PEMBUATAN KOMPOSIT Fe_3O_4 TERIMOBILISASI SiO_2 DARI ABU DAUN BAMBU DAN UJI AKTIVITAS FOTOKATALISIS PADA DEGRADASI METIL VIOLET

SKRIPSI

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai Gelar Sarjana Sains (S.Si) pada Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta

Diajukan Oleh :

TRIPINDI HANDAYANI

No. Mahasiswa : 16612104

PROGRAM STUDI KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

YOGYAKARTA

2021

PEMBUATAN KOMPOSIT Fe_3O_4 TERIMOBILISASI SiO_2 DARI ABU DAUN BAMBU DAN UJI AKTIVITAS FOTOKATALISIS PADA DEGRADASI METIL VIOLET

Disusun oleh :

TRIPINDI HANDAYANI

No. Mahasiswa : 16612104

Telah dipertahankan dihadapan Dewan Penguji Skripsi Program Studi Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

Dewan Penguji :	Tanda Tangan
1. Prof. Dr. Is Fatimah, S.Si., M.Si.	.....
2. Wiyogo Prio Wicaksono, S.Si., M.Si	.....
3. Argo Khoirul Anas, S.Si., M.Sc.	.....

Mengetahui

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu
Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia

Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Tripindi Handayani

NIM : 16612104

Program Studi : Ilmu Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul Pembuatan Komposit Fe_3O_4Terimobilisasi SiO_2 Dari Abu Daun Bambu dan Uji Aktivitas Fotokatalisis Pada Degradasi Metil Violet bersifat asli dan tidak berisi material yang telah diterbitkan sebelumnya kecuali referensi yang disebutkan di dalam skripsi ini. Apabila tedapat kontribusi dari penulis lain, maka penulis tersebut secara eksplisit telah disebutkan di dalam skripsi ini. Apabila kemudian hari ditemukan ketidaksesuaian dengan pernyataan ini, maka saya bersedia dituntut dan diproses sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan sesungguhnya dan penuh tanggung jawab

Yogyakarta, Januari 2021

Yang menyatakan

Tripindi Handayani

NIM. 16612104

ii

HALAMAN PERSEMBAHAN

Niscaya Allah akan mengangkat (derajat) orang-orang yang beriman diantaramu dan orang-orang yang diberi ilmu beberapa derajat

(QS : Al-Mujadilah 11)

Pertama-tama saya ucapkan puji syukur Alhamdulillah karena Allah masih memberikan kesempatan kepada saya untuk menyelesaikan pendidikan walaupun tidak sesuai waktu target. Tapi, bagi saya walaupun demikian tetaplah berbangga kepada diri sendiri karena masih mampu untuk tetap tegak dan berdiri dikala susah senang datang menghampiri. Lulus tepat waktu ataupun tidak setiap manusia punya waktunya sendiri, tidak mesti harus sama dengan yang lain. Tetaplah semangat dan katakan pada diri "*you've done a great job"* agar kedepannya tetap bisa melalui jalan kehidupan yang sesungguhnya.

Teruntuk kedua orang tuaku yang selalu berusaha memenuhi kebutuhan ku, yang men*support* segalanya, yang memberikan nasihat dan semangat, yang selalu berdoa disetiap sujudnya, tidak ada kata yang dapat menggambarkan rasa terima kasihku untuk kalian berdua mama papaku. Saat ini hanya mampu mengucapkan terima kasih yang sebanyak banyaknya dan maaf yang sebanyak banyaknya karena masih sering mengecewakan, masih belum bisa mandiri, dan kadang-kadang agak bandel. Terima kasih mama dan papa.

Tak lupa, kepada dosen pembimbingku Ibu Prof. Is Fatimah, terima kasih sudah memberikan kesempatan kepada saya untuk bergabung kedalam grup penelitian bimbingan ibu, terima kasih untuk ilmu-ilmu dan pelajaran yang sudah di berikan kepada saya, terima kasih sudah sabar membimbing saya walau saya masih banyak kurangnya. Semoga ibu selalu diberi kesehatan, kemudahan dan kelancaran dalam setiap langkahnya dalam mengemban amanah dan mendapat keberkahan Nya.

Kepada duo *couple* yang tak terpisahkan, Putwi dan Fiqri terima kasih sudah mau menjadi temanku walau kadang saya suka tidak nyambung kalau diajak bicara, kadang suka bikin kalian kesal, terima kasih sudah menemaniku sudah menjadi partner di setiap momen perkuliahanku. Semoga perjalanan pengalaman ini akan membawa kita kepada keberkahan dan ridha Allah SWT.

Untuk rekan rekan MEE 2016, rekan rekan sebimbingan, teman-teman ku Kimia C 2016 terima kasih telah membersamai dan saling membantu satu sama lain semoga semakin sukses kedepannya.

KATA PENGANTAR

BISMILLAHIRRAHMANIRRAHIIM

Assalamualaikum Wr. Wb

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas limpahan nikmat dan karunia-Nya sehingga dapat menyelesaikan skripsi ini. Shalawat dan salam penulis haturkan kepada junjungan Nabi Muhammad SAW sebagai suri tauladan seluruh umat manusia. Semoga kelak di akhirat mendapat syafa'at beliau.

Skripsi ini akhirnya dapat terselesaikan karena dukungan dari berbagai pihak yang selama ini telah berperan memberikan ide dan kontribusinya sehingga skripsi yang berjudul "**Pembuatan Komposit Fe_3O_4Terimobilisasi SiO_2 Dari Abu Daun Bambu dan Uji Aktivitas Fotokatalisis Pada Degradasi Metil Violet"** dapat diselesaikan dengan baik. Skripsi ini diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mendapatkan gelar Sarjana Sains Strata 1 pada Program Studi Kimia Fakultas Matematikan dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.

Selama proses penyusunan skripsi ini penulis telah mendapat bimbingan dan pengarahan dari berbagai pihak baik berupa material maupun non material. Pada kesempatan ini, dengan kerendahan hati penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia
2. Dr. Dwiarso Rubiyanto, S.Si., M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengeetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia
3. Prof. Dr. Is Fatimah, S.Si., M.Si selaku dosen pembimbing skripsi yang telah meluangkan waktunya memberikan bimbingan, arahan, nasihat dan saran-saran selama melakukan perencanaan dan penelitian sehingga dapat terealisasikannya skripsi ini.
4. Seluruh dosen Program Studi Kimia, staf pengajar, laboran, dan staf akademik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia

5. Putwi, Nisa, Fitri, Ayas, Fiqri, Tiwi, Miko, dan teman teman tim riset MEE 2016 lainnya serta seluruh tim riset MEE
6. Teman teman Kimia C 2016 yang selalu menghibur ketika sudah jenuh dengan tugas tugas
7. Dan semua pihak-pihak terlibat yang tidak dapat dituliskan satu per satu.

Penulis menyadari bahwa penulisan laporan skripsi ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, penulis mengharapkan arahan, kritik dan saran yang membangun agar dalam memperbaiki nya dimasa yang akan datang. Akhir kata, semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat dan memberikan ilmu pengetahuan kepada penulis dan pihak pihak terkait.

Wassalamualaikum Wr. Wb

Yogyakarta, 29 Desember 2020

Tripindi Handayani

PEMBUATAN KOMPOSIT Fe_3O_4 YANG TERIMOBILISASI SiO_2 DARI ABU DAUN BAMBU DAN UJI AKTIVITAS FOTOKATALISIS PADA DEGRADASI METIL VIOLET

INTISARI

TRIPINDI HANDAYANI

NIM : 16612104

Telah dilakukan penelitian tentang pembuatan fotokatalis magnetit-silika (Fe_3O_4@SiO_2) dari abu daun bambu dengan variasi massa Fe dan aplikasinya sebagai fotokatalis untuk fotodegradasi metil violet. Preparasi silika (SiO_2) dilakukan dengan kalsinasi abu daun bambu pada temperatur 500 °C untuk mengasilkan abu putih dan dilakukan metode refluks untuk proses ekstraksi silika. Fotokatalis (Fe_3O_4@SiO_2) disintesis dengan $FeCl_3$, $FeSO_4$ dan SiO_2 dengan variasi massa melalui pemanasan dengan refluks dan kalsinasi pada 400 °C. Karakterisasi fotokatalis (Fe_3O_4@SiO_2) dilakukan dengan XRD, SEM-EDX, dan GSA. Fotodegradasi dilakukan dengan bantuan sinar UV pada larutan metil violet konsesntrasi 20 mg/L. Hasil uji dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis. Hasilnya Fe_3O_4@SiO_2 variasi 40% memberikan persen degradasi yang signifikan yaitu 99,861% sedangkan variasi 20% dan 10% berturut turut sebesar 84,94% dan 61,795%.

