

Regenerasi Fotokatalis Nanopartikel ZnO dari Limbah Baterai untuk Penanganan Metil Violet

ERLINDA WIDYASMARA DIYANTHI^{1*}, EKO PRABOWO HADISANTOSO¹, DAN RIZKA FITRIYANI¹

¹Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Sunan Gunung Djati Bandung

*alamat email korespondensi: erlindawidyasmaradiyanthi@gmail.com

Informasi Artikel

Abstrak/Abstract

Kata Kunci:
Fotokatalis ZnO;
kopresipitasi; limbah
baterai; metil violet;
regenerasi
fotokatalis.

Metil violet merupakan zat warna yang sering digunakan oleh medis dan industri tekstil. Limbah cair dari metil violet merupakan salah satu pencemar lingkungan perairan. Fotokatalisis digunakan untuk menangani permasalahan limbah metil violet ini. Senyawa yang memiliki potensi sebagai fotokatalis adalah ZnO. ZnO disintesis menggunakan metode kopresipitasi dengan memanfaatkan limbah baterai sebagai sumber Zn. ZnO yang telah diaplikasikan sebagai fotokatalis diregenerasi agar dapat digunakan berulang kali hingga 20 siklus. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa ZnO hasil sintesis memiliki fasa *wurtzite* dengan bentuk heksagonal dan ukuran kristal sebesar 17,05 nm, serta persentase kristalinitasnya sebesar 78,32%. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan bahwa ZnO hasil sintesis memiliki keseragaman bentuk dengan polidispersitas di bawah 0,5 dan memiliki morfologi berupa *nanorods*. Hasil karakterisasi UV-Vis DRS ZnO hasil sintesis menunjukkan bahwa nilai *bandgap energy* yang diperoleh yaitu 3,23 eV. ZnO hasil sintesis kemudian diaplikasikan sebagai fotokatalis dan diperoleh nilai persentase dekolorisasinya sebesar 13,70%. ZnO yang telah diaplikasikan, diregenerasi hingga 20 siklus dan tidak menunjukkan penurunan kinerja yang sangat signifikan. Hasil karakterisasi ZnO hasil regenerasi tidak jauh berbeda dengan ZnO hasil sintesis, sehingga ZnO masih layak digunakan sebagai fotokatalis hingga 20 siklus.

*Keywords: ZnO
photocatalyst;
coprecipitation;
battery waste;
methyl violet;
photocatalyst
regeneration.*

Methyl violet is a coloring substance which is oftenly used in medical and textile industry. The liquid waste of this substance is one of the pollutants in the aquatic environment. Photocatalysis is used for treating methyl violet waste problem. The compound that has a potential as a photocatalyst is ZnO. ZnO was synthesized using coprecipitation method that utilize battery waste as the source of ZnO. ZnO that has been applied as photocatalyst is regenerated to make it able to be used repeatedly up to 20 cycles. The XRD characterization result shows that the synthesized ZnO has wurtzite phase with hexagonal form, the size of the crystal is 17.05 nm with crystallinity percentage at 78.32%. The result of SEM characterization shows that the synthesized ZnO has a homogeneous form with polydispersity below 0.5 and nanorods morphology. Its UV-Vis DRS result also shows the bandgap energy value that is obtained it 3.23 eV. The synthesized ZnO later on will be applied as photocatalyst and its decolorization percentage is 13.70%. The applied ZnO will be regenerated up to 20 cycles and not showing any significant declining performance. The characterization results of the regenerated and synthesized ZnO are hardly different to one another, so that the ZnO are still usable as photocatalyst even after 20 cycles.

PENDAHULUAN

Material semikonduktor adalah material yang tingkat konduktivitasnya berada di antara isolator dan konduktor. Salah satu material semikonduktor adalah seng oksida atau *zinc oxide* (ZnO). ZnO adalah salah satu material yang dapat dibentuk ke dalam berbagai macam struktur morfologi dengan skala yang sangat kecil (nano), seperti *nanorods* [1], *nanowire* [2], *nanotube* [1], *nanodisks* [3], dan *nanosheet* [4]. ZnO memiliki *bandgap* pada kisaran 3,37 eV dan jika dibandingkan dengan material semikonduktor lainnya, energi ikat eksiton yang dimiliki ZnO cukup besar yaitu 60 meV. Dengan sifat elektronik, optik, dan fotonik yang cukup baik dari ZnO, membuat material semikonduktor ini banyak diminati [5]. Keunggulan yang dimiliki ZnO dalam berbagai bidang terapan diantaranya dapat digunakan sebagai sensor gas [6], fotoanoda dalam sel surya [7], laser UV [8], *nanogenerator* [9], *fotodetector* [8], dan fotokatalis [10].

ZnO dapat berperan sebagai fotokatalis untuk mendegradasi polutan organik dalam air. Fotokatalis umumnya diartikan sebagai proses reaksi kimia yang di dalamnya ada peran cahaya dan katalis padat yang membantu. ZnO merupakan material yang banyak diminati karena memiliki sifat yang unik, seperti tidak beracun atau antitoksik, stabil dalam berbagai suhu, dan fotosensitivitas yang tinggi. Kelebihan dari sifat ZnO yang tidak beracun atau antitoksik dapat mengurangi timbulnya permasalahan lingkungan yang baru. Sedangkan sifat fotosensitivitas tinggi yang dimiliki ZnO dapat mendegradasi zat warna [11].

