

Pengaruh Konsentrasi Prekursor, Konsentrasi Agen Pengendap, Kecepatan, dan Waktu Pengadukan pada Sintesis ZnO Nanopartikel dan Aplikasinya untuk Penanganan Metilen Biru secara Fotokatalisis

ZHAFARINA ADZRA^{1*}, EKO PRABOWO HADISANTOSO¹, DAN SONI SETIADJI¹

¹Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Sunan Gunung Djati,
Jl. A.H. Nasution No.105 Bandung

*alamat email korespondensi: zhafarinaadzra@gmail.com

Informasi Artikel

Abstrak/Abstract

Kata Kunci: ZnO, nanorods, metode kopresipitasi, fotokatalisis, metilen biru.

Metilen Biru merupakan polutan organik dengan harga yang relatif murah dan mudah didapatkan. Metilen biru memiliki struktur aromatik yang sulit diuraikan, bersifat toksik, mutagenik, dan karsinogenik. Metode fotokatalisis dengan menggunakan ZnO menjadi metode alternatif untuk menguraikan zat warna Metilen menjadi senyawa yang tidak berbahaya seperti H₂O dan CO₂. ZnO diperoleh dari hasil sintesis melalui metode kopresipitasi dengan menggunakan prekursor Zn(CH₃COO)₂·2H₂O dan agen pengendap NaOH. Sintesis ZnO pada penelitian ini diperoleh sebanyak 3 macam yaitu ZnO-A, ZnO-B dan ZnO-C dengan variasi konsentrasi prekursor, konsentrasi agen pengendap, kecepatan dan waktu pengadukan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui efektivitas ZnO yang telah disintesis dengan berbagai variasi dalam penurunan intensitas zat warna metilen biru secara fotokatalisis. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan pola difraksi ZnO sesuai dengan standar ZnO dengan fase *zincite*, dan ukuran kristal ZnO-A, ZnO-B dan ZnO-C secara berturut-turut yaitu 29,74 nm, 27,14 nm dan 24,02 nm. Hasil Karakterisasi SEM menunjukkan morfologi dengan bentuk *nanorods*. Dalam penurunan intensitas zat warna metilen biru, aktivitas terbaiknya terdapat pada ZnO-C dengan massa sebanyak 70 mg dengan konsentrasi metilen biru 20 ppm dan waktu penyinaran selama 180 menit. Sedangkan dalam jumlah mol yang terdegradasi paling tertinggi diperoleh ketika konsentrasi metilen biru 25 ppm.

Keywords: ZnO, nanorod,; co-precipitation method, photocatalysis, methylene blue.

*Methylene Blue is an organic pollutant with a relatively cheap price and is easy to obtain. Methylene blue has an aromatic structure that is difficult to decompose, is toxic, mutagenic, and carcinogenic. Photocatalysis method using ZnO is an alternative method to decompose Methylene dyes into harmless compounds such as H₂O and CO₂. ZnO was obtained from the synthesis by co-precipitation method using the precursor Zn(CH₃COO)₂·2H₂O and the precipitating agent NaOH. The synthesis of ZnO in this study was obtained as many as 3 kinds, namely ZnO-A, ZnO-B and ZnO-C with variations in precursor concentration, concentration of precipitating agent, stirring speed and stirring time. This study aims to determine the effectiveness of ZnO which has been synthesized with various variations in decreasing the intensity of methylene blue dye by photocatalysis. The XRD characterization results show the ZnO diffraction pattern according to the standard ZnO with phase *zincite*, and the crystal sizes of ZnO-A, ZnO-B and ZnO-C, respectively, are 29,74 nm, 27,14 nm and 24,02 nm. The results of SEM characterization showed morphology with the shape of nanorods. In decreasing the intensity of methylene blue dye, the best activity was found in ZnO-C with a mass of 70 mg with a concentration of 20 ppm methylene blue and an irradiation time of 180 minutes. Meanwhile, the highest number of moles degraded was obtained when the concentration of methylene blue was 25 ppm.*

PENDAHULUAN

Industri tekstil merupakan salah satu industri penghasil limbah cair berupa zat warna dengan kandungan yang tinggi dari proses

pewarnaan. Limbah zat warna industri tekstil pada umumnya merupakan salah satu pewarna organik yang memiliki struktur aromatik sehingga sulit terurai, bersifat toksik,

mutagenik, karsinogenik, dan tidak ramah bagi lingkungan [1].

Dalam industri tekstil, zat warna yang sering digunakan yaitu zat warna metilen biru karena harganya yang relatif murah, mudah didapat, dan mudah larut dalam air [2]. Metilen biru mempunyai rumus kimia $C_{16}H_{18}N_3S$ yang termasuk ke dalam polutan organik. Jika metilen biru dibuang begitu saja ke dalam perairan, maka dapat menyebabkan sakit kepala, iritasi pada saluran pencernaan, dan kulit, serta hipertensi [1].

Oleh karena itu harus dicari metode yang efektif juga praktis untuk menguraikan limbah Metilen Biru. Salah satu metode yang efektif dalam menguraikan limbah Metilen Biru dapat menggunakan metode fotokatalisis [3]. Fotokatalisis merupakan metode yang digunakan untuk menguraikan senyawa organik menjadi senyawa yang lebih sederhana dan aman terhadap lingkungan seperti H_2O dan CO_2 , metode ini memanfaatkan energi foton dari radiasi cahaya [4]. Metode fotokatalisis biasanya memanfaatkan oksida logam semikonduktor sebagai fotokatalis. Oksida logam semikonduktor dengan ukuran nanopartikel (0-100 nm) sedang mendapatkan perhatian lebih karena dapat menunjukkan pengaruh yang cukup signifikan dalam proses fotokatalisis. Oksida logam dapat berupa TiO_2 , Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , ZnO , dan sebagainya [5].

ZnO nanopartikel merupakan suatu oksida logam semikonduktor yang memiliki celah pita (*band gap*) 3,37 eV dan energi ikat sebesar 60 meV [6]. ZnO nanopartikel ini dianggap lebih menjanjikan sebagai semikonduktor karena biayanya yang rendah, luas permukaannya besar, toksisitas rendah, aktivitas fotokatalitik yang baik, dan stabilitas tinggi serta konduktivitas yang baik [2].