Kata Kunci : *Fotokatalis, Fotodegradasi, Fe_3O_4@SiO_2, Metil Violet, Abu daun bambu*

SYNTHESIS Fe_3O_4 COMPOSITE IMMOBILIZED IN SiO_2 USING BAMBOO LEAVES ASH AND PHOTOCATALYTIC ACTIVITY IN METHIL VIOLET DEGRADATION

ABSTRACT

TRIPINDI HANDAYANI
NIM: 16612104

A study has been conducted on synthesis of magnetite-silica (Fe_3O_4@SiO_2) using bamboo leaf ash with mass variation of Fe and the aplication for photodegradation of methyl violet. Preparation of silica was carried out by calcination at 500^{o}C and followed by the reflux to extract silica. Fe_3O_4@SiO_2 photocatalyst has been synthesized using $FeCl_3$, $FeSO_4$ dan SiO_2 with variation of mass by reflux and calcination at 400^{o}C. Characterization of Fe_3O_4@SiO_2 was perfomed using XRD, SEM-EDX, and GSA. Photodegradation is done by UV light on methyl violet 20 mg/L. Photodegradation result was analyzed by UV-Vis spectroscopy. The result show that Fe_3O_4@SiO_2 40% give a higher percentage than Fe_3O_4@SiO_2 20% and 10% which is 99,861%; 84,94%; 61,75%.

Keyword : *Photocatalyst, Photodegradation, Fe_3O_4@SiO_2, Methyl violet, Bamboo leaf ash*

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL

HALAMAN PENGESAHAN i

SURAT PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN ii

HALAMAN PERSEMBAHAN iii

KATA PENGANTAR v

INTISARI vi

ABSTRACT vii

DAFTAR ISI viii

DAFTAR GAMBAR ix

BAB I. PENDAHULUAN 1

1.1 Latar Belakang 1

1.2 Rumusan Masalah 3

1.3 Tujusn Penelitian 3

1.4 Manfaat Penelitian 4

BAB II. TINJAUAN PUSTAKA 5

2.1 Fotodegradasi Zat Warna 5

2.2 Material Fe_3O_4 Terembankan Silika 6

2.3 Hipotesis Penelitian 11

BAB III. DASAR TEORI 12

3.1 Daun Bambu 12

3.2 Silika Dioksida 12

3.3 Fotokata;is Fe_3O_4 13

3.4 Metil Violet 14

3.5 Fotodegradasi 15

3.6 Kinetika Reaksi 16

3.7 Karakterisasi Katalis Besi Oksida Fe_3O_4 18

3.6.1 *Xray Diffraction* (XRD) 18

3.6.2 *Scanning Electron Microscopy* (SEM) 19

3.6.3 *Spektrofotometer UV-Vis* 21

3.6.4 *Gas Sorption Analyzer* (GSA 22

BAB IV. METODOLOGI PENELITIAN 25
4.1 Alat dan Bahan 25
4.1.1 Alat Penelitian 25
4.1.2 Bahan Penelitian 25
4.2 Prosedur Penelitian 25
4.2.1 Preparasi Sampel Abu Daun Bambu 25
4.2.2 Sintesis Silika Dioksida (SiO_2) 25
4.2.3 Sintesis Katalis Fe_3O_4 26
4.2.4 Karakterisasi Katalis Fe_3O_4 26
4.2.5 Pembuatan Larutan Induk Metil Violet 27
4.2.6 Pembuatan Larutan Sampel Metil Violet 20 mg/L 27
4.2.7 Fotodegradasi Metil Violet dengan Katalis Fe_3O_4 variasi 1,2, dan 3 27
BAB V. HASIL DAN PEMBAHASAN 28
5.1 Pembuatan Komposit Fe_3O_4 terimobilisasi SiO_2 ..... 28.
5.2 Karakterisasi Fotokatalis Komposit Fe_3O_4 dengan SEM-EDX 30
5.3 Karakterisasi Fotokatalis Komposit Fe_3O_4 dengan XRD 33
5.4 Karakterisasi Fotokatalis Komposit Fe_3O_4 dengan GSA 34
5.5 Uji Aktivitas Fotokatalis Komposit Fe_3O_4 pada Fotodegradasi zat warna Metil Violet 37
5.5.1 Fotodegradasi Metil Violet Menggunakan Fotokatalis Fe_3O_4@SiO_2 Variasi 1, 2 dan 3 37
BAB VI. KESIMPULAN DAN SARAN 41
6.1 Kesimpulan 41
6.2 Saran 41
DAFTAR PUSTAKA 42
LAMPIRAN 48

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Mekanisme penempelan Si pada Fe. 7
Gambar 2. Daun bambu.....12
Gambar 3. Struktur silika dioksida.....13
Gambar 4.Struktur Kimia Fe_3O_4.....14
Gambar 5. Struktur metil violet.....15
Gambar 6. Mekanisme fotodegradasi.....16
Gambar 7. Skema Kerja XRD 17
Gambar 8. Skema Kerja SEM 19
Gambar 9. Skema Kerja Spektrofotometer UV VIS 21
Gambar 10. Instrumen GSA 21
Gambar 11. Hasil sintesis $Fe_3O_4@SiO_2$ 25
Gambar 12. SEM $Fe_3O_4@SiO_2$ 10%.....26
Gambar 13. SEM $Fe_3O_4@SiO_2$ 20%.....26
Gambar 14. SEM $Fe_3O_4@SiO_2$ 40%.....27
Gambar 15. Hasil analisis EDX.....28
Gambar 16. Difraktogram XRD setelah diperbesar 29
Gambar 17. Difraktogram $Fe_3O_4@SiO_2$ variasi 10%, 20% dan 40% 30
Gambar 18 Grafik Isoterm $Fe_3O_4@SiO_2$ 10% 31
Gambar 19. Grafik Isoterm $Fe_3O_4@SiO_2$ 20% 32
Gambar 20. Grafik Isoterm $Fe_3O_4@SiO_2$ 40% 32
Gambar 21. Hasil analisis perubahan konsentrasi metil violet terhadap waktu ..33
Gambar 22. Grafik presentase fotodegradasi metil violet 33
Gambar 23. Perubahan warna larutan metil violet setelah fotodegradasi 34

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Data Penelitian Fe_3O_4@SiO_2 6
Tabel 2. Variasi Massa Sampel 24
Tabel 3. Data nilai orde sampel.....27
Tabel 4. Kandungan Unsur dalam Fe_3O_4@SiO_2.....30
Tabel 5. Hasil analisis 2θ Fe_3O_4@SiO_2 32
Tabel 6. Data orde reaksi hasil fotodegradasi metil violet.....38

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan industri tekstil dewasa ini semakin meningkat, terutama industri tekstil zat warna. Penggunaan zat warna sintetik dalam industri tekstil biasanya diaplikasikan untuk pewarna pakaian, peralatan rumah tangga, dan sebagainya. Pewarna sintetik digunakan secara ekstensif pada industri tekstil lebih dari 700.000 ton dari sekitar 10.000 pewarna sintetik yang berbeda yang di produksi secara global (Mc Mulan dkk, 2001). Besarnya penggunaan pewarna tekstil ini tidak diimbangi pula dengan pengolahan limbah tersebut secara baik dan benar.

Pembuangan limbah zat warna sintetik ke alam akan mengakibatkan kerusakan alam dan penyebab terjadinya berbagai penyakit. Hal ini dikarenakan zat warna sintetik memerlukan waktu lama untuk terdegradasi dan struktur aromatis yang terdapat di dalamnya resisten terhadap pengaruh lingkungan seperti suhu, pH, dan mikroba (Qodri, 2011 dan Anwar dkk, 2015).