Pemanfaatan ZnO sebagai fotokatalis seringkali digunakan hanya sekali pakai kemudian dibuang begitu saja. Fotokatalis ZnO tersebut dapat digunakan berkali-kali dengan cara meregenerasinya. Regenerasi fotokatalis adalah sebuah proses untuk mengembalikan kondisi fotokatalis ke keadaan semula agar dapat digunakan secara terus menerus hingga mengalami penurunan kinerja fotokatalis yang sangat signifikan [12]. Hasil uji regenerasi ZnO terhadap fotodegradasi zat warna *Remazol yellow* mengalami penurunan yang sangat signifikan dengan persentase dekolorisasi dari siklus pertama sebesar 100% hingga siklus keenam sebesar 42% [13]. Hasil *recycle* Na-ZnO terhadap fotokatalisis

zat warna metilen biru tidak mengalami penurunan dengan persentase 100% [14].

Perkembangan zaman membuat para produsen teknologi khususnya di bidang elektronik saling bersaing untuk mengembangkan dan *upgrade* produknya menjadi lebih canggih dan praktis. Salah satunya yaitu penggunaan baterai pada perangkat elektronik. Hal ini menyebabkan tingkat konsumsi baterai pada masyarakat meningkat. Adapun jenis baterai yang umum digunakan oleh masyarakat adalah baterai seng-karbon (Zn-C). Baterai Zn-C terdiri dari seng (Zn) sebagai anoda, MnO₂ sebagai katoda, dan ammonium klorida (NH₄Cl). Baterai Zn-C banyak digunakan oleh masyarakat karena harganya yang relatif murah dan umur pakainya yang cukup lama. Baterai Zn-C termasuk ke dalam kategori baterai sekali pakai (*single use*).

Setelah masa pakainya habis, limbah baterai Zn-C termasuk ke dalam kategori limbah B3 karena mengandung bahan-bahan, seperti seng (Zn), karbon (C), mangan (Mn), dan juga besi (Fe) dengan sifat dan konsentrasinya yang dapat mencemari dan berbahaya bagi lingkungan [15]. Namun, masyarakat umumnya membuang baterai bekas tanpa tahu bahwa limbah baterai tersebut dapat didaur ulang menjadi suatu produk yang bernilai. Limbah baterai Zn-C tersebut dapat dimanfaatkan sebagai sumber Zn untuk sintesis ZnO agar tidak menumpuk dan mencemari lingkungan.

Selain limbah baterai, potensi pencemaran lingkungan yang lebih besar ada pada limbah industri tekstil. Industri tekstil adalah industri penghasil berbagai serat, kain, pakaian jadi, dan sebagainya. Hal ini menjadikan industri tekstil menjadi salah satu industri yang berkembang pesat. Pesatnya perkembangan industri tekstil ini dapat menimbulkan permasalahan lingkungan, terutama pencemaran air yang berasal dari limbah cair pewarnaan. Limbah cair dari zat pewarna yang digunakan pada industri tekstil bersifat toksik. Adanya limbah zat pewarna ini dalam perairan akan mengakibatkan proses biologis yang terjadi di dalamnya menjadi terganggu. Hal ini terjadi karena sinar matahari tidak dapat menembus lingkungan akuatik.

Salah satu zat pewarna yang ada pada limbah cair industri tekstil adalah metil violet.

Metil violet termasuk ke dalam golongan zat warna trifenilmetana yang paling sering digunakan khususnya pada industri tekstil. Contohnya pada pewarnaan kapas, wol, sutera, dan nilon. Metil violet mengandung senyawa anilin yang bersifat toksik, mutagenik, dan karsinogenik [16]. Zat warna ini dapat memicu tumor pada beberapa spesies ikan yang ada pada dasar perairan [17]. Dalam menangani permasalahan pencemaran air yang disebabkan oleh metil violet, peneliti melakukan fotokatalisis menggunakan fotokatalis ZnO. Dengan adanya fotokatalisis ini, limbah zat warna metil violet ini akan terdegradasi menjadi molekul yang lebih sederhana yaitu karbondioksida (CO₂) dan air (H₂O) [18].

Pada penelitian ini, dilakukan sintesis ZnO dengan bahan baku yang berasal dari limbah baterai Zn-C. Kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD untuk menentukan fasa dan kristalinitasnya, SEM untuk menentukan bentuk, morfologi dan distribusi partikelnya, serta UV-Vis DRS untuk menentukan nilai *bandgap* atau celah pitanya. Lalu, ZnO yang telah disintesis diaplikasikan sebagai fotokatalis dalam penanganan limbah metil violet. Setelah itu, fotokatalis yang telah diaplikasikan, diregenerasi sebanyak 20 kali (dua puluh siklus) untuk mengetahui sifat fotokatalitik dari fotokatalis yang diregenerasi hingga terjadi penurunan kinerja yang signifikan dari fotokatalis tersebut.

EKSPERIMEN

Material

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi HCl pekat 37% (teknis), NaOH (Himedia p.a), metil violet (Merck® p.a), aquades, logam Zn dari limbah baterai Zn-C 1,5 Volt ukuran AAA, kertas pH indikator universal (Merck®), dan kertas saring.

Instrumentasi

Adapun instrumen yang digunakan pada proses karakterisasi sampel terdiri atas *X-Ray Diffraction* (XRD) PANalytical X'Pert High Score dengan radiasi Cu-K α untuk menganalisis fasa, kristalinitas, dan struktur kristal. *Scanning Electron Microscope* (SEM) JEOL JSM 6360 untuk menganalisis morfologi dan distribusi

ukuran partikel, dan UV-Vis Thermo Scientific Evolution 220 untuk menganalisis nilai *bandgap energy*, serta *Agilent Technologies Cary 60 UV-Vis* untuk mencari nilai konsentrasi metil violet.

Prosedur

Sintesis ZnO

Sintesis material ZnO dilakukan dengan metode kopresipitasi [19] [20]. Sumber Zn yang digunakan diperoleh dari pemanfaatan limbah baterai Zn-C. Sebanyak 32,1409 g lempeng Zn yang telah dipotong menjadi potongan kecil dilarutkan ke dalam 200 mL HCl dan diaduk pada kecepatan 700 rpm dengan pemanasan pada suhu 80°C selama 2 jam. Filtrat yang terbentuk diendapkan menggunakan NaOH 6M hingga pH larutan mencapai 10. Endapan yang terbentuk dinetralkan dan kemudian dipanaskan pada suhu 110°C selama 3 jam. Selanjutnya, dikalsinasi pada suhu 400°C selama 3 jam.

