

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKATALIS NiO/n-GO SERTA  
UJI AKTIVITAS FOTOKATALITIK PADA FOTODEGRADASI ZAT  
WARNA *REMAZOL GOLDEN YELLOW***

**(Skripsi)**

**Oleh**

**Arya Sanda**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
2023**

## ABSTRAK

### SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKATALIS NiO/n-GO SERTA UJI AKTIVITAS FOTOKATALITIK PADA FOTODEGRADASI ZAT WARNA *REMAZOL GOLDEN YELLOW*

Oleh

**Arya Sanda**

Penelitian ini dipersiapkan dengan preparasi NiO menggunakan metode sol-gel dan nGO dengan metode Hummers, kemudian NiO diimpregnasi ke dalam nGO menggunakan ultrasonikasi untuk mendapatkan katalis NiO/nGO dengan perbandingan masing-masing NiO terhadap nGO 0,125/1;0,250/1 dan 0.5/1. Hasil karakterisasi menggunakan metode *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan bahwa semua perbandingan memiliki dua fasa, yaitu nGO dan NiO. Ukuran kristal masing-masing katalis sebesar 5,45;8,46 dan 17,56 nm. Analisis FTIR menunjukkan gugus fungsi Ni-O dan C-OH. Hasil SEM/EDX menunjukkan bahwa katalis mengandung unsur Ni, O, C dan H serta mengalami aglomerasi. Hasil DR-spektroskopi membuktikan band-gap energi dari masing-masing katalis sebesar 1,52;1,50 dan 1.63 eV mengikuti perbandingan. Uji fotodegradasi membuktikan bahwa katalis yang dihasilkan telah aktif dan berhasil mereduksi RGY dengan hasil terbaik sebesar 90% untuk katalis NiO/nGO (0,125/1) menggunakan lampu cahaya tampak dalam waktu 120 menit, 41% menggunakan cahaya matahari dan waktu kontak 120 menit.

**Kata Kunci :** NiO/nGO, fotodegradasi, zat warna.

## **ABSTRACT**

### **SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF NiO/n-GO NANOCATALYSTS AND PHOTOCATALYTIC ACTIVITY TEST ON PHOTODEGRADATION OF REMAZOL GOLDEN YELLOW DYE**

**By**

**Arya Sanda**

In this study, the NiO was firstly prepared using the gel sol method and nGO using the Hammer method, then NiO was impregnated into nGO using ultrasonication to obtain the NiO/nGO catalysts with the ratio of NiO to nGO 0.125/1, 0.250/1 and 0.5/1, respectively. The results of characterization using the X-Ray Diffraction (XRD) method showed that all ratio catalysts had two crystalline phases, n-GO and NiO. The crystal size of the catalysts is 5.45, 8.46, and 17.56 nm, respectively. FTIR analysis show the formation of Ni-O and C-OH functional groups. The SEM-EDX results showed that the catalysts contained Ni, O, C, and H elements and had agglomeration. The results of DR Spectroscopy proved that the band-gap energy of the catalyst is 1.52, 1.50, and 1.63 eV as a follow as the ratio. The photodegradation test proved that the resulting catalyst was active and succeeded in reducing RGY with the best results of 90% for the NiO/nGO catalyst (0.125/1) using visible light in 120 minutes, and 41% using sunlight with exposure time of 120 minutes. .

**Keywords:** NiO/nGO, photodegradation, dyestuffs..

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKATALIS NiO/n-GO SERTA  
UJI AKTIVITAS FOTOKATALITIK PADA FOTODEGRADASI ZAT  
WARNA *REMAZOL GOLDEN YELLOW***

**Oleh**

**Arya Sanda**

**Skripsi**

**Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Mencapai Gelar  
SARJANA SAINS**

**Pada**

**Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2023**

Judul : **SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKATALIS  
NiO/n-GO SERTA UJI AKTIVITAS FOTOKATALITIK  
PADA FOTODEGRADASI ZAT WARNA *REMAZOL  
GOLDEN YELLOW***

Nama : **Arya Sanda**

No Pokok Mahasiswa : **1717011091**


Jurusan : **Kimia**

Fakultas : **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

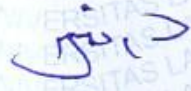


1. Komisi Pembimbing

  
Prof. Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc.  
NIP. 196006161988111001

  
Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D.  
NIP. 195907061988111001

2. Ketua Jurusan Kimia  
FMIPA Universitas Lampung

  
Mulyono, Ph.D.  
NIP. 197406112000031002



**MENGESAHKAN**

1. Tim Penguji

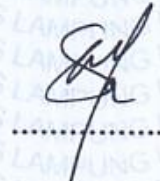
Ketua : **Prof. Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc., Ph.D.**



Sekretaris : **Prof. Wasinton Simanjuntak, M.Sc., Ph.D.**



Penguji  
Bukan Pembimbing : **Prof. Dr. Buhani, M.Si.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



**Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T.**  
NIP. 197407052000031001

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **18 Januari 2023**

## SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Arya Sanda  
NPM : 1717011091  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
PerguruanTinggi : Universitas Lampung

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Nanokatalis NiO/nGO Serta Uji Aktivitas Fotokatalitik Pada Fotodegradasi Zat Warna *Remazol Golden Yellow*” ini tidak terdapat karya yang ditulis atau diterbitkan oleh orang lain,kecuali yang secara tertulis dicantum dalam naskah ini sebagaimana disebutkan dalam daftar pustaka. Selanjutnya,saya juga tidak keberatan jika sebagian atau seluruh data di dalam skripsi tersebut digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi, sepanjang nama saya disebutkan dan terdapat kesepakatan sebelum dilakukan publikasi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sadar dan sebenar-benarnya untuk Digunakan sebagaimestinya.

Bandar Lampung, 18 Januari 2023

Yang menyatakan,



Arya Sanda

NPM 1717011091

## RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Arya Sanda lahir di Kotabumi pada 19 Juni 1997. Penulis merupakan anak terakhir dari lima bersaudara dari pasangan Bapak Yahya dan Ibu Arpuah

Penulis menyelesaikan jenjang pendidikan Taman Kanak-Kanak di TK Pekurun Induk tahun 2004.

Penulis melanjutkan Pendidikan Sekolah Dasar di SDN Pekurun Tengah yang diselesaikan pada tahun 2010. Pendidikan Sekolah Menengah Pertama diselesaikan pada tahun 2013 di SMP Negeri 1 Abung Pekurun dan Sekolah Menengah Atas di SMA Negeri 1 Abung Pekurun pada tahun 2013-2016. Pada tahun 2017, penulis diterima di Jurusan S1 Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung melalui jalur Seleksi Penerimaan Mahasiswa Perluasan Akses Pendidikan (PMPAP).

Penulis aktif mengikuti kegiatan organisasi Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) FMIPA Universitas Lampung sebagai Kader Muda Himaki (KAMI) pada periode 2018/2019 dan anggota Bidang Sosial Masyarakat (SOSMAS) pada periode 2019/2020. Penulis pernah menjabat sebagai Ketua Koordinator Acara Pengabdian masyarakat di Desa Manda ( Natar ) *Chemistry Expo XXIII* pada Tahun 2019. Pada bulan Februari 2021, penulis telah menyelesaikan Praktik Kerja Lapangan (PKL) yang berjudul “**Preparasi dan Karakterisasi Nanomaterial  $\text{Ni}_{0,3}\text{V}_{0,7}\text{Fe}_2\text{O}_4$  Menggunakan Metode Sol-Gel**” di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik FMIPA Universitas Lampung. Penulis melaksanakan program Kuliah Kerja Nyata (KKN) Mandiri Putra Daerah di Desa Pekurun Induk, Kecamatan Abung Pekurun, Kabupaten Lampung Utara pada Juli-Agustus 2020.



## Motto

*Sebaik baik manusia adalah manusia yang paling bermanfaat bagi orang lain.*

*(Q.S. Al-Isra' : 7)*

*Man Jadda wajada.... Kesungguhan saja tidak cukup ampuh.*

*Kesabaran yang bisa membawa kita sampai ujung.*

*Man Shabara Zhafira.... Perlu sabar yang aktif,*

*Siapa yang bersabar dia akan beruntung. Tuhan Maha Mendengar.*

*( Karya: A. Fuadi )*

*One day the word "Soon" will be replaced by "Finally"*

*(Gabriella Margareth)*

*Sesungguhnya jika kamu bersyukur, pasti kami akan menambah (nikmat)*

*kepadamu. Namun jika kamu mengingkari (nikmat-ku), maka*

*sesungguhnya azab-ku sangatlah pedih.*

*(Q.S. Ibrahim : 7)*

*Hidup bagaikan pesawat kertas terbang dan pergi membawa impian*

*sekuat tenaga dengan hembusan angin terus melaju terbang, jangan*

*bandingkan jarak terbangnya tapi bagaimana dan apa yang dilalui*

*karena itulah satu hal yang penting selalu sesuai kata hati.*

*(JKT 48)*

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

*"Dengan menyebut nama Allah yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang"*

*Alhamdulillah Puji Syukur kepada Allah SWT yang senantiasa memberikan nikmat, Kesehatan dan Kesempatan,serta Shalawat beriring salam semoga selalu Tercurahkan kepada baginda Nabi Muhammad SAW.*

*Kupersembahkan karya ini sebagai wujud Cinta, Bakti dan Tanggung jawabku kepada:*

*Kedua Orang tuaku Tercinta yang selalu memberikan Do'a, Dukungan,Cinta Serta Kasih sayang, sehingga dapat menyelesaikan karya ini dengan baik.*

*Gusti, Wan , Mahkota,Yus, Ahi, Susi, Kagungan dan keponakanku yang selalu memberikan dukungan,semangat, dan do'a untukku.*

*Bapak Prof. Rudy T.M. Situmeang., M.Sc., Ph.D.*

*Bapak Prof. Wasinton Simanjuntak., M.Sc., Ph.D.*

*Pembimbing penelitianku yang selalu membimbingku, memberikan nasihat, taklupa kesabaran dalam membimbing selamaini.*

*Semua Bapak dan Ibu dosen Jurusan Kimia yang telah memberikan ilmu, membimbing, dan membagikan pengalaman kepada penulis selama menempuh pendidikan.*

*Keluarga Besar Chemistry 2017 yang selama ini mengajarkan arti Kekeluargaan, Kebersamaan dan Solidaritas.*

*Serta  
Almamaterku Tercinta*

## SANWACANA

*Alhamdulillah* *rabbi'l' alamin*, Puji syukur kehadirat Allah SWT atas limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi yang berjudul “ **Sintesis dan Karakterisasi Nanokatalis NiO/n-GO Serta Uji Aktivitas Fotokatalitik Pada Fotodegradasi Zat Warna Remazol Golden Yellow**”. Skripsi ini adalah salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana Sains pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini tidak mungkin terselesaikan tanpa adanya bimbingan, dorongan, nasihat serta bantuan dari berbagai pihak. Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Kedua orang tua yang saya cintai, Bapak Yahya dan Ibu Arpuah atas kasih sayang yang telah diberikan selama ini serta segala doa nasihat, motivasi dan dukungan finansial, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Semoga Allah SWT membalas atas segala yang telah diberikan dengan Jannah-Nya, Aamiin.
2. Bapak Prof. Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc., Ph.D. selaku Pembimbing I penelitian atas segala bimbingan, dukungan, nasihat, motivasi, keikhlasan, kesabaran, dan ilmu sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan skripsi ini dengan baik.
3. Bapak Prof. Wasinton Simanjuntak, M.Sc., Ph.D. selaku pembimbing II penelitian atas semua kritik, saran, bimbingan serta motivasi dan nasihat yang selalu diberikan dengan kesabaran dan keikhlasan kepada penulis selama penelitian.
4. Ibu Prof. Dr. Buhani, M.Si. selaku pembahas penelitian yang telah memberikan kritik, saran, dan nasihat kepada penulis sehingga skripsi ini terselesaikan dengan baik.

5. Bapak Dr. Eng. HeriSatria, S.Si.,M.Si.selaku pembimbing akademik atas segala bimbingan, semangat, masukan, motivasi dan saran selama perkuliahan
6. Bapak Dr. Eng. SuroptoDwiYuwono, M.T. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung
7. Bapak Mulyono, Ph.D. selaku ketua Jurusan Kimia FMIPA Unila
8. Ibu Dr. Mita Rilyanti, M.Si. selaku sekretaris Jurusan Kimia FMIPA Unila.
9. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung atas seluruh ilmu, motivasi, dan pengalamannya yang telah diberikan kepada penulis selama menjalankan pendidikan di kampus. Semoga ilmu yang diberikan bermanfaat dan Allah SWT balas semua kebaikan bapak dan ibu dengan pahala yang berlimpah.
10. Seluruh staf administrasi dan pegawai di lingkungan Jurusan Kimia,Dekanat FMIPA, serta Universitas Lampung yang senantiasa membantu dalam sistem akademik, perkuliahan, penelitian, serta penyusunan skripsi dapat terselesaikan dengan baik.
11. Gusti saya Yanti Arnasari, wan saya Aryandi, ses saya Aryani, susi saya Aryana, kakak ipar saya Hesty,Ferry, Helry egy dan keponakanku yang saya cintai, yang selalu memberikan semangat dan motivasi kepada saya..
12. Tim anak Grafena Oksida (n-GO), Givane Gray Adrian S.Si.,Grace Febrianti S.Si.,Shafa Ilina S.Si., Iin Indriani Sibagariang S.Si., dan M. Rifki Fadilah S.Si. yang selalu berantem dan santai tetapi selalu memberikan semangat, kesal, marah,dan *moodbooster* kepada penulis, See You when I See You!.
13. Kakak-kakak S2, Kak della dan kak arya yang telah memberikan semangat, saran dan motivasi bagi penulis dikala kesusahan dan kebingungan dalam menyelesaikan penelitian.
14. Personil 3 Mekhanai, Rusydi Iskandar S.Si. dan Ikromuddin S.Si. sahabat terdekatku, selalu menemani saya di kampus maupun di kosan, serta sudah memberikan pengalaman dengan berbinis Strawberry Milk, dan mengajarkan saya dalam berbagai hal. Semangat terus *guys!*
15. Sahabat-sahabat baikku, , Naura, Sandi, Kadek, Jere, Baiti, Kak Eroh, Amel,merry,Innama dan Putri yang telah membantu dikala kesusahan dan



kebingungan dalam kuliah dan menyelesaikan tugas akhir ini. See You on Top!

16. Rudy's Research Group, Dony, Syangap, Alya, Aniska, yang telah memberikan semangat bagi penulis. Semoga semua urusan perkuliahan, penelitian, dan skripsi kalian dipermudahkan. Tetap kompak dan semangatya!
17. Teman teman Lab Anorganik, Cheterine Enamia, Ester Lumban Gaol dan Ninid Lubis, yang telah banyak membantu dikala kesusahan dan kebingungan, memberikan semangat bagi penulis, semoga kalian diberikan kesuksesan.
18. Teman seperjuangan dari awal daftar Unila Preti Herdila S. Pd. Yang telah memberikan semangat dan motivasi bagi penulis, semangat terus untuk kedepannya.
19. Chemmen 17 atas kebersamaanya selama ini, Alfa, Andre, Icen, Sandi, Rois, Ikrom, Rusydi, Rizky, Ocad, Kadek, Jere, Fauzan, Gray, Sang, Muhlis, Pandu, Rezal, Danang, Dudung dan Doni. Tetap Solid dan Semangat boy, harus yakin kalo kita bisa jadi orang hebat!.
20. "**Kimia Kelas C 2017**" yang telah membersamai dalam proses perkuliahan. Semoga Allah SWT. Melancarkan urusan kita semua. Aamiin
21. Teman-teman seperjuangan ,Keluarga Besar "**Chemistry 2017**" , atas kebersamaannya dari awal pertemuan sebagai mahasiswa sampai sekarang dan bahkan sampai masadepan. Semoga Allah SWT memberkahi dan meridhoi kita selama menjalankan pendidikan di kampus, dan semoga kita dapat mengaplikasikan ilmu yang telah didapat dalam berbagai bidang kehidupan yang akan ditekuni selanjutnya, Aamiin. Chemistry 17!!!!, Kolaborasi Karya Luar Biasa!!!!
22. Teman-temanku Lang-lang buana, Asep, Kiki, Zainuri, Rafi, Nando, Saldo, Fery, Yudi, Popy, Suci, Ranita, Lisa, Meilani dan Elda yang selalu berkontak menanyakan kabar dan selalu mangajak untuk hiling. Terimakasih banget lur! Semoga seterusnya seperti ini

23. Teman-Teman masa kecilku hingga sekarang, Irfan, Asep, Jaya, Mul , Nazomi, Bobi, Okta, Rio dan Mita yang selalu mengajak kumpul saat liburan. kalian terbaik dari yang terbaik.
24. Almamaterku tercinta serta semua pihak yang tidak bisa penulis sebutkan satu-persatu, terimakasih atas segala bantuan dan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dan menyelesaikan studi sebagai mahasiswa S1 Kimia.