Metil violet merupakan salah satu pewarna sintetik yang umumnya digunakan dalam industri tekstil, percetakan, dan pencelupan (Youssef dkk, 2016). Metil violet merupakan salah satu zat warna dari golongan trifenilmetana yang paling banyak digunakan khususnya pada industri tekstil. Metil violet memiliki sifat persisten, sulit dibiodegradasi dan mengandung senyawa anilin yang bersifat toksik, serta mutagenik dan karsinogen sehingga perlu dilakukan penanganan khusus agar tidak menimbulkan kerusakan pada lingkungan (Hardeli dkk, 2014).

Beberapa metode telah digunakan para peneliti untuk pengolahan limbah zat warna diantaranya klorinasi, fotosonolisis yang mengkombinasikan antara metode fotolisis dan sonolisis (Rashid, 2011), ozonasi dan biodegradasi yang lumayan sulit untuk diterapkan di Indonesia karena biaya operasional yang cukup tinggi. Selain itu, adsorpsi merupakan metode yang umumnya dapat digunakan untuk pengolahan limbah zat warna dengan bantuan adsorben seperti karbon aktif.

Walaupun penggunaan metode adsorpsi karbon dapat dikategorikan cukup mahal karena jumlah karbon aktif yang dibutuhkan lebih banyak sehingga juga menjadi kendala dalam penggunaannya.

Untuk metode alternatif dapat digunakan metode fotodegradasi dengan bahan fotokatalis menggunakan sinar Ultraviolet. Fotodegdradasi akan mengurai zat warna menjadi komponen komponen yang sederhana sehingga akan lebih mudah dalam proses degradasi dengan produk akhirnya CO_2 dan H_2O yang lebih aman untuk lingkungan (Gunlazuardi, 2001). Fotodegradasi merupakan reaksi pemecahan yang berlangsung karena pengaruh cahaya dan katalis secara bersamaan. Keunggulan metode ini diantaranya biaya relatif murah, tidak beracun dan memiliki kemampuan penggunaan jangka panjang.

Banyak penelitian terdahulu yang telah dilakukan agar fotokatalis yang digunakan mempunyai distribusi ukuran yang baik, salah satu caranya yaitu dengan mendispersikan material semikonduktor pada material padat seperti kaca, silika, arang aktif, lempung dan zeolit (Tayade dkk, 2007). Berbagai macam fotokatalis telah digunakan dan dikembangkan antara lain material material semikonduktor seperti TiO_2, ZnO, ZnS, Fe_2O_3, dan Fe_3O_4. Fotokatalis besi oksida Fe_2O_3, dan Fe_3O_4 sudah digunakan untuk mendegradasi beberapa zat warna sintetik. Beberapa penelitian yang menggunakan fotokatalis $Fe_3O_4/SiO_2/TiO_2$ telah dilakukan yang disintesis melalui 3 tahapan metode diantaranya metode *Spinning Disk Reactor* (SDR), sol-gel, dan metode Stober yang mampu menghasilkan material stabil dan memiliki aktivitas fotokatalitik yang baik (Rashid dkk, 2014)

Di Indonesia, daun bambu hanya dijadikan sebagai produk sampingan yang pengolahannya masih belum optimal. Daun bambu seringkali hanya dianggap sebagai sampah oleh masyarakat. Berdasarkan penelitian Dwivedi (2006) menunjukkan bahwa abu daun bambu mengandung beberapa jenis oksida yang bermanfaat seperti SiO_2 (75,90%), Al_2O_3 (4,13%), Fe_2O_3 (1,22%), CaO (7,47%), MgO (1,85%), K_2O (5,63%), Na_2O (0,21%), TiO_2 (0,20%), dan SO_3 (1,06%). Tingginya kandungan silika pada abu daun bambu menjadikan daun bambu berpotensi sebagai bahan penyokong pada pembuatan fotokatalis. Selain

itu penambahan silika oksida dalam pembuatan fotokatalis Fe_3O_4/TiO_2 mampu meningkatkan aktivitas fotokatalitik yang ditandai dengan terjadi kenaikkan efisiensi pada uji degradasi metilen biru sebesar 85-100% (Wardiyati dkk, 2016).

Kemampuan fotokatalitik besi oksida masih bergantung pada pH netral. Hal ini dikarenakan oksida besi mudah menglami fotoreduksi sehingga dapat mengganggu proses penyerapan cahaya oleh fotokatalisnya. Oleh karena itu dilakukan pengembanan oksida besi dengan silika. Telah dilaporkan bahwa penambahan silika pada oksida besi dapat menurunkan energi band gap sehingga dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya (Wardiyati dkk, 2016). Selain itu, pengembanan silika pada Fe_3O_4 mampu mendegradasi metilen biru lebih baik dibandingkan dengan menggunakan Fe_3O_4/TiO_2 (Dagher dkk, 2018).

Oleh karena itu dilakukan penelitian pembuatan fotokatalis Fe_3O_4 terimobilisasi SiO_2 dari ekstrak abu daun bambu variasi 10%, 20% dan 40% untuk diaplikasikan pada fotodegradasi senyawa metil violet. Material ini diharapkan dapat mendegradasi zat warna metil violet dengan baik sehingga dapat digunakan sebagai alternatif dalam pengolahan limbah tekstil khususnya zat warna,

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian di atas, dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

1. Bagaimana proses preparasi dan karakterisasi material fotokatalis $Fe_3O_4@SiO_2$ dari abu daun bambu?
2. Bagaimana kemampuan fotokatalis $Fe_3O_4@SiO_2$ dengan variasi 10%, 20% dan 40%terhadap fotodegradasi MV pada variasi waktu?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukan penelitian ini adalah :

1. Mengetahui proses preparasi dan karakterisasi material fotokatalis $Fe_3O_4@SiO_2$ dari daun bambu.
2. Mengetahui kemampuan fotokatalis $Fe_3O_4@SiO_2$ dari daun bambu dengan variasi 10%, 20% dan 40%untuk mendegradasi zat warna MV.

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini akan memberikan solusi terhadap pemanfaatan bahan alam daun bambu yang merupakan teknologi alternatif untuk penanggulangan limbah zat warna yang ekonomis, efektif dan efisien serta ramah lingkungan khususnya untuk penanganan limbah zat warna metil violet dengan menggunakan $Fe_3O_4@SiO_2$ sebagai fotokatalis yang heterogen.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Fotodegradasi Zat Warna

Perkembangan industri tekstil di Indonesia memiliki peranan penting dalam meningkatkan pendapatan Negara sebesar 12,72 % terhadap pengekspor non migas (Hermawan, 2011). Kontribusi tersebut menghasilkan dampak positif bagi pendapatan negara, tetapi berdampak negatif bagi lingkungan akibat air buangannya. Limbah yang dihasilkan dari industri tekstil memberikan kontribusi yang besar dalam pencemaran lingkungandan mengganggu keseimbangan ekosistem (Sharma dkk, 2011) .Limbah zat warna merupakan senyawa organik yang sukar terurai, bersifat resisten, dan toksik. Apabila limbah tersebut dibuang ke perairan terdekat maka akan menyebabkan pencemaran lingkungan.

Upaya penanganan limbah tekstil secara konvensional seperti adsorpsi dan lumpur aktif telah banyak dilakukan, akan tetapi hasilnya kurang efektif. Metode adsorpsi kurang efektif karena zat warna yang diadsorpsi terakumulasi dalam adsorben sehingga dapat menimbulkan masalah baru (Wijaya dkk, 2006). Penelitian Fatimah (2006) tentang TiO_2 yang terdispersi pada zeolit alam dan aplikasinya untuk fotodegradasi congo red, menyatakan bahwa metode fotodegradasi merupakan metode yang relatif murah dan mudah diterapkan. Metode fotodegradasi ini dapat menguraikan zat warna menjadi komponen-komponen lebih sederhana yang lebih aman bagi lingkungan (Wijaya dkk,2006). Berdasarkan penelitian Dhamayanti dkk, 2005 tentang fotodegradasi metil orange menggunakan Fe_2O_3-montmorillonit dan sinar UV, penggunaan semikonduktor fotokatalis memiliki beberapa keunggulan di antaranya adalah dapat melakukan mineralisasi total terhadap polutan organik, biayanya murah, prosesnya relatif cepat, tidak beracun, dan punya kemampuan penggunaan jangka panjang.