Karakterisasi ZnO Hasil Sintesis

Material ZnO yang telah terbentuk dikarakterisasi menggunakan instrumen XRD untuk menganalisis fasa, ukuran kristal, kristalinitas, dan struktur kristal. Selain itu, instrumen SEM digunakan untuk menganalisis morfologi dan ukuran rata-rata partikel, serta instrumen UV-Vis DRS digunakan untuk menganalisis nilai *bandgap energy*.

Aplikasi Fotokatalisis untuk Penanganan Metil Violet

Material ZnO yang telah terbentuk diuji sifat fotokatalitiknya ke dalam larutan metil violet [21]. Sebanyak 90 mg ZnO dimasukkan ke dalam 10 mL larutan metil violet dengan konsentrasi 10 ppm dan disinari menggunakan sinar tampak selama 120 menit. Selanjutnya larutan dipisahkan dari residunya menggunakan sentrifus dan larutan yang diperoleh kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 583 ppm.

Regenerasi Fotokatalis ZnO dan Uji Sifat Fotokatalitiknya

Fotokatalis ZnO yang telah diaplikasikan pada metil violet diregenerasi

dengan cara dicuci terlebih dahulu menggunakan air, kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 110°C selama 1 jam. Setelah itu, dilakukan kembali tahap aplikasi fotokatalisis dalam penanganan metil violet untuk memperoleh nilai persentase dekolorisasinya. Proses regenerasi ini dilakukan hingga 20 siklus (20 tahap pengaplikasian fotokatalisis dalam penanganan metil violet). Setelah dilakukan 20 siklus, dilakukan kembali karakterisasi XRD, SEM, dan UV-Vis DRS untuk mengetahui baik persamaan maupun perbedaan dari ZnO setelah sintesis dan setelah fotokatalisis.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis ZnO

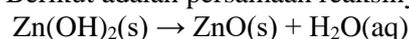
ZnO dapat disintesis dari lempeng Zn yang berasal dari limbah baterai Zn-C 1,5 Volt. Lempeng Zn yang telah dipisahkan dari komponen-komponen lainnya dibersihkan dengan cara diampelas hingga mengilap agar pengotornya tidak ikut terbawa bereaksi [22]. Lempeng Zn yang telah bersih kemudian dipotong menjadi potongan-potongan kecil.

Potongan Zn tersebut kemudian dilarutkan ke dalam larutan HCl pekat untuk memperoleh larutan Zn^{2+} [23]. Pada proses pelarutan, terdapat tiga faktor yang mempengaruhi laju reaksinya, yaitu luas permukaan, suhu, dan proses pengadukan. Hal ini menjadi alasan Zn dipotong menjadi potongan-potongan kecil. Semakin kecil potongannya, maka semakin besar luas permukaannya dan semakin cepat pula reaksi tersebut berlangsung secara sempurna. Semakin besarnya luas permukaan maka tumbukan antar partikel HCl dengan Zn semakin meningkat, sehingga produk yang dihasilkan menjadi sempurna [24]. Agar kalor yang dihasilkan dapat dikendalikan, maka dilakukan penambahan larutan HCl sedikit demi sedikit. Selain itu, proses pelarutan Zn ini juga dilakukan sembari diaduk dan dipanaskan untuk mempercepat laju reaksinya.

Setelah 2 jam, semua Zn telah larut dalam HCl dan menghasilkan larutan ZnCl_2 . Larutan tersebut disaring dan kemudian diendapkan menggunakan agen pengendap berupa NaOH

hingga pH nya mencapai 10. Penambahan NaOH ini dilakukan sedikit demi sedikit, karena jika pH larutan di atas 11 maka Zn akan kembali larut membentuk $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$.

Setelah terbentuknya $\text{Zn}(\text{OH})_2$ yang bersih dan netral, residu dikeringkan di dalam oven dengan suhu 110°C selama 3 jam untuk menghilangkan kadar air dalam sampel. Endapan yang telah dikeringkan kemudian dikalsinasi dengan suhu 400°C selama 3 jam agar sampel bebas dari H_2O . Dalam proses kalsinasi ini, $\text{Zn}(\text{OH})_2$ berubah menjadi bentuk oksidanya yaitu ZnO. Berikut adalah persamaan reaksinya:



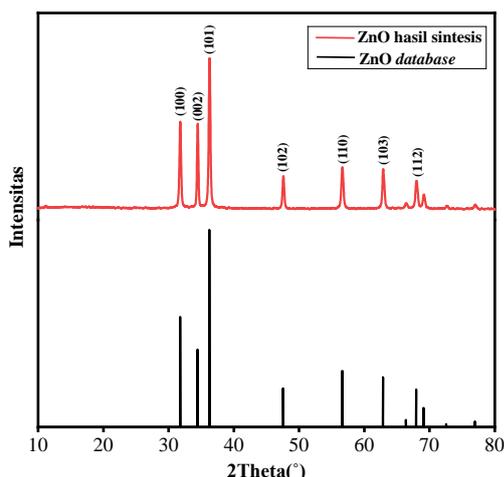
Setelah dikalsinasi, diperoleh ZnO hasil sintesis yang berwarna putih sebanyak 36,4755 g dengan rendemen sebesar 91,60%.

Karakterisasi ZnO Hasil Sintesis

Sampel ZnO yang telah diperoleh dari hasil sintesis, kemudian dikarakterisasi agar dapat mengetahui informasi lebih lanjut mengenai sampel tersebut. Karakterisasi yang dilakukan yaitu XRD untuk menganalisis fasa, kristalinitas, dan struktur kristalnya. Selain itu, dilakukan karakterisasi SEM untuk menganalisis morfologi dan distribusi ukuran partikel, serta karakterisasi UV-Vis DRS untuk menganalisis nilai *bandgap energy* dari sampel.