Akhir kata, Penulis memohon maaf kepada semua pihak apabila skripsi ini masih terdapat kesalahan dan kurang dari kesempurnaan. Penulis berharap semoga skripsi ini dapat berguna dan bermanfaat bagi kita semua.

Bandar Lampung, 18 Januari 2023

Penulis

Arya Sanda

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>i</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>iv</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>v</b>
<b>I. PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Tujuan Penelitian.....	4
1.3 Manfaat Penelitian.....	5
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>6</b>
2.1 Bonggol Jagung .....	6
2.2 Grafit .....	7
2.3 Oksida Grafena.....	7
2.4 Grafena .....	8
2.5 Zat Warna Tekstil .....	9
2.6 Remazol <i>Golden Yellow</i> RNL .....	10
2.7 Reaksi Fotokatalitik.....	11
2.8 Fotodegradasi .....	13
2.9 Nanopartikel .....	14
2.10 Nanokatalis .....	15
2.11 Nikel Ferite Spinel.....	16
2.12 Pektin.....	17
2.13 Metode Preparasi Katalis.....	18
2.13.1 Sol Gel .....	18
2.13.2 Pengeringan Beku ( <i>Freeze Drying</i> ).....	19
2.13.3 Kalsinasi .....	20
2.14 Karakterisasi .....	21
2.14.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	21

2.14.2 .... <i>Scanning Electron Microscope (SEM) –Energy Dispractive X-Ray (EDX)</i> .....	23
2.14.3 Analisis <i>band-gap</i> .....	25
2.14.4 Brunaur, Emmett and Teller <i>Surface Area Analyze (BET SAA)</i> .....	25
2.14.5 <i>Fourier Transform Infra Red (FTIR)</i> .....	26
2.15 Impregnasi.....	27
2.15.1 Impregnasi Kering .....	27
2.15.2 Impregnasi Basah .....	28
2.16 Spektrofotometer UV-Vis .....	28
<b>III. METODE PENELITIAN</b> .....	30
3.1 Waktu dan Tempat .....	30
3.2 Alat dan Bahan .....	30
3.3 Prosedur Penelitian.....	31
3.3.1 Preparasi Nanokomposit NiO/nHGO .....	31
3.3.2 Sintesis Nanokomposit NiO .....	32
3.3.3 Karakterisasi Nanokomposit NiO/nGO.....	34
3.3.4 Uji Aktivitas Fotokatalitik .....	35
3.3.5 Analisis dengan Spektrofotometri UV-Vis.....	36
3.4 Diagram Alir .....	37
3.4.1 Preparasi grafit dari bonggol jagung .....	37
3.4.2 Sintesis grafena oksida (GO).....	38
3.4.3 Sintesis Nanokomposit NiO .....	39
3.4.4 . Impregnasi Nanokatalis NiO/nGO .....	40
3.4.5 Reaksi Fotokatalitik.....	40
<b>IV. HASIL DAN PEMBEHASAN</b> .....	41
4.1 Karbonisasi.....	41
4.2 Sintesis Natural Graphite .....	42
4.3 Sintesis grafena oksida (GO) .....	43
4.4 Karakterisasi <i>Natural Graphite</i> dan Grafena Oksida.....	44
4.4.1 Analisis <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	44
4.4.2 Analisis Menggunakan <i>Fourier Transform Infrared Spectrometry (FTIR)</i> .....	45



4.4.3 Analisis Luas Permukaan dan Pori.....	47
4.5 Sistesis nanokatalis NiO.....	47
4.6 Karakterisasi Nanokatalis NiO.....	49
4.6.1 Analisis struktur katalis .....	49
4.6.2 Analisis Energi <i>Band-Gap</i> Katalis Menggunakan DRS.....	50
4.7 Nanokatalis NiO/nGO.....	52
4.8 Karakterisasi Katalis NiO/nGO.....	52
4.8.1 Analisis struktur katalis .....	52
4.8.2 Analisis Energi <i>Band-Gap</i> Katalis menggunakan DRS. ....	53
4.8.3 Analisis Gugus fungsi Menggunakan FTIR .....	55
4.8.4 Analisis Unsur Katalis .....	57
4.9 Uji Fotokatalitik .....	58
<b>V. SIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>65</b>
5.1 Simpulan.....	65
5.2 Saran .....	66
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>67</b>
<b>LAMPIRAN</b>	

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Sifat-sifat grafena dan karbon lainnya.....	9
2. Puncak-Puncak representatif difaktogram katalis NiO .....	50
3. Puncak-puncak refresentatif difaktogram acuan untuk fasa kristalin NiO .....	50
4. Puncak-Puncak Refresentatif Difraktogram Untuk Fasa Kristal NiO/nGO Pada Setiap Variasi .....	53
5. Kandungan Persentase Unsur NiO/nGO Variasi 1 .....	58
6. Nilai absorbansi Remazol Golden Yellow Pada Panjang Gelombang Maksimum 409 nm .....	60

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Limbah Bonggol Jagung .....	6
2. Struktur Grafit .....	7
3. Struktur Oksida Grafena Dengan Gugus Fungsional. A: Gugus Epoksi B. Gugus Hidroksil. C: Gugus Karboksil.....	8
4. Bentuk Grafena (a) Odbuckyballs, digulung (b) ID <i>Nanotube</i> , dan ditumpuk (c) 3D grafit. ....	8
5. Warna <i>Remazol Golden Yellow</i> RNL.....	10
6. Struktur Kimia <i>Remazol Golden Yellow</i> RNL .....	11
7. Skema Fotokatalitik .....	13
8. Struktire Kristal Spinel Nikel Ferrite .....	16
9. Struktur Pektin .....	17
10. Tahapan Preparasi Dengan Metode Sol Gel .....	19
11. Skema Alat XRD .....	22
12. Skema kerja SEM (Hangke, 2001).....	24
13. Karbonisasi.....	41
14. Serbuk <i>natural graphite</i> . yang diperoleh .....	43
15. Serbuk Grafena Oksida .....	44
16. Pola XRD <i>Natural Graphite</i> (a), Grafena Oksida (b).....	45
17. Spektra FT-IR (a) <i>Natural Graphite</i> ; (b) Grafena Oksida .....	46
18. Hasil grafik BET Grafena Oksida .....	47
19. Proses gelas NiO (a) larutan pektin, (b) larutan nikel nitrat, (c) larutan campuran, (d) gel terbentuk.....	48
20. (a) serbuk dari <i>freeze dryer</i> (b) serbuk dari kalsinasi.....	49
21. Difraktogram nanokatalis NiO.....	49
22. Hubungan antara panjang gelombang dengan intensitas .....	51
23. Grafik nilai <i>band-Gap</i> .....	51

24. Difraktogram nanokatalis (a). nGO,(b),NiO/nGO (1) (c). NiO/nGO (2), (d). NiO/nGO (3) .....	52
25. Hubungan Antara Panjang Gelombang Dengan Absorbansi a. nGO; b. NiO/nGO variasi; 1, c. NiO/nGO variasi 2; d. NiO/nGO variasi 3 .....	54
26. Grafik Nilai <i>Band-gap</i> (a) nGO; (b) NiO/nGO var 1; (c) NiO/nGO var 2; (d) NiO/nGO var 3.....	55
27. Spektrum Inframerah Katalis NiO/nGO variasi 1(1), variasi 2 (2), variasi 3 (3) .....	56
28. SEM Katalis NiO/nGO Variasi 1 dengan pembesaran (a) 1500x dan (b) 2000x.....	57
29. Hasil Karakterisasi SEM-EDX NiO/nGO variasi 1 .....	58
30. (a) Larutan Setelah Ditambahkan Katalis (b) Hasil Uji Fotokatalitik.....	59
31. Grafik Serapan Maksimum <i>Remazol Golden Yellow</i> .....	60
32. Kurva Standar.....	61
33. Persentase Degradasi <i>Remazol Golden Yellow</i> dengan Katalis NiO/n-GO ( 0,125/1) Variasi 1, ( 0.25/1) Variasi 2 dan (0,5/1) Variasi 3 .....	62
34. Persentase Degradasi RGY dengan Katalis NiO/nGO Variasi 1, dan sinar matahari .....	63



## I. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Provinsi Lampung merupakan sentra komoditas jagung yang tersebar di berbagai kabupaten salah satunya di Lampung selatan. Jagung (*Zea mays* L.) merupakan bahan pangan pokok kedua setelah beras, selain sebagai sumber karbohidrat jagung juga merupakan sumber protein yang penting. Kebutuhan akan konsumsi jagung di Indonesia terus meningkat. Hal ini didasarkan meningkatnya tingkat konsumsi perkapita per tahun dan semakin meningkatnya jumlah penduduk Indonesia. Jagung sebagai bahan pangan akan semakin diminati konsumen terutama bagi yang mementingkan pangan sehat, selain jagung mudah didapatkan karena tingkat produktivitas jagung di Indonesia yang cukup tinggi, jagung juga memiliki harga yang terjangkau.

Peningkatan produksi jagung terlihat setiap tahunnya, seperti Pada tahun 2020 produksi jagung mencapai 21,53 juta ton atau tumbuh sekitar 5% dibandingkan produksi jagung pada tahun 2019 yaitu sebesar 20,5 juta ton (Ditjen PKH, 2020). Sejalan dengan peningkatan produksi jagung, residu bonggol jagung yang dihasilkan juga meningkat dan belum dimanfaatkan secara optimal.

Bonggol jagung merupakan residu yang dihasilkan pada buah jagung yang telah dipisahkan dari bijinya melalui penggilingan. Pemanfaatan residu jagung umumnya hanya sebatas digunakan sebagai bahan bakar, pakan ternak, dan banyak terbuang percuma sehingga berpotensi meningkatkan pencemaran lingkungan. Bonggol jagung memiliki kandungan senyawa karbon yang cukup tinggi, yaitu lignin (14,7%), selulosa (48,1%), dan hemiselulosa (37,2%) yang mengindikasikan bahwa bonggol jagung berpotensi sebagai bahan pembuatan arang aktif (Amiruddin, 2016). Bonggol jagung yang telah diproses menjadi arang dapat dimanfaatkan sebagai bahan untuk sintesis grafena oksida.

Grafena Oksida (GO) merupakan turunan dari grafena dengan berbagai gugus fungsional yang terikat pada permukaannya. Kehadiran gugus fungsional ini sangat pengaruh terhadap sifat dan karakteristik GO, salah satunya yaitu memiliki tingkat kelarutan tinggi didalam air. Proses sintesis GO dilakukan dengan mengoksidasi grafit. Beberapa metode yang dapat digunakan yaitu metode Brodie, Staudenmaier, Hummers-Offenman dan Tour (Wang *et al.*, 2013). Metode umumnya yang digunakan adalah metode Hummers-Offenman karena dikenal efisien dan menguntungkan.

Peran Grafena Oksida(GO) dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang, diantaranya adalah bidang elektronik, bidang fotonik, dan bidang kimia. Salah satu pengaplikasian yang mungkin pada material ini adalah dalam bidang *biological engineering*, yaitu untuk proses ultrafiltrasi, dan bisa juga dimanfaatkan sebagai material penyimpan energi dan untuk oksidasi methanol (La Fuente dkk., 2013). Selain itu, material *graphene* juga bisa dimanfaatkan sebagai bio sensor pembawa obat dalam tubuh.

Grafena Oksida banyak digunakan dalam preparasi nanokomposit sebagai katalis. Kumaran *et al* (2020) berhasil melakukan degradasi zat warna reaktif orange ME2RL menggunakan radiasi UV dan waktu kontak 24 menit dengan fotokatalis nanokomposit GO-TiO<sub>2</sub>. Katalis tersebut digunakan secara berulang dengan 5 kali pengulangan dan diperoleh efisiensinya berturut-turut yakni 99.6; 99.2; 98.9; 98.3 dan 98%. Namun, sebagian besar penelitian ini berfokus pada pemuatan nanopartikel semikonduktor ke lembaran Grafena Oksida dengan morfologi baru harus ditekankan, karena aktivitas fotokatalitik sangat bergantung pada morfologi dan struktur fotokatalis.

Penggunaan katalis heterogen berupa campuran logam yang diberi pengemban dimana pada katalis ini adanya pengemban dapat membantu agar katalis dapat bekerja lebih reaktif dan selektif dibandingkan hanya logam yang bekerja sendiri (Lee *et al.*, 2012). Impregnasi merupakan metode yang paling mudah dan paling umum digunakan untuk preparasi katalis heterogen. Tujuan dari metode ini adalah untuk mengisi pori-pori penyangga dengan larutan logam aktif melalui adsorpsi logam (Zhang *et al.*, 2011). Sebagai contoh, impregnasi digunakan untuk membuat komposit TiO<sub>2</sub>- grafena yang diteliti untuk berbagai aplikasi, termasuk degradasi polutan organik, produksi H<sub>2</sub> melalui pemisahan air, pengurangan CO<sub>2</sub> untuk produksi bahan bakar surya, dan sebagainya (Kim *et al.*, 2012).

Penyumbang terbesar dalam pencemaran lingkungan dari hasil industri selain bonggol jagung adalah golongan zat warna azo (Hug, 1991). Zat warna golongan azo berpotensi karsinogenik, *non biodegradable*, dan dapat mengahasil amina aromatis yang bersifat toksik, zat warna azo mempunyai sistem kromotor dari gugus azo (-N=N-) yang berikatan dengan gugus aromatik. Zat warna golongan azo yang menjadi salah satu masalah dalam pencemaran lingkungan ialah zat warna *remazol golden yellow* (Andabet *et al.*, 2014).

Berbagai metode pengolahan untuk mengurangi kontaminan dari limbah tekstil telah banyak dilakukan, baik secara konvensional ataupun dengan menggunakan penggabungan beberapa proses, contohnya proses pengolahan secara biologis menggunakan mikroba yang spesifik seperti sistem lumpur aktif (Lotito *etal.*, 2012)

Pada pembuatan nGO dapat dimanfaatkan sebagai salah satu menangani polutan zat warna tekstil, nGO yang diimbangkan dengan nanopartikel seperti NiO, dapat meningkatkan proses fotokatalitik pada fotodegradasi zat warna tekstil.

Fotodegradasi menjadi alternatif pilihan. Fotodegradasi memiliki kelebihan diantaranya: hasil limbah tidak berbaya dan lebih hemat dalam pemakaian bahan kimia serta energi, potensial dan efektif dalam mengolah limbah senyawa organik dan non organik karena mempunyai kemampuan sebagai reduktor dan oksidaror (Parent *et al.*, 1996).

Metode fotodegradasi menggunakan katalis telah banyak dilakukan. Sebagai contoh fotodegradasi menggunakan nanokatalis  $\text{Ni}_{0,9}\text{V}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$  yang dikalsinasi masing-masing 600 dan 800 °C mampu mendegradasi zat warna *remazol golden yellow* mencapai 17% dan 27% menggunakan sinar UV dan 23% jika menggunakan sinar matahari selama 100 menit (Saputra2020). Penelitian menggunakan  $\text{Ni}_{0,8}\text{Mo}_{0,2}\text{Fe}_2\text{O}_4$  yang dikalsinasi masing-masing 600 dan 800°C mampu mendegradasi *remazol golden yellow* dengan hasil konversi 21,28% dan 24,48% menggunakan sinar UV dan 18,48 dan 21,78% jika menggunakan sinar matahari (Ana, 2016). Namun penelitian ini katalis yang terpreparasi belum mampu mengkonversi secara optimal zat warna tersebut, katalis kurang reaktif dan selektif untuk mendegradasi zat warna.

Penambahan logam transisi mampu meningkatkan aktivitas fotokatalis seperti vanadium, kromium, dan platinum masing-masing : 40 $\mu\text{M}$ , 36 $\mu\text{M}$ , dan 36 $\mu\text{M}$  (Choi *et al.*, 2010). Penambahan oksigen sangat membantu proses fotodegradasi, dengan cara memasukkan udara kedalam zat warna menggunakan pompa atau mengondisikan zat warna kontak dengan udara. Udara yang masuk ke zat warna berbentuk gelembung-gelembung (McWhriter and Hutter, 1989). Berdasarkan penelitian, penambahan oksigen pada *Congo Red* dengan komposit  $\text{TiO}_2$  mampu meningkatkan fotodegradasi sebesar 14,63 % (Chamidah, 2016).

Berdasarkan informasi tersebut, maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis nanokatalis NiO yang diimban pada nano Grafena Oksida(nGO) sehingga dihasilkan nanokomposit NiO/nGO, diharapkan dapat meningkatkan aktivitas katalitiknya dibawah radiasi sinar tampak dan matahari.

## 1.2 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memperoleh grafena oksida dengan ukuran nano.
2. Memperoleh nanokatalis NiO yang terimpregnasi pada nanografena oksida (nGO)

3. Mengetahui pengaruh waktu terhadap unjuk kerja fotokatalitik sebagai fotodegradasi zat warna *remazol golden yellow* dengan sinar tampak dan sinar matahari.