Jumlah katalis yang digunakan juga perlu dipelajari karena penambahan jumlah katalis akan meningkatkan reaksi fotokatalisis. Akan tetapi penambahan

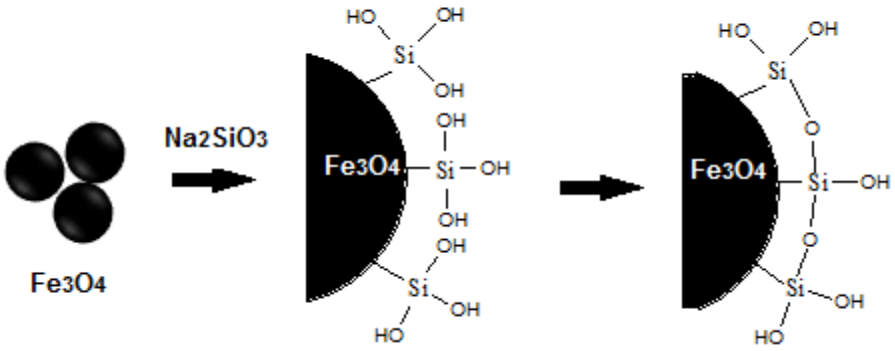
katalis yang berlebih dapat menurunkan aktivitas katalis dalam membentuk radikal hidroksi (Qourzal dkk, 2009). Jumlah katalis, juga dipelajari waktu radiasi oleh sinar UV pada proses fotodegradasi. Bertambahnya waktu radiasi pada proses fotodegradasi, akan meningkatkan jumlah zat warna yang terdegradasi. Hasil proses fotodegradasi zat warna akan menghasilkan CO_2, H_2O, dan asam-asam mineral (Madhu dkk, 2007).

Degradasi metil violet dengan katalis ZnO-TiO_2 secara fotosonolisis dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu lama waktu degradasi, pH limbah zat warna dan % doping TiO_2 yang digunakan sebagai katalis. Degradasi metil violet meningkat dengan bertambahnya waktu sampai tercapainya kontak optimum antara foton dengan katalis yang digunakan dan akan mengalami penurunan saat H_2O_2 terlalubanyak terbentuk (Youssef dkk, 2016).

2.2 Material Fe_3O_4 Terembankan silika

Sintesis nanopartikel magnetite telah dikembangkan dengan berbagai metode, baik konvensional (seperti ko-presipitasi), maupun inovatif (misalnya sol-gel, spray drying, hidrotermal, sonokimia, dan elektrokimia) dengan tujuan mendapatkan metode sintesis yang efektif dan efisien. Menurut penelitian Fajaroh 2009 salah satu metode sederhana yang efektif, efisien, dan ramah lingkungan yang telah kami kembangkan adalah metode elektrokimia yang berbasis elektro-oksidasi besi dalam air demineralisasi.

Selain metode elektrokimia, sebenarnya terdapat beberapa metode pembuatan nanopartikel magnetik bersalut silika. Pertama, metode sol-gel yang menggunakan alkoksida silikon sebagai sumber matriks silika. Berikutnya adalah metode pirolisis aerosol, di mana nanopartikel magnetik bersalut silika dibuat melalui proses pirolisis aerosol dari campuran prekursor yang terdiri dari alkoksida silikon dan senyawa logam. Metode lainnya adalah metode mikroemulsi. Pada metode ini, surfaktan non ionik digunakan di dalam pembentukan *inverse microemulsion* untuk pembuatan nanopartikel magnetik, dan silika akan terbentuk di sekitar nanopartikel magnetik melalui hidrolisis dan kondensasi tetraetil ortosilikat (TEOS) (Deng, 2005).



Gambar 1. Mekanisme penempelan besi pada silika (Sawitri dkk, 2018)

Pentingnya proses fungsionalisasi nanopartikel dengan penambahan bahan kimia lain sepertiSiO$_2$ adalah untuk mengontrol ukuran dan struktur pori Fe$_3$O$_4$. Setelah sintesis Fe$_3$O$_4$ kemudiandifungsionalisasi dengan SiO$_2$ yang didasarkan pada sifat biokompatibel, non-toksik, bersifatinner, amorf dan area permukaan yang luas Fungsionalisasi adalah sebuah prosesmemodifikasi partikel melalui permukaannya sehingga dapat ditinjau ulang ukuran partikel,sifat kemagnetannya, dan stuktur kristal.

Menurut Merdekani 2013 untuk sintesis komposit Fe$_3$O$_4$/SiO$_2$ dapat disintesis dengan metode kopresipitasi karena prosedur yang mudah dilakukan dan hanya memerlukan temperatur rendah untuk reaksinya. Untuk sintesis partikel nano Fe3O4 dengan metode kopresipitasi, perbandingan /rasio antara ion ferrous (Fe2+) dan ion ferric (Fe3+) dalam medium basa (alkali) sangat mempengaruhi hasil akhir sintesis.Efeknya meliputi rentang diameter partikel dan sifatmagnetik yang dihasilkan.

Tabel 1. Data Penelitian Fe$_3$O$_4$dari berbagai material

Material	hasil	Peneliti
Fe$_3$O$_4$/SiO$_2$/TiO$_2$	Nanopartikel magnetik *core-shell* disintesis menggunakan 3 metode yakni metode SDR (*spinning disk reactor*) untuk sintesis Fe$_3$O$_4$, metode Stober untuk sintesis Fe$_3$O$_4$/SiO$_2$, dan sintesis	Rashid dkk, 2014

	TiO_2 menggunakan metode sol gel sehingga menghasilkan material stabil, dan mempunyai aktivitas fotokatalitik yang tinggi.	
$Fe_3O_4@SiO_2$, *core-shell*	$Fe_3O_4@SiO_2$ digunakan sebagai katalis untuk sintesis 14-aryl-14H-dibenzo [a,i] xanthene-8,13-diane yang menghasilkan yield cukup tinggi dan reaksi yang cepat. Katalis ini bersifat heterogen dan dapat digunakan kembali dengan cara di filtrasi dan *reused*.	M.A Ghasemzadeh dkk, 2016
$Fe_3O_4@SiO_2$dan $Fe_3O_4@TiO_2$	Menggunakan metode nontermal untuk sintesis nanopartikel dan mengamati sifat material ferromagnetik dalam fotokatalis. Uji fotokatalis dilakukan dengan dua cara dimana, $Fe_3O_4@SiO_2$dilakukan dibawah irradiasi sinar matahari sedangkan $Fe_3O_4@TiO_2$ dibawah sinar UV. Hasilnya menunjukkan bahwa $Fe_3O_4@SiO_2$sangat baik dalam mendegradasi metilen biru dari pada $Fe_3O_4@TiO_2$.	S. Dagher dkk, 2018
TiO_2@ SiO_2 dari daun bambu	Katalis ini digunakan untuk degradasi metilen blue. Silika yang digunakan di hasilkan dari abu daun bambu. TiO_2@ SiO_2 membantu menaikkan luas permukaan spesifik, volume pori, dan ukuran partikel dengan Band Gap mencapai 3.21 eV untuk titanium dengan variasi 40% dan 60%. Uji aktivitas	Fatimah dkk, 2019