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD ZnO hasil sintesis diperoleh difraktogram seperti pada **Gambar 1**. Difraktogram tersebut adalah hubungan antara sudut 2θ (sumbu x) dengan intensitas (sumbu y). Jika dilihat dari 2θ ZnO *database* ICSD 01-089-7102 dengan 2θ ZnO hasil sintesis, terlihat bahwa terdapat kesesuaian antara 2θ ZnO *database* dan intensitas puncak-puncaknya dengan 2θ ZnO hasil sintesis dan intensitas puncak-puncaknya.

Kesesuaian puncak-puncak ZnO hasil sintesis dengan *database* standar dapat dilihat pada **Tabel 1**. Adanya kesesuaian tersebut menunjukkan bahwa ZnO telah berhasil disintesis dengan berbahan dasar limbah baterai Zn-C menggunakan metode kopresipitasi.



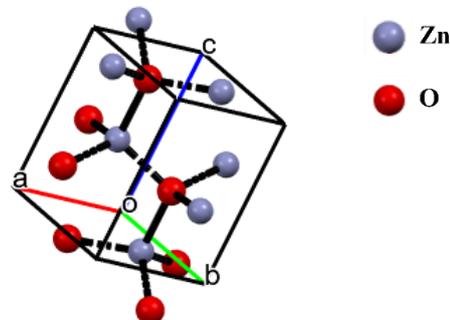
Gambar 1 Pola difraksi ZnO database dan hasil sintesis

Selain dapat menganalisis fasanya, karakterisasi XRD juga dapat digunakan untuk menganalisis struktur kristalnya. Dengan menggunakan *database* yang dihasilkan, diketahui bahwa ZnO hasil sintesis memiliki bentuk heksagonal dengan grup ruang P63mc. Struktur kristal ZnO hasil sintesis dapat dilihat pada **Gambar 2**.

Tabel 1 Perbedaan 2θ ZnO standar dan hasil sintesis

ZnO Standar	ZnO Hasil Sintesis
31,77	31,77
34,42	34,43
36,26	36,26
47,54	47,56
56,60	56,60
62,86	62,86
67,95	67,96

Kemudian, karakterisasi XRD juga dapat digunakan untuk mengetahui ukuran kristal dan kristalinitasnya. Ukuran kristal dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan Debye Scherrer. Ukuran kristal dan kristalinitas dari ZnO hasil sintesis dapat dilihat pada **Tabel 2**.



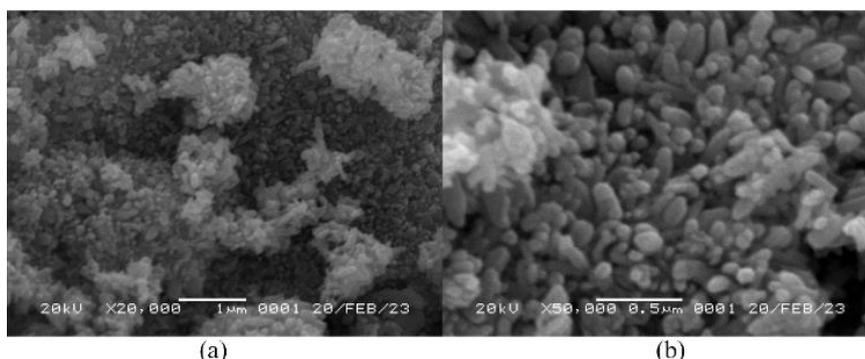
Gambar 2 Struktur Kristal ZnO

Berdasarkan ukuran kristal yang diperoleh, maka ZnO hasil sintesis termasuk ke dalam golongan senyawa nanokristal.

Tabel 2 Ukuran kristal dan persentase kristalinitas ZnO Hasil Sintesis

Sampel	Ukuran Kristal (nm)	Kristalinitas (%)
ZnO Hasil Sintesis	17,05	78,32

Selain dapat menganalisis ukuran kristal, kristalinitas juga dapat diketahui dengan cara membagi luas kristalin dengan luas total area difraktogram. Kristalinitas menunjukkan suatu keteraturan susunan atom dalam senyawa tersebut. Dengan hasil kristalinitas sebesar 78,32% maka susunan atom pada kisi ZnO hasil sintesis cukup teratur.



Gambar 3 Hasil karakterisasi SEM (a) ZnO hasil sintesis dengan pembesaran 20.000 kali (b) ZnO hasil sintesis dengan pembesaran 50.000 kali

Selain dikarakterisasi menggunakan XRD, dikarakterisasi juga menggunakan instrumen SEM untuk menganalisis morfologi dan distribusi ukuran partikel dari sampel ZnO hasil sintesis. Adapun morfologi ZnO hasil sintesis dapat dilihat pada **Gambar 3**. Pada gambar yang dihasilkan terdapat beberapa aglomerasi tetapi morfologinya masih dapat dilihat dengan jelas yaitu berupa rods.

Selain mengetahui morfologi, SEM juga dapat digunakan untuk menganalisis ukuran rata-rata partikel dan polidispersitas sampel ZnO hasil sintesis. Adapun ukuran rata-rata partikel dan polidispersitasnya dapat dilihat pada **Tabel 3**.

Menurut Abdullah dkk (2008), senyawa yang berada pada rentang 10-100 nm termasuk ke dalam golongan nano. Maka, ZnO hasil sintesis tergolong senyawa nanopartikel.

