



Penentuan Celah Pita Katalis ZnO/Zeolit Yang Disintesis Dengan Metoda Sonikasi

Nabila Fikriandini*, Universitas Negeri Padang, Indonesia

Miftahul Khair, Universitas Negeri Padang, Indonesia

ABSTRACT

This study aims to determine the ZnO/Zeolite photocatalyst synthesis process with variations of ZnO/Zeolite 5%, 10%, 15%, 20%, and 25%. This research aims to determine the band gap of the ZnO/Zeolite catalyst. The method used in synthesizing ZnO/Zeolite photocatalysts is the sonication method with time variations of 15 minutes, 30 minutes, 45 minutes, and 60 minutes. ZnO/Zeolite photocatalysts were characterized with FTIR instruments to determine functional groups and the band gap energy values of ZnO/Zeolite catalysts using UV-DRS (Ultraviolet Diffuse Reflectance Spectroscopy) instruments. Based on UV-DRS data analysis using the Kubelka-Munk method, the bandgap energy data for each catalyst were obtained as follows 2.34 eV; 2.32 eV; 2.13 eV; 2.21 eV; and 2.22 eV.

ARTICLE HISTORY

Submitted 07/02/2023
Revised 10/02/2023
Accepted 04/05/2023

KEYWORDS

Catalyst; ZnO/Zeolite; Sonication; Band gap

CORRESPONDENCE AUTHOR

✉ nfikriandini@gmail.com

DOI: <https://doi.org/10.30743/cheds.v7i1.6609>

1. PENDAHULUAN

Industri tekstil menghasilkan banyak limbah cair yang berasal dari proses pencelupan kain. Limbah tersebut mengakibatkan dampak negatif pada perairan karena adanya zat warna yang digunakan dalam prosesnya (Setiyawati *dkk.*, 2020). Limbah pewarna termasuk dalam limbah cair industri tekstil. Limbah pewarna yang dihasilkan biasanya mengandung senyawa organik non-biodegradable yang dapat mencemari lingkungan terutama air. Limbah pewarna dari industri tekstil berbahaya bagi organisme hidup karena struktur aromatik yang sulit terdegradasi. Sekitar 2000 bahan kimia seperti pewarna, zat transfer dan aditif digunakan dalam industri tekstil (Ernawati *dkk.*, 2017).

Pencemaran limbah zat warna dapat diatasi dengan beberapa metode, yaitu metode klorinasi, biodegrasi, dan ozonisasi. Namun karena biayanya yang relatif tinggi, penerapannya di Indonesia tidak efektif. Metode fotodegradasi murah dan mudah diterapkan di Indonesia. Fotodegradasi adalah proses penguraian bahan menggunakan energi foton dari sinar ultraviolet. Prinsip fotolisis adalah menggunakan fotokatalis yang berasal dari bahan semikonduktor seperti TiO₂, ZnO, Fe₂O₃ dan CdS. Semikonduktor ZnO lebih unggul dari semikonduktor TiO₂ karena dapat menyerap lebih banyak spektrum matahari dan foton daripada TiO₂. Material ZnO memiliki celah pita (3,4 eV) lebih besar dari TiO₂ (3,2 eV). (Wahyu & Dini, 2014).

Seng oksida adalah senyawa yang banyak digunakan sebagai katalis karena merupakan semikonduktor inert, memiliki celah pita kecil, sangat pengoksidasi, tidak beracun, dan relatif terjangkau. Katalis akan semakin baik efektivitasnya jika semakin besar luas permukaan per satuan massanya. Agar ukuran partikel ZnO menjadi semakin luas, diperlukan material lainnya. Material yang dapat mensupport ZnO sebagai katalis yaitu zeolit (Rahmi *dkk.*, 2021).

Zeolit adalah senyawa silika-alumina dengan ukuran pori tertentu. Selektivitas zeolit untuk reaksi dipengaruhi oleh ukuran pori zeolit. Pori-pori zeolit hanya dapat ditembus oleh molekul spesifik tertentu, yaitu *shape-selective catalysis*. Karena sifatnya, zeolit banyak digunakan sebagai adsorben, penukar ion, katalis termal, dan pendukung katalis (Rahmi *dkk.*, 2021). Zeolit mempunyai lebih banyak kelebihan karena mempunyai luas permukaan yang tinggi, stabilitas termal yang tinggi, tingginya pertukaran ion dan kapasitas adsorpsi, dan sifat ramah lingkungan (Delshade *dkk.*, 2011). Zeolit merupakan salah satu bahan pendukung fotokatalis ZnO. Fungsi pengembanan adalah untuk memperbesar luas permukaan, mengurangi laju rekombinasi, meningkatkan degradabilitas, dan meningkatkan regenerasi dan reusabilitas dalam penggunaan bahan fotokatalitik.

Pembuatan katalis ZnO yang teremban pada material zeolit telah dilakukan dengan menggunakan berbagai cara, seperti metode impregnasi (Khatamian *dkk.*, 2012), sol-gel (Zhao *dkk.*, 2015), presipitasi (Mohaghegh *et al.*, 2014), dan hidrotermal (Delshade *dkk.*, 2011). Cara-cara tersebut masih mempunyai kekurangan, seperti memerlukan waktu



pembuatan yang relatif lama, produk yang tidak terdistribusi secara merata, ukuran partikel yang dihasilkan besar, dan fasa yang didapatkan terkadang tidak stabil. Metode sonikasi merupakan metode yang belum banyak dilaporkan dan membutuhkan waktu relatif singkat.

Metode sonikasi adalah metode sintesis material anorganik yang menggunakan gelombang ultrasonik yang sangat tinggi. Pada metode ini ultrasound frekuensi tinggi (>20 kHz) dipancarkan ke dalam larutan bertekanan tinggi. Dalam proses ini, tumbukan partikel menyebabkan kavitasi pada medium, menghasilkan suhu yang sangat tinggi hingga 5000 K dengan laju pendinginan 1011 K/s. Metode ini memiliki keunggulan dapat memecah agregat kristal besar menjadi ukuran nano yang kecil, memperoleh keseragaman partikel yang tinggi, dan waktu sintesis yang singkat (Sa'bandi *dkk.*, 2021)

Berdasarkan uraian di atas, penelitian ini bertujuan untuk menentukan nilai celah pita dari katalis ZnO/Zeolit yang disintesis menggunakan metoda sonikasi.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan adalah alat-alat gelas laboratorium, *magnetic stirrer*, oven, neraca analitik, desikator, *shaker*, kertas saring, pH universal, sonikator (BK-1200), lampu UV merk Germicidal Yamano, alat *sentrifuge*, dan *furnance*. Instrumen yang digunakan yaitu (*Fourier Transform Infra Red*) tipe perkin elmer universal ATL Sampling Accesori 735 B dan UV-DRS (*Ultraviolet Diffuse Reflectance Spectroscopy*). Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu zeolit alam dari PT. Zeolite Natura Tangguh (Zeolit.id), Zink Nitrat Heksahidrat ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) (Smart-Lab), aquades, Rhodamin B.

2.2 Prosedur Penelitian

2.2.1 Sintesis Fotokatalis ZnO/Zeolit

Sebanyak 0,25 gram; 0,5 gram; 0,75 gram; 1,0 gram; dan 1,25 gram ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) ditambahkan ke dalam gelas kimia berisi 100 mL aquades. Kemudian diaduk dan ditambahkan zeolit sebanyak 5 gram. Campuran diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam. Kemudian campuran disonikasi menggunakan *ultrasonic cleaning bath* dengan gelombang ultrasonik 40 kHz 60 W selama 30 menit. Untuk memaksimalkan proses kristalisasi material, campuran didiamkan selama 24 jam. Kemudian disaring dan dicuci dengan aquades untuk menghilangkan pengotor. Selanjutnya hasil penyaringan dikeringkan dalam oven selama 1 jam dalam temperatur 110°C. Kemudian dilakukan kalsinasi pada temperature 400°C selama 2 jam.

2.2.2 Penentuan Nilai Celah Pita Menggunakan UV-DRS (*Ultraviolet Diffuse Reflectance Spectroscopy*)

Katalis ZnO/Zeolit ditentukan nilai celah pita menggunakan UV-DRS. Perhitungan energi celah pita menggunakan metoda *Kubelka-Munk*. Dimana nilai celah pita diperoleh dengan rumus :

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

Dimana,

R = *Kubelka Munk factor*

K = *Absorbance coefficient*

S = *Scattering coefficient*

R = *Reflectance*

Nilai celah pita didapatkan melalui grafik antara $h\nu$ (eV) vs $(F(R')h\nu)^{1/2}$ yang ditentukan dengan rumus sebagai berikut :

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

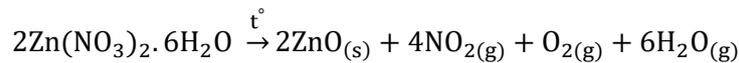
E_g merupakan nilai band gap (eV).

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Sintesis Fotokatalis ZnO/Zeolit

Sintesis ZnO/Zeolit dilakukan dengan metode sonikasi dengan prekursor $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ dan Zeolit Alam sebagai bahan pengemban. Prinsip dari metode sonikasi adalah menggunakan ultrasound frekuensi tinggi yang diradiasikan pada larutan bertekanan tinggi. Metode sonikasi memiliki kelebihan bisa memecah agregat kristal besar menjadi ukuran nano dan waktu sintesis yang singkat (Sa'bandi *dkk.*, 2021).

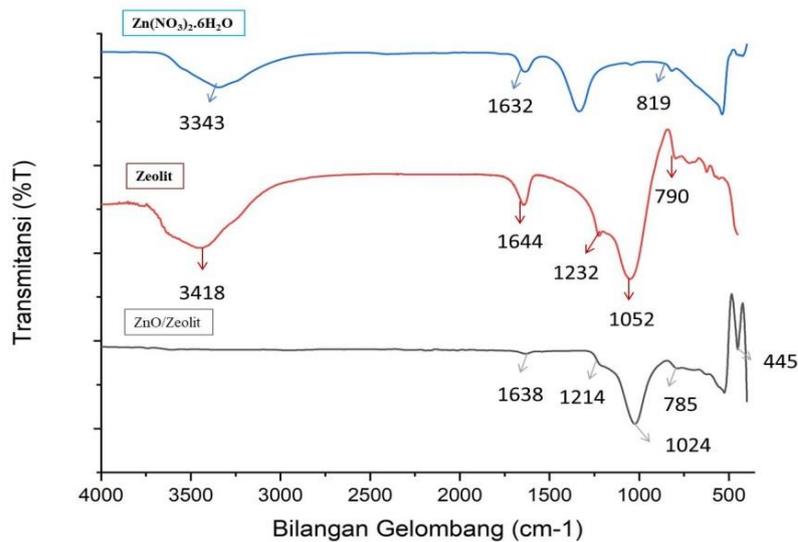
Sintesis ZnO/Zeolit dilakukan dengan cara menambahkan 5 gram zeolit yang telah diaktivasi pada $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ dengan variasi massa yaitu 0,25 gram; 0,5 gram; 0,75 gram; 1 gram; dan 1,25 gram. Setelah pencampuran dilakukan proses sonikasi. Kemudian larutan didiamkan selama 24 jam. Hal ini bertujuan untuk memaksimalkan proses kristalisasi material. Pengotor terikat dilepaskan ketika kalsinasi. Hal yang utama dari proses kalsinasi pada furnace dengan suhu $400^\circ C$ selama 2 jam adalah untuk mengubah $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ nitrat menjadi ZnO sebagaimana reaksi sebagai berikut :



Sebagaimana umumnya zeolit, zeolit alam adalah adsorben dengan pori yang banyak dan luas permukaan yang besar, sehingga bisa digunakan sebagai adsorben dan material pendukung. Penggunaan zeolit sebagai material pendukung akan mampu mendispersikan partikel semikonduktor ZnO dalam pori-pori zeolit. Hal ini akan mampu meningkatkan luas permukaan dari ZnO yang pada gilirannya akan meningkatkan kemampuannya dalam mendegradasi zat warna Rhodamin B.

3.2 Karakterisasi Fotokatalis ZnO/Zeolit dengan FTIR

Spektrofotometer FTIR digunakan untuk mengetahui dan mempelajari perubahan gugus fungsi dari ZnO/zeolit, zeolit alam, $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, dan ZnO dengan kisaran bilangan gelombang $400-4000\text{ cm}^{-1}$. Hasil analisis dapat diamati pada Gambar 1.



Gambar 1. Spektrum FTIR $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, Zeolit, dan ZnO/Zeolit

Dapat dilihat bahwa puncak serapan yang spesifik dari spektrum ZnO muncul pada rentang gelombang 452 cm^{-1} yang merupakan puncak serapan daerah regangan Zn-O. Pada spektrum $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, bilangan gelombang $819,76\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan terbentuknya koordinasi tetrahedral Zn (Javed *et al.*, 2016). Serapan yang muncul pada bilangan gelombang 1644 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk O-H dari molekul H_2O . Karakteristik zeolit muncul pada bilangan gelombang 1232 cm^{-1} , 1052 cm^{-1} , 790 cm^{-1} yang merupakan serapan regangan O-Si-O atau O-Al-O. Pada katalis ZnO/Zeolit karakteristik zeolit muncul pada 1214 cm^{-1} , 1024 cm^{-1} , 785 cm^{-1} .

Pada spektrum ZnO/Zeolit muncul serapan pada bilangan gelombang 445 cm^{-1} yang merupakan daerah regangan Zn-O. Berdasarkan penelitian (Sanjaya, 2017) yang menyatakan, daerah regangan Zn-O berada pada rentang $400-500\text{ cm}^{-1}$. Hal ini menunjukkan bahwa ZnO telah teradsorpsi pada pori-pori zeolit.

3.3 Penentuan nilai energi celah pita menggunakan UV-DRS

Karakterisasi dengan *UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy* (UV-DRS) bertujuan untuk mengetahui absorbansi dan energi celah pita dari fotokatalis. Energi celah pita adalah energi yang dibutuhkan agar elektron tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi. ZnO merupakan semikonduktor dengan energi celah pita sebesar 3,37 eV (Moiz *et al.*, 2021). Perhitungan energi celah pita menggunakan metoda *Kubelka-Munk*. Berdasarkan hasil pengukuran didapatkan energi celah pita ZnO sebesar 3,25 eV.

Tabel 1. Nilai Celah Pita Fotokatalis ZnO/Zeolit

Sampel	Celah Pita (eV)
ZnO	3.25
ZnO/Zeolit 5%	2.34
ZnO/Zeolit 10%	2.32
ZnO/Zeolit 15%	2.13
ZnO/Zeolit 20%	2.21
ZnO/Zeolit 25%	2.22

Pada Tabel 1. Besar energi celah pita pada katalis ZnO/Zeolit berturut-turut yaitu 2,34 eV; 2,32 eV; 2,13 eV; 2,21 eV; dan 2,22 eV. Energi celah pita terendah didapat pada variasi ZnO/Zeolit 15% sebesar 2,13 eV. Penelitian (Amri *et al.*, 2017) melakukan preparasi komposit ZnO/Zeolit dan memperoleh energi celah pita sebesar 2,15 eV. Berdasarkan energi celah pita ZnO dengan energi celah pita ZnO/zeolit yang diperoleh terdapat penurunan energi celah pita yang signifikan. Penurunan tersebut dapat disebabkan oleh karakter DRS zeolit yang lebih dominan daripada ZnO sehingga diperoleh kemiringan grafik yang lebih besar dengan *band gap* yang lebih rendah. Dapat disimpulkan bahwa ZnO yang terdistribusi pada zeolit dapat menurunkan besarnya energi celah pita. Penurunan celah pita ini akan mengakibatkan minimnya energi yang diperlukan untuk elektron tereksitasi dan meningkatkan efektivitas fotokatalis sehingga dapat menyerap foton lebih banyak untuk menghasilkan pasangan *electron* dan *hole* yang lebih banyak pada proses fotodegradasi (Khalid *et al.*, 2019).

4. SIMPULAN

Fotokatalis ZnO/Zeolit telah dibuat melalui proses sonikasi dalam larutan $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, pengeringan, dan kalsinasi. Nilai energi celah pita katalis ZnO/Zeolit masing-masing yaitu 2,34 eV; 2,32 eV; 2,13; 2,21 eV; dan 2,22 eV.

5. DAFTAR PUSTAKA

- Amri, S., Pranjoto, M., & Si, M. (2017). Fotodegradasi Zat Warna Congo Red Preparation And Characterization Of ZnO-Zeolit Composite For Photodegradation Of Congo Red. *Jurnal Kimia Dasar*, 6(2), 29–36.
- E. Sanatgar-Delshade, A. Habibi-Yangjeh, M. K.-M. (2011). Hydrothermal low-temperature preparation and characterization of ZnO nanoparticles supported on natural zeolite as a highly efficient photocatalyst, 119–129. <https://doi.org/10.1007/s00706-010-0441-y>
- Javed, R., Usman, M., Tabassum, S., & Zia, M. (2016). Effect of capping agents: Structural, optical and biological properties of ZnO nanoparticles. *Applied Surface Science*, 386, 319–326. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.06.042>
- Khalid, N. R., Hammad, A., Tahir, M. B., Rafique, M., Iqbal, T., Nabi, G., & Hussain, M. K. (2019). Enhanced photocatalytic activity of Al and Fe co-doped ZnO nanorods for methylene blue degradation. *Ceramics International*, 45(17), 21430–21435. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.07.132>
- Khatamian, M., & Alaji, Z. (2012). Efficient adsorption-photodegradation of 4-nitrophenol in aqueous solution by using ZnO/HZSM-5 nanocomposites. *Desalination*, 286, 248–253. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.desal.2011.11.031>
- Lusi Ernawati, Ruri Agung Wahyuono, Inggit Kresna Maharsih, Ade Wahyu Yusariarta, Andromeda Dwi Laksono, Christina Wahyu Kartikowati, A. B. D. N. (2017). Fotodegradasi Zat Pewarna Tekstil (Rhodamin B) Menggunakan Adsorben Berbasis Material Komposit Kalsium Titanate (CaTiO₃) Lusi, 32–39.
- Mohaghegh, Neda., Tasviri, Mahboubeh., Rahimi, Esmail., & Golami, M. R. (2014). Nano sized ZnO composites: Preparation, characterization and application as photocatalysts for degradation of AB92 azo dye. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 21, 167–179. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.mssp.2013.12.023>
- Moiz, M. A., Mumtaz, A., Salman, M., Husain, S. W., Baluch, A. H., & Ramzan, M. (2021). Band gap Engineering of ZnO via transition metal Doping: An ab initio study. *Chemical Physics Letters*, 781(June), 138979.

<https://doi.org/10.1016/j.cplett.2021.138979>

- Rahmi, F., Andalas, U., & Barat, S. (2021). Penggunaan ZnO / Zeolit Sebagai Katalis Dalam Degradasi Tartrazin Secara Ozonolisis, 19–30.
- Sa'bandi, F., Aini, S., Nizar, U. K., & Khair, M. (2021). Preparasi Karbon Aktif dari Limbah Pelepah Kelapa Sawit dengan Aktivasi Ultrasonik sebagai Adsorben Rhodamin B. *Chemistry Journal of Universitas Negeri Padang*, 10(2), 59–63.
- Sanjaya, H. (2017). Degradasi Methylene Blue Menggunakan Katalis ZnO-PEG Dengan Metode Fotosonolisis. *EKSAKTA: Berkala Ilmiah Bidang MIPA*, 18(02), 21–29. <https://doi.org/10.24036/eksakta/vol18-iss02/45>
- Setiyawati, Dewik., Simpen, I Nengah., & O, R. (2020). Fotodegradasi Zat Warna Limbah Cair Industri Pencelupan Dengan Katalis Zeolit Alam/TiO₂ Dan Sinar UV, 8, 16–25.
- Wahyu, E., & Dini, P. (2014). Degradasi Metilen Biru Menggunakan Fotokatalis ZnO-Zeolit, 29–33.
- Zhao, L., Liu, Z. C., & Liu, Z. F. (2015). Synthetic zeolite supported ZnO nanoparticle materials for photocatalytic applications. *Materials Technology*, 30(1), 60–64. <https://doi.org/https://doi.org/10.1179/1753555714Y.0000000208>