	dengan metilen biru menunjukkan bahwa aktivitas fotokatalitik meningkat seiring dengan tingginya luas permukaan spesifik dan band gap dari TiO_2 yang digunakan.	
Logam oksida @ Fe_2O_3 dan Fe_3O_4	Digunakan untuk *cracking* residu minyak bumidengan penguapan dimana Fe_2O_3 dan Fe_3O_4 dapat meningkatkan aktivitas katalitik dalam pengolahan *cracking oil* pada waktu 6 jam.	Fumoto dkk, 2018
TiO_2@ SiO_2 dari abu sekam padi	Silika yang digunakan berasal dari abu sekam padi yang dihasilkan dari metode sol gel dan menggunakan TEOS sebagai oksidan. Hasilnya menunjukkan bahwa struktur kristalin pada titania dalam anatase fase rutil terjadi kenaikkan. Katalis ini sangat efisien untuk proses fotokatalisis daripada fotoksidasi, fotolisis, dan proses adsorpsi	Fatimah dkk, 2014
Fe^0/ Fe_3O_4 / graphene	Disintesis dengan metode reduksi dan uji degradasi zat warna MO, MB, dan MV. Hasilnya menunjukkan bahwa material mempunyai struktur dengan lapisan dengan kristal Fe yang tersebar disetiap lapisan graphene yang terdapat terjadi perpindahan massa antara Fe^0/ Fe_3O_4 / graphene dan pollutan. Dengan waktu 20 menit menghasilkan efisiensi dari MO, MB, MV sebesar 94,78%, 91,60%, dan 89,07% yang artinya mempunyai	G. Zhang dkk, 2015

	aktivitas yang bagus dalam penghilangan zat warna.	
Fe_3O_4@SiO_2-GO	Digunakan untuk adsorpsi metilen biru dalam suatu larutan dengan interaksi π-π dan elektrosatis antara metilen biru dengan GO	Yang dkk, 2015
Fe_3O_4@TiO_2 dan SiO_2	Pembuatan nanokatalis Fe_3O_4@TiO_2 dan SiO_2 menggunakan TEOS dengan metode kombinasi yaitu presipitasi untuk superparamagnetik Fe_3O_4@TiO_2 dan sol gel untuk Fe_3O_4@SiO_2, hasil menunjukkan bahwa penambahan silika pada Fe_3O_4@TiO_2 tidak mengurangi ukuran partikel tetapi menurunkan ban gap sehingga efek fotokatalitik meningkat. Uji aktivitas pada metilen biru menunjukkan penambahan efisiensi degradasi 85-100%.	Wardiyati dkk, 2016
Fe_3O_4/SiO_2/TiO_2	sintesis komposit Fe3O4/SiO2/TiO2berbasis limbah ampas dengan kombinasi metode kopresipitasi dan sol gel. Proses sintesis terdiri dari 3 tahap, yaitu (1) preparasi nanopartikel Fe3O4 dengan metode kopresipitasi, (2) sintesis SiO2 dari limbah ampas tebu dengan metode sol gel, dan tahap akhir sintesis komposit Fe3O4/SiO2/TiO2. Uji eliminasi zat warna menunjukkan bahwa fotokatalis kompositFe3O4/SiO2/TiO2 memiliki sifat fotokatalitik dan juga	Ardiyanti dkk, 2019

	adsorpsi sehingga memiliki kinerja yang lebih baik pada degradasi konsentrasi zat warna *Methylen Blue* (MB) dibandingkan dengan TiO2 murni.	

2.3 Hipotesis Penelitian

1. Abu daun bambu dapat dimanfaatkan sebagai sumber silika alami sebagai bahan pengemban pada sintesis fotokatalis Fe_3O_4
2. Silika oksida (SiO_2) yang digunakan dapat memberikan pengaruh terhadap proses degradasi zat warna metil violet.
3. Variasi massa pada penggunaan prekursor Fe memberikan pengaruh terhadap proses degradasi zat warna metil violet.
4. Diperoleh presentase hasil degradasi fotokatalis $Fe_3O_4@SiO_2$ terhadap metil violet

BAB III

DASAR TEORI

3.1 Daun Bambu

Bambu (*Bambusa sp.)* merupakan salah satu jenis rumput –rumputan yang termasuk ke dalam family *Graminae*. Tanaman bambu banayak tersebar di negara tropis dan dapat tumbuh di dataran rendah hingga lereng pegunungan. Bambu merupakan hasil hutan non kayu yang umumnya digunakan sebagai bahan konstruksi rumah seperti dinding, tiang dan atap (Latif dkk, 1999). Kandungan silika cukup tinggi di abu daun bambu, menjadikan daun bambu berpotensi sebagai penghasil silika. Silika yang berasal dari bahan organik dikenal dengan nama bio-silika

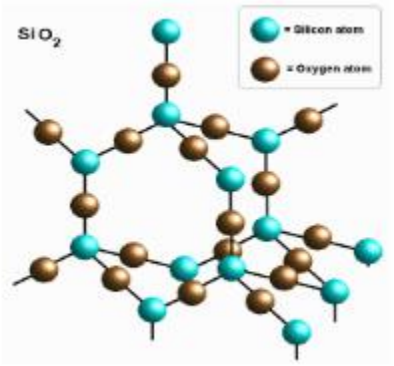
Kandungan abu daun bambu atau *bamboo leaf ash* (BLA) dari daun bambu sebesar 20% dengan kandungan silika sebesar 75.90 - 82.86%, di mana kandungan silika abu daun bambu ini merupakan yang terbesar kedua setelah abu sekam padi yaitu sebesar 93.2% (Dwivedi VN dkk, 2006). Akan tetapi, persentase impuritas pada abu daun bambu (senyawa selain SiO2) cukup tinggi bila dibandingkan dengan impuritas pada abu sekam padi.

Gambar 2. Daun bambu

3.2 Silika dioksida

Silika merupakan senyawa antara silicon dengan oksigen. Ikatan antara silikon dan oksigen membentuk struktur tetrahedron. .Bentuk umum silika adalah

quartz (kwarsa) yang terdapat pada sebagian besar batu-batuan sedimen alam dari batuan metaforik. Silika terdapat dalam tiga macam bentuk kristalin pada temperatur kamar antara lain : quartz-kwarsa (stabil hingga 870 ^{o}C), tridmit (stabil 870-1470) ^{o}Cdan kristobalit(stabil 1470-1710)^{o}C, ketiganya tidak dapat saling terbentuk. Setiap bentuk berada dalam modifikasi temperatur rendah (α) dan temperatur tinggi(β) dengan temperatur transisi kira-kira 573 ^{o}C untuk kwarsa, (120-160)^{o}C untuk tridmit, dan (200-275)^{o}C untuk kristobalit. Perubahan kwarsa menjadi tridmit melibatkan perubahan ikatan-ikatan, dan oleh karena itu merupakan proses lambat, sedangkan perubahan kwarsa α dan kwarsa β melibatkan hanya sedikit distorsi bentuk tanpa pemecahan ikatan dan konsekuensinya merupakan proses yang reversible (dapat balik). Silika banyak digunakan karena silika mudah ditemukan dan memiliki daya serap yang baik sehinggaapabila digunakan dalam proses penurunan akan mendapatkan hasil yang baik pula.



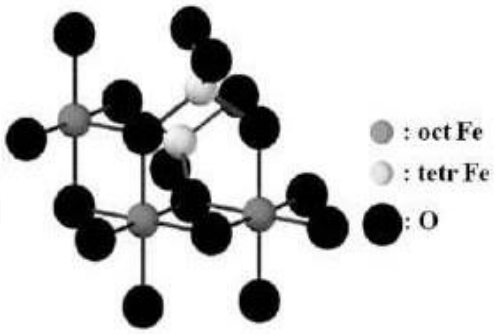
Gambar 3. Struktur silika dioksida

3.3 Fotokatalis (Fe_3O_4)

Magnetit (Fe_3O_4) merupakan salah satu oksida besi selain maghemit (γ-Fe_2O_3) dan hematit (α-Fe_2O_3) yang menunjukkan kemagnetan paling kuat diantara oksida-oksida besi yang lain sehingga banyak dimanfaatkan di berbagai bidang (Teja & Koh, 2009). Magnetit menunjukkan manfaat yang semakin luas dengan sifat kemagnetan yang kuat dan dalam skala nanometer, salah satunya adalah sebagai pengikat logam berat yang terkandung dalam air limbah. Daya serapnya yang besar terhadap logam didukung oleh luas permukaannya yang

besarserta kemampuan merespons medan magnet sehingga memudahkan proses pemisahan adsorben darilarutan.