Tabel 3 Ukuran partikel dan polidispersitas ZnO Hasil Sintesis

Sampel	Ukuran Rata-rata Partikel (nm)	Polidispersitas
ZnO Hasil Sintesis	20,21	0,07

Selain itu, polidispersitas juga dapat diketahui dari hasil karakterisasi menggunakan SEM. Dengan polidispersitas sebesar 0,07 maka ZnO hasil sintesis memiliki distribusi ukuran partikel secara homogen dan cenderung stabil secara fisik dan tidak mudah beragregasi.

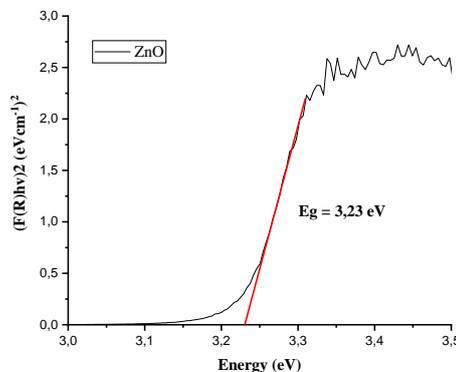
Selain dikarakterisasi menggunakan XRD dan SEM, dikarakterisasi juga menggunakan UV-Vis DRS untuk mengetahui nilai *bandgap energy*. Pada penentuan *bandgap energy* hasil sintesis, metode yang digunakan adalah metode Kubelka-Munk. Adapun grafik *bandgap energy* ZnO hasil sintesis dapat dilihat pada **Gambar 4**.

Berdasarkan grafik di atas, dapat diketahui bahwa *bandgap energy* dari ZnO hasil sintesis adalah 3,23 eV. Nilai tersebut menunjukkan bahwa ZnO hasil sintesis memiliki potensi untuk menjadi fotokatalis.

Aplikasi Fotokatalisis untuk Penanganan Metil Violet

ZnO yang telah diperoleh dari hasil sintesis, diaplikasikan untuk menangani zat warna metil violet. Proses fotokatalisis dapat terjadi apabila

fotokatalis disinari oleh sinar tampak. Sinar tampak yang digunakan adalah lampu *Mercury Phillips ML 500 watt*.



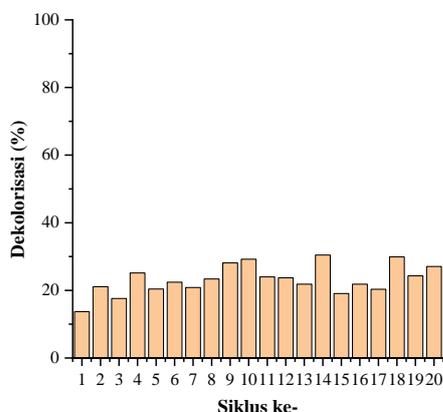
Gambar 4 Grafik bandgap energy ZnO hasil sintesis

Pada prosesnya, 90 mg sampel ZnO dikontakkan dengan 10 mL larutan metil violet 10 ppm kemudian disonikasi selama 3 menit. Proses sonikasi bertujuan untuk memecah partikel ZnO menjadi bagian yang sangat kecil sehingga akan lebih cepat dan efektif mendekolorisasi larutan metil violet ketika disinari sinar tampak. Setelah disonikasi, kemudian disinari menggunakan sinar tampak selama 120 menit. Kemudian, dilanjutkan dengan proses sentrifugasi agar fotokatalis dan filtrat terpisah secara maksimal. Filtrat yang telah terpisah diuji absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis hingga diperoleh nilai konsentrasi metil violet. Dengan nilai konsentrasi yang diperoleh maka diketahui persen dekolorisasi metil violet sebesar 13,70%. Proses ini adalah siklus pertama ZnO digunakan sebagai fotokatalis untuk penanganan zat warna metil violet dengan proses fotokatalisis.

Regenerasi Fotokatalis ZnO dan Uji Sifat Fotokatalitiknya

Fotokatalis ZnO yang telah terpisah dari filtrat dalam proses sentrifugasi kemudian dicuci. Proses pencucian ini adalah proses awal dari tahap regenerasi. Fotokatalis ZnO yang telah bersih, dikeringkan di dalam oven pada suhu 110°C selama 1 jam. Setelah dikeringkan, kemudian dilakukan kembali proses fotokatalisis dengan keadaan dan perlakuan yang sama seperti pada tahap sebelumnya. Proses regenerasi ini dilakukan

hingga siklus kedua puluh ZnO digunakan sebagai fotokatalis untuk penanganan metil violet. Adapun histogram persentase dekolorisasi sebanyak 20 siklus dapat dilihat pada **Gambar 5**.



Gambar 5 Persentase dekolorisasi zat warna metil violet sebanyak 20 siklus

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD ZnO hasil regenerasi diperoleh difraktogram seperti pada **Gambar 6**. Jika dilihat dari 2θ ZnO hasil regenerasi 2θ ZnO *database* ICSD 01-089-7102, terlihat bahwa terdapat kesesuaian antara 2θ ZnO hasil regenerasi dan intensitas puncak-puncaknya dengan 2θ ZnO *database* dan intensitas puncak-puncaknya. Sehingga, 2θ ZnO hasil sintesis dan 2θ ZnO hasil regenerasi sesuai dengan 2θ ZnO *database*.