Dalam memperoleh ZnO nanopartikel terdapat beberapa metode yang telah dilakukan yaitu hidrotermal [7], sol-gel [8], presipitasi kimia [9], kopresipitasi [10], dan lain-lain. Metode kopresipitasi kimia merupakan metode yang sangat sederhana dan mungkin untuk dilakukan, metode ini memiliki keuntungan diantaranya dapat menggunakan suhu yang rendah dalam proses sintesis, dapat mengontrol ukuran partikel, dan membutuhkan waktu yang relatif singkat [11]. Pada metode kopresipitasi dapat menggunakan hidroksida, karbonat, sulfat, dan oksalat sebagai agen pengendap.

Dalam pembentukan ZnO nanopartikel dengan menggunakan metode kopresipitasi terdapat beberapa faktor yang perlu diperhatikan diantaranya konsentrasi prekursor [12], konsentrasi agen pengendap [13], kontrol pH, temperatur, kecepatan pengadukan, dan waktu pengadukan dalam pembentukan [14]. Faktor konsentrasi prekursor dan agen pengendap dapat mempengaruhi ukuran kristal, semakin tinggi konsentrasi prekursor dan konsentrasi agen pengendap maka ukuran kristal semakin kecil [12] [13]. Selain itu, faktor kecepatan pengadukan juga berpengaruh pada ukuran kristal, semakin cepat kecepatan pengadukannya maka semakin kecil ukuran kristal yang didapatkan [15]. Adapun waktu pengadukan yang memiliki pengaruh terhadap ukuran kristal, semakin lama waktu pengadukan maka semakin besar ukuran kristal yang didapatkan [16].

Pada penelitian ini, dilakukan sintesis ZnO nanopartikel dengan variasi konsentrasi prekursor, konsentrasi agen pengendap, kecepatan pengadukan, dan waktu pengadukan melalui metode kopresipitasi yang akan dilanjutkan dengan informasi dari hasil *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) serta diaplikasikan sebagai fotokatalis untuk penurunan intensitas zat warna metilen biru secara fotokatalisis melalui Spektrofotometer UV-Vis.

EKSPERIMEN

Material

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ p.a, NaOH p.a, Aquades, dan Metilen Biru.

Alat-alat yang digunakan meliputi gelas kimia 150, 200, 500, 1000 dan 2000 mL, erlenmeyer 100 mL, labu ukur 25, 50, 100, 250, 500 dan 1000 mL, pipet tetes, pipet volume 0,5, 2, 5 dan 10 mL, kaca arloji, spatula, batang pengaduk, corong \varnothing 75 mm, botol semprot 500 mL, cawan penguap, kertas saring, pH universal, *stirrer*, *magnetic stirrer*, mortal, alu, tabung valcon, sentrifugasi, oven, furnace, neraca analitik, botol vial, sonikator, lampu sinar tampak, dan kuvet plastik.

Instrumentasi

X-Ray Diffraction (XRD) Rigaku Miniflex 600, Scanning Electron Microscopy (SEM) JEOL JSM 6510, dan Spektrofotometer UV-Vis.

Prosedur

Pada penelitian ini terdiri dari tiga tahap pengerjaan, yaitu sintesis ZnO, karakterisasi dengan XRD dan SEM, dan aplikasi fotokatalisis zat warna Metilen Biru.

Sintesis ZnO

ZnO dibuat sebanyak 3 macam yaitu ZnO-A, ZnO-B dan ZnO-C dengan variasi konsentrasi prekursor, konsentrasi agen pengendap, kecepatan pengadukan, dan waktu pengadukan. Masing-masing variasi dapat dilihat pada **Tabel 1**.

Tabel 1. Variasi yang digunakan dalam sintesis ZnO.

ZnO	Variasi			
	M Zn (M)	b/v (%) NaOH	Kecepatan (rpm)	Waktu menit
A	0,05	4,16	1000	120
B	0,2	20,83	300	30
C	0,5	41,62	500	60

Pembuatan larutan prekursor $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$, padatan $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ dilarutkan ke dalam Aquades. Lalu dilakukan pembuatan larutan agen pengendap NaOH, padatan NaOH dilarutkan ke dalam Aquades. Komposisi massa $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$, massa NaOH, dan volume Aquades yang digunakan untuk ZnO-A, ZnO-B dan ZnO-C dapat dilihat pada **Tabel 2**.

Tabel 2. Komposisi massa dan volume yang digunakan dalam sintesis ZnO

Variasi	$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$		NaOH	
	Massa (g)	V Aquades (mL)	Massa (g)	Volume Aquades (mL)
A	27,4375	2500	20,833	500
B	32,925	750	20,833	100
C	27,4375	250	20,833	50

Setelah masing-masing larutan homogen, larutan agen pengendap ditambahkan secara *dropwise* sampai pH 10 ke dalam larutan prekursor dengan kecepatan pengadukan dan

waktu tertentu seperti yang tercantum pada **Tabel 2**.

Kemudian larutan disentrifugasi pada 4000 rpm selama 6 menit hingga diperoleh padatan putih dan dicuci berkali-kali dengan menggunakan Aquades sampai pH 7. Padatan yang dihasilkan kemudian dikeringkan ke dalam oven pada suhu 100°C dalam waktu 2 jam. Setelah itu dikalsinasi dengan furnace pada suhu tinggi sebesar 400°C dalam waktu 2 jam.

Karakterisasi ZnO

Proses karakterisasi ZnO yang dilakukan meliputi karakterisasi ukuran dan struktur kristal dengan menggunakan instrumen XRD, dan karakterisasi morfologi kristal menggunakan instrumen SEM.

Aplikasi Fotokatalisis Zat Warna Metilen Biru

Pada aplikasi ini, ZnO digunakan sebagai fotokatalis untuk penurunan intensitas zat warna Metilen Biru secara fotokatalisis dilakukan pengujian menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. Proses aplikasi menggunakan variasi massa ZnO, variasi waktu penyinaran, dan variasi konsentrasi Metilen Biru.

Kemudian, pada variasi massa ZnO. ZnO hasil sintesis masing-masing ditimbang dengan lima massa yang berbeda yaitu 10, 30, 50, 70, dan 90 mg. Kemudian masing-masing massa dimasukkan ke dalam botol vial dan ditambahkan 10 mL larutan Metilen Biru 10 ppm. Lalu disonikasi selama selama 280 detik, kemudian larutan Metilen Biru disinari lampu UV selama 180 menit. Residu ZnO dipisahkan dari filtrat dengan menggunakan sentrifugasi dan dekantasi. Setelah itu, masing-masing filtrat dilakukan pengukuran absorbansi dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 665 nm.

Pada variasi waktu penyinaran, menggunakan massa optimum ZnO-A, ZnO-B, dan ZnO-C secara berurut yaitu 90, 90, dan 70 mg yang dihasilkan dari percobaan sebelumnya. Masing-masing massa dicampurkan dengan 10 mL larutan Metilen Biru 10 ppm. Lalu disonikasi selama 280 detik, kemudian larutan Metilen Biru disinari lampu UV dengan enam waktu penyinaran yang berbeda yaitu 30, 60, 90, 120, 150, dan 180 menit. Residu ZnO dipisahkan dari filtrat dengan menggunakan

sentrifugasi dan dekantasi. Setelah itu, masing-masing filtrat dilakukan pengukuran absorbansi dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 665 nm.

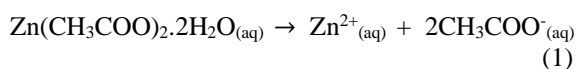
Pada variasi konsentrasi larutan Metilen Biru, menggunakan massa optimum ZnO-A, ZnO-B dan ZnO-C secara berurutan yaitu 90, 90, dan 70 mg yang dihasilkan dari percobaan sebelumnya. Masing-masing massa dicampurkan dengan 10 mL larutan Metilen Biru dengan lima variasi konsentrasi yang berbeda yaitu 10, 15, 20 dan 25 ppm. Lalu disonikasi selama 280 detik, larutan Metilen Biru tersebut disinari lampu UV selama 180 menit sesuai dengan waktu optimum pada percobaan sebelumnya. Residu ZnO dipisahkan dari filtrat dengan menggunakan sentrifugasi dan dekantasi. Setelah itu, masing-masing filtrat dilakukan pengukuran absorbansi dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 665 nm.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis ZnO

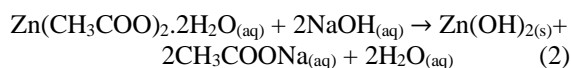
Metode sintesis ZnO menggunakan metode kopresipitasi, digunakannya metode kopresipitasi karena termasuk ke dalam metode yang mudah dan sederhana dalam pembentukan oksida logam. Metode ini dapat menghasilkan distribusi ukuran butir yang relatif kecil, struktur kristal dan sifat optiknya dapat dioptimalkan. Selain itu, metode ini dapat dilakukan dalam kondisi suhu yang normal [17]. Prekursor yang digunakan adalah $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, karena akan menghasilkan partikel ZnO dengan kemurnian yang tinggi serta memiliki efektivitas fotokatalis yang paling besar dengan struktur heksagonal.

Langkah awal $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan ke dalam Aquades. Adapun reaksi yang terjadi selama proses pelarutan dapat dilihat pada persamaan (1).

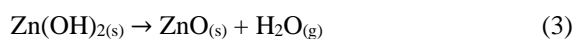


Kemudian menyiapkan larutan NaOH yang berfungsi sebagai agen mengendap. Larutan agen pengendap NaOH ditambahkan secara *dropwise* ke dalam larutan $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, agar tidak terjadi aglomerasi. Penambahan larutan NaOH

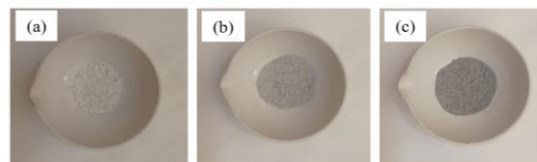
dilakukan sampai pH larutan sebesar 10, karena pada pH 10 endapan $\text{Zn}(\text{OH})_2$ akan terbentuk sempurna. Sedangkan jika pH melebihi 10 maka endapan $\text{Zn}(\text{OH})_2$ yang telah terbentuk akan membentuk kompleks $\text{Zn}(\text{OH})_3^-$ dan $\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}$ yang larut dalam air. Adapun reaksi yang terjadi dapat dilihat pada persamaan (2).



Endapan $\text{Zn}(\text{OH})_2$ yang terbentuk berwarna putih. Endapan ini disentrifugasi dan disaring untuk memisahkannya dari CH_3COONa dan H_2O yang terbentuk dari reaksi sebelumnya. Setelah itu endapan dicuci dengan Aquades sampai pH mencapai 7 (netral) untuk menghilangkan OH^- yang berlebih pada saat proses pengendapan. Kemudian endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 2 jam untuk menguapkan air yang masih tersisa di dalam endapan. Selanjutnya di kalsinasi dalam furnace pada suhu 400°C selama 2 jam untuk mengubah $\text{Zn}(\text{OH})_2$ menjadi ZnO serta menghilangkan senyawa lain seperti natrium asetat, karbon dioksida dan pengotor lainnya untuk meningkatkan kristalinitas nanopartikel ZnO [18]. Reaksi yang terjadi saat kalsinasi dapat dilihat pada persamaan (3)



Dari hasil kalsinasi didapatkan padatan $\text{ZnO}_{(\text{s})}$ dengan warna yang berbeda-beda seperti **Gambar 1** dengan masing-masing berat ZnO-A sebesar 9,2582 g, ZnO-B sebesar 10,2920 g dan ZnO-C sebesar 9,5314 g. Kemudian digerus menggunakan mortal dan alu agar mendapatkan padatan dalam bentuk serbuk yang lebih halus. Rendemen yang diperoleh untuk ZnO-A sebesar 91,44%, ZnO-B sebesar 87,71%, ZnO-C sebesar 94,14%.



Gambar 1. Padatan ZnO hasil kalsinasi (a) ZnO-A (b) ZnO-B (c) ZnO-C.

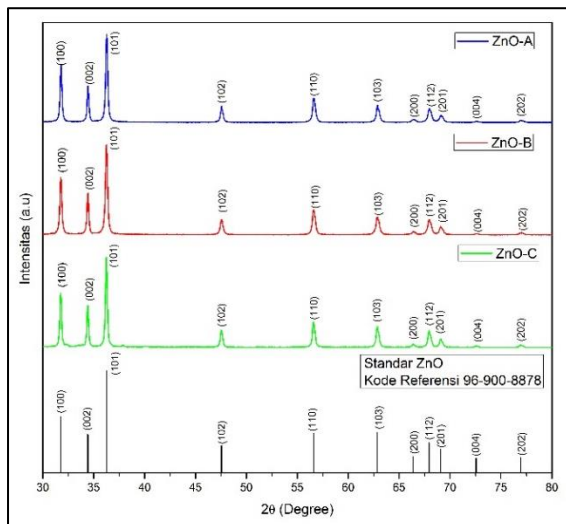
Dapat dilihat bahwa dari hasil kalsinasi ini semakin besar konsentrasi prekursor dan konsentrasi agen pengendap maka warna putih dari padatan ZnO ini akan semakin abu.

Perbedaan warna yang dihasilkan dapat diduga karena adanya kehilangan atau kekosongan oksigen dan terjadi kecacatan struktur atau peregangan asimetris yang terdapat dalam partikel [19] [20].

Karakterisasi ZnO

X-Ray Diffraction

Dalam proses analisisnya digunakan XRD pada X-Ray tube berupa Cu ($1,54060 \text{ \AA}$). Pengukurannya dilakukan menggunakan aplikasi *Match* dengan membandingkan intensitas dari puncak-puncak data difraktogram yang terukur dari hasil sampel dengan puncak-puncak difraktogram standar ZnO. Hasil dari aplikasi *Match*, ZnO hasil sintesis menunjukkan bahwa fase yang terbentuk berupa *zincite* dengan kode referensi yang sama yaitu No. 96-900-8878. Sedangkan dalam data COD (*Crystallography Open Database*) terdapat pada 9008877.



Gambar 2. Hasil Difraktogram XRD ZnO hasil sintesis dengan standar.

Gambar 2 menunjukkan difraktogram hasil analisis XRD pada ZnO dan ZnO standar yang diperoleh dari aplikasi *Origin*. Dapat dilihat bahwa terdapat puncak-puncak khas ZnO yang terdeteksi pada 2θ dengan rentang $30-80^\circ$. Perbandingan 2θ antara ZnO hasil sintesis dan ZnO standar pun memiliki kemiripan, berdasarkan hasil XRD dapat diartikan bahwa sintesis yang dilakukan telah berhasil membentuk ZnO.

Kemudian dilakukan perbandingan bentuk struktur grup ruang dan parameter kisi dari ketiga ZnO hasil sintesis dengan ZnO standar seperti yang ditunjukkan pada **Tabel 3**.

Tabel 3. Perbandingan parameter kisi

Parameter Kisi	ZnO standar	ZnO-A	ZnO-B	ZnO-C
Bentuk	Hexagonal	Hexagonal	Hexagonal	Hexagonal
Grup ruang	P63mc	P63mc	P63mc	P63mc
a (\AA)	3,2495	3,2495	3,2492	3,2495
b (\AA)	3,2495	3,2495	3,2492	3,2495
c (\AA)	5,2069	5,2054	5,2054	5,2055
α ($^\circ$)	90	90	90	90
β ($^\circ$)	90	90	90	90
γ ($^\circ$)	120	120	120	120
Goodness-of-Fit (%)		3,2612	3,0992	3,1968
Rp (%)		11,48	11,82	11,91
Rwp (%)		15,71	15,78	16,59

Setelah dibandingkan, dapat dikatakan bahwa antara ketiga ZnO hasil sintesis dengan ZnO standar memiliki kriteria bentuk dan struktur grup ruang sama. Struktur ZnO hasil sintesis berbentuk heksagonal dengan *space group* P63mc. Sedangkan pada parameter kisi terdapat sedikit nilai yang berbeda pada nilai a, b dan c dari ZnO-A, ZnO-B dan ZnO-C hal ini disebabkan oleh aglomerasi yang mengakibatkan adanya perubahan nilai parameter kisi tanpa mempengaruhi struktur kristal yang terbentuk dan dapat memperkuat bahwa ketiga ZnO hasil sintesis berhasil dibuat [21].

Dalam menentukan parameter kisi dilakukan dengan metode Le Bail menggunakan aplikasi *HighScore Plus* dengan cara dilakukan pencocokan antara ketiga ZnO hasil sintesis dan standar ZnO berdasarkan nilai kesesuaian (GoF), hasil faktor profil (Rp) dan faktor profil berbobot (Rwp). Jika nilai kesesuaian (GoF) 1 dan $<4\%$, sedangkan Rp dan Rwp $<20\%$ [22]. maka dapat dikatakan terjadi keberhasilan pencocokan.

Sedangkan dari hasil pengukuran yang dapat dilihat pada **Tabel 3** bahwa terjadi keberhasilan pencocokan, hal ini dibuktikan dengan nilai-nilai yang mendekati syarat pencocokan.

Dalam penentuan ukuran kristal dari ketiga ZnO ditentukan dengan menggunakan persamaan Debye Scherrer sebagai berikut [23]:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta}$$

Dimana, D adalah ukuran diameter kristalit; k adalah konstanta proporsionalitas (0,9); λ adalah panjang gelombang dari sinar-x yang digunakan; β adalah *full width at half maximum* dan θ adalah sudut Bragg.

Berdasarkan hasil analisis menggunakan aplikasi Origin dan hasil perhitungan menggunakan Ms.Excel didapatkan ukuran kristal dari kristal ZnO-A, ZnO-B, dan ZnO-C. Ukuran kristal dapat dilihat pada **Tabel 4**.

Tabel 4. Ukuran kristal dan kristalinitas ZnO.

ZnO	Ukuran Kristal	Kristalinitas
A	29,74 nm	86,59%
B	27,14 nm	86,04%
C	24,02 nm	86,05%

Jika dilihat dari hasil yang didapatkan bahwa ketiga ZnO hasil sintesis memiliki ukuran kristal yang berbeda-beda terdapat pada rentang 24-29 nm yang termasuk kedalam nanokristalin. Dapat dikatakan terjadi perubahan ukuran kristal yang disebabkan oleh pengaruh konsentrasi prekursor dan konsentrasi agen pengendap yang kemudian diikuti oleh pengaruh kecepatan pengadukan dan waktu pengadukan.

Semakin besar konsentrasi prekursor maka ukuran kristal yang dihasilkan akan semakin kecil. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Aboorvakani, dkk (2020), dalam mengamati pengaruh konsentrasi prekursor $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ menggunakan variasi 0,05 M, 0,1 M, 0,15 M dan 0,2 M. Penelitian tersebut mendapatkan ukuran kristal secara berturut-turut sebesar 29.02 nm, 28.43 nm, 26.85 nm, 22.79 nm [12]. Juga semakin besar konsentrasi agen pengendap maka ukuran kristal yang dihasilkan akan semakin kecil. Hal ini pun sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Koutu, dkk (2016), dalam mengamati pengaruh konsentrasi NaOH sebagai agen pengendap, konsentrasi yang digunakan 0,1 M, 0,2 M, 0,3 M dan 0,4 M dan didapatkan ukuran kristal secara berurutan sebesar 40 nm, 38 nm, 30 nm, dan 23 nm [13]. Selain itu hal ini juga sesuai dengan penelitian yang telah

dilakukan oleh Bumajdad, dkk (2015), dengan memvariasikan konsentrasi agen pengendap NaOH dengan variasi 0,1 M, 0,2 M, dan 0,4 M dan didapatkan ukuran kristal secara berurutan sebesar 49 nm, 46 nm, dan 31 nm [24].

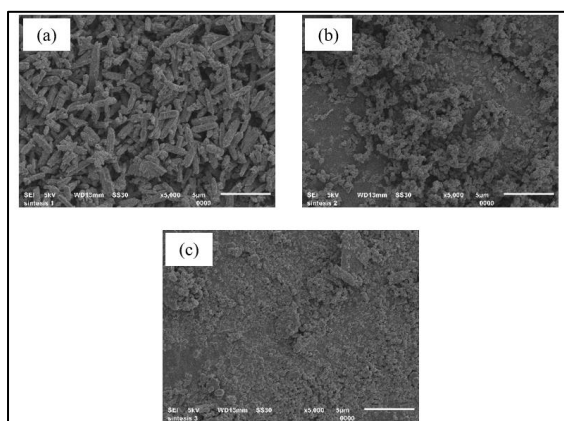
Mengenai kecepatan pengadukan, menurut Mohd Farhan Khan, dkk (2016) bahwa kecepatan pengadukan pun berpengaruh ke ukuran kristal. Semakin cepat kecepatan pengadukan nya maka semakin kecil ukuran kristal yang didapatkan [15]. Namun pada hasil penelitian yang telah dilakukan ini berbeda karena pada kecepatan pengadukan 1000 rpm menghasilkan ukuran kristal yang lebih besar (29,74 nm) daripada ketika kecepatan pengadukan 500 rpm (24,02 nm) hal ini disebabkan akibat tidak adanya penambahan surfaktan dalam penelitian ini. Sedangkan pada penelitian yang telah dilakukan Mohd Farhan Khan, dkk (2016) menggunakan surfaktan berupa CTAB dimana surfaktan ini juga dapat mengontrol pertumbuhan ukuran kristal.

Selain itu, menurut Moghazy (2021) bahwa waktu pengadukan berpengaruh terhadap pembentukan ukuran kristal. Semakin lama waktu pengadukan maka semakin besar ukuran kristal yang didapatkan [16]. Namun pada hasil penelitian yang telah dilakukan ini berbeda karena pada waktu pengadukan 30 menit menghasilkan ukuran kristal yang lebih besar (27,14 nm) daripada ketika waktu pengadukan selama 60 menit (24,02 nm) hal ini disebabkan akibat terjadi aglomerasi yang menyebabkan ukuran kristal menjadi lebih besar [25].

Adapun mengenai kristalinitas, ZnO-A dengan ukuran kristal 29,74 nm memiliki kristalinitas yang paling baik dari ZnO sintesis lainnya meskipun hasil kristalinitasnya tidak berubah secara signifikan. Kristalinitas dari masing-masing ZnO dapat dilihat pada **Tabel 2**.

Scanning Electron Microscopy

Analisis karakterisasi dengan menggunakan instrumen SEM digunakan untuk mengetahui morfologi dan ukuran partikel rata-rata ketiga ZnO hasil sintesis. Dalam proses pengukuran, perbesaran pengambilan gambar sebesar 5.000x. Morfologi dari ZnO-A, ZnO-B dan ZnO-C dapat dilihat pada **Gambar 3**.



Gambar 3. Hasil karakterisasi SEM ZnO (a) ZnO-A (b) ZnO-B (c) ZnO-C.

Dilihat dari **Gambar 3** Hasil analisis SEM bahwa sampel dari ZnO-A, ZnO-B dan ZnO-C hasil sintesis memiliki morfologi dengan bentuk nanorods hal ini dapat dilihat bahwa morfologi yang dihasilkan berbentuk batang yang hexagonal. Jika dilihat dari hasil SEM, ukuran partikel ZnO-A > ZnO-B > ZnO-C. Pada ZnO-B dan ZnO-C pembentukan morfologi nanorods belum terjadi sempurna dan terjadi aglomerasi (penumpukan partikel), yang menyebabkan ukuran partikel tidak seragam.

Untuk menganalisis ukuran partikel rata-rata dan ukuran distribusi partikel (polidispersitas) masing-masing ZnO dianalisis dengan menggunakan aplikasi ImageJ, sampel data partikel secara acak diambil sebanyak 100 sampel. Kemudian hasil dari ImageJ diubah ke dalam histogram menggunakan aplikasi Origin dan dihitung lebih lanjut menggunakan Ms.Excel. Berikut ini hasil ukuran partikel rata-rata dan Polidispersitas dapat dilihat pada **Tabel 5**.

Tabel 5. Ukuran partikel rata-rata dan Polidispersitas.

ZnO	Ukuran partikel rata-rata (nm)	Polidispersitas
ZnO-A	$0,8780 \pm 0,2148$	24,47%
ZnO-B	$0,3710 \pm 0,0619$	16,69%
ZnO-C	$0,3568 \pm 0,0604$	16,94%

Dapat dilihat pada **Tabel 5** bahwa ZnO-A memiliki ukuran partikel paling besar dan ZnO-C yang memiliki ukuran partikel paling kecil. Ketiga ZnO hasil sintesis termasuk kedalam nanopartikel karena nanopartikel terdapat pada rentang 0-100 nm. Selain itu, ukuran partikel ini

dapat mempengaruhi aktivitas dalam fotokatalisis. Semakin kecil ukuran suatu partikel maka luas permukaan akan semakin besar sehingga jumlah foton yang terserap akan lebih maksimal dan menghasilkan radikal hidroksil yang meningkat. Nilai keberagaman ukuran partikel (polidispersitas) yang didapatkan sekitar 16-24%. Sehingga dapat diketahui ukuran partikel yang sama atau sejenis pada ZnO-A, ZnO-B dan ZnO-C secara berurut sebesar 75,53%, 83,31% dan 83,06%.

Aplikasi Fotokatalisis ZnO

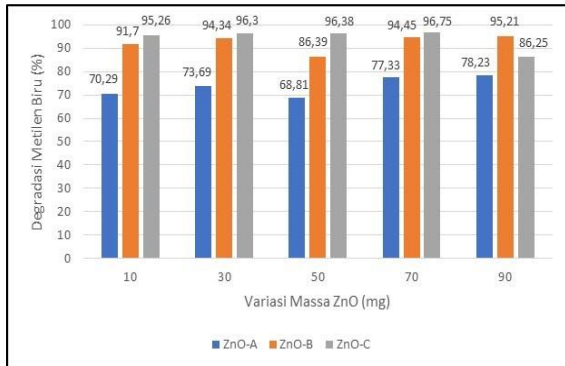
ZnO-A, ZnO-B dan ZnO-C hasil sintesis diaplikasikan untuk fotokatalisis dalam penurunan intensitas zat warna Metilen Biru. Dalam proses aplikasi fotokatalisis ini dilakukan beberapa variasi yaitu variasi massa ZnO, waktu penyinaran dan konsentrasi Metilen Biru. Setiap variasi pada proses fotokatalisis ini dilakukan secara duplo.

Variasi Massa ZnO

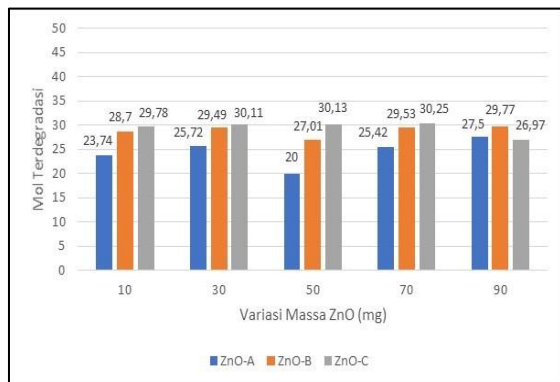
Dalam variasi massa ZnO, dilakukan penentuan massa ZnO-A, ZnO-B, ZnO-C yang paling optimum dalam penurunan intensitas zat warna Metilen Biru. Variasi massa ZnO yang digunakan yaitu 10, 30, 50, 70, dan 90 mg. Masing-masing variasi massa ZnO dimasukkan ke dalam larutan Metilen Biru dengan konsentrasi 10 ppm sebanyak 10 mL selama 180 menit. **Gambar 4** menunjukkan grafik hasil % dekolorisasi dan **Gambar 5** menunjukkan mol terdegradasi pada zat warna Metilen Biru dengan berbagai variasi massa ZnO.

Dari **Gambar 4** dan **Gambar 5** diatas dapat dilihat bahwa % dekolorisasi dan mol terdegradasi yang paling besar terjadi pada massa ZnO sebesar 90 mg untuk ZnO-A dan ZnO-B, sedangkan pada ZnO-C sebesar 70 mg. Massa tersebut merupakan massa optimum, hal ini disebabkan karena pada massa ZnO-A dan ZnO-B 90 mg serta ZnO-C 70 mg memiliki jumlah situs aktif yang lebih banyak pada permukaan fotokatalisis yang dapat meningkatkan jumlah radikal hidroksil dan superoksida, sehingga kinerja fotokatalisis pun semakin meningkat dalam menurunkan intensitas zat warna Metilen Biru. Selain itu, massa 50 mg pada ZnO-A dan ZnO-B serta 90 mg pada ZnO-C mendapatkan hasil % dekolorisasi dan mol

terdegradasi yang sangat rendah, hal ini terjadi karena terdapat aglomerasi pada fotokatalis yang menyebabkan penurunan situs aktif pada permukaan fotokatalis sehingga jumlah radikal hidroksil dan superoksida nya pun menurun.



Gambar 4. Variasi massa ZnO persentase degradasi.



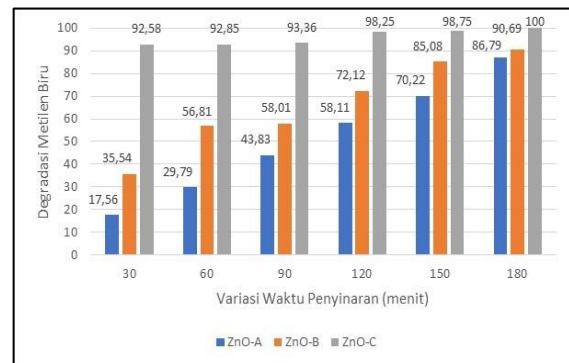
Gambar 5. Variasi Massa ZnO Mol Terdegradasi.

Variasi Waktu Penyinaran

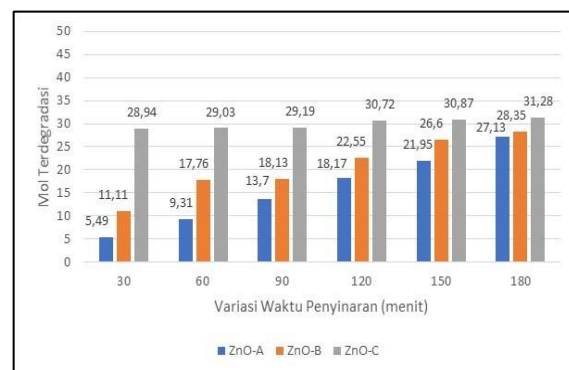
Dalam variasi waktu penyinaran, dilakukan penentuan waktu penyinaran yang paling optimum dalam penurunan intensitas zat warna Metilen Biru. Massa ZnO yang digunakan adalah massa terbaik yang telah dihasilkan dari percobaan sebelumnya yaitu 90 mg untuk ZnO-A dan ZnO-B, 70 mg untuk ZnO-C. Masing-masing massa ZnO dimasukkan ke dalam larutan Metilen Biru yang memiliki konsentrasi sebesar 10 ppm sebanyak 10 mL dengan variasi waktu penyinaran 30, 60, 90, 120, 150 dan 180 menit. Gambar 6 menunjukkan grafik hasil % dekolorisasi dan Gambar 7 menunjukkan mol terdegradasi pada zat warna Metilen Biru dengan berbagai variasi waktu penyinaran.

Dari Gambar 6 dan Gambar 7, waktu penyinaran selama 180 menit merupakan waktu

penyinaran yang optimum karena mendapatkan % dekolorisasi dan mol terdegradasi yang paling besar. Hal ini dapat dikatakan bahwa semakin lama waktu penyinaran maka semakin banyak senyawa Metilen Biru yang terdekolorisasi oleh sinar tampak. Dengan demikian semakin lama waktu penyinaran akan semakin banyak energi yang terserap oleh elektron dalam proses eksitasi, maka jumlah radikal hidroksi yang terbentuk pun akan semakin meningkat. Jumlah hidroksi yang semakin meningkat dapat meningkatkan proses pemutusan ikatan pada gugus N dalam Metilen Biru sehingga dapat menghilangkan warna biru dalam larutan Metilen Biru.



Gambar 6. Variasi waktu penyinaran ZnO persentase degradasi.



Gambar 7. Variasi waktu penyinaran ZnO mol terdegradasi.

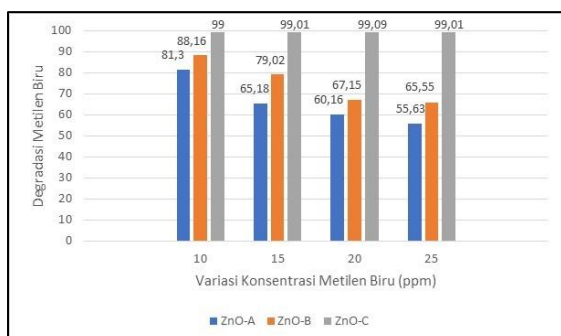
Variasi Konsentrasi Metilen Biru

Pada variasi yang terakhir yaitu variasi konsentrasi Metilen Biru, variasi ini dilakukan untuk menentukan konsentrasi Metilen Biru yang paling optimum dalam penurunan intensitas zat warna Metilen Biru. Pada variasi ini menggunakan massa ZnO terbaik dari percobaan sebelumnya yaitu 90 mg untuk ZnO-

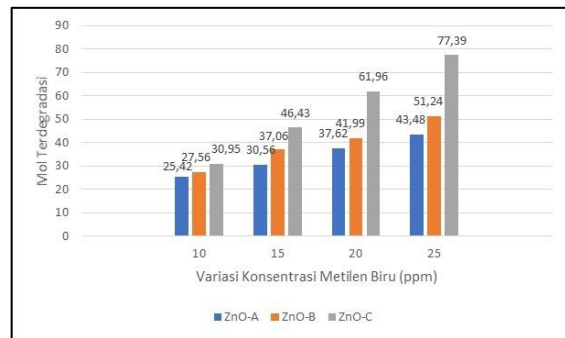
A dan ZnO-B, 70 mg untuk ZnO-C. Masing-masing massa ZnO dimasukkan ke dalam larutan Metilen Biru yang memiliki konsentrasi berbeda-beda yaitu 10, 15, 20, dan 25 ppm sebanyak 10 mL dengan waktu penyinaran terbaik pada percobaan sebelumnya yaitu 180 menit. **Gambar 8** menunjukkan grafik hasil % dekolorisasi dan **Gambar 9** menunjukkan mol terdegradasi pada zat warna Metilen Biru dengan berbagai variasi konsentrasi Metilen Biru.

Gambar 8 dapat dilihat bahwa konsentrasi yang menghasilkan % dekolorisasi terbaik dalam ZnO-A dan ZnO-B terdapat pada konsentrasi Metilen Biru 10 ppm sedangkan pada konsentrasi Metilen Biru 25 ppm menghasilkan % dekolorisasi lebih kecil. Hal ini dapat dijelaskan bahwa semakin besar konsentrasi larutan Metilen Biru maka semakin sulit fotokatalisis menyerap cahaya sehingga pembentukan radikal hidroksil menjadi terhambat. Oleh karena itu semakin tinggi konsentrasi larutan Metilen Biru maka % dekolorisasinya semakin menurun. Sedangkan % dekolorisasi terbaik dalam ZnO-C terdapat pada konsentrasi Metilen Biru 20 ppm, karena fotokatalis menyerap cahaya lebih banyak sehingga terjadi eksitasi yang maksimal dan pembentukan radikal hidroksil pun meningkat.

Selain itu, dapat dilihat pada **Gambar 9**. Berdasarkan jumlah mol, maka kinerja terbaik diperoleh pada konsentrasi 25 ppm. Hal ini dapat dikatakan bahwa semakin tinggi konsentrasi larutan Metilen Biru maka semakin banyak jumlah mol yang terdegradasi sehingga fotokatalis ZnO terus berjalan karena terus menerus mendapatkan energi dari sumber cahaya maka akan menghasilkan radikal hidroksil dan superoksida yang lebih banyak.



Gambar 8. Variasi konsentrasi metilen biru ZnO persentase degradasi.



Gambar 9. Variasi konsentrasi metilen biru ZnO mol terdegradasi.

SIMPULAN

Konsentrasi prekursor dan konsentrasi agen pengendap berpengaruh dalam ukuran kristal ZnO, semakin besar konsentrasi prekursor dan agen pengendap maka semakin kecil ukuran kristal yang didapatkan. Sedangkan kecepatan pengadukan dan waktu pengadukan memiliki pengaruh dalam pembentukan ukuran kristal, dengan pola ukuran kristal naik turun dari ZnO-B > ZnO-C < ZnO-A. Dalam karakterisasi XRD menghasilkan ukuran partikel ZnO-A, ZnO-B, dan ZnO-C secara berurutan sebesar 29,74 nm, 27,14 nm dan 24,02 nm dengan struktur kristal atau fase *zincite* berbentuk heksagonal. Sedangkan Karakterisasi SEM menghasilkan morfologi yang dihasilkan dari ketiga ZnO tersebut berbentuk *nanorods*. Selain itu penurunan intensitas zat warna metilen biru, aktivitas optimumnya terdapat pada ZnO-C dengan massa sebanyak 70 mg pada konsentrasi metilen biru 20 ppm dan waktu penyinaran selama 180 menit.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terimakasih kepada Laboratorium Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Gunung Djati Bandung serta teman-teman yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan penelitian ini dan dapat mengikuti Seminar Nasional Kimia 2021 UIN Sunan Gunung Djati Bandung.

REFERENSI

- [1] H. Oalid dan C. Mahdi, "Removal of Methylene Blue From Aqueous Solutions

- by Wheat Bran,” *Acta Chim*, vol. 54, pp. 407-418, 2006.
- [2] C. Wang, S. Luo, C. Liu, X. Liu dan C. Chen, “Photocatalytic performance of single crystal ZnO nanorods and ZnO nanorods films under natural sunlight,” *Inorganic Chemistry Communications*, vol. CXIV, pp. 1-7, 2020.
- [3] Kaleem Ahmad Khan, Himadri Roy Ghatak and Sandeep Mohan Ahuja, “Photocatalytic Technology: A Review of Environmental Protection and Renewable Energy Application for Sustainable Development,” *Environmental Technology & Innovation*, vol. XIX, no. 4, pp. 1-81, 2020.
- [4] Dian Eka Chandra, Noor Hindryawati and Soerja Koesnarpadi, “Degradasi Metilen Biru dengan Metode Fotokatalitik Berdasarkan Variasi Berat Katalis Zeolit-WO₃,” dalam *Prosiding Seminar Nasional Kimia Universitas Mulawarman*, Samarinda, 2015.
- [5] Nevi Dwi Andari and Sri Wardhani, “Fotokatalis TiO₂-Zeolit Untuk Degradasi Metilen Biru,” *Chem. Prog.*, vol. VII, no. 1, pp. 9-14, 2014.
- [6] Agnieszka Kołodziejczak-Radzimska and Teofil Jesionowski, “Zinc Oxide—From Synthesis to Application: A Review,” *Materials (Basel)*, vol. VII, no. 4, pp. 2833-2881, 2014.
- [7] Iwantono, Elvi Oktorina, Erman Taer and Rika Taslim, “Karakterisasi Dan Penumbuhan Nanopartikel Zink-Oxide (ZnO) Di Atas Substrat Padat Dengan Metode Hidrotermal,” dalam *Prosiding Seminar Nasional dan Rapat Tahunan Bidang MIPA 2019*, Bogor, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Pertanian Bogor, 2019, pp. 510-517.
- [8] R. U. Lubis, “Sintesis dan Karakterisasi Pertumbuhan Nanopartikel ZnO dengan Metode Sol-Gel,” *Paidagoge*, vol. II, no. 3, pp. 72-81, 2017.
- [9] Eva Novarini and Tatang Wahyudi, “Sintesis Nanopartikel Seng Oksida (ZnO) Menggunakan Surfaktan sebagai Stabilisator dan Aplikasinya pada Pembuatan Tekstil Anti Bakteri,” *Jurnal Ilmiah Arena Tekstil*, vol. XXVI, no. 2, pp. 81-87, 2011.
- [10] Nurul Rosyidah, Sri Yani Purwaningsih and Darminto, “Sintesis Nanopartikel ZnO dengan Metode Kopresipitasi,” *Jurnal Teknik Pomits*, vol. VII, no. 2, pp. 1-7, 2009.
- [11] Yollafebrisa Wizul, Indang Dewata and Edi Nasra, “Studi Kopresipitasi Zn²⁺ Menggunakan Al(OH)₃ sebagai kopresipitan,” *Periodic*, vol. II, no. 2, pp. 6-10, 2013.
- [12] R. Aboorvakani, S. J. Kennady Vethanathan and K.U Madhu, “Influence of Zn Concentration on Zinc Oxide Nanoparticles and Their Anti-Corrosion Property,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. DCCCXXXIV, pp. 1-2, 2020.
- [13] Vaibhav Koutu, Shastri Lokesh and M. M. Malik, “Effect of NaOH Concentration On Optical Properties of Zinc Oxide Nanoparticles,” *Nanotechnology Research Laboratory*, vol. XXXIV, no. 4, pp. 1-9, 2016.
- [14] Sherly Ningsih and Kasuma Warda, *Sintesis Anorganik*, Padang: UNP Press Padang, 2016.
- [15] M. Farhan Khan, Akhter H. Ansari, M. Hameedullah, E. Ahmad, F. M. Husain, Qamar Zia, Umair Baig, M, “Sol-gel Synthesis of Thorn-like ZnO Nanoparticles Endorsing Mechanical Stirring Effect and Their Antimicrobial Activities: Potential Role as Nano-antibiotics,” *Scientific Reports*, vol. VI, no. 27689, pp. 1-12, 2016.
- [16] M. A. Moghazy, “Effect of Stirring Time on ZnO Nanoparticles Properties and Morphology,” *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, vol. MXLVI, no. 1, pp. 1-10, 2021.
- [17] M. S. Niasari, F Davar and T. A Mahmoudi, “A Simple route to Synthesize Nanocrystalline Nickel Ferrite (NiFe₂O₄) in the Presence of Octanoic Acid as A Surfactant.,” *Polyhedron*, vol. XXVIII, no. 8, pp. 1455-1458, 2009.
- [18] Rodiah Nurbayasari, Nanda Saridewi and Shofwatunnisa, “Biosintesis dan

- karakterisasi Nanopartikel ZnO dengan Ekstrak Rumput Laut Hijau *Caulerpa* sp.," *Jurnal Perikanan Universitas Gajah Mada*, vol. XIX, no. 1, pp. 17-28, 2017.
- [19] Vianti Aprilia , Pengaruh Temperatur Kalsinasi dan Laju Pemanasan pada Sintesis ZnO Terhadap Sifat Antibakteri, Bandung: Jurusan Kimia UIN Sunan Gunung Djati Bandung, 2019 .
- [20] Julian Medina, Harold Bolanos, L. P. Mosquera-Sanchez, J. E. Rodriguez-Paez , "Controlled Synthesis of ZnO Nanoparticles and Evaluation of Their Toxicity in Mus Musculus Mice," *International Nano Letters*, vol. VIII, pp. 165-179, 2018.
- [21] Fitria Ardhiati and Muldarisnur , "Pengaruh Konsentrasi Larutan Prekursor Terhadap Morfologi dan Ukuran Kristal Nanopartikel Seng Oksida," *Jurnal Fisika Unand*, vol. VIII, no. 2, pp. 133-138, 2019.
- [22] E. H. Kisi dan C. J. Howard, *Applications of Neutron Powder Diffraction*, Oxford: Oxford University Press, 2012.
- [23] Masruroh, A. Bakti Manggara, Titus Papolaka and Rachmat Triandi T, "Penentuan Ukuran Kristal (crystalline size) Lapisan Tipis PZT dengan Metode XRD Melalui Pendekatan Persamaan Debye Scharrer," *Journal of Educational innovation* , vol. I, no. 2, pp. 24-29, 2013.
- [24] Ali Bumajdad and Metwally Madkour , "In Situ Growth of ZnO Nanoparticles in Precursor Insensitive Water in Oil Microemulsion as Soft Nanoreactors," *Nanoscale Research Letters*, vol. X, no. 1, pp. 1-5, 2015.
- [25] A. Dewi Rosanti, Anggita R. K. Wardani and H. Agusyanti Anggraeni, "Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Karakteristik dan Aktivitas Fotokatalis N/TiO₂ Pada Penjernihan Limbah Batik Tenun Ikat Kediri," *Indonesian E-Journal of Applied Chemistry*, vol. VIII, no. 1, pp. 26-33, 2020.
- [26] P. Bormans, *Ceramics are more than Clay Alone*, Cambridge: Cambridge International Science Publishing, 2004.
- [27] M. P. Fewell, "The atomic nuclide with the highest mean binding energy," *American Journal of Physics*, vol. 63, no. 7, pp. 653-658, 1995.