Fotokatalis magnetik pertama dirancang oleh Hiroshi dkk. dan disiapkan melalui pengendapan titanium dioksida ke inti magnetit pada tahun 1994 (Hiroshi dkk. 1994).Atsuya dan Mutsuo mengembangkan partikel fotokatalis yang mengandung partikel logam feromagnetik pada (1997). Pada tahun 1998, Beydoun mensintesis fotokatalis magnetik berlapis titania berlapis, di mana partikel titanium dioksida langsung dilapisi dengan bahan magnetik Fe_3O_4 (Beydoun dkk. 1998, 2000) untuk membentuk struktur inti / cangkang.

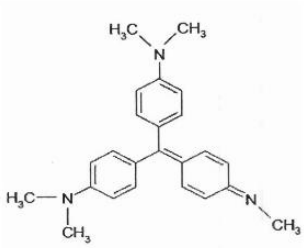


Gambar 4. Struktur Fe_3O_4

3.4 Metil Violet

Metil violet merupakan senyawa organik pararosanilin tetrametil, pentametil dan heksametil: Tetrametil (empat metil) dikenal sebagai metil violet 2B. Bubuknya berwarna biru-hijau, mencair pada suhu 137 OC, dan digunakan sebagai pH indikator dengan rentang antara 0 dan 1,6. Bentuk terprotonasinya berwarna kuning dan berubah menjadi violet kebiruan pada pH di atas 1,6. Pentametil (lima metil) dikenal sebagai metil violet 6B, berwarna biru lebih gelap dibanding 2B. Heksametil (enam metil) dinamai metil violet 10B, tetapi lebih dikenal dengan nama crystal violet atau gentian violet. Metil violet termasuk zat wama golongan trifenilmetana yang digunakan secara intensif untuk mewamai nilon, nilon yang dimodifikasi poliakrilonitril, wol, sutera dan kapas. Beberapa diantaranya dimanfaatkan untuk kegunaan medis dan biologis. Industri kertas dan

kulit juga menggunakan mayoritas zat wania ini, termasuk industri makanan dan kosmetik. Metil violet bersifat persisten dan sulit dibiodegradasi.

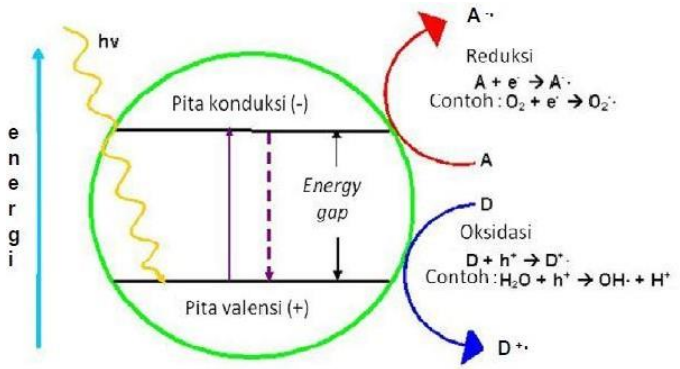


Gambar 5. Struktur metil violet (Hosseinnia dkk, 2010)

3.5 Fotodegradasi

Fotodegradasi adalah suatu proses peruraian suatu senyawa (biasanya senyawa organik) dengan bantuan energi foton. Proses fotodegradasi memerlukan suatu fotokatalis yang umumnya merupakan bahan semikonduktor. Prinsipnya adalah 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 (Fatimah dan Karna, 2005)

Jika katalis semikonduktor dikenai sinar dengan energi yang lebih besar, maka elektron (e^-) pada pita valensi bereksitasi menuju pita konduksi dan akan meninggalkan hole (h^+) pada pita valensi. Hole (h^+) akan berinteraksi dengan H_2O dan OH^- yang berada pada permukaan katalis membentuk OH radikal (•OH) yang bersifat sebagai oksidator kuat. Elektron (e-) akan bereaksi dengan O_2 yang berada pada katalis membentuk radikal superoksida ($•O_2^-$) yang bersifat sebagai reduktor. Oksidator dan reduktor tersebut menyerang zat warna metilen biru sehingga menghasilkan CO_2 dan H_2O serta beberapa asam dengan konsentrasi yang rendah (Batista dkk, 2010).



Gambar 6. Mekanisme fotodegradasi (Hoffman dkk., 1995)

3.6 Kinetika Reaksi

Reaksi kimia adalah proses berubahnya reaktan menjadi hasil reaksi atau produk (Syukri, 1999). Kinetika reaksi merupakan cabang ilmu kimia yang mempelajari tentang laju reaksi dan faktor – faktor yang berpengaruh terhadap laju reaksi tersebut. Laju reaksi didefinisikan sebagai perubahan konstrasi reaktan atau produk terhadap satuan waktu (Coulson, 1983). Laju reaksi kimia adalah jumlah mol reaktan per satuan volume yang bereaksi dalam satuan waktu tertentu. Bila dibuat sebuah kurva penurunan konsentrasi reaktan sebagai fungsi waktu, maka akan diperoleh kurva bahwa *slope* kurvanya pada setiap titik selalu negatif, karena konsentrasi reaktan selalu menurun. Jadi laju reaksi pada setiap titik sepanjang kurva = - dC/dt. Tetapi apabila laju reaksi dituliskan sebagai laju pembentukan produk, maka laju reaksi akan bernilai positif. Jika konsentrasi produk setelah reaksi berlangsung t detik adalah x mol dm^{-3}, maka laju reaksinya + dx/dt (Prayitno, 2007).

Adapun persamaan umum dari laju reaksi yaitu laju reaksi = $k\ [A]^x\ [B]^y\ [C]^z$ dimana x, y, z merupakan orde reaksi. Orde reaksi merupakan banyaknya faktor konsentrasi yang mempengaruhi laju reaksi. Secara teoritis orde reaksi merupakan bilangan bulat kecil, namun dalam beberapa hal pecahan atau nol. Pada umumnya orde reaksi terhadap suatu zat tertentu tidak sama dengan koefisien dalam persamaan stoikiometri reaksi (Prayitno, 2007).

3.6.1. Klasifikasi Orde Reaksi

1. Reaksi orde nol

Suatu reaksi dikatakan mempunyai reaksi orde no apabila laju reaksi tidak dipengruhi oleh konsentrasi pereaksi tersebut. Jika [A] adalah konsentrasi dan [A_0] adalah konsentrasi A saat waktu t = 0 maka :

$$-\frac{d[A]}{dt} = k \; maka \; integrasi \; nya \; [Ao] - [A] = k.t$$

2. Reaksi orde satu

Suatu reaksi dikatakan mempunyai orde satu apabila laju reaksi dipengaruhi oleh konsentrasi pereaksi. Adapun persamaan yang diperoleh yaitu :

$$-\frac{d[A]}{dt} = k\,[A]$$

$$\int_{Ao}^{A} \frac{d[A]}{A} = k \int_{Ao}^{A} dt$$

$$-ln\frac{[A]}{[Ao]} = kt$$

$$\ln[A] = -kt + \ln[Ao]$$

Pada persamaan linear $y = mx + c$ dengan m adalah slope (kemiringan) dari garis dan c adalah intersep diperoleh dari input nilai ln [A] pada sumbu y terhadap waktu pada sumbu x. Maka akan diperoleh grafik dengan persamaan linear dan nilai $R^2 \sim 1$ yang dijadikan acuan terhadap penentuan orde reaksi.

$$\ln[Ct] = -kt + \ln[Co]$$

$$y = mx + c$$

Atau dapat ditentukan dengan persamaan berikut :

$$orde\ 1 = ln\left(\frac{Ct}{Co}\right)$$

Data hasi di input dengan membandingkan $orde\ 1 = ln\left(\frac{Ct}{Co}\right)$ terhadap perubahan waktu akan diperoleh grafik dengan persamaan matematis dan dipilih nilai $R^2 \sim 1$ sebagai orde satu.