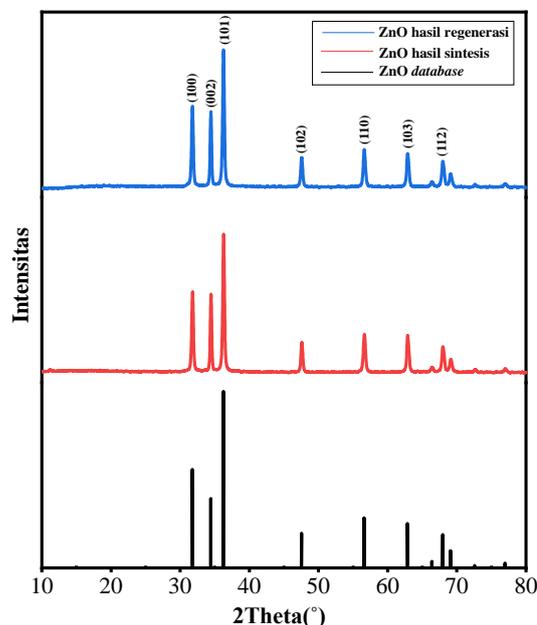
Kesesuaian puncak-puncak ZnO hasil regenerasi dengan *database* standar dapat dilihat pada **Tabel 4**. Adanya kesesuaian tersebut menunjukkan bahwa sampel yang diregenerasi masih dalam bentuk senyawa ZnO hasil sintesis dari limbah baterai.

Tabel 4 Perbedaan 2θ standar, hasil sintesis, dan hasil regenerasi

ZnO Standar	ZnO Hasil Sintesis	ZnO Hasil Regenerasi
31,77	31,77	31,75
34,42	34,43	34,41
36,26	36,26	36,24
47,54	47,56	47,54
56,60	56,60	56,59
62,86	62,86	62,86
67,95	67,96	67,95

Selain dapat menganalisis fasanya, karakterisasi XRD juga dapat digunakan untuk menganalisis struktur kristalnya. Dengan

menggunakan *database* yang dihasilkan, diketahui bahwa ZnO hasil regenerasi memiliki bentuk dan grup ruang yang sama dengan ZnO hasil sintesis yaitu bentuk heksagonal dengan grup ruang P63mc.



Gambar 6 Pola difraksi ZnO *database*, hasil sintesis, dan hasil regenerasi

Kemudian, karakterisasi XRD juga dapat digunakan untuk mengetahui ukuran kristal dan kristalinitasnya. Ukuran kristal dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan Debye Scherrer. Ukuran kristal dan kristalinitas dari ZnO hasil sintesis dapat dilihat pada **Tabel 5**.

Tabel 5 Ukuran kristal dan persentase ZnO

Sampel	Ukuran Kristal (nm)	Kristalinitas (%)
ZnO Hasil Sintesis	17,05	78,32
ZnO Hasil Regenerasi	29,01	45,09

Berdasarkan ukuran kristal yang diperoleh, sama halnya dengan ZnO hasil sintesis, ZnO hasil regenerasi masih tergolong dalam nanokristal. Ukuran kristal ZnO hasil sintesis memiliki ukuran yang lebih kecil dibandingkan dengan ukuran kristal ZnO hasil regenerasi. Adanya perbedaan ukuran kristal tersebut bisa diakibatkan karena adanya proses pengadukan secara manual

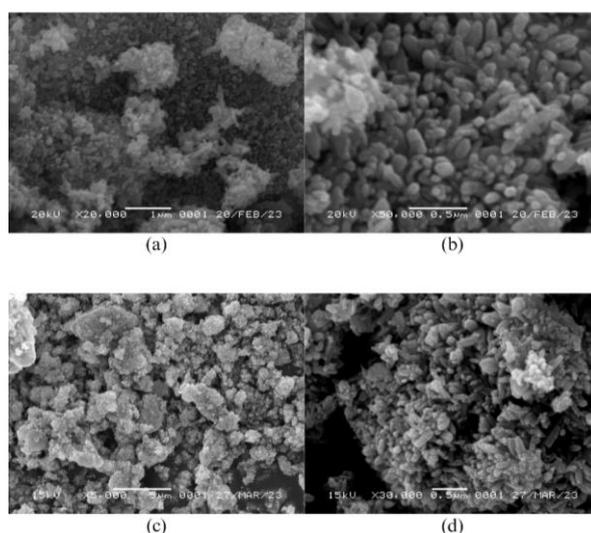
menggunakan batang pengaduk ketika proses pencucian pada tahap regenerasi.

Berdasarkan data kristalinitas ZnO hasil regenerasi yang diperoleh yaitu sebesar 45,09% maka keteraturan susunan atom pada kisi ZnO hasil sintesis lebih tinggi dibandingkan dengan ZnO hasil regenerasi.

Selain dikarakterisasi menggunakan XRD, dikarakterisasi juga menggunakan instrumen SEM untuk menganalisis morfologi dan distribusi ukuran partikel dari sampel ZnO hasil regenerasi.

Adapun morfologi ZnO hasil regenerasi dapat dilihat pada **Gambar 7**. Pada gambar yang dihasilkan terdapat aglomerasi tetapi morfologinya masih terlihat dengan baik. Morfologi dari ZnO hasil regenerasi sama dengan ZnO hasil sintesis yaitu berupa *rods*.

Selain mengetahui morfologi, SEM juga dapat digunakan untuk menganalisis ukuran rata-rata partikel dan polidispersitas sampel ZnO hasil regenerasi. Adapun ukuran rata-rata partikel dan polidispersitasnya dapat dilihat pada **Tabel 6**.