### **1.3 Manfaat Penelitian**

Adapun manfaat dari hasil penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Meningkatkan nilai ekonomis residu bonggol jagung yang mengandung karbon untuk diolah menjadi nGO untuk meningkatkan daya aktivitas katalis
2. Memberikan informasi mengenai kemampuan nanokomposit NiO/nGO pada proses fotodegradasi zat warna *remazol golden yellow* dibawah radiasi sinar tampak dan sinar matahari
3. Memberikan kontribusi dalam perkembangan ilmu pengetahuan khususnya di bidang fotokatalisis.

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Bonggol Jagung

Bonggol jagung merupakan limbah yang dihasilkan pada buah jagung yang telah dipisahkan dari bijinya melalui pengilangan, sebagian orang bonggol jagung hanya menjadi sampah dan berpotensi meningkatkan pencemaran lingkungan.

Bonggol jagung merupakan salah satu biomassa yang menjadi sumber karbon, bonggol jagung memiliki kandungan senyawa karbon yang cukup tinggi, yaitu lignin (6%), selulosa (41%), dan hemiselulosa (36%) yang mengindikasikan bahwa bonggol jagung berpotensi sebagai bahan pembuatan arang aktif. Selulosa dan hemiselulosa merupakan senyawa organik yang terdiri dari atom karbon, hidrogen, dan oksigen. Formula senyawa selulosa adalah  $(C_6H_{10}O_5)_n$ , sementara lignin merupakan salah satu jenis polimer alam yang mengandung karbon ~ 50% lebih besar (per-unit massa) dibandingkan selulosa dengan formula  $(C_{31}H_{34}O_{11})_n$  (Amiruddin, 2016).



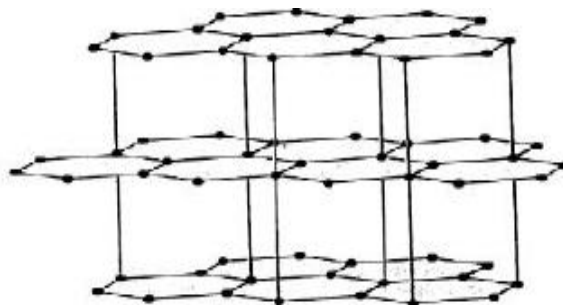
**Gambar 1.** Limbah Bonggol Jagung

Untuk mendapatkan unsur-unsur yang terkandung dalam selulosa, hemiselulosa, dan lignin, maka ketiga senyawa tersebut harus terdegradasi terlebih dahulu.

Suhu degradasi selulosa dan hemiselulosa masing-masing berada pada suhu 280-350°C dan 200-250°C. Sementara, lignin pada suhu 300-400°C (Hartanto dan Ratnawati 2018).

## 2.2 Grafit

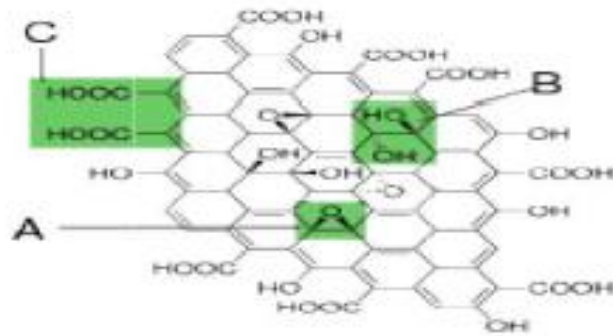
Grafit adalah bentuk alotrop karbon yang memiliki sifat pengantar listrik dan panas yang baik. Sifat daya hantar listrik yang dimiliki oleh grafit dipengaruhi oleh elektron-elektron yang tidak digunakan untuk membentuk ikatan kovalen. Elektron-elektron ini tersebar secara merata pada setiap atom C karena terjadi tumpang tindih orbital seperti pada ikatan logam yang membentuk awan elektron. Ketika diberi beda potensial, elektron-elektron yang terdelokalisasi sebagian besar akan mengalir menuju anoda (kutub positif), aliran elektron inilah yang menyebabkan arus listrik dapat mengalir (Rahmandari *et al.*, 2010). Grafite memiliki struktur berlapis (Gambar 2).



**Gambar 2.** Struktur Grafit

## 2.3 Oksida Grafena

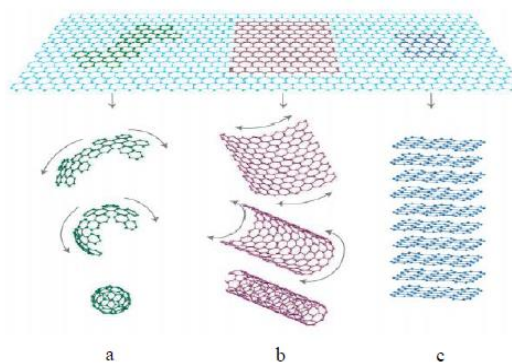
Oksida grafena adalah senyawa campuran karbon, hidrogen dan oksigen yang diperoleh melalui proses oksidasi yang kuat dari grafite. Oksida grafena mempunyai struktur berlapis seperti grafite (Gambar 2) hanya posisi atom karbon dalam oksida grafena ditambah dengan kehadiran kelompok atom oksigen yang tidak hanya memperluas jarak atom lapisan tapi juga membuat lapisan atom yang tebal dan bersifat hidrofilik. Sebagai hasilnya oksida lapisan ini dapat berinteraksi dengan air dibawah perlakuan ultrasonifikasi (Novoselove *et al.*, 2004).



**Gambar 3.** Struktur Oksida Grafena Dengan Gugus Fungsional. a: Gugus Epoksi  
b. Gugus Hidroksil. c: Gugus Karboksil

## 2.4 Grafena

Grafena adalah induk dari sistem “grafitik” material seperti fuleren (0D), karbon nanotub (1D) dan grafit (3D) (Gambar 3). Grafena terdiri dari suatu atom karbon yang terhibridisasi  $sp^2$ , dimana setiap atom karbon terikat dengan tiga atom karbon lainnya, kerangka struktur heksagonal dengan panjang ikatan  $1.42 \text{ \AA}$ . Struktur plan 2D dari lapisan karbon memungkinkan struktur dasar dan tepi dari grafena dapat berinteraksi dengan katalis nanopartikel. Struktur flat dari grafena menyebabkan grafena memiliki luas permukaan sentuhan yang luas yang memungkinkan katalis nanopartikel dapat terdeposit (Sharma dan Pollet, 2012).



**Gambar 4.** Bentuk Grafena (a) Odbuckyballs, digulung (b) ID Nanotube, dan ditumpuk (c) 3D grafit.



**Tabel 1.**Sifat–sifat grafena dan karbon lainnya

Tipe dari Bahan karbon	Sifat-sifat				
	Luas Permukaan Sentuhan ( $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ )	Konduktivitas Termal ( $\text{Wm}^{-1} \text{K}^{-1}$ )	Mobilitas Intrinsik ( $\text{cm}^2\text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$ )	Modulus Young (TPa)	Transparansi Optik (%)
<b>Grafena</b>	2630	~5000	~15,000 ~200,000	~1,0	~97,7
Grafit	~10	~3000	13.000	1.06	-
Karbon aktif	1200	0,15-0,5	-	0.138	-
Karbon nanotube	1315	>3000	~100,000	0,64	-

Tabel 1 menunjukkan bahwa grafena merupakan material karbon yang baik dikarenakan konduktivitas elektrik yang baik dan luas permukaan yang besar. Grafena memiliki sifat konduktif dan pembawa muatan yang baik.

## 2.5 Zat Warna Tekstil

Limbah tekstil mengandung bahan-bahan yang berbahaya bila dibuang kelingkungan, terutama daerah perairan. Perubahan warna perairan menjadi merah, biru dan sebagainya yang berasal dari limbah tekstil yang mengakibatkan perairan tercemar. Sebagian besar bahan yang terdapat dalam limbah tekstil adalah zat warna, terutama zat warna sintetik. Zat warna sintetik merupakan molekul dengan sistem elektron terdelokalisasi dan mengandung dua gugus yaitu kromofor dan auksokrom.

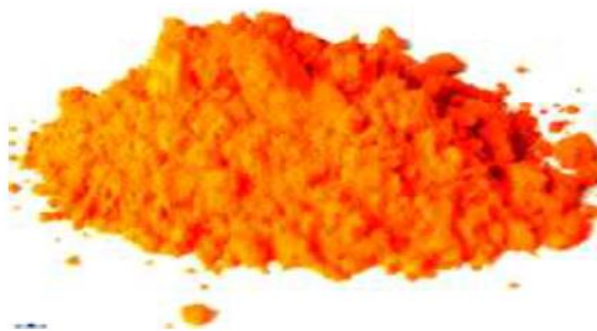
Kromofor berfungsi sebagai penerima elektron, sedangkan auksokrom sebagai pemberi elektron yang mengatur kelarutan dan warna. Gugus kromofor yang penting yaitu gugus azo ( $-\text{N}=\text{N}-$ ), gugus karbonil ( $-\text{C}=\text{O}$ ), gugus etilen ( $-\text{C}=\text{C}-$ ), dan gugus nitro ( $-\text{NO}_2$ ) yang dapat menimbulkan warna, sedangkan beberapa gugus auksokrom yang penting adalah  $-\text{NH}_2$ ,  $-\text{COOH}$ ,  $-\text{SO}_3\text{H}$  dan  $-\text{OH}$  yang bersifat polar sehingga dapat larut dalam air (Ramachandran dkk., 2009). Zat warna alam tidak bertahan lama karena variasi warna alami semakin sedikit, sehingga dibuat berbagai zat warna sintetik yang spektrumnya lebih luas. Suatu senyawa dikatakan sebagai zat warna apabila senyawa tidak luntur atau dapat

terikat kuat pada suatu materi, misalnya kain. Proses timbulnya warna adalah akibat adanya adsorpsi radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang tertentu pada spektrum sinar tampak oleh suatu zat (Yahdiana, 2011).

Penggolongan zat warna yang lebih umum dikenal adalah berdasarkan konstitusi (struktur molekul) dan berdasarkan aplikasi (cara pewarnaannya) pada bahan, misalnya di dalam pencelupan dan pengecapan bahan tekstil, kulit, kertas dan bahan-bahan lain. Penggolongan zat warna berdasarkan system kromofor yang berbeda misalnya zat warna azo, antrakuinon, ftalosa, nitriso, indigo, benzodifuran, okazin, polimetil, Di- dan Tri-ari karbonium, polisiklik, aromatik karbonil, quionftalen, sulfur, nitro, nitrosol dan lain-lain (Hug, 1991).

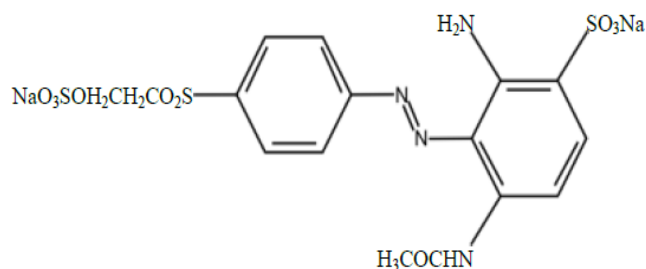
## **2.6 Remazol Golden Yellow RNL**

*Remazol Golden Yellow RNL* adalah zat warna sintetik berbentuk serbuk berwarna kuning orange terang, larut dalam air, umumnya digunakan sebagai pewarna tekstil dan cat. *Remazol Golden Yellow RNL* adalah senyawa kimia azo aromatik amin dengan berat molekul 566.49 g/mol, dan memiliki rumus empiris  $C_{16}H_{16}N_4Na_2O_{10}S_3$  (Merck Index, 2006).



**Gambar 5.**Warna *Remazol Golden Yellow RNL*

Zat warna sintetik dengan penampakan fisik berwarna kuning orange terang memiliki struktur yang padat seperti Gambar 5.



**Gambar 6.** Struktur Kimia *Remazol Golden Yellow* RNL

*Remazol Golden Yellow* merupakan zat warna yang reaktif dan mengalami reaksi adisi dengan serat. *Remazol Golden Yellow* jika dilarutkan dalam air akan berwarna orange. Zat warna ini banyak terbuang sebagai limbah cair yang sulit didegradasi dan mudah berikatan dengan gugus aromatik, sehingga bersifat karsinogenik serta mampu menghasilkan amina aromatik yang bersifat toksik.

## 2.7 Reaksi Fotokatalitik

Reaksi fotokatalitik adalah reaksi kimia yang terjadi akibat pengaruh dari adanya cahaya dan katalis secara bersamaan. Fotokatalitik berasal dari kata foto dan katalis. Foto didefinisikan sebagai sinar, sedangkan katalis didefinisikan sebagai suatu zat yang dapat mempercepat reaksi. Jadi, fotokatalitik adalah suatu proses untuk mempercepat reaksi yang berjalan karena adanya cahaya dengan menggunakan katalis (Putera, 2008). Proses fotokatalitik menggunakan semikonduktor pada penyinaran yang sesuai (misalnya TiO<sub>2</sub>, penyinaran lampu UV pada panjang gelombang dibawah 365 nm) telah dipahami menjadi proses yang lebih maju dan menarik perhatian luas dalam berbagai aplikasi lingkungan untuk mendekomposisi kontaminan organik menjadi spesies anorganik yang lebih sederhana (Hoffman *et al.*, 1995).

Fotokatalisis telah sukses digunakan untuk mengoksidasi banyak polutan-polutan organik menunjukkan dapat terdegradasi dan akhirnya dimineralisasi secara kompleks dibawah penyinaran dengan sinar UV pada katalis TiO<sub>2</sub>. Secara umum, fotokatalitik terbagi menjadi dua jenis, yaitu fotokatalitik homogen dan

fotokatalitik heterogen. Fotokatalitik homogen adalah reaksi fotokatalitik dengan bantuan oksidator seperti ozon dan hidrogen peroksida, sedangkan fotokatalitik heterogen merupakan teknologi yang didasarkan pada radiasi sinar UV pada semikonduktor (Qodri, 2011).

Teori pita padatan, elektron-elektron tersusun pada tingkat energi yang dapat diperlakukan sebagai pita energi. Tingkat energi atau pita yang ada terbagi menjadi dua macam yaitu pita valensi *valence band* (VB) dan pita konduksi *conduction band* (CB). Elektron-elektron sangat terikat erat pada tingkat VB, tetapi mempunyai keleluasaan yang tinggi pada tingkat CB. Diantara dua pita ini adalah suatu energi terlarang (energi *band-gap*,  $E_g$ ) dimana tidak ada elektron sama sekali, oleh karena itu hanya dengan sedikit penambahan energi, maka elektron dapat berpindah dari VB ke CB.  $E_g$  terjadi karena adanya *overlapping* orbital atom yang akan memberikan pelebaran dan penyempitan pita.

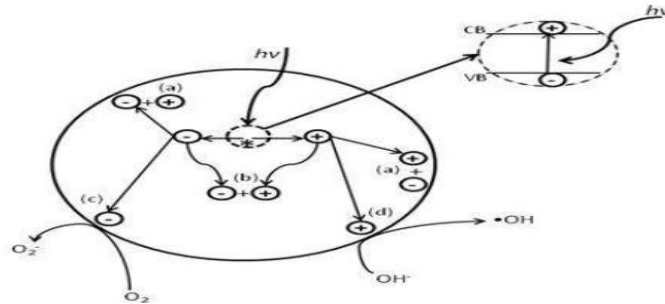
Hal ini menjadikan bahan tersebut dapat menyerap energi radiasi sebesar  $E_g$  yang dimiliki sehingga dapat meningkatkan kepekaan reaksi oksidasi reduksi yang diinduksi oleh cahaya, apabila terjadi penyerapan cahaya oleh  $E_g$  di antara kedua pita tersebut. Pada saat terjadi eksitasi yang melewati  $E_g$  diperlukan tenggang waktu dalam skala nanosekon untuk menghasilkan pasangan elektron lubang sebagai hasil eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi (Hoffman, *et al.*, 1995).

Apabila temperatur naik atau dengan adanya eksitasi optik (cahaya) dengan energi yang melebihi energi  $E_g$ , elektron akan naik ke CB meninggalkan VB, maka terjadilah lubang atau muatan positif pada VB. Pada TiO energi lubangnya sebanding dengan radiasi cahaya 388 nm (3,23 eV) yaitu pada daerah UV dekat (Nogueira dkk., 1993).