3. Reaksi Orde Dua

Suatu reaksi dikatakan mempunyai orde dua apabilan laju reaksi dipengaruhi oleh kuadrat konsentrasi salah satu pereaksi. Persamaannya :

$$laju\ reaksi = -\frac{d[A]}{dt} = k[A]^2$$

$$-\int_{Ao}^{A} \frac{d[A]}{A} = k \int_{Ao}^{A} dt$$

$$\left(\frac{1}{[A]} - \frac{1}{[Ao]}\right) = kt$$

$$\frac{1}{[A]} = \frac{1}{[Ao]} + kt$$

Persamaan linear $y = mx + c$ dengan m adalah slope (kemiringan) pada kurva dan c adalah intersep. Jika pada orde dua, maka persamaan linear yang terbentuk adalah :

$$\frac{1}{[Ct]} = \frac{1}{[Co]} + kt$$

y = mx + c

juga dapat dilakukan perhitungan dengan persamaan berikut :

$$orde\ dua = \frac{1}{Ct/Co}$$

Data hasi di input dengan membandingkan $orde\ dua = \frac{1}{Ct/Co}$ terhadap perubahan waktu akan diperoleh grafik dengan persamaan matematis dan dipilih nilai $R^2 \sim 1$ sebagai orde dua.

4. Reaksi Orde Tiga

Suatu reaksi dikatakan mempunyai orde tiga apabila laju reaksi dipengaruhi oleh pangkat 3 konsentrasi satu pereaksi. Persamaannya :

$$laju\ reaksi = -\frac{d[A]}{dt} = k[A]^3$$

$$-\int_{Ao}^{A}\frac{d[A]}{[A]^3}=-k\int_{Ao}^{A}dt$$

$$-\frac{1}{2}\left(\frac{1}{[A]^2}-\frac{1}{[Ao]^2}\right)=-kt$$

$$\frac{1}{[A]^2}=\frac{1}{[Ao]^2}+2\,kt$$

Persamaan linear $y = mx + c$ dengan m adalah slope (kemiringan) pada kurva dan c adalah intersep. Jika pada orde dua, maka persamaa linear yang terbentuk adalah :

$$\frac{1}{[Ct]^2}=\frac{1}{[Co]^2}+2\,kt$$

y = mx + c

juga dapat dilakukan perhitungan dengan persamaan berikut :

$$orde\ tiga=\left(\frac{1}{Ct/Co}\right)^2$$

Dengan menginput hasil analisis pada persamaan dan digambarkan dengan grafik antara $orde\ tiga=\left(\frac{1}{Ct/Co}\right)^2$ terhadap waktu diperoleh persamaan matematis dan dipilih nilai $R^2 \sim 1$ sebagai orde 3.

3.7 Karakterisasi Katalis Besi Oksida (Fe_3O_4)

3.7.1 *X-ray Diffraction* (XRD)

Sinar x ditemukan pertama kalinya oleh Wilhem Conatd Rontgen pada tahun 1895, di Universitas Wurtzburg, Jerman. Sinar x merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang 0,5 -2,5 Å yang mendekati nilai jarak antar atom kristal. Sinar x mempunyai panjang gelombang yang jauh lebih pendek dari pada sinar tampak (B.D Cullity, 1956). Difraktometer sinar x merupakan alat yang dapat digunakan untuk penentuan struktur kristal dan analisis fasa pada senyawa atau paduan di dalam suatu bahan, tegangan sisa, tekstur dan small angel X-Ray (SAX). Analisa didasarkan pada pola difraksi dari paduan atau senyawa yang dihasilkan oleh proses difraksi. Ukuran panjang gelombang sinar x harus

tidak berbeda jauh dengan jarak antar atom kristal, sehingga pola berulang dari kisikristal akan berfungsi seolah-olah seperti kisi difraksi untuk panjang gelombang sinar x (Van L. H.Vlack, 1995)

Sinar-X diperoleh dari tumbukan elektron dengan permukaan logam, biasanya tembaga (Cu). Elektron tersebut berasal dari filamen panas dalam keadaan vakum pada tegangan tinggi dengan kecepatan tinggi. Sinar-X tersebut menembak sampel padatan kristalin, kemudian mendifraksikan sinar ke segala arah dengan memenuhi Hukum Bragg. Detektor bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksikan oleh sampel. Sampel serbuk atau padatan kristalin memiliki bidang-bidang kisi yang tersusun secara acak dengan berbagai kemungkinan orientasi, begitu pula partikel-partikel kristal yang terdapat di dalamnya. Setiap kumpulan bidang kisi tersebut memiliki beberapa sudut orientasi sudut tertentu, sehingga difraksi sinar-X memenuhi Hukum Bragg :

$n\lambda = 2\ d \sin\theta$ dengan,

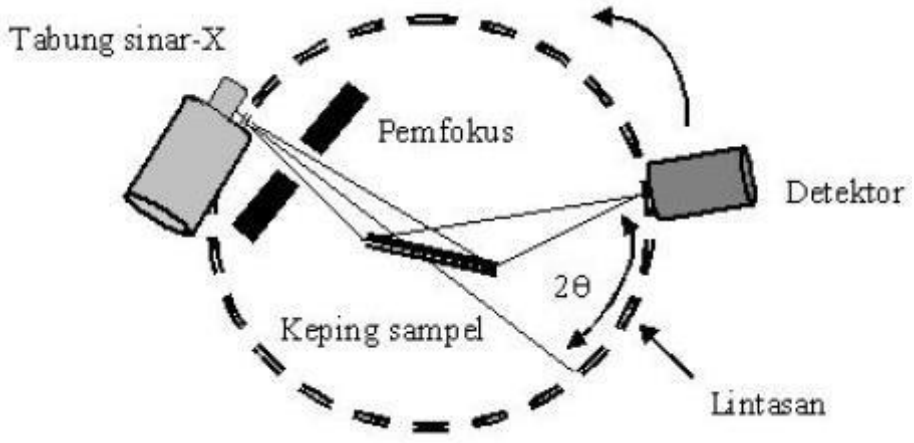
Keterangan:

n : orde difraksi (1, 2, 3,…)

λ : panjang sinar-X

d : Jarak kisi

θ: Sudut difraksi



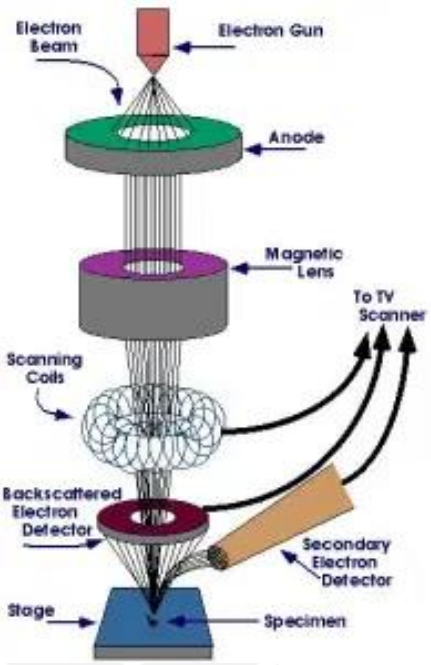
Gambar 7. Skema Kerja XRD

3.7.2 *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX)

Scanning Electron Microscopy(SEM) adalah suatu metode yang dapat digunakan untuk menggambarkan suatu bahan dengan resolusi tinggi yang berasal daripemakaian berkas elektron. Resolusi yang dihasilkan yakni 0,1-0,2 nm lebih tinggi dibandingkan mikroskop cahaya yakni 200 nm (Hanke, 2001).

Prinsip kerja SEM ialah ketika berkas elektron menumbuk permukaan sampel sejumlah elektron direfleksikan sebagai *backscattered electron* (BSE) dan yang lain membebaskan energi rendah *secondary electron* (SE). SE dari permukaan sampel akan dideteksi melalui sinyal listrik oleh detektor sehingga dihasilkan gambar di layar monitor berupa informasi terkait permukaan topografi sampel, komposisi, dan sifat-sifat lainnya seperti konduktivitas listrik (Saizer 2009). SEM dilengkapi dengan katoda dan magnetik lensa untuk membuat fokus sinar elektron dan sejak 1960-an SEM telah dilengkapi dengan kemampuan analisis unsur. Sebuah detektor digunakan untuk mengkonversi energi sinar-X menjadi tegangan sinyal, informasi ini dikirim ke prosesor pulsa, yang mengukur sinyal dan melewatinya ke sebuah *analyzer* untuk menampilkan data dan hasil analisis (Herliansyah, 2010).

Energy Dispersive X-ray(EDX) adalah sebuah teknik analisis yang digunakan untuk analisis elemen ataukarakterisasi kimia suatu sampel, merupakan salah satu varian dari fluoresensi sinar-X spektroskopi yang bergantung pada analisis sampel melalui interaksi antara radiasi elektromagnetik dan materi, dengan menganalisis sinar-X yang dipancarkan oleh materi dalam merespon tumbukan dengan partikel bermuatan (Hafner, 2007). Terdapat empat komponen utama dari setup EDS yaitu sumber sinar, detektor sinar- X, prosesor pulsa, dan analisa (Herliansyah, 2010).



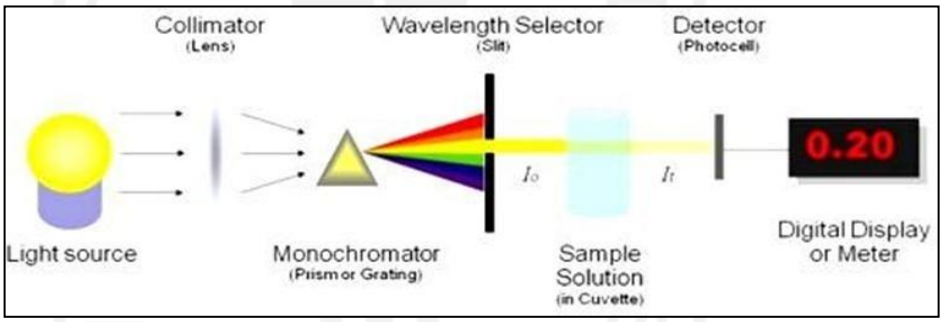
Gambar 8. Skema Kerja SEM

3.7.3 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis merupakan suatu metode identifikasi yang didasarkan pada struktur elektronik molekul atau dikenal sebagai spektroskopi elektronik. Spektrum yang diabsorpsi oleh suatu senyawa adalah sejumlah sinar yang diabsorpsi oleh satu senyawa pada panjang gelombang tertentu. Untuksenyawa berwarna akan memiliki satu atau lebih absorpsi spektrum yang tertinggidi daerah spektrum tampak (400-700 nm) dan spektrum ultraviolet (200-400 nm). Spektrum daerah tampak terjadi karena adanya perubahan energy elektron terluar dari molekul yang disebabkan adanya ikatan atau bukan ikatan. Pada umumnya, elektron yang berpindah tempat ini disebabkan adanya ikatan rangkap karbon-karbon atau pasangan nitrogen dengan oksigen. Adapun transisi yang penting pada daerah ultraviolet dan tampak yaitu transisi n $\rightarrow\pi^*$ dan $\pi\rightarrow\pi^*$, sedangkan transisi $n\rightarrow\sigma^*$jarang terjadi (Sukma, 2012).

Prinsip dari spektrofotometri UV-Vis adalah mengukur jumlah cahaya yang diabsorbsi atau ditransmisikan oleh molekul-molekul di dalam larutan. Ketika panjang gelombang cahaya ditransmisikan melalui larutan, sebagian energi cahaya tersebut akan diserap (diabsorpsi). Besarnya kemampuan

molekul-molekul zat terlarut untuk mengabsorbsi cahaya pada panjang gelombang tertentu dikenal dengan istilah absorbansi (A), yang setara dengan nilai konsentrasi larutan tersebut dan panjang berkas cahaya yang dilalui (biasanya 1 cm dalam spektrofotometri) ke suatu point dimana persentase jumlah cahaya yang ditransmisikan atau diabsorbsi diukur dengan phototube atau tabung foton hampa.Alat yang digunakan adalah spektrofotometer, yaitu suatu alat yang digunakan untuk menentukan suatu senyawa secara kualitatif maupun kuantitatif dengan mengukur transmitan ataupun absorban dari suatu senyawa sebagai fungsi konsentrasi.Spektrofotometri ini hanya terjadi bila terjadi perpindahan elektron dari tingkat energi yang rendah ke tingkat energi yang lebih tinggi (Khopkar 2003).



Gambar 9. Skema Kerja UV-Vis (Khopkar 2003).

3.7.4 *Gas Sorption Analyzer* (GSA)

Gas sorption analyzer atau disingkat **GSA** adalah sebuah instrumen karakterisasi material untuk menentukan luas dan volume pori material padatan. GSA hanya dapat melakukan pengukuran fisik suatu material yaitu, pengukuran luas permukaan, volume pori, jari-jari pori, distribusi pori dan sebagainya. Syarat material yang dapat dikarakterisasi dengan GSA adalah padatan berpori.Beberapa contohnya, antara lain, material karbon, pengemban katalis, material organic, zeolit, alumina, lumpur, silica, keramik, semen, paper, serbuk logam, tulang, dan lain-lain(Duncan. 1980).

Prinsip kerja alat ini menggunakan mekanisme adsorpsi gas pada permukaan suatu bahan padat pada berbagai tekanan dan suhu yang konstan (isotherm). Gas yang biasa digunakan adalah helium untuk mikropori (< 20 A^o), nitrogen untuk mesopori (20-500 A^o), atau argon untuk makropori (> 500 A^o).

Proses analisis dengan GSA dapat dilakukan pada kondisi isotherm yaitu kondisi yang terjadi pada variasi tekanan dan suhu konstan.

Gambar 10. Instrumen GSA

BAB IV

METODOLOGI PENELITIAN

4.1 Alat dan Bahan Penelitian

4.1.1 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah kaca arloji, sendok sungu, cawan porselin, gelas beker 500 mL (*pyrex*), gelas beker 50 mL (*pyrex*), labu ukur 500 mL (*pyrex*), corong gelas (herma), mortal, pipet ukur 10 mL (*pyrex*), pipet ukur 5 mL (*pyrex*), magnetic stirrer, labu ukur 10 mL (*pyrex*), pengaduk kaca, propipet, neraca analitik, oven, furnace (*Thermolyn*), seperangkat alat refluks, alat hidroternal, reaktor fotokatalisis, , *X-ray Diffraction* (XRD) (Shimadzu X-6000), *Scanning Electron Microscopy - Energy Dispersive X-Ray*(SEM-EDX) (Oxford INCA 400),*Gas Sorption Analyzer (GSA),*Spektofotometer *UV-Vis Double Beam* (Hitachi UH5300).

4.1.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalahabu daun bambu, aquadest, Natrium Hidroksida (NaOH) 2 M, Asam Klorida (HCl) pekat, *cetyl trimethyl ammonium bromide* (CTAB),besi sulfat heptahidrat ($FeSO_4.7H_2O$), besi (III) klorida heksahidrat ($FeCl_3.6H_2O$), Metil violet (MV),ammonium hirdoksida 1 M, hidrogen peroksida (H_2O_2) dan kertas saring Whatman.

4.2 Prosedur Penelitian

4.2.1 Preparasi Sampel (Abu daun bambu)

Preparasi abu daun bambu diawali dengan pengumpulan daun bambu, yang kemudian dibakar agar dihasilkan abu hitam daun bambu.Abu hitam yang dihasilkan di kalsinasi dengan temperatur 500 ^oC selama 2 jam dan didapatkan abu putih daun bambu hasil kalsinasi.

4.2.2 Sintesis Silika Dioksida (SiO_2)

Sebanyak 25 gram abu putih daun bambu di masukkan ke dalam labu alas bulat kemudian ditambahkan dengan NaOH 2 M sebanyak 250 mL lalu direfluks

selama 4 jam. Disaring campuran dengan kertas saring Whatman kemudian endapan dicuci dengan aquades. Filtrat yang dihasilkan ditsmbshksn pelan pelan dengan HCl pekat hingga pH 7 dan terbentuk gel putih. Sebanyak 0,1 gram CTAB dilarutkan dengan 100 mