

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini terdiri dari tahap sintesis, karakterisasi, dan pengujian kinerja fotokatalis nanokomposit ZnO/NiO. Tahapan sintesis dan pengujian aktivitas fotokatalitik degradasi nanokomposit ZnO/NiO dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia (Gedung FPMIPA B-UPI). Tahap karakterisasi meliputi uji FTIR, XRD yang dilakukan di Laboratorium Instrumentasi Kimia (FPMIPA UPI). Adapun tahap uji kinerja fotokatalisis dilakukan di Laboratorium Riset Kimia (Gedung FPMIPA B-UPI) menggunakan set alat fotokatalis dan spektrofotometer UV-Vis. Seluruh penelitian ini dilakukan pada rentang waktu Februari sampai Agustus 2023.

3.2 Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan adalah Zink Nitrat Tetrahidrat ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), Natrium Hidroksida (NaOH), Nikel Nitrat Heksahidrat ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (99.99%), etanol dan aquades. Zat warna yang digunakan adalah *rhodamine B* (RB) (C.I. 45170). Semua bahan kimia yang digunakan kecuali aquades dan etanol merupakan bahan dengan *grade PA* (Merck).

Alat-alat yang digunakan pada tahap sintesis dan uji performa meliputi autoklaf (100 ml), gelas kimia (50, 250, 400, dan 1000 mL), gelas ukur (50 dan 100 mL), botol vial kaca 25 mL, kaca arloji, batang pengaduk, spatula, botol semprot, pH meter, *magnetic stirrer*, pipet tetes, neraca analitik, desikator, labu takar (25, 100 dan 250 mL), lampu UV-A, lampu UV-C, *hot plate*, sentrifuge, oven, *furnace*, ultrasonicator, dan set alat fotokatalitik.

Instrumentasi yang digunakan untuk karakterisasi dan pengujian kinerja nanokomposit katalis meliputi *Fourier Transmission Infrared* (FT-IR)

Sadina Sahitya Dewi, 2023

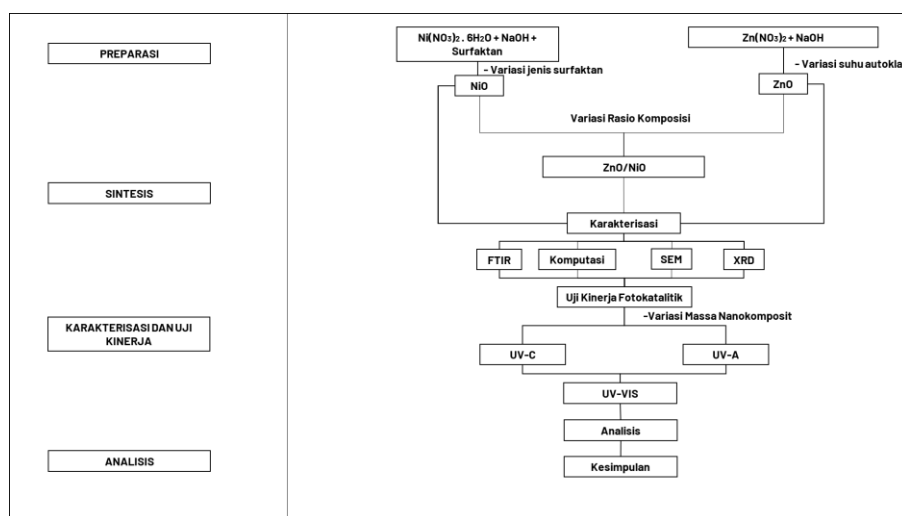
SINTESIS, KARAKTERISASI DAN KINERJA KATALIS NANOKOMPOSIT ZnO/NiO DALAM FOTODEGRADASI ZAT WARNA

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

(Shimadzu 8400), *X-Ray Diffraction* (XRD) (Bruker D8 Advance ECO), dan Spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu M1240).

3.3 Metode Penelitian

Penelitian ini terdiri dari tahap preparasi, sintesis, karakterisasi dan uji performa dengan metode fotokatalisis. Pada tahap preparasi dilakukan sintesis bahan dan penentuan kondisi optimum sintesis ZnO, NiO, pada proses sintesis dilakukan komposisi optimum ZnO/NiO. Karakterisasi struktur dan morfologi serta stabilitas termal katalis hasil sintesis dilakukan dengan menggunakan instrumen FTIR dan XRD. Pengujian kinerja katalis hasil reaksi dilakukan dengan melakukan optimasi komposisi katalis dan jenis lampu UV (UV-A dan UV-C) pada degradasi zat warna Rhodamin B (RB). Perhitungan *band gap* dengan bantuan pemodelan komputasi dengan metode *Density Functional Theory* (DFT).



Gambar 3. 1 Bagan Alir Penelitian

3.3.1 Sintesis Nanokomposit ZnO/NiO

3.3.1.1 Sintesis NiO dengan Metode Kopresipitasi

Nanopartikel ZnO disintesis dari larutan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan larutan NaOH. Mula-mula larutan NaOH dengan konsentrasi

Sadina Sahitya Dewi, 2023

SINTESIS, KARAKTERISASI DAN KINERJA KATALIS NANOKOMPOSIT ZnO/NiO DALAM FOTODEGRADASI ZAT WARNA

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

0.5 M disiapkan, kemudian ditambahkan variasi surfaktan (PEG 5 kDa, PVP 35 kDa dan 40 kDa) masing-masing sebanyak 1 gram dan diaduk hingga homogen. Pada gelas lain disiapkan larutan Nikel Nitrat dengan konsentrasi 0.5 M. Selanjutnya kedua larutan dicampur dengan pengadukan menggunakan pengaduk magnetik selama 1 jam dengan kecepatan 1000 rpm, hasil pencampuran memiliki pH sebesar 13. Pada tahap ini terbentuk larutan tidak berwarna dan endapan berwarna hijau. Pada tahap selanjutnya endapan yang diperoleh dicuci dengan aquades dan etanol beberapa kali untuk mencapai pH=7. Endapan hijau kemudian dikeringkan dalam oven dengan suhu 50 °C selama 24 jam kemudian dikalsinasi menggunakan *furnace* dengan suhu 300 °C selama 2 jam dan diperoleh padatan berwarna hitam. Nanopartikel NiO yang telah diperoleh dinotasikan dengan NiO-1, NiO-2, NiO-3 untuk variasi surfaktan secara berturut-turut PEG 5 kDa, PVP 35 kDa dan 40 kDa.

3.3.1.2 Sintesis ZnO dengan Metode Hidrotermal

Nanopartikel ZnO disintesis dari larutan $Zn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ dan larutan NaOH. Sintesis ZnO pada penelitian ini menggunakan metode hidrotermal. Mula-mula larutan Zink Nitrat 0.1 M disiapkan, larutan Zink nitrat yang telah dibuat memiliki pH awal 6.68. Kemudian pada gelas lain dibuat larutan NaOH dengan konsentrasi 1 M. Larutan Zink Nitrat ditambahkan NaOH tetes demi tetes hingga mencapai pH 7 sembari diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 2 jam dengan kecepatan 300 rpm. Pada tahap ini dihasilkan larutan berwarna putih. Larutan yang dihasilkan selanjutnya dimasukkan kedalam autoklaf (100 ml) yang dipanaskan dalam oven dengan variasi suhu 50, 100 dan 150°C, pada proses ini dihasilkan larutan tidak

berwarna dengan endapan berwarna putih. Selanjutnya larutan dan endapan disaring dicuci menggunakan aquades sebanyak 5 kali, endapan putih yang telah dipisahkan selanjutnya di oven pada suhu 90 °C selama 24 jam kemudian dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 3 jam dan didapatkan padatan berwarna putih. Nanopartikel ZnO yang telah diperoleh dinotasikan dengan ZnO-1, ZnO-2 dan ZnO-3 untuk variasi suhu pemanasan autoklaf 50, 100 dan 150 °C secara berturut-turut.

3.3.2 Sintesis Nanokomposit ZnO/NiO

Nanopartikel oksida logam yang telah disiapkan kemudian dicampurkan dengan konsentrasi yang sesuai dengan berbagai rasio massa (gram) ZnO:NiO (1:1; 1:2 dan 2:1) Campuran tersebut kemudian ditambahkan kedalam 60 mL aquades lalu di ultrasonikasi (40 kHz, 180 watt) selama 2 jam. Endapan kemudian disaring lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 50 °C selama 24 jam kemudian dikalsinasi pada suhu 650 °C selama 4 jam. Hasil sintesis dinotasikan ZnO/NiO-1, ZnO:NiO, ZnO/NiO-3 untuk variasi secara rasio massa (gram) berturut-turut 1:1; 1:2 dan 2:1.