Suatu semikonduktor apabila dikenai cahaya ( $h\nu$ ) dengan energi yang sesuai, maka elektron pada pita valensi akan berpindah ke pita konduksi dan meninggalkan lubang positif (*hole* atau disimbolkan  $h^+$ ) pada pita valensi. Elektron dan *hole* pada permukaan semikonduktor, masing-masing berperan sebagai reduktor dan oksidator. Pasangan *electron-hole* dapat berekombinasi,

yaitu kembali ke keadaan awal dengan melepas panas atau bermigrasi ke permukaan dan bereaksi dengan senyawa teradsorpsi (Macias, 2003)

Ilustrasi skematis proses foto-eksitasi dan de-eksitasi didalam suatu semikonduktor bisa dilihat pada Gambar 7



**Gambar 7.** Skema Fotokatalitik

## 2.8 Fotodegradasi

Fotodegradasi adalah reaksi pemecahan senyawa oleh adanya cahaya. Proses fotodegradasi memerlukan suatu proses fotokatalis, yang umumnya merupakan bahan semikonduktor. Prinsip fotodegradasi adalah adanya loncatan elektron dari pita valensi ke pita konduksi pada logam semikonduktor jika dikenai suatu energi foton. Loncatan elektron ini menyebabkan timbulnya *hole* (lubang elektron) yang dapat berinteraksi dengan pelarut air membentuk radikal OH. Radikal bersifat aktif dan dapat berlanjut untuk menguraikan senyawa organik target

Salah satu metode yang relatif murah dan mudah diterapkan untuk mengatasi masalah pencemaran oleh limbah cair yang mengandung pewarna tekstil adalah fotodegradasi. Metode fotodegradasi merupakan metode yang efektif karena diketahui dapat menguraikan senyawa zat warna menjadi senyawa yang tidak berbahaya seperti  $H_2O$  dan  $CO_2$  (Slamet dkk., 2008).

## 2.9 Nanopartikel

Nanosains dan nanoteknologi adalah sintesis, karakterisasi, eksplorasi dan eksploitasi dari material berukuran-nano. Material ini terkarakterisasi oleh ukuran dimensinya yaitu nanometer ( $1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$ ). Yang termasuk nanostruktur adalah clusters, quantum dots, nanokristal, nanowires, dan nanotubes (Rao dkk., 2004). Material nanopartikel telah banyak menarik peneliti karena material nanopartikel menunjukkan sifat fisika dan kimia yang sangat berbeda dari bulk materialnya, seperti kekuatan mekanik, elektronik, magnetik, kestabilan termal, katalitik dan optik (Deraz dkk., 2009).

Nanopartikel dapat memiliki sifat atau fungsi yang berbeda dari material sejenis dalam ukuran besar (bulk). Dua hal utama yang membuat nanopartikel berbeda dengan material sejenis dalam ukuran besar yaitu karena ukurannya yang kecil, nanopartikel memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Ini membuat nanopartikel bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain dan ketika ukuran partikel menuju orde nanometer, maka hukum fisika yang berlaku lebih didominasi oleh hukum-hukum fisika kuantum (Abdullah dkk., 2008).

Material nanopartikel menunjukkan potensi sebagai katalis karena material nanopartikel memiliki area permukaan yang luas dan rasio-rasio atom yang tersebar secara merata pada permukaannya, sifat ini menguntungkan untuk transfer massa di dalam pori-pori dan juga menyumbangkan antar muka yang besar untuk reaksi-reaksi adsorpsi dan katalitik (Widegren dkk., 2003). Selain itu, material nanopartikel telah banyak dimanfaatkan sebagai katalis untuk menghasilkan bahan bakar dan zat kimia serta katalis untuk mengurangi pencemaran lingkungan (Sietsma dkk., 2007).

## 2.10 Nanokatalis

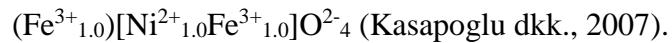
Katalis secara umum didefinisikan sebagai zat yang dapat mempercepat suatu reaksi kimia tertentu. Katalis dapat menyediakan situs aktif yang berfungsi untuk mempertemukan reaktan dan menyumbangkan energi sehingga molekul pereaktan mampu melewati energi aktivasi secara lebih mudah, suatu reaksi terkatalisis merupakan siklus peristiwa dimana katalis berpartisipasi dalam reaksi dan kembali ke bentuk semula pada akhir siklus. Aktivitas katalis biasanya dinyatakan dalam jumlah produk yang dihasilkan dari (jumlah) reaktan yang digunakan dalam waktu reaksi tertentu.

Aktivitas katalis sangat bergantung pada sifat kimia katalis, luas permukaan dan distribusi pori katalis. Secara umum, katalis dikelompokkan menjadi dua kelompok yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Penggunaan katalis heterogen lebih disukai dibandingkan katalis homogen. Keunggulan menggunakan katalis heterogen antara lain memiliki efisiensi yang tinggi, tidak korosif, dapat dipisahkan dari campuran reaksi, dan dapat digunakan secara berulang (Frenzer and Maier, 2006).

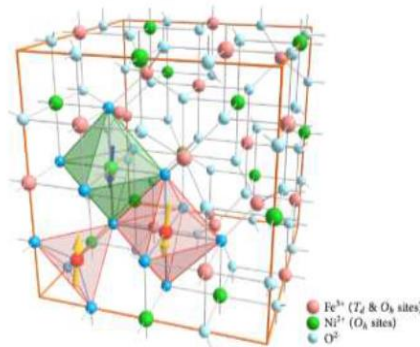
Nanokatalis adalah istilah yang umum digunakan untuk katalis berukuran nano. Nanokatalis saat ini dikembangkan karena keunggulannya dalam mengkatalisis suatu reaksi dengan lebih cepat dari pada katalis berukuran mikro (Latununuwe dkk., 2008). Dua hal yang menyebabkan nanokatalis lebih efektif dibandingkan katalis dengan ukuran besar yaitu: (i) ukurannya yang sangat kecil (kurang dari 100 nm) menghasilkan perbandingan luas permukaan per volume yang sangat besar. Membuat nanokatalis bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain; (ii) ketika suatu material dibuat dalam ukuran nano, maka material tersebut akan memiliki sifat yang tidak dimiliki oleh ukuran makronya. Hal inilah yang mengakibatkan nanokatalis bersifat fleksibel dan efektif (Chaturvedi *et al.*, 2012).

## 2.11 Nikel Ferite Spinel

Nikel ferite ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ) merupakan salah satu material spinel ferite yang sangat penting. Nikel ferite ini memiliki struktur spinel terbalik (*inverse*) yang mana setengah dari ion Fe mengisi pada posisi tetrahedral dan sisanya menempati posisi pada oktahedral hal ini dapat dituliskan dengan rumus:



$\text{NiFe}_2\text{O}_4$  telah banyak digunakan sebagai katalis untuk benzoilasi toluen dengan benzil klorida dan kemampuan sebagai sensor gas klorin pada konsentrasi rendah (Iftimie dkk.,2006). Spinel ferite ini secara teknologi penting dan telah banyak digunakan dalam berbagai aplikasi seperti media perekam magnetik, pemindai magnetik resonansi (MRI), katalis, sistem pembawa obat dan zat pewarna (Maensiri dkk., 2007).Gambar 8 menunjukkan struktur dari nikel ferrite spinel.



**Gambar 8.** Struktur Kristal Spinel Nikel Ferrite

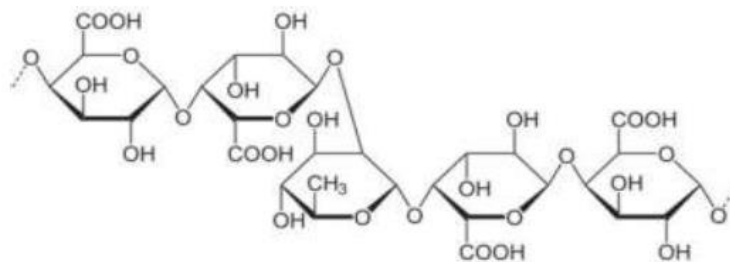
Jenis struktur ferit dimana semua situs tetrahedral ditempati oleh delapan kation divalen dan situs oktahedral oleh 16 ion logam trivalen, disebut firit normal. Contohnya adalah seng ferit,  $\text{Zn}^{2+}[\text{Fe}^{3+}]\text{O}_4$ , kadmiumferit  $\text{Cd}_2[\text{FeO}^{23+}]\text{O}_4$ . Dalam struktur ferit ini delapan dari 16 ion logam trivalen menempati situs tetrahedral, dan situs oktahedral ditempati delapan ion logam divalen dan delapan kation trivalen sisanya, disebut firit terbalik.



## 2.12 Pektin

Pektin merupakan segolongan polimer heterosakarida yang diperoleh dari dinding sel tumbuhan darat. Pektin berwujud bubuk berwarna putih hingga coklat terang. Pektin banyak dimanfaatkan pada industri pangan sebagai bahan perekat dan penstabil. Pektin merupakan polisakarida kompleks tersusun atas polimer asam  $\alpha$ -D-galakturonat yang terikat melalui ikatan  $\alpha$  1,4-glikosidik. Pektin terkandung di dalam dinding sel primer yaitu di antara selulosa dan hemiselulosa (Nelson dkk.,1977). Umumnya, pektin tidak memiliki struktur yang tepat. Pektin merupakan koloid yang reversible, yaitu dapat dilarutkan dalam air, diendapkan, dikeringkan, dan dapat dilarutkan kembali tanpa merubah sifat fisiknya. Bila ditambahkan air mula-mula akan terbentuk gumpalan seperti pasta dan kemudian akan larut di dalam air, pektin dapat membentuk larutan kental pada kondisi tertentu (Irene dkk., 2007).

Pektin juga berfungsi sebagai bahan perekat antara dinding sel yang satu dengan yang lainnya. Substansi pektin tersusun dari asam poligalakturonat, dimana gugus karboksil dari unit asam poligalakturonat dapat teresterifikasi sebagian dengan metanol. Struktur pektin ditunjukkan pada Gambar 9 berikut ini :



**Gambar 9.** Struktur Pektin

Senyawa pektin terdiri dari asam pektat, asam pektirat, dan protopektin. Kandungan metoksi pada pektin mempengaruhi kelarutannya. Pektin dengan kadar metoksi tinggi (7-9 %) akan mudah larut di dalam air sedangkan pektin dengan kadar metoksi rendah (3-6 %) mudah larut di dalam alkali dan asam oksalat. Pektin tidak larut di dalam alkohol dan aseton. Kadar metoksi merupakan

jumlah metanol di dalam 100 mol asam galakturonat. Kadar metoksi berperan dalam menentukan sifat fungsional dan mempengaruhi struktur serta tekstur dari gel pektin (Erika, 2013). Pembentukan gel pada pektin terjadi melalui ikatan hidrogen antara gugus karbonil bebas dengan gugus hidroksil. Pektin dengan kandungan metoksi tinggi membentuk gel dengan gula dan asam pada konsentrasi gula 58-70 % sedangkan pektin dengan metoksi rendah tidak mampu membentuk gel dengan asam dan gula tetapi dapat membentuk gel dengan adanya ion-ion kalsium.

### **2.13 Metode Preparasi Katalis**

Karakteristik katalis dipengaruhi oleh tiap tahap preparasi yang dilakukan. Pemilihan metode preparasi katalis bertujuan untuk mendapatkan struktur yang stabil, mempunyai luas permukaan yang tinggi dan situs aktif yang lebih terbuka serta ukuran yang kecil sehingga memaksimalkan penggunaannya. Tujuan utama dari preparasi katalis adalah mendapatkan struktur definit, stabil, mempunyai luas permukaan yang tinggi dan situs aktif yang lebih terbuka, sedangkan penggunaan pendukung seperti pelarut dilakukan untuk lebih memberikan peluang kepada fasa aktif dalam reaksi dan mendistribusikan secara homogen pada permukaan penyangga. Hal ini diharapkan terbentuk dispersi yang tinggi untuk mendapatkan luas permukaan spesifik yang besar dan aktivitas yang maksimal. Berikut adalah tahap-tahap dari metode preparasi katalis yang dipilih dalam penelitian ini

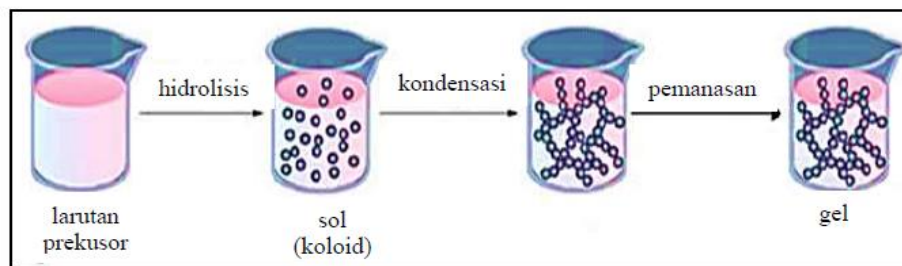
#### **2.13.1 Sol Gel**

Sol-Gel merupakan salah satu metode yang paling sukses dalam mempreparasi material oksida logam berukuran nano. Sol adalah suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cairan. Suspensi partikel padat atau molekul-molekul koloid dalam larutan, dibuat dengan metal alkoxi dan dihidrolisis dengan air, menghasilkan partikel padatan metal hidroksida dalam larutan, dan reaksinya adalah reaksi hidrolisis (Paveena dkk.,2010). Sol-Gel adalah suatu suspensi koloid partikel yang digelkan ke bentuk

padatan. Sol adalah suspensi dari partikel koloid pada suatu cairan atau larutan molekul polimer (Rahman, 1995).

Partikel halus dari senyawa hidroksida atau senyawa oksida logam terlarut dalam sol ini. Proses tersebut kemudian dilanjutkan dengan proses gelasi dari sol tersebut untuk membentuk jaringan dalam suatu fasa cair yang kontinyu, sehingga terbentuk gel (Sopyan dkk., 1997). Proses sol-gel melibatkan transisi pada sistem dari fasa sol menjadi fasa gel yang didasarkan pada kemudahan memasukkan satu atau dua logam aktif secara bersamaan dalam prekursor katalis.

Tahapan-tahapan yang dilakukan pada metode sol-gel ini meliputi hidrolisis, kondensasi, pematangan, dan pengeringan yang ditunjukkan pada Gambar 10.



**Gambar 10.**Tahapan Preparasi Dengan Metode Sol Gel

Keunggulan metode sol-gel dibandingkan dengan metode lain adalah:

- a. Dispersi yang tinggi dari spesi aktif yang tersebar secara homogen pada permukaan katalis.
- b. Tekstur porinya memberikan kemudahan difusi reaktan untuk masuk ke dalam situs aktif.
- c. Luas permukaan katalis cukup tinggi.
- d. Peningkatan stabilitas termal (Lecloux and Pirard, 1998)

### 2.13.2 Pengeringan Beku (*Freeze Drying*)

Pengeringan beku (*freeze drying*) adalah salah satu metode pengeringan yang mempunyai keunggulan dalam mempertahankan mutu hasil pengeringan, khususnya untuk produk-produk yang sensitif terhadap panas. Katalis dalam

metode ini digunakan untuk menghilangkan air hidrat dalam rongga bahan katalis tanpa merusak struktur jaringan bahan tersebut (Labconco, 1996). Pengeringan beku merupakan suatu alat pengeringan yang termasuk ke dalam pengantar pengeringan atau pengeringan tak langsung (*Conduction Dryer/ Indirect Dryer*) karena proses perpindahan terjadi secara tidak langsung yaitu antara bahan yang akan dikeringkan (bahan basah) dan media pemanas terdapat dinding pembatas sehingga air dalam bahan basah atau lembab yang menguap tidak terbawa bersama media pemanas. Hal ini menunjukkan bahwa perpindahan panas terjadi secara hantaran (konduksi), sehingga disebut juga pengantar pengeringan atau pengeringan tak langsung (Liapis dkk.,1994).

Keunggulan pengeringan beku, dibandingkan metoda lainnya, antara lain adalah:

1. Dapat mempertahankan stabilitas produk (menghindari perubahan aroma, warna, dan unsur organoleptik lain).
2. Dapat mempertahankan stabilitas struktur bahan (pengkerutan dan perubahan bentuk setelah pengeringan sangat kecil).
3. Dapat meningkatkan daya rehidrasi (hasil pengeringan sangat berongga dan lyophile sehingga daya rehidrasi sangat tinggi dan dapat kembali ke sifat fisiologis, organoleptik dan bentuk fisik yang hampir sama dengan sebelum pengeringan).

### **2.13.3 Kalsinasi**

Proses kalsinasi merupakan pemanasan zat padat dibawah titik lelehnya untuk menghasilkan keadaan dekomposisi termal dari transisi fasa lain selain fasa lelehan. Kalsinasi diperlukan sebagai penyiapan serbuk untuk proses lebih lanjut dan memperoleh ukuran partikel yang optimum dengan menggunakan senyawa dalam bentuk garam atau dihidrat menjadi oksida, membentuk fase kristal.

Peristiwa yang terjadi pada proses kalsinasi yaitu:

1. Dekomposisi komponen prekursor pada pembentukan spesi oksida. Proses pertama terjadi pelepasan air bebas ( $H_2O$ ) terikat ( $OH$ ) yang berlangsung pada suhu diantara  $100^{\circ}C$  dan  $300^{\circ}C$ .

2. Pelepasan gas CO<sub>2</sub> berlangsung pada suhu sekitar 600°C, akan terjadi pengurangan berat secara berarti dan terjadi reaksi antara oksida yang terbentuk dengan penyangga.
3. Sintering komponen prekursor. Pada proses ini struktur kristal sudah terbentuk namun ikatan di antara partikel serbuk belum kuat dan mudah lepas (Pinna, 1998).

