 10 mL, 20 mL, 30 mL, 40 mL, dan 50 mL albumin puncak serapan Zn-O pada bilangan gelombang $400\text{-}450\text{ cm}^{-1}$, analisis XRD ukuran kristal berturut-turut 12.33-63.11 nm, 12.13-98.33nm, 15.62-73.75nm, 13.55-98.34nm, dan 15.89-73.76 nm. Analisis UV-DRS nilai celah pitanya terkecil yaitu pada penambahan albumin 30 mL sebesar 2,8 eV
2. Morfologi Nanopartikel ZnO didoping Ni^{2+} dikarakterisasssssssssssssssss SEM memiliki bentuk seperti batang(rods like).
3. Degradasi Methyl Orange dengan katalis ZnO didoping Ni^{2+} dengan variasi waktu didapatkn waktu optimumnya pada menit ke-210 dengan At 0,0658 dan persentasenya yaitu 94,49%

5.2 Saran

Beberapa saran bagi peneliti selanjutnya adalah.

1. Perlu memperhatikan dan mempelajari kesesuaian prekursor dan pelarut yang digunakan dalam sintesis ZnO didoping Ni^{2+} .
2. Dapat mempelajari pengaruh penambahan Albumin terhadap nanopartikel dengan memberikan perbedaan dari prekursor dan pelarut yang digunakan.

3. Dapat mengaplikasikan nanopartikel ZnO didoping Ni^{2+} sebagai katalis terhadap degradasi zat warna (fotokatalisis).

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. 2004. *Pengontrolan Spectrum Luminisens Nanopartikel ZnO Melalui Trapping Dalam Matriks SiO₂ Dengan Metode Spray Drying*.Integral. Vol. 9 No. 2.
- Abdullah, M. Yudistira Virgus. Nirmin dan Khairurrijal. 2008. Review : Sintesis Nanomaterial. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*. Vol. 1 No.2.
- Aksoy Seval, Yasemin Caglar, Saliha Ilican, Mujdat Caglar. 2011. *Sol-gel derived Li-Mg co-doped ZnO films: Preparation and characterization via XRD, XPS, FESEM*. Turkey. Anadolu University, Faculty of Sciences, Department of Physics, Eskisehir, 26470.
- Alqaragully1. Mohammed B, Hazim Y AL-Gubury1, Aseel M Aljeboree1, Fiaq F Karam2, and Ayad F Alkaim1.2015.*Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*. Iraq: Department of Chemistry-College of Science for Women-Babylon University, Hilla.
- Chen.C., Liu, J., Liu, P and Yu, B. 2011. Investigation of Photocatalytic Degradation of Methyl Orange by Using Nano-Sized ZnO Catalyst. *Advances in Chemical Engineering and Science* 1 : 9-14
- Christina, P.M., Mu'nisatun, S., Saptaaji, R., dan Marjanto, D. 2007. *Studi Pendahuluan Mengenai Degradasi Zat Warna Azo (Metil Orange) Dalam Pelarut Air Menggunakan Mesin Berkas Elektron 350 Kev/10 Ma*. JFN. No.1. Vol.1. 31-44.
- El-Moselhy, M.M., Mahmoud, N.M.R., and Emara, M.M. 2013. Copper Modified Exchanger For The Photodegradation of Methyl Orange Dye. *Desalination and Water Treatment* : 1-10.
- Eyasv, A., Yadav, O.P., and Bachheti, R.K. 2013. *Photocatalytic Degradation of Methyl Orange Dye Using Cr Doped ZnS Nanoparticles Under Visible Radiation*. *International Journal of ChemTech Research* 5(4) : 1452-1461
- Fabbiyola.S, V. Sailaja, L. John Kennedy, M. Bououdina, J. Judith Vijaya. 2017. *Optican and Magnetic Properties of Ni doped ZnO Nanoparticles*.India. *Department of Physics, College of Science, University of Bahrain*. Journal Of alloys and Compound 694: 522-531.
- Fattah, Zafaran Abdul. 2016. *Sinthesis and characterization ofNickel doped Zinc OxideNanoparticles by sol-gel method*. *International journal of Engineering Sciences and Research Technology* (2013) 2277-9655.