3.3.3 Karakterisasi ZnO, NiO dan ZnO/NiO

Pada tahap ini, dilakukan karakterisasi terhadap nanopartikel dan nanokomposit yang telah disintesis. Adapun karakterisasi yang telah dilakukan diantaranya:

3.3.3.1 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

Analisis FTIR dibutuhkan untuk memprediksi mekanisme pembentukan dari sampel yang diuji (Loutfy *et al.*, 2016). Pada penelitian ini, FTIR digunakan untuk mengetahui interaksi kimia yang berlangsung dan verifikasi keberhasilan sintesis nanopartikel ZnO, NiO dan nanokomposit ZnO/NiO. Sampel

diukur dengan FTIR- Shimadzu 8400 pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} dengan pelet KBr pada suhu kamar.

3.3.3.2 X-Ray Diffraction (XRD)

Pada penelitian ini, XRD digunakan untuk mengetahui kristalinitas dan ukuran dari ZnO, NiO dan ZnO/NiO yang disintesis. Analisis XRD dilakukan setelah sampel telah dimasukkan ke dalam holder dengan bantuan kaca prepatat untuk memastikan permukaan sampel rata dengan permukaan holder. Selanjutnya sampel dianalisis dengan instrumen XRD. Dalam analisisnya, digunakan XRD Bruker D8 Advance Eco pada kisaran $2\theta = 20^\circ - 80^\circ$ dengan laju pemindaian $2^\circ/\text{menit}$ (radiasi Cu $K\alpha$, $\lambda = 0,15406 \text{ nm}$, 50 kV, 300 mA). Dari pola difraksi sinar-X yang diperoleh, dapat ditentukan ukuran kristal menggunakan persamaan persamaan Bragg dan Scherrer.

3.3.2.3 Spektrofotometer UV-Vis

Analisis optik dan energi celah pita dihitung menggunakan spektrum absorbansi yang diperoleh dari spektrofotometer UV-Vis Shimadzu M1240 dengan rentang spektra 200-800 nm. Pengujian sampel dilakukan dengan cara memasukkan aquades terlebih dahulu sebagai blanko ke dalam kuvet, dilanjutkan dengan sampel larutan zat warna yang telah terdegradasi.

3.3.4 Uji Kinerja Katalis ZnO, NiO dan ZnO/NiO

3.3.4.1 Fotokatalisis

Aktivitas fotokatalitik dari ZnO, NiO dan ZnO/NiO dievaluasi berdasarkan hasil degradasi zat warna RB (limbah model) menggunakan lampu UV-A dan UV-C pada suhu ruang (25°C).

Sadina Sahitya Dewi, 2023

SINTESIS, KARAKTERISASI DAN KINERJA KATALIS NANOKOMPOSIT ZnO/NiO DALAM FOTODEGRADASI ZAT WARNA

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

Mula-mula katalis ZnO/NiO-1 hasil sintesis ditimbang sebanyak 0,01; 0,025 dan 0,05 gram. Kemudian katalis dicampurkan dengan larutan zat RB warna sebanyak 100 mL dengan konsentrasi 10 ppm dalam botol vial. Setelah itu, larutan diaduk menggunakan pengaduk *magnetic* selama 30 menit dalam keadaan gelap. Setelah 30 menit gelas yang berisi pewarna disimpan di bawah sinar UV-A (315-400 nm) dan UV-C (100-280 nm). Pada rentang waktu tertentu larutan diambil sebanyak 12 ml lalu disentrifugasi dengan kecepatan 3000 rpm selama 10 menit. Larutan zat warna dipipet sebanyak 4 ml ke dalam vial, vial yang berisi larutan yang telah terdegradasi lalu diukur menggunakan spektrofotometer UV-VIS. Selanjutnya hasil massa optimum dilakukan variasi komposisi katalis yaitu 1:2 dan 1:3 (dinotasikan ZnO/NiO-2 dan ZnO/NiO-3)

Panjang gelombang 554 nm untuk pewarna RB. Jumlah zat warna RB yang terdegradasi ditentukan dengan persamaan :

$$\%D = \frac{(A_0 - A_t)}{A_0} \times 100 \quad (6)$$

Dalam persamaan di atas, A_0 dan A_t masing-masing adalah absorbansi awal dan akhir larutan zat warna, dan %D merupakan persen efisiensi degradasi. Set alat fotokatalitik tersaji pada Gambar 3.2.



Sadina Sahitya Dewi, 2023

SINTESIS, KARAKTERISASI DAN KINERJA KATALIS NANOKOMPOSIT ZnO/NiO DALAM FOTODEGRADASI ZAT WARNA

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

Gambar 3. 2 Set Alat Fotokatalitik

3.3.4.2 Perhitungan Sifat Elektronik Katalis

perhitungan kimia komputasi dengan menggunakan metode *density functional theory* (DFT) dengan fungsional hibrida B3LYP dan basis set LANL2DZ.