## **2.14 Karakterisasi**

Karakterisasi digunakan untuk memperoleh informasi mengenai meliputi sifat fisik dan sifat kimia. Karakterisasi kimia digunakan untuk mengetahui struktur katalis, keasaman, kristalinitas dan ikatan kimia, sedangkan karakterisasi fisik digunakan untuk mengetahui informasi mengenai luas permukaan, volume pori, diameter pori, kekerasan dan distribusi logam. Karakterisasi bertujuan untuk mengontrol kualitas katalis setelah preparasi.

### **2.14.1 X-Ray Diffraction (XRD)**

Struktur dan fasa partikel dapat ditentukan dengan alat . XRD merupakan salah satu metode karakterisasi material yang paling tua dan paling sering digunakan hingga saat ini. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi suatu material berdasarkan fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel suatu material dengan menggunakan persamaan Scherrer (Cullity,1978).

Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan lapisan permukaan kristal, sebagian sinar-X ditransmisikan, diserap, direfleksikan dan sebagian lagi dihamburkan serta didifraksikan. Pola difraksi yang dihasilkan analog dengan pola difraksi cahaya pada permukaan air yang menghasilkan sekelompok pembiasan. Dihitung pula ukuran partikel menggunakan persamaan Scherrer. Rumus dari persamaan Scherrer dapat dilihat pada persamaan 1.

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \dots \dots \dots (1)$$

Dimana:

D= ukuran partikel (nm)

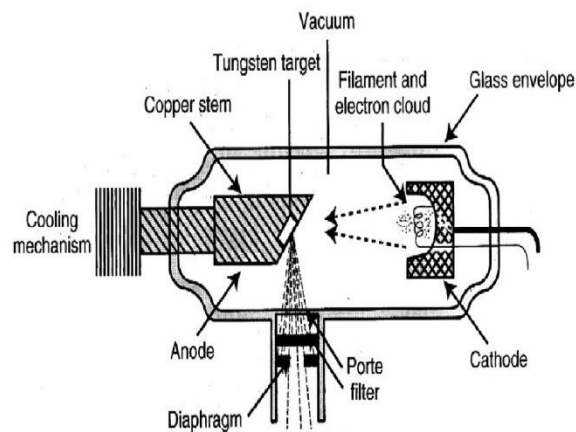
k = konstanta (0,94)

$\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$

$\beta$  = radian (FWHM)

$\theta$  = lebar puncak

Menurut hukum Bragg, ketika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang yang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor, kemudian diterjemahkan sebagai puncak difraksi. Semakin banyak bidang kristal yang sama dalam sampel, semakin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkan. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu puncak bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi (Chorkendroff and Niemantsverdriet, 2003). Skema alat XRD ditunjukkan pada Gambar 11



**Gambar 11.** Skema Alat XRD

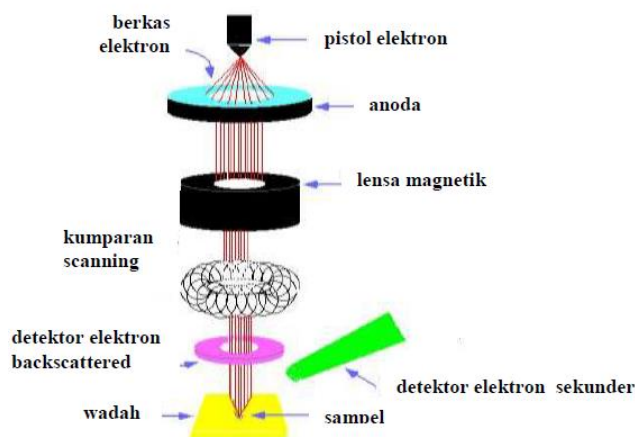
Sinar-X dihasilkan di suatu tabung sinar katode dengan pemanasan kawat pijar untuk menghasilkan elektron-elektron yang kemudian akan dipercepat terhadap target dengan memberikan suatu *voltase*, dan menembakkan elektron pada target. Sinar datang yang menumbuk pada titik pada bidang pertama dan dihamburkan

oleh atom P. Sinar datang yang kedua menumbuk bidang berikutnya dan dihamburkan oleh atom Q, sinar ini menempuh jarak  $SQ + QT$  bila dua sinar tersebut paralel dan satu fasa (saling menguatkan). (Callister and Rethwisch, 2009).

#### **2.14.2 Scanning Electron Microscope (SEM) –EDX (Energy Dispractive X-Ray)**

Interaksi antara gas dan permukaan material dan reaksi-reaksi pada permukaan material memiliki peran yang sangat penting dalam bidang katalisis. Siklus awal katalisis diawali dengan adsorpsi molekul reaktan pada permukaan katalis. Oleh karena itu perlu mempelajari morfologi permukaan dari katalis (Chorkendorff and Niemant Sverdriet, 2003). SEM (*Scanning Electron Microscope*) adalah salah satu jenis mikroskop electron yang menggunakan berkas electron untuk menggambarkan bentuk permukaan dari material yang dianalisis. Prinsip kerja dari SEM ini adalah dengan menggambarkan permukaan benda atau material dengan berkas electron yang dipantulkan dengan energi tinggi. Permukaan material yang disinari atau terkena berkas electron akan memantulkan kembali berkas electron atau dinamakan berkas electron sekunder ke segala arah, tetapi dari semua berkas electron yang dipantulkan terdapat satu berkas electron yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi.

SEM merupakan metode untuk menggambarkan permukaan suatu bahan dengan resolusi yang tinggi. Resolusi yang tinggi pada SEM dihasilkan dari penggunaan elektron dalam menggambarkan permukaan bahan. Resolusi yang dihasilkan juga jauh lebih tinggi dibandingkan dengan mikroskop cahaya (0,1 – 0,2 nm untuk SEM dan 200 nm untuk mikroskop cahaya). Skema kerja dari SEM ditunjukkan dalam Gambar 12 berikut



**Gambar 12.** Skema kerja SEM (Hangke, 2001)

Gambar 12, sebuah pistol elektron memproduksi berkas elektron dan dipercepat dianoda. Lensa magnetik kemudian memfokuskan elektron menuju sampel. Berkas elektron yang terfokus memindai (scan) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh kumparan pemindai. Ketika elektron mengenai sampel, maka sampel akan mengeluarkan elektron yang baru yang akan diterima oleh detektor Gambar yang dihasilkan SEM, dibentuk dari elektron sekunder yang dipantulkan sampel pada peristiwa penembakan berkas elektron dari alat. Permukaan yang lebih tinggi akan memberikan warna yang lebih cerah dari pada permukaan yang lebih rendah, diakibatkan oleh lebih banyaknya elektron sekunder yang dibebaskan menuju detektor (Ertl dkk., 2000).

Perangkat EDX yang terintegrasi dengan SEM memungkinkan dilakukannya mikroanalisis secara kualitatif dan semi kuantitatif untuk unsur-unsur mulai dari Litium (Li) sampai Uranium (U). EDX dihasilkan dari karakteristik sinar-x, yaitu dengan menembakkan sinar-x pada posisi yang ingin kita ketahui komposisinya. Setelah ditembakkan pada posisi yang diinginkan maka akan muncul puncak puncak tertentu yang mewakili suatu unsur yang terkandung. Perangkat lunak (software) akan secara otomatis mengidentifikasi jenis unsur/elemen yang terkandung pada sampel yang dikenal dengan element identification. EDX bisa digunakan untuk menganalisa secara kuantitatif dari persentase kandungan masing-masing elemen (Cahyana dan Marzuki, 2014).



Alat SEM-EDX memiliki dua monitor. Sistem kerja alat ini adalah dengan sistem vakum, Sebelum proses analisis berlangsung, penghilangan molekul udara didalam alat dilakukan dengan menutup gas. Penghilangan molekul udara menjadi sangat penting karena jika ada molekul udara yang lain, elektron yang berjalan menuju sasaran akan terpecah oleh tumbukan sebelum mengenai sasaran, ini disebabkan karena elektron sangat kecil dan ringan.

### **2.14.3 Analisis *band-gap***

*Band-gap* adalah perbedaan energi antara pita valensi bagian atas dengan pita konduksi bagian bawah. Elektron dapat berpindah dari satu pita ke pita yang lain. Saat elektron berpindah dari pita konduksi ke pita valensi maka akan membebaskan sejumlah energi. Sebaliknya, saat elektron berpindah dari pita valensi ke pita konduksi, dibutuhkan jumlah energi minimum yang disebut energi *band-gap*.

Pengukuran *band-gap* penting dalam industri semikonduktor dan nanomaterial. *Energy band-gap* dapat digunakan untuk memprediksi kekuatan dan stabilitas kompleks logam transisi, serta warna yang dihasilkannya dalam larutan. Energi *band-gap* untuk isolator besar ( $> 4$  eV) dan untuk semikonduktor lebih rendah yaitu ( $< 3$  eV). Sifat *band-gap* semikonduktor dapat dikontrol dengan menggunakan paduan semikonduktor yang berbeda.

Ada beberapa metode yang bisa digunakan untuk menentukan *band-gap*, salah satunya adalah dengan *diffuse reflectance spectroscopy* (DRS). DRS adalah metode yang cocok, tidak merusak bahan, dan sederhana. DRS penting dalam analisis material nanokristalin dan gel yang berpori (Nowak *et al.*, 2009).

### **2.14.4 Brunauer Emmett and Teller *Surface Area Analyze* (BET SAA)**

Analisis luas permukaan spesifik material dilakukan menggunakan alat berupa SAA (*Surface Area Analyzer*) (Wogo dkk, 2011). Luas permukaan diperoleh dari adanya interaksi zat padat dengan zat yang mengelilinginya, seperti cairan dan gas. Luas permukaan dapat dihasilkan dari ukuran kristal yang direduksi, seperti

proses penggerusan dan penghalusan yang baik akan menghasilkan bahan berpori. Hal yang paling penting dalam menentukan ukuran luas permukaan adalah gas molekul yang diserapnya. Luas permukaan diperoleh dari analisis benda padat secara fisika dari gas yang diserap permukaan padat dan dijumlahkan keseluruhan gas yang diserap bidang molekular pada permukaan (Naderi, 2015).

Prinsip kerja SAA didasarkan pada siklus adsorpsi dan desorpsi isotermis gas  $N_2$  oleh sampel berupa serbuk pada suhu  $N_2$  akan cair. Dengan cara sejumlah volume gas nitrogen yang diketahui dimasukkan ke dalam tabung sampel, maka sensor tekanan akan menghasilkan data tekanan proses yang bervariasi. Data volume gas yang dimasukkan dengan jumlahnya telah diketahui dan data hasil kenaikan tekanan dibuat ke dalam persamaan dalam teori BET (Rosyid dkk, 2012). Teori BET menjelaskan mengenai fenomena adsorpsi molekul gas di permukaan zat padat (melekatnya molekul gas pada permukaan zat padat). Banyaknya molekul gas yang diadsorpsi tergantung dengan luas permukaan zat padatnya, oleh karena itu teori BET dapat digunakan untuk menentukan luas permukaan suatu zat padat. Selain itu, metode BET juga dapat digunakan untuk menentukan porositas suatu zat padat yang berpori (Abdullah, 2008).

#### **2.14.5 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)***

FTIR merupakan suatu teknik analisis yang digunakan untuk melihat atom-atom dalam sebuah molekul melalui vibrasi-vibrasi yang ditimbulkan oleh atom tersebut. Untuk dapat melihat atom-atom tersebut diperlukan suatu spektrum IR yang diperoleh dengan cara menembakkan radiasi sinar infra merah ke sampel menentukan fraksi apa yang terjadi saat melewati radiasi yang terabsorpsi dengan energi khusus. Energi yang terdapat pada beberapa puncak dalam sebuah spektrum absorpsi menunjukkan kecocokan terhadap frekuensi pada vibrasi dari sebagian molekul sampel (Ayyad, 2011)

Prinsip dasar dari analisis spektrofotometri IR adalah penyerapan radiasi elektromagnetik oleh gugus-gugus fungsi tertentu, sehingga dari spektrum serapan yang terbaca kita mampu mengetahui gugus fungsi apa saja yang terdapat pada

suatu senyawa. Bila sinar inframerah dilewatkan melalui sebuah cuplikan, maka sejumlah frekuensi diserap oleh cuplikan tersebut dan frekuensi lainnya diteruskan atau ditransmisikan tanpa adanya penyerapan. Hubungan antara persen absorptansi dengan frekuensi maka akan dihasilkan sebuah spektrum inframerah (Hardjono, 1990).

Prinsip spektrum inframerah dapat dilakukan dengan cara melewati radiasi infra merah yang telah didispersikan oleh *grating* menembus sampel, kemudian ditangkap oleh detektor dan akhirnya dicetak pada kertas rekorder. Gugus fungsional dari sampel yang mengabsorpsi radiasi akan tampak sebagai puncak-puncak dalam daerah panjang gelombang tertentu. Frekuensi dari vibrasi normal molekul yaitu posisi pita spektrum yang dihasilkan (ditunjukkan oleh panjang gelombang atau bilangan gelombang) ditentukan oleh massa dari atom-atom dalam molekul dan gaya yang berkerja diantara massa. Hal ini menyebabkan spektrum IR adalah spektrum yang spesifik. Perbedaan paling kecil di dalam struktur menyebabkan variasi pada spektrum. Pancaran inframerah pada umumnya mengacu pada bagian spektrum elektromagnetik yang terletak di antara daerah tampak dan daerah gelombang mikro. Kondisi alat harus selalu bebas dari uap air. Alat disimpan pada ruangan dengan temperatur yang konstan dan setiap bagian alat diberi silika gel untuk menjerap uap air (Lesbani, 2012).

## **2.15 Impregnasi**

Impregnasi merupakan metode preparasi katalis dengan cara adsorpsi larutan garam prekursor kedalam penyangga. Metode ini dapat dibagi lagi menjadi dua kategori yaitu:

### **2.15.1 Impregnasi Kering**

Apabila volume larutan senyawa awal logam katalis yang digunakan tidak melebihi volume pori penyangga. Pada metode ini larutan senyawa awal logam katalis disemprotkan pada penyangga secara terus-menerus disertai dengan

pengadukan. Penetrasi senyawa awal logam katalis yang lebih dalam lagi ke bagian dalam pori dapat dicapai dengan mengeluarkan air yang terperangkap dalam pori, sehingga diperoleh distribusi logam prekursor yang lebih seragam dan merata.

### **2.15.2 Impregnasi Basah**

Impregnasi basah dilakukan apabila larutan senyawa awal logam katalis yang digunakan melebihi volume pori penyangga. Campuran dibiarkan beberapa saat sambil terus diaduk, hingga semua pelarutnya habis dan kering. Teknik ini umumnya dipakai bila prekursor berinteraksi dengan penyangga tetapi hanya sebatas interaksi fisik saja (Ismunandar, 2006).

## **2.16 Spektrofotometer UV-Vis**

Melibatkan spektra energi dan spektrofotometri. Spektrofotometri Sinar Tampak (UV-Vis) adalah pengukuran energi cahaya oleh suatu sistem kimia pada panjang gelombang tertentu (Day and Underwood, 2002). Sinar ultraviolet (UV) mempunyai panjang gelombang antara 180-380 nm dan sinar tampak (visible) mempunyai panjang gelombang 380-780 nm. Pengukuran menggunakan spektrofotometer melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometer UV-Vis lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif. Konsentrasi dari analit di dalam larutan sampel bisa ditentukan dengan mengukur absorbansi sinar oleh sampel pada panjang gelombang tertentu dengan menggunakan hukum Lambert-Beer (Rohman, 2007). Hukum Lambert-Beer menyatakan hubungan linieritas antara absorbansi dengan konsentrasi larutan analit dan berbanding terbalik dengan transmitan. Dalam hukum Lambert-Beer terdapat beberapa batasan, yaitu:

- a. Sinar yang digunakan dianggap monokromatis.
- b. Penyerapan terjadi dalam suatu volume yang mempunyai penampang yang sama.

- c. Senyawa yang menyerap dalam larutan tersebut tidak tergantung terhadap yang lain dalam larutan tersebut.
- d. Tidak terjadi fluoresensi atau fosforisensi.
- e. Indeks bias tidak tergantung pada konsentrasi larutan.

Hukum Lambert-Beer dinyatakan dalam rumus:

$$A = E \cdot b \cdot c \dots\dots\dots (2)$$

Dimana : A= absorban

E= absorptivitas molar

b = tebal kuvet (cm)

c = konsentrasi

Adapun prinsip kerja spektrofotometer UV-Vis yaitu cahaya lampu yang bersifat polikromatis diteruskan melalui lensa deuterium menuju ke monokromator pada spektrofotometer dan filter cahaya pada fotometer. Monokromator kemudian akan mengubah cahaya polikromatis menjadi cahaya monokromatis (tunggal). Berkas-berkas cahaya dengan panjang tertentu kemudian akan dilewatkan pada sampel yang mengandung suatu zat dalam konsentrasi tertentu. karena itu, terdapat cahaya yang diserap (diabsorpsi) dan ada pula yang dilewatkan. Cahaya yang dilewatkan ini kemudian diterima oleh detektor. Detektor kemudian akan menghitung cahaya yang diterima dan mengetahui cahaya yang diserap.