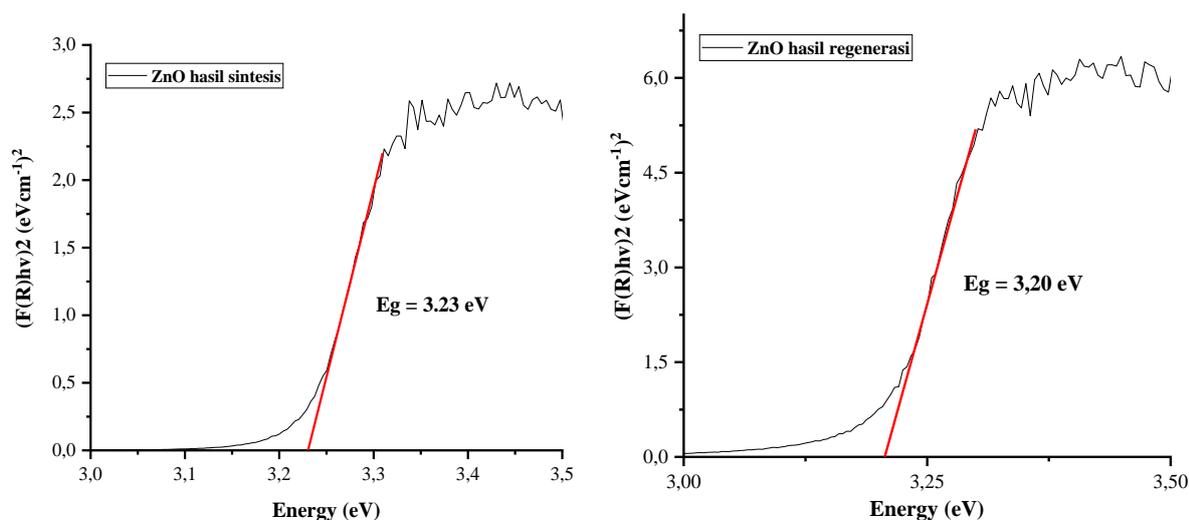
Gambar 7 Hasil karakterisasi SEM (a) ZnO hasil sintesis dengan pembesaran 20.000 kali (b) ZnO hasil sintesis dengan pembesaran 50.000 kali (c) ZnO hasil regenerasi dengan pembesaran 5.000 kali (d) ZnO hasil regenerasi dengan pembesaran 30.000 kali

Tabel 6 Ukuran partikel dan polidispersitas ZnO hasil sintesis dan hasil regenerasi

Sampel	Ukuran Rata-rata Partikel (nm)	Polidispersitas
ZnO Hasil Sintesis	20,21	0,07
ZnO Hasil Regenerasi	67,64	0,05

Berdasarkan data yang diperoleh, ukuran rata-rata partikel ZnO hasil regenerasi adalah 67,64 nm. Dengan ukuran tersebut maka ZnO hasil regenerasi termasuk ke dalam golongan senyawa nanopartikel seperti ZnO hasil sintesis.

Selain itu, polidispersitas juga dapat diketahui dari hasil karakterisasi menggunakan SEM. Dengan polidispersitas sebesar 0,05 maka



Gambar 8 Grafik bandgap energy ZnO hasil sintesis dan ZnO hasil regenerasi

ZnO hasil regenerasi memiliki distribusi ukuran partikel yang sama dengan ZnO hasil sintesis, yaitu secara homogen yang cenderung stabil secara fisik dan tidak mudah beragregasi.

Selain itu, digunakan juga karakterisasi UV-Vis DRS untuk menganalisis nilai *bandgap energy* ZnO hasil regenerasi. Dengan menggunakan metode yang sama, yaitu metode Kubelka-Munk diperoleh grafik seperti pada Gambar 8. Dari grafik tersebut, dapat kita ketahui bahwa nilai *bandgap energy* dari ZnO hasil regenerasi adalah 3,20 eV. Nilai *bandgap energy* dari ZnO hasil regenerasi memiliki perbedaan yang tidak terlalu signifikan dengan *bandgap energy* ZnO hasil sintesis. Hal tersebut dimungkinkan karena adanya proses yang berulang seperti pencucian, penyaringan, dan sonikasi yang berulang pada tahap regenerasi.

SIMPULAN

Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa ZnO berhasil disintesis dari limbah baterai dengan menggunakan metode kopresipitasi. ZnO yang telah disintesis memiliki bentuk heksagonal dengan ukuran kristal sebesar 17,05 nm, kristalinitas sebesar 78,32%, morfologi berupa *nanorods* dengan ukuran rata-rata partikel sebesar 20,21 nm. Kemudian, dari hasil karakterisasi UV-Vis DRS diperoleh *bandgap energy* ZnO hasil sintesis sebesar 3,23 eV. Dengan nilai tersebut, ZnO hasil sintesis memiliki potensi sebagai fotokatalis. Setelah diuji sifat fotokatalitiknya

terhadap metil violet, diperoleh persen dekolorisasi sebesar 13,70%. Kemudian, dengan dilakukannya proses regenerasi, ZnO hasil regenerasi masih layak digunakan sebagai fotokatalis hingga 20 siklus karena belum adanya perubahan kinerja yang sangat signifikan. Hal tersebut juga dibuktikan dengan hasil karakterisasi yang tidak terlalu signifikan perbedaannya, yaitu ZnO hasil regenerasi memiliki bentuk heksagonal dengan ukuran kristal 29,01 nm, kristalinitas 45,09%, morfologi berupa *nanorods* dengan ukuran rata-rata partikel sebesar 67,64 nm. Kemudian, dari hasil karakterisasi UV-Vis DRS diperoleh *bandgap energy* sebesar 3,20 eV yang tidak terlalu berbeda jauh dengan ZnO hasil sintesis.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Eko Prabowo Hadisantoso, M.PKim. dan Rizka Fitriyani S, S.Pd. atas bimbingan, saran, dan kritiknya dalam menyelesaikan tugas akhir penulis.

REFERENSI

- [1] L. Schlur, J. R. Calado and D. Spitzer, "Synthesis of Zinc Oxide Nanorods or Nanotubes on One Side of a Microcantilever," *The Royal Society of Chemistry*, 2018.

- [2] I. Wallace, O. V. Eshu, O. B. Chukwunonso and U. C. Okoro, "Synthesis and Characterization of Zinc Oxide (ZnO) Nanowire," *Journal of Nanomedicine and Nanotechnology*, vol. VI, no. 5, 2015.
- [3] C. X. Xu, G. P. Zhu, J. Kasim, S. T. Tan, Y. Yang, X. Li, Z. X. Shen and X. W. Sun, "Spatial Distribution of Defect in ZnO Nanodisks," *Current Applied Physics*, vol. IX, pp. 571-576, 2008.
- [4] S. W. Kim, N. T. Khoa, J. W. Yun, D. v. Thuan, J. E. Kim and S. H. Hahn, "Hierarchical ZnO Nanosheets/Nanodisks Hydrothermally Grown on Microrod Backbones," *Material Chemistry and Physics*, pp. 1-8, 2016.
- [5] R. N. Syafinaz, R. Khairunisak, L. Zainovia and A. A. Abdul, "Structural and Morphology of ZnO Nanorods Synthesized using ZnO Seeded Growth Method and its Properties as UV Sensing," *Research Articles PLOS ONE* 7, p. 11, 2012.
- [6] S. Ananthi, S. Kavitha, E. R. Kumar, T. Prakash, R. V. Poonguzhali, B. Ranjithkumar, A. Balamurugan, C. Srinivas and D. L. Sastry, "Investigation of Physicochemical Properties of ZnO Nanoparticles for Gas Sensor Application," *Inorganic Chemistry Communications*, vol. 146, 2022.
- [7] M. Bicer, M. Gokcen and E. Orhan, "Fabrication and Photoanode Performance of ZnO Nanoflowers in ZnO-based Dye-Sensitized Solar Cells," *Optical Materials*, vol. 131, 2022.
- [8] A. S. Z. Lahewil, S. H. Zyoud, N. M. Ahmed, A. F. Omar and N. Z. N. Azman, "Synthesis ZnO Nanoclusters Micro Active Area using Continues Wave Blue Laser-assisted Chemical Bath Deposition based on UV Photodetector," *Optik*, vol. 260, 2022.
- [9] Y. Anggraeni, N. Mufti and A. Taufiq, "Performa Nanogenerator ZnO Nanorods dan PLA pada Substrat Stainless Steel," *Seminar Nasional Fisika dan Pembelajarannya 2017*, 2017.
- [10] T. C. Raganata, H. Aritonang and E. Suryanto, "Sintesis Fotokatalis Nanopartikel ZnO untuk Mendegradasi Zat Warna Methylene Blue," *Chem. Prog.*, vol. 12, no. 2, pp. 54-58, 2019.
- [11] K. Gouvea, F. Wypych, S. G. Moraes, N. Duran, N. Nagata and Zmora, "Semiconductor-assisted Photocatalytic Degradation of Reactive Dyes in Aqueous Solution," *Chemosphere*, vol. 4, pp. 433-440, 2000.
- [12] S. T. Sie, "Consequences of Catalyst Deactivation for Process Design and Operation," *Journal of Applied Catalyst A: General*, vol. 212, pp. 129-151, 2001.
- [13] K. D. Pratiwi, "Studi Efektivitas Fotodegradasi Zat Warna Remazol Yellow Terkatalis ZnO," *UIN Sunan Kalijaga*, 2020.
- [14] M. H. Elsayed, T. M. Elmorsi, A. M. Abuelela, A. E. Hassan, A. Z. Alhakemy, M. F. Bakr and H.-H. Chou, "Direct Sunlight-active Na-doped ZnO Photocatalyst for The Mineralization of Organic Pollutants at Different pH Mediums," *Journal of The Taiwan Institute of Chemical Engineers*, pp. 1-11, 2020.
- [15] Wardana and W. Arya, *Dampak Pencemaran Lingkungan*, Yogyakarta: Andi, 2001.
- [16] Hardeli, A. Ramadhani, D. Kurniawati, N. Andriko and H. Sanjaya, "Degradasi Methyl Violet dan Methylen Blue oleh Fotokatalis TiO₂," *Eksakta*, vol. I, 2014.
- [17] W. Azmi, R. K. Sani and U. C. Banerjee, "Biodegradation of Triphenylmethane Dyes," *Enzyme and Microbial Technology*, vol. XXII, no. 3, pp. 185-191, 1998.
- [18] M. Saquib and M. Muneer, "TiO₂-Mediated Photocatalytic Degradation of a Triphenylmethane (Gentian Violet), In Aqueous Suspensions," *Dyes and Pigments*, vol. LVI, no. 1, pp. 37-49, 2003.
- [19] S. Kagaya, H. Yusaku, A. Hidekazu and H. Kiyoshi, "Determination of Cadmium in River water by Electrothermal Atomic

- Absorption Spectrometry after Internal Standardization-Assisted Rapid Coprecipitation with Lanthanum Phosphate," *Japan Society for Analytical Chemistry: Analytical Sciences July*, vol. 19, pp. 1061-1064, 2003.
- [20] R. S. Rahayu and dkk, "Pengaruh Tegangan dan Waktu Deposisi terhadap Pelapisan TiO₂ dengan Metode Elektroforesis," *Pusat Teknologi Material: BPPT*, 2012.
- [21] F. Ulpah, "Sintesis dan Karakterisasi ZnO Terdoping Mg, Cu, B, N serta Aplikasinya sebagai Fotokatalis dan Antibakteri," *Sarjana Thesis UIN Sunan Gunung Djati Bandung*, 2022.
- [22] R. H. Pratama, "Sintesis Komposit ZnO/HAp untuk Aplikasi Penanganan Metilen Biru secara Fotokatalisis," *Jurusan Kimia UIN Sunan Gunung Djati*, 2019.
- [23] M. S. Sadeghi, G. Vanpeteghem, F. I. Neto and H. M. V. M. Soares, "Selective Leaching of Zn from Spent Alkaline Batteries using Environmentally Friendly Approaches," *Waste Management*, vol. 0, pp. 696-705, 2017.
- [24] N. Mohaghegh, M. Tasviri, E. Rahimi and M. R. Gholami, "Nano Sized ZnO Composites: Preparation, Characterization, and Application as Photocatalyst for Degradation of AB92 Azo Dye," *Materials Science in Semiconductor Processing*, vol. 21, pp. 167-179, 2014.