### III. METODE PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini telah dilakukan pada bulan Februari sampai dengan bulan Oktober 2022 di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik FMIPA Universitas Lampung. Proses *freeze-dry* dan kalsinasi, dilakukan di UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi, Universitas Lampung. Analisis XRD dilakukan di Universitas Negeri Padang (UNP). Analisis SEM-EDX dilakukan Universitas Lampung (UNILA). Analisis *band-gap* dengan DRS dilakukan di Laboratorium UI-Chem, Universitas Indonesia, Analisis FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia ITB. Analisis luas permukaan dan pori spesifik SAA BET dilakukan di ITB. Serta analisis uji aktivitas UV-Vis dilakukan di laboratorium Instrumentasi Kimia Anorganik/Fisik FMIPA Universitas Lampung.

#### 3.2 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini *centrifuge* (17250-10-Centrifuge Cole Parmer™), botol semprot, spatula, kaca arloji, pipet tetes, pH meter (MetroHM™ 827), tabung sentrifugasi (15 mL), *hot plate stirrer* (CB162 Stuart™) dan *stir bar*, tabung reaksi, rak tabung reaksi, oven (Innotech), *Whattman* No. 42, *freeze-dryer*, *furnace*, desikator, lampu *Visible* (philips) reaktor katalitik, termometer, botol dan selang infuse, corong gelas, labu Erlenmeyer (250 mL), gelas kimia (100 mL - 1000 mL), gelas ukur (10 mL - 500 mL), labu ukur (25 mL - 1000 mL), mortar dan alu, botol vial (20 mL), difraktometer sinar-X (XRD), SEM-EDX, spektrofotometer DRS, FTIR (Shimadzu IR Prestige 21), SAA BET (Nova 4200e), serta ultrasonik (D68H). UV-Vis (Shimadzu Cary- 100).

Bahan-bahan yang digunakan adalah Nikel Nitrat  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (Merck, 99%),  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (Merck™), HCl 1 M dan HCl 5%,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat (Merck™),  $\text{KMnO}_4$  (Merck™),  $\text{H}_2\text{O}_2$  30%, amonia berair (pH = 12) (Merck™), pektin bonggol jagung, pH indikator, gas Hidrogen (BOC 99,99%), dan *Remazol Golden Yellow*

### 3.3 Prosedur Penelitian

#### 3.3.1 Preparasi Nanokomposit NiO/nHGO

Preparasi nanokomposit dilakukan melalui beberapa tahapan yaitu:

##### Preparasi grafit dari bonggol jagung

Preparasi grafit dari bonggol jagung dilakukan dengan cara preparasi serbuk bonggol jagung dan karbonisasi. Pertama, limbah bonggol jagung dicuci hingga bersih, lalu dipotong kecil-kecil dan dijemur dibawah sinar matahari. Kemudian, dikeringkan kembali dalam oven pada suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 1,5 jam dan dihaluskan. Serbuk yang telah dikeringkan diambil sebanyak  $\pm 40$  gram dan dimasukkan ke dalam crucible dan ditutup, lalu difurnace pada suhu  $350^\circ\text{C}$  selama 2 jam dengan *heating rate*  $10^\circ\text{C}/\text{menit}$ . Setelah itu didinginkan dalam desikator selama 15 menit dan dihaluskan dengan mortar untuk digunakan pada tahap selanjutnya.

##### Sintesis grafit

Sampel diambil sebanyak 5 gram kemudian ditambahkan ke dalam 500 mL akuades dan diaduk dengan kecepatan 600 rpm. Lalu ditambahkan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan kecepatan putaran dinaikkan menjadi 900 rpm pada suhu ruang. Selanjutnya pengecekan pH pada larutan, lalu ditambahkan HCl (1 M) secara perlahan hingga pH larutan mencapai ~2. Pengadukan larutan dilanjutkan pada suhu  $60^\circ\text{C}$  selama 5 jam. Kemudian, larutan disentrifugasi untuk memisahkan supernatan dari endapan *natural graphite*.

Endapan dicuci dengan akuades hingga pH ~7 (netral). Selanjutnya, endapan akhir (sampel *natural graphite*) dikeringkan dalam oven pada suhu  $50^\circ\text{C}$  (*overnight*) dan dilanjutkan  $110^\circ\text{C}$  selama 5 jam. Hasil pengeringan berupa serbuk

*natural graphite* ditempatkan dalam desikator selama 15 menit, lalu dikarakterisasi dengan XRD dan FTIR. Endapan *natural graphite* digunakan sebagai bahan baku sintesis GO.

### **Sintesis grafena oksida (GO)**

5 gram serbuk grafit ditambahkan 2,5 gram  $\text{NaNO}_3$  kemudian dicampur 120 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat yang didinginkan sampai suhu ( $0^\circ\text{C}$ ) diaduk menggunakan *magnetic stirrer* di *ice bath* selama 10 menit, lalu ditambahkan 15 gram  $\text{KMnO}_4$  secara bertahap sambil di aduk suhu dipertahankan dibawah  $10^\circ\text{C}$  kemudian suspensi direaksikan selama 3 jam. Setelah itu ditambahkan air suling secara perlahan hingga volume mencapai 400 ml, peningkatan suhu mencapai  $98^\circ\text{C}$ . selanjutnya ditambahkan 15 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$  30%, kedalam campuran selama 10 menit.

Larutan yang terbentuk disentrifugasi dengan kecepatan 4000 rpm selama 15 menit dan endapannya dicuci dengan larutan HCl 5% dan akuades untuk menghilangkan ion sulfat. Endapan yang dihasilkan didispersikan dalam 450 mL akuades dan disonikasi selama 2 jam. Kemudian suspensi dipisahkan menjadi cairan supernatan dan residu berwarna keemasan dengan sentrifugasi pada kecepatan 5000 rpm selama 10 menit. Supernatan disentrifugasi lagi untuk menghilangkan zat tersuspensi. Endapan hasil ultrasonikasi, dikeringkan dalam oven pada suhu  $60^\circ\text{C}$  hingga terbentuk nanosheet grafena oksida. Dilakukan Karakterisasi dengan XRD, DRS, BET, dan FTIR

### **3.3.2 Sintesis Nanokomposit NiO**

Nanokatalis NiO dipreparasi dengan metode sol-gel. Sebagai berikut :

Pembuatan nanokatalis NiO dilakukan dengan cara melarutkan 18 gram pektin dalam 400 mL aquades. Larutan kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnetic stirrer pada suhu ruang sampai diperoleh larutan yang homogen. Larutan kemudian ditambahkan amonia sebanyak 20-50 mL. Selanjutnya ditambahkan larutan nikel nitrat 19,45 gram dalam 350 mL aquades secara perlahan menggunakan alat infus, sambil diaduk hingga homogen, Selanjutnya campuran dipanaskan menggunakan *hot plate magnetic stirrer* pada suhu  $70^\circ\text{C}$ - $80^\circ\text{C}$  sampai



terbentuk gel (Nanokomposit NiO). Dimasukan dilemari pendingin untuk dilakukan pembekuan.

### ***Freeze-Dry***

Langkah selanjutnya *Freeze-Dry* (pengeringan beku). Prekursor yang sudah menjadi gel dimasukan kedalam lemari pendingin sampai membeku (24-48 jam). Setelah itu dimasukan kedalam alat pengering beku sampai gel mengering dan berbentuk bongkahan berwarna kecoklatan. Setelah berbentuk bongkahan prekursor ditimbang dan dimasukan kedalam *crucible* untuk dikalsinasi pada temperatur 700°C (Ana, 2016).

### **Kalsinasi Pada Temperatur 700°C**

Hasil dari *Freeze Dry* selanjutnya dikalsinasi pada suhu 700°C, dengan suhu awal kalsinasi 25°C kemudian suhu dinaikkan 2°C/menit sampai 350°C dan ditahan selama 2 jam, lalu dinaikkan kembali hingga mencapai 600°C dan ditahan selama 1 jam kemudian suhu dinaikkan kembali hingga mencapai 700°C dan ditahan selama 2 jam. Setelah dicapai suhu maksimal, pemanasan dihentikan dan didiamkan sampai mencapai suhu kamar. Bubuk katalis yang diperoleh digerus sampai halus menggunakan mortar agate dan dilanjutkan untuk uji karakterisasi XRD dan DRS.

### **Impregnasi Nanokatalis NiO/nGO**

Bubuk katalis yang didapat selanjutnya dilakukan impregnasi dengan nGO, Impregnasi dilakukan dengan perbandingan (1/0,125), (1/0,25) dan (1/0,5). Diawali dengan menimbang grafena oksida (nGO) sebanyak 1 gram dan nanokatalis NiO sebanyak 0,125 gram lalu ditambahkan akuades sampai volume sampel diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga homogen, setelah itu diultrasinokasi selama 45 menit. dikeringkan dengan oven suhu 90°C. Sampel yang udah kering digerus sampai halus. Dilakukan pula perbandingan (1/0,25) dan (1/0,5) dengan perlakuan yang sama. Setelah itu dilakukan Karakterisasi XRD,DRS,SEM-EDX,FTIR.

### 3.3.3 Karakterisasi Nanokomposit NiO/nGO

#### Analisis Struktur Kristal

Disiapkan katalis sebanyak 0,5 gram untuk analisis struktur kristal. Analisis struktur kristal dilakukan dengan menggunakan alat difraksi sinar-X (XRD) untuk mengidentifikasi fasa kristalin yang terbentuk pada nanomaterial yang disintesis (Sridhar dkk., 2012). Analisis struktur katalis dilakukan menggunakan radiasi  $\text{CuK } \alpha$  ( $1,5425\text{\AA}$ ), tabung sinar-X dioperasikan pada 40 kV dan 200 mA. Rentang difraksi yang diukur ( $2\theta$ ) dalam rentang  $10 - 80^\circ$  dengan scan step size  $0,02^\circ$  /menit. Sampel padat diletakkan pada sampel *holder*. Kemudian sumber sinar bergerak mengelilingi sampel sambil menyinari sampel. Sampel akan memantulkan sinar dan ditangkap oleh detektor. Alat perekam merekam intensitas pantulan sinar untuk tiap sudut tertentu. Puncak-puncak yang terdapat pada difraktogram kemudian diidentifikasi menggunakan metode *Search Match* dengan standar *file data* yang terdapat dalam program PCPDF-win 1997 (Drbohlavova dkk., 2009).

#### Analisis Unsur Katalis

Pada analisis SEM-EDX katalis yang akan dianalisis sebanyak 0,1 g sampel ditempatkan pada wadah sampel yang mengandung *sticking tape* tembaga, kemudian sampel dilapisi lapisan tipis emas atau bahan yang bersifat konduktor lainnya. Kemudian sampel tersebut diberikan berkas elektron. Berkas elektron akan dipantulkan oleh sampel untuk kemudian ditangkap detector membentuk foto.

#### Analisis Energi *Band-Gap* Katalis

Katalis disiapkan sebanyak 0,5 gram untuk analisis energi *band-gap* (DRS). Spektrum DRS UV-VIS direkam menggunakan spektrofotometer Shimadzu UV-3600 yang diintegrasikan dengan tabung dengan diameter 15 cm.  $\text{BaSO}_4$  digunakan sebagai referensi. Semua sampel yang telah mengandung  $\text{BaSO}_4$  (1:50) digunakan untuk perhitungan (Tatarchuk dkk., 2017). Sampel yang digunakan untuk pengukuran berupa bubuk dengan ukuran dibawah 100 mesh. atau 149 mikron. Absorbansi diukur pada kisaran panjang gelombang 200-800 nm.

### **Analisis Luas Permukaan dan Pori**

Disiapkan katalis sebanyak 0,3 gram untuk analisis luas permukaan. SAA metode BET dapat digunakan untuk melakukan pengukuran luas permukaan, volume pori, dan rata-rata diameter pori (Zakaria dkk., 2012). Prinsip kerja SAA didasarkan pada siklus adsorpsi dan desorpsi isoteremis gas N<sub>2</sub> oleh sampel berupa serbuk pada suhu N<sub>2</sub> akan cair. Dengan cara sejumlah volume gas nitrogen yang diketahui dimasukkan ke dalam tabung sampel, maka sensor tekanan akan menghasilkan data tekanan proses yang bervariasi. Data volume gas yang dimasukkan dengan jumlahnya telah diketahui dan data hasil kenaikan tekanan dibuat ke dalam persamaan dalam teori BET

### **Analisis Gugus Fungsi Katalis**

Penentuan gugus fungsi katalis dapat dilakukan dengan memasukkan katalis seujung spatula keatas plat secukupnya, kemudian mulai pembacaan gugus fungsi melalui komputer. Dilakukan hingga didapatkan grafik yang sesuai dengan yang diinginkan. Hindari kontak dengan alat-alat yang mengandung banyak minyak. Sebelum dimasukkan katalis kedalam plat, katalis terlebih dahulu dipanaskan, untuk menghilangkan kandungan uap air.

### **3.3.4 Uji Aktivitas Fotokatalitik**

#### **Preparasi Sampel**

Dalam penelitian ini menggunakan Nanokomposit NiO/nGO sebanyak 0,1 gram dan *remazol golden yellow* 15 ppm.

#### **Reaksi Fotokatalitik**

Uji aktifitas fotokatalitik pada nanokomposit NiO/nGO dilakukan terhadap senyawa *remazol golden yellow* dengan mencampurkan sebanyak 0,1 gram nanokomposit NiO/nGO ke dalam 150 mL *remazol golden yellow* dengan konsentrasi 15 ppm ke dalam gelas kimia, kemudian dihomogenkan. Setelah itu campuran disinari oleh lampu *visible* dengan jarak 30 cm selama 40 menit kemudian dipipet sebanyak 20 mL. Dilakukan hal yang sama dengan berbagai variasi waktu yaitu 60;80; 100 dan 120 menit. Kedalam sampel dimasukkan pula

secara langsung gas hidrogen. Setelah itu diuji dengan spektrofotometri UV-VIS untuk melihat laju absorbansi dari *remazol golden yellow*. Pada reaksi fotokatalitik untuk cahaya tampak sebagai pembanding, ditentukan dari hasil fotodegradasi yang paling baik menggunakan lampu *visible*.

Pada reaksi fotokatalitik untuk cahaya tampak sebagai pembanding, ditentukan dari hasil fotodegradasi yang paling baik menggunakan lampu *visible*. Sebanyak sebanyak 0,1 gram nanokomposit NiO/nGO dimasukkan kedalam 150 mL *remazol golden yellow* 15 ppm dalam gelas kimia, kemudian dihomogenkan, setelah itu campuran tersebut diletakkan dibawah sinar matahari selama 40 menit pada rentang waktu pukul 11.00 – 13.00 WIB, selanjutnya dipipet sebanyak 20 mL. Dilakukan hal yang sama dengan berbagai variasi waktu yaitu 40;60; 80; 100 dan 120 menit dan di uji dengan spektrofotometri UV-Vis untuk melihat laju absorbansi dari *remazol golden yellow*.

### **3.3.5 Analisis dengan Spektrofotometri UV-Vis**

#### **Kalibrasi Alat Spektrofotometer UV-Vis**

Alat spektrofotometer dinyalakan selama  $\pm 15$  menit untuk menstabilkan sumber cahaya dan fotodetektor, lalu siapkan larutan blangko (akuades), masukkan ke dalam kuvet yang telah dibersihkan sebelumnya dengan menggunakan tisu. Pilih menu aplikasi *wavelength scan*, kemudian kalibrasi dengan menggunakan larutan blangko (minimal 2 kali dengan menekan tombol *autozero*). Atur nilai absorbansi = 0 dan nilai transmitansi = 100 % (artinya larutan tidak mengabsorpsi cahaya yang diberikan).

#### **Pembuatan Larutan Standar**

Membuat larutan standar *Remazol golden yellow* dengan konsentrasi 0, 1, 5, 10, 15, dan 20, ppm. Pembuatan larutan standar ini digunakan untuk menentukan absorbansinya, sehingga dapat dibuat kurva standarnya.

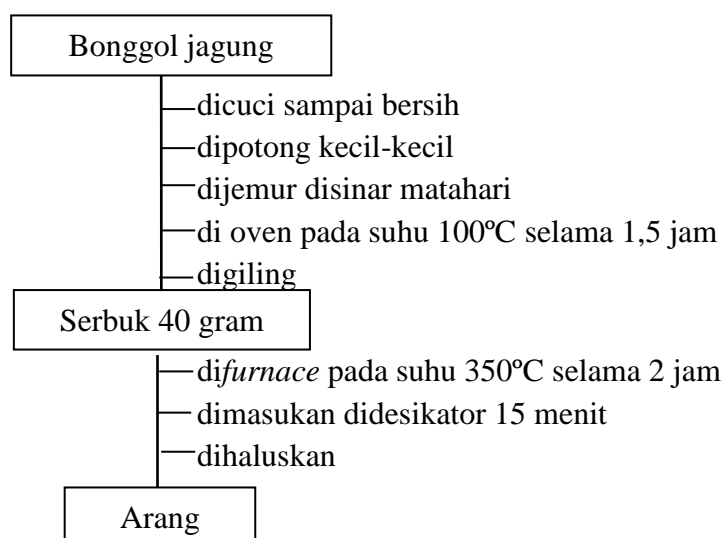
### Menentukan Panjang Gelombang Maximum ( $\lambda$ maks) serta Konsentrasi *Remazol Golden Yellow* RNL Terdegradasi

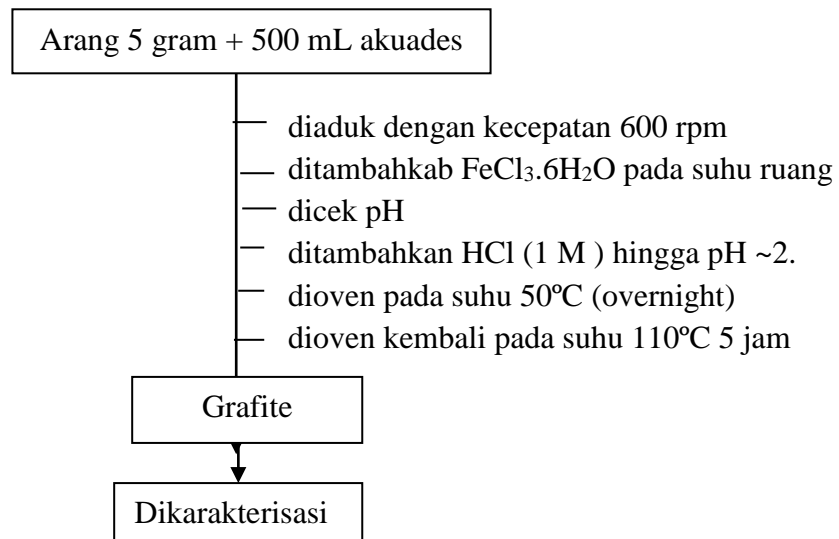
Pertama ditentukan rentang panjang gelombang yang akan digunakan (untuk sampel yang berwarna, gunakan rentang panjang gelombang 200 – 800 nm). Masukkan masing-masing larutan standar ke dalam kuvet yang kering dan bersih dan dilakukan selurus panjang gelombang maksimum untuk sampel *remazol golden yellow* hingga dihasilkan nilai  $\lambda$  maks (panjang gelombang yang menghasilkan absorbansi paling besar atau paling tinggi disebut  $\lambda$  maks) dan membuat grafik hubungan antara nilai absorbansi sebagai fungsi panjang gelombang. Selanjutnya mengukur absorbansi terdegradasi yang akan ditentukan konsentrasinya, lalu setelah didapatkan absorbansinya, nilai absorbansinya dimasukkan pada grafik standar yang telah di buat sebelumnya. Sehingga konsentrasi terdegradasi dapat dihitung dengan Hukum Lambert-Beer.

#### 3.4 Diagram Alir

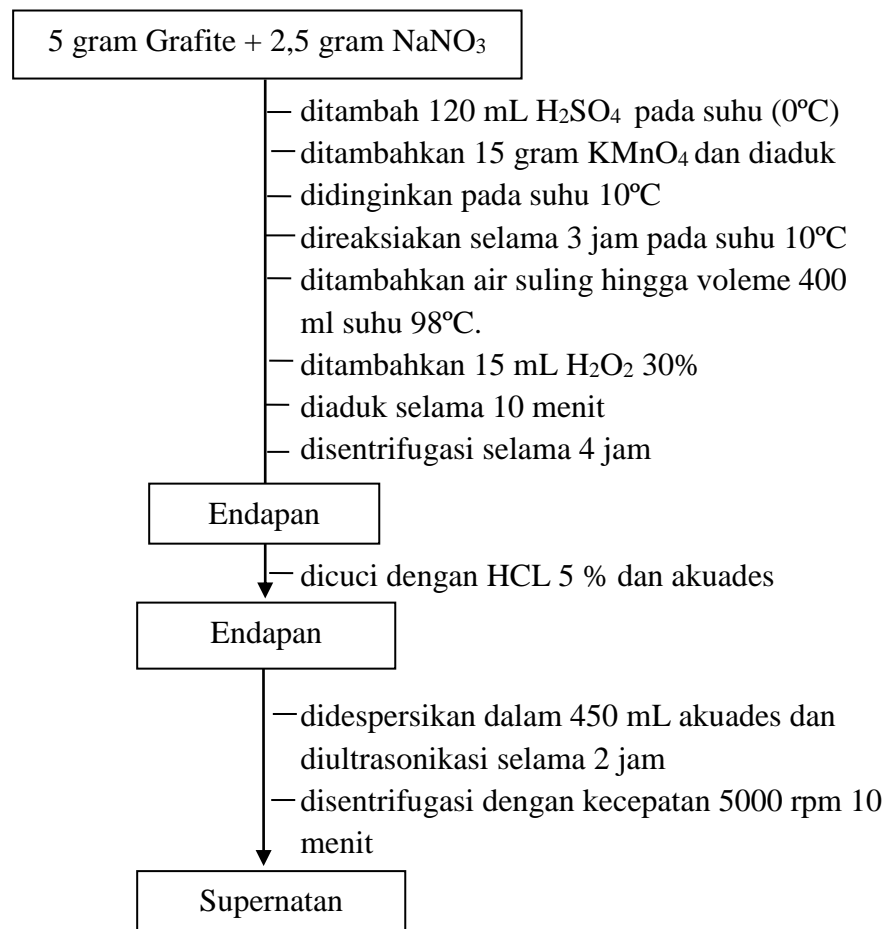
Adapun seluruh prosedur penelitian yang dilakukan dalam metode diringkas sebagai berikut:

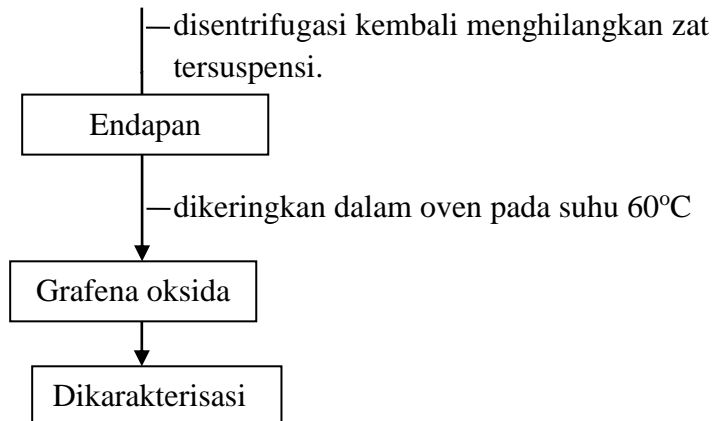
##### 3.4.1 Preparasi grafit dari bonggol jagung



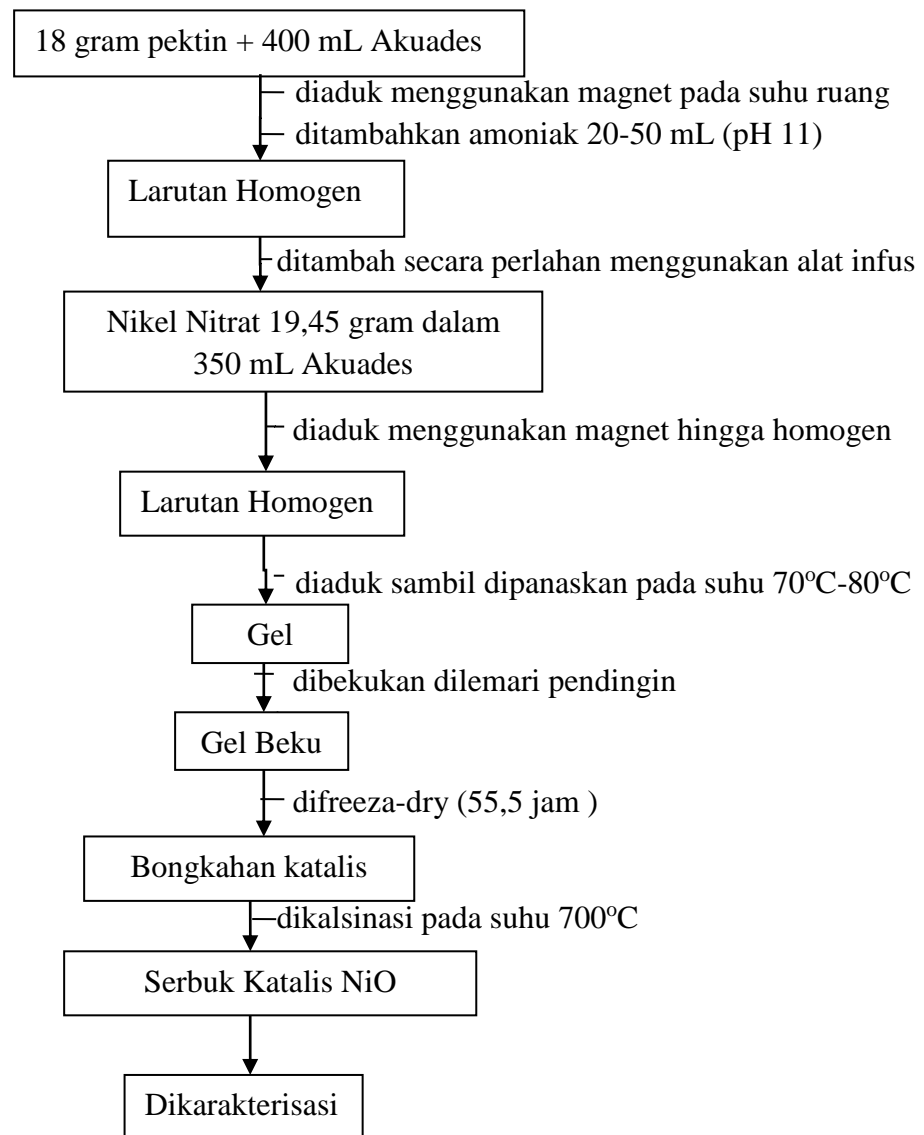


### 3.4.2 Sintesis grafena oksida (GO)

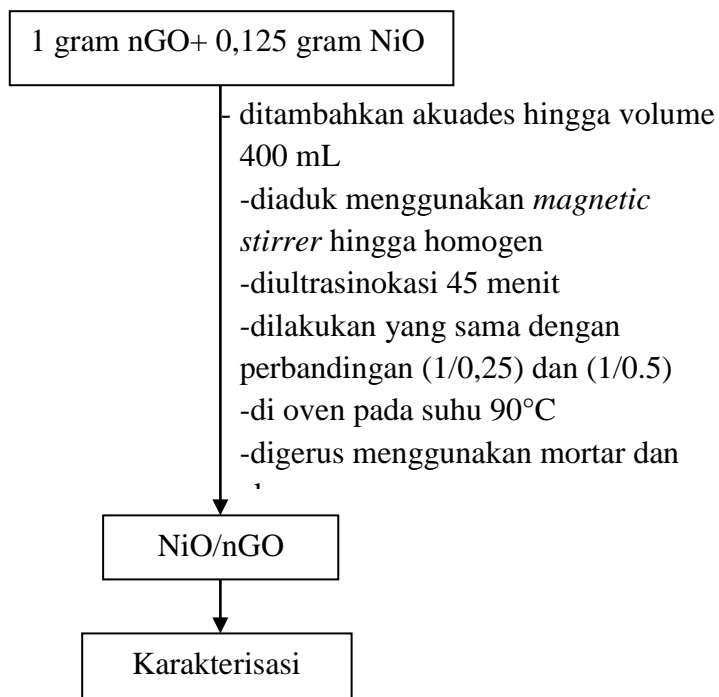




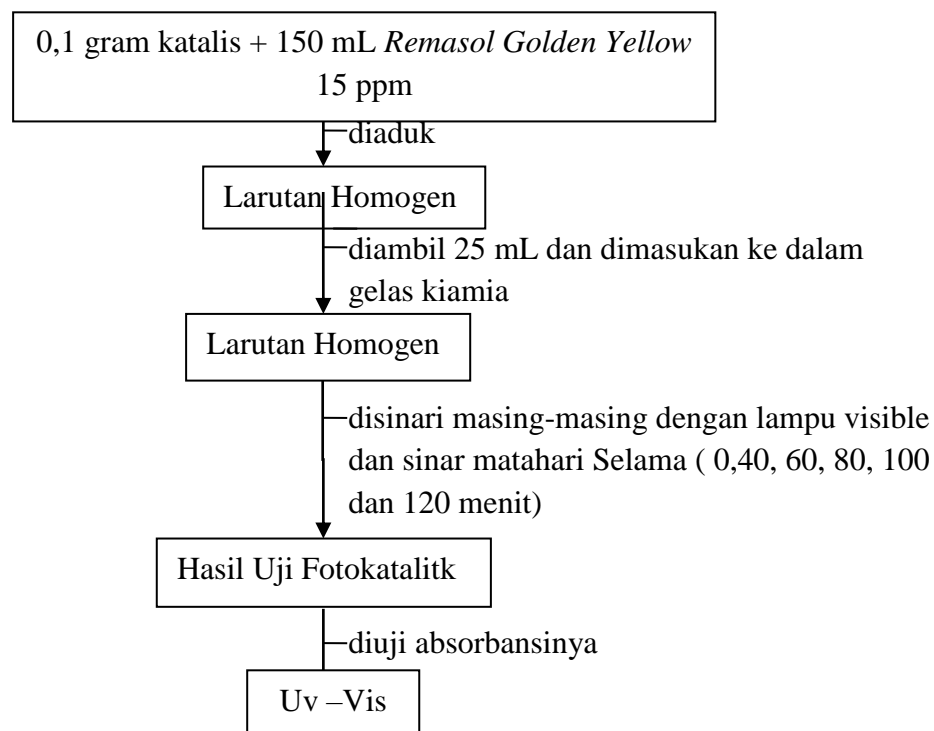
### 3.4.3 Sintesis Nanokomposit NiO



### 3.4.4 . Impregnasi Nanokatalis NiO/nGO



### 3.4.5 Reaksi Fotokatalitik





## V. SIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Simpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diambil kesimpulan bahwa:

1. Fasa kristalin yang terbentuk pada katalis setiap variasi yaitu NiO dan nGO dengan ukuran rata-rata kristal katalis sebesar 5,46 nm; 8,46 nm dan 17,56 nm yang dihasilkan dari analisis XRD menggunakan metode *scherrer*.
2. Hasil analisis DRS didapatkan energy *band-gap* dari NiO ( 3,11 eV ); nGO (1,42 eV) dan NiO/nGO variasi ke-1 (1,52 eV); variasi ke-2 (1,50 eV); variasi ke-3 (1,63 eV).
3. Hasil analisis dari FTIR menunjukkan terbentuknya gugus fungsi Ni-O dan C-OH pada bilangan gelombang 428,20 dan 1348,24cm<sup>-1</sup>.
4. Hasil analisis SEM-EDX katalis menunjukkan morfologi seperti gumpalan atau agomerasi dengan adanya unsur penyusun Ni,O,C dan H.
5. Nanokatalis NiO/nGO pada setiap variasi mampu mendegradasi zat warna RGY dengan % degradasi variasi ke-1 80%, 90 %; variasi ke-2 70%, 90 % dan variasi ke-3 70%, 80%, semakin banyak nanokatalis NiO % degradasi semakin kecil dikarenakan hasil *band-gap* NiO 3.11 sehingga tidak maksimal menyerap sinar tampak dan cahaya.
6. Penyinaran menggunakan sinar matahari lebih rendah dibandingkan menggunakan sinar *visible* pada fotodegradasi zat warna RGY.
7. Peningkatan waktu penyinaran meningkatkan presentase fotodegradasi zat RGY dengan waktu optimum selama 120 menit.

## 5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh, maka pada penelitian selanjutnya disarankan untuk:

1. Melakukan uji fotodegradasi menggunakan katalis nGO yang didopan dengan logam lain selain NiO.
2. Memastikan tekanan aliran gas tetap stabil pada saat mengalir larutan saat fotodegradasi berlangsung.
3. Melakukan uji fotodegradasi menggunakan variasi nGO lebih beragam.

## DAFTAR PUSTAKA

- A. Rahmandari, Ansori, Kusumawati 2010, *Pengolahan Grafit Tahap Pemanggangan*. Yogyakarta: STTN-BATAN.
- Abdullah, M., Yudistira, V. Nirmin dan Khairurrijal. 2008. *Sintesis Nanomaterial*. Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi. 1: 33–36.
- Amiruddin, H. 2016. *Modifikasi Permukaan Karbon Aktif Bonggol jagung (Zea Mays) dengan  $HNO_3$ ,  $H_2SO_4$ , dan  $H_2O_2$  Sebagai Bahan Elektroda Superkapasitor*. Skripsi. Universitas Hasanuddin. Makassar.
- Ana, M.K. 2016. Studi Pendahuluan Uji Aktifitas Nanokatalis  $Ni_{0,8}Fe_2Mo_{0,2}O_4$  Untuk Fotodegradasi *Remazol Golden Yellow*. Skripsi. Universitas Lampung. 45-65.
- Andebet, G.T., Abraham, S., and Soloman, L. 2014. *Optimizing Dyeing parameters of Remazol Golden Yellow Dye Upon Cotton Fabric*. Internasional journal of Advanced Research. 2 (10) : 234-240.
- Ayyad, O.D. 2011. *Novel Strategies The Synthesis of Metal Nanoparticle and Nanostructure*. Tesis Universitas de Barcelona. Barcelona. 33-45.
- C. Hsiao, S. Liao, M. Yen, P. Liu, N. Pu, C. Wang, C. Ma (2010), Preparation of Covalently Functionalized Graphene Using Residual Oxygen-Containing Functional Groups. American Chemical Society. VOL. 2. NO. 11. 3092–3099. Acsami.
- Cahyana, A. and Marzuki, A. 2014. Analisa SEM (Scanning Electron Microscope) Pada Kaca TZN yang Dikristalkan Sebagian. Prosiding Mathematics and Sciences Forum. 23–26.

- Callister, W.D.Jr., and Rethwisch, D.G. 2009. *Materials Science and Engineering An Introduction 7<sup>th</sup> Edition*. John Wiley and Sons Incorporated. New York. 66–70.
- Chaturvedi, S., P.N., Dave, and N.K., Shah. 2012. Applications of nano-catalyst in new era. *Journal of Saudi Chemical Society*. **16**: 307–325.
- Choi, J., Hyunwoong, P., And Michael, R.H. 2010. *Effects of Single Metal-Ion Doping on the Visible-Light Photoreactivity of TiO<sub>2</sub>*. J. 114: 783-792.
- Choucair, P. Thordarson, J. A. Stride (2009), *Natural Nanotechnol.* 4. 30–33.
- Chorkendorf, I. And Niemantsverdriet, J.W. 2003. *Concept of Modern Catalysis and Kinetics*. Willey-VCH GmbH & Co. Weinheim. 2-4.
- Cullity, B.D. 1978. *Element of X-ray Diffraction 2<sup>nd</sup> edition*. Addison-Wesley Publishing Company Incorporation. Philippines. 397-398.
- Day, R A, dan Underwood, A L. (2002). *Analisis Kimia Kuantitatif*. Edisi Keenam . Erlangga, Jakarta. 180.
- Deraz, N.M., Selim, M.M., and Ramadan, M. 2009. *Processing and Properties of Nanocrystalline Ni and NiO Catalysts*. *Materials Chemistry and Physics*. 113: 269 275
- Dewi, Kania. 2020. *Sintesis Dan Karakterisasi Natural Graphite dan Grafena Oksida (GO) dari Limbah Tongkol Jagung . Skripsi*. Universitas Pertamina. Jakarta.
- Djayasinga, R., Situmeang, R. 2015. Preparation and Characterization of Nanosize Spinel Ni<sub>0.9</sub>Fe<sub>2</sub>Cu<sub>0.1</sub>O<sub>4</sub>. *Jurnal Graduate Student in Department of chemistry of Lampung*. 21 (7) 48-53.

- Erika, C. 2013. Ekstraksi *Pektin dari Kulit Kakao (Theobroma cacao l.) menggunakan Amonium Oksalat*. Jurnal Teknologi dan Industri Pertanian Indonesia .5 (2): 1 – 5.
- Ertl, G., H. Knözinger, and J. Weitkamp. 2000. Handbook of Heterogeneous Catalysis. Second Edition. Wiley-VCH GmbH & Co. New York. 3: 4- 6.
- Frenzer, G and Maier, W. F. 2006. Amorphorous Pourous Mixed Oxides Sol-Gel Ways to a Highly Versatile Class of Materials and Catalysts. *Annual Review of Materials Reseach*.**36**: 281-331.
- Hanke, L. D. 2001. Hanbook of Analytical Methods for Materials. Materials Evaluation and Engineering.Inc. Plymouth.35-38.
- Hardjono, S.1990. *Spektroskopi Inframerah*. Liberti.Yogyakarta.47-51.
- Hartanto, and Ratnawati, R. 2018. Pembuatan Karbon Aktif Dari Tempurung Kelapa Sawit Dengan Metode Aktifitas Kimia. Jurnal Sains Materi Indonesia 12 (1):12-16.
- Hoffman, M. R., S. T. Martin, W. Choi, and D.W Bahnemann, 1995,*Enviromental Application of Semiconductor Photocatalysis*, Chemical Reviews. 95(1) : 69-96.
- Hou, Y., Lv, S., Liu, L., dan Liu, X. 2020. High-Quality Preparation Of Graphene Oksida Via the Intercalator, Oxidant, and Graphite Particle size Ceramics International , 46(46), 2392-2402.
- Hug, W., Schmidt, A., Nortemana, B., Hempel, D.c., Stolz, A. Dan Knackmuss, H.J. 1991. *Mineralization Of The Sulfonated Azo Dye Mordant Yellow 3 y a 6-Aminoaphthalene -2-Degrading Bacterial Consorsium*. Applied and Enviromental Microbiology. 57 (11) : 3144-3149.

- Iftimie, N., Rezlescu, E., Popa, P.D. and Rezlescu, N. 2006. *Gas Sensitivity of Nanocrystalline Nickel Ferrite*. Journal of Optoelectronics and Advanced Materials. 8 (3):1016 – 1018.
- Irene P., Satiruiani, Felycia E.S., Herman, H..2007. *Ekstraksi Pektin Darim Berbagai Macam Kulit Jeruk*. Widya Teknik. 6(1).
- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam: Struktur, Sintesis dan Sifat-Sifatnya*. ITB. Bandung. 8–23.
- K. S. Novoselov, A. K. Geim, S. V. Morozov, D. Jiang, Y. Zhang, S. V. Dubonos, I. V. A. Grigorieva, A. Firsov (2004), Electric field effect in atomically thin carbon films, *Science*, **306**, 666–669.
- Kim, H., Moon, G., Monllor-Satoca, D., Park, Y., and Choi, W. 2012. Solar Photoconversion Using Graphene/TiO<sub>2</sub> Composites: Nanographene Shell on TiO<sub>2</sub> Core versus TiO<sub>2</sub> Nanoparticles on Graphene Sheet. *The Journal of Physical Chemistry C*. **116**(1): 1535–1543.
- Kumaran, P. Sudhagar, A.K. Konga, G. Ponniah. 2020. Photocatalytic Degradation of Synthetic Organic Reactive Dye Wastewater Using GO-TiO<sub>2</sub> Nanocomposite. *Polish Journal of Environmental Studies*. **29**(2): 1683–1690.
- La Funte, Naufal, 2013. *Sejarah penemuan sifat dan karakteristik , Teknik Karakterisasi, Metode Sintesis, Serta Aplikasi Graphene*. Jatinangor, Universitas Padjadjaran.
- Labconco. 1996. *Manual Book of Freeze Dry*. USA. 1.
- Lara, P. N., Retno, A, L., Rahmad, N. 2004. *Dekolorisasi Remazol Brilliant Blue dengan Menggunakan Karbon Aktif Tempurung Kelapa*. Laboratorium Kimia Analitik. Jurusan Kimia Fakultas MIPA. Universitas Diponegoro. Semarang. 1-4.

- Latununuwe, A., Setiawan, A., Lubis, P., Yulkifli, Winata, T., dan Sukirno. 2008. Penumbuhan Nanokatalis Co-Fe dengan Metode Sputtering (online). <http://file.upi.edu>. Diakses pada 5 Januari 2021.
- Lecloux, A.J., and Pirard, J.P. 1998. Section 4. *Catalysts. Surface Function High-Temperature Catalysts Through Sol–Gel Synthesis. Journal of Non-Crystalline Solids* .225 :146-152.
- Lee, H., and J. W. Han. 2012. Direct Conversion of Cellulose into Sorbitol using Dual Functionalized Catalyst in Neutral Aqueous Solution. *Catalysis Communications*.**19**: 115 – 118.
- Lesbani.2012. *Studi Interaksi Vanadium dan Nikel Dengan Pasir Kuarsa*. Jurnal Penelitian Sains. 14(4):43-46.
- Liapis A.I. and R. Bruttini. 1994. *A Theory for the Primary and Secondary Drying Stages of the Freeze-drying of Pharmaceutical Crystalline and Amorphous Solutes: Comparison between Experimental Data and Theory*. International Journal of Heat and Mass Transfer.48 :1675 –1687.
- Lotito, A.M., Fratino, U., Manini, A., Bregna, G., Dilaconi, C., 2012. *Effective Aerobic Granular Sludge Treatment of a Real Dyeing Textile Wastewater*. International Biodeterioration and Biodegradation. 69: 62-68.
- Macias, L, T. 2003. *The Design and Evaluation of A Continuous Photocatalytic Reactor Utilizing Titanium Dioxide in Thin Film of Mesoporous Silica*. A Thesis for the Degree of Master of Science in Chemical Engineering in Mississippi State University.6-9.
- Maensiri, S., C. Masingboon, B. Bonochochom and S. Seraphin.2007. *A Simple Route to Synthesize Nickel Ferrite (NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) Nanoparticles Using Egg White*. Journal Scripta Materialia.56: 797–800.

- McWhirter, J.R., and Hutter, J.C. 1989. *Improved Oxygen Mass Transfer Modelling For Diffused/Subsurface Aeration System*. *AIChE Journal*. 35 (9): 1527.
- Naderi, M. 2015. *Surface Area: Brunauer-Emmett-Teller (BET)*. London: Elsevier. 586-590.
- Nelson, D. B., Smith, C.J.B., and Wiles. 1977. *Commercially Important Pectic Substance*. Inc. Westport. Connecticut. 2.
- Nogueira, R.F.P and Jardim, W.F. 1993. *Photodegradation of Methylene Blue Using Solar Light and Semiconductor (TiO<sub>2</sub>)*. *Journal of Chemical Education*. 70: 861-862.
- Ong, Y.K., Li, F.Y., Sun, S.P., Zhao, B.W., Liang, C.Z., Chung, T.S. 2014. *Nanofiltration hollow fiber membranes for textile wastewater treatment: lab scale and pilot scale studies*. *Chem. Eng. Sci.* 114, 5157.
- Oya, A. dan Marsh, H., 1982, Review Phenomena Of Catalytic Graphitization, *Jurnal Of Materials SCIENCE*, Vol. 17, No 2, Hal. 39-45.
- Parent, Y., Blake, D., Kim, M.B., Carol, L., Craigh, T., Andy, W., Edward W., Michael, P. 1996. *Solar Photocatalytic Process for the Purification of Water: State of Development and Barriers to Commercialization*. *Solar Energy*, 56: 429-437.
- Paveena, L., Vittaya, S., Supapan and Santi, M.. 2010. *Characterization and Magnetic Properties of Nanocrystalline CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Powders Prepared by Aloe Vera Extract Solution*. *Current Applied Physics*. 11: 101-108.
- Pinna, F. 1998. *Supported Metal Catalyst Preparation*. *Catalysis Today*. 41: 129-137.



- Prakoso, 2016. *Pengaruh Variasi Lama Waktu Ultrasonikasi Terhadap Spektrum Absorbansi Optik Grafena Oksida (GO) Dari Bahan Pensil 2B Yang Disintesis Menggunakan Metode Elektrolisis*. Jurnal. FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta.
- Putera, Dhani D. 2008. *Sintesis Fotokatalis CuO/ZnO untuk Konversi Metanol Menjadi Hidrogen*. Skripsi. ITB. Bandung. 22-24.
- Qodri, A. A. 2011. *Fotodegradasi Zat Warna Remazol Yellow FG dengan Fotokatalis Komposit TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>*. Skripsi. Universitas Sebelas Maret. Surakarta. 26-27.
- R. Siburian, J. Nakamura (2012), Formation Process of Pt Subnano-Clusters on Graphene Nanosheets, *Journal of Physical Chemistry C*, 116, 22947-22953.
- Rahman, M.N. 1995. *Ceramics Processing and Sintering*. Department of Ceramics. M. Dekker. 214-219.
- Ramachandran, T., P. Ganesan, dan S. Hariharan. 2009. Decolourization of textile effluents: An overview. *J. Inst. Engineers* 90: 20-25.
- Rao, A. Muller, A.K., Cheetham. 2004. *The Chemistry of Nanomaterials*. Printed in the Federal Republic of Germany. 3-527-30686-2.
- Robinson, T., McMullan, G., Marchant, R., Nigam, P., 2001. *Remediation of dyes in textile effluent: a critical review on current treatment technologies with a proposed alternative*. *Bioresour. Technol.* 77: 247-255.
- Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Cetakan I. Yogyakarta. Penerbit Pustaka Pelajar. 255.
- Rosyid, M., Nawangsih, E., dan Dewita. 2012. *Perbaikan Surface Area Analyzer NOVA-1000 (Alat Penganalisis Luas Permukaan Serbuk)*. *Prosiding Seminar Penelitian dan Pengelolaan Perangkat Nuklir*. ISSN 1410-8178.

- S. Sharma, B. G. Pollet. 2012. A review of application of carbon nanotubes for lithium ion battery anode material J. Power Sources, **208**, 96–119.
- Saputra, A.A. 2020. Sintesis Dan Karakterisasi Nanokatalis  $\text{Ni}_{0,9}\text{V}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$  Sebagai Fotokatalis Pada Fotodegradasi Zat Warna *Remazol Golden Yellow*.skripsi. Universitas Lampung
- Siburian, T.Kondo, J. Nakamura (2013), Size Control to a Sub-Nanometer Scale in Platinum Catalysts on Graphene, Journal of Physical Chemistry C, 117, 3635-3645.
- Sietsma, J. R. A., J. D. Meeldijk, J. P. den Breejen, M. Versluijs-Helder, A. J. van Dillen, P. E. de Jongh, and K. P. de Jong. 2007. *The Preparation of Supported NiO and  $\text{CO}_3\text{O}_4$  Nanoparticles by the Nitric Oxide Controlled Thermal Decomposition of Nitrates*. *Angewandte Chemie*. 46 : 4547 – 4549.
- Situmeang, R., Romiyati, R., R., & Yuwono, S. D. (2022). The effect of vanadium addition in  $\text{Ni}_{1-x}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  nano photocatysts on remazol golden yellow degradation under visible light irradiation. *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and nanotechnology*, 13 (3), 35024.
- Slamet, Ellyana, M., Bismo, S. 2008. *Modifikasi Zeolit Alam Lapung dengan Fotokatalis  $\text{TiO}_2$  Melalui Metode Sol Gel dan Aplikasinya untuk Penyisihan Feno*
- Sopyan, I., Winarto, D. A. and Sukartini.1997. Pembuatan Bahan Keramik Melalui Teknologi Sol Gel.*Bidang Pengembangan Teknologi BPPT*. 137-143.
- Syakir, N., Nurlina, R., Anam, S., Aprilia, A., Hidayat, S. 2015. Kajian Pembuatan Oksida Grafit untuk Produksi Oksida Grefena dalam jumlah Besar . hal 26 – 29. *Jurnal Fisika Indonesia* , 19(56), 26-29.

- Tatarchuk, A., Bououdina, M., Macyk, W., Shyichuk, O., Paliychuk, N., Yaremiy, I., Al-Najar, B., and Michal Pacia. 2017. Structural, Optical, and Magnetic Properties of Zn-Doped  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  Nanoparticles. *Nanoscale Research Letter*. 12: 141.
- Wang, Shaobin, Hongqi Sun, Ha-Ming Ang, and M. O. Tade. 2013. Adsorptive Remediation of Environmental Pollutants Using Novel Graphene-Based Nanomaterials. *Chemical Engineering Journal*. **226**: 336–47.
- Widegren, J. A.; Finke, R. G., and J. Mol. 2003. Preparation of a Multifunctional Core-shell Nanocatalyst and Its Characterization by HRTEM. *Catalysis Applied Chemistry*. 191 :187
- Wogo, H. E., Segu, J. O., dan Ola, P. D. 2011. *Sintesis Silika Gel Terimobilisasi Dithizon Melalui Proses Sol-Gel. Sains dan Terapan Kimia*. 5 (1) : 84-95.
- Yahdiana. 2011. *Studi Degradasi Zat Warna Tekstil Congo Red dengan Metode Fotokatalitik Menggunakan Suspensi  $\text{TiO}_2$* . Skripsi. Universitas Indonesia. 4-8.
- Zhang, J., L., Lin, J., Zhang, and J., Shi. 2011. Efficient conversion of D-glucose into D-sorbitol over MCM-41 supported Ru catalyst prepared by a formaldehyde reduction process. *Carbohydrate Research*. **346**: 1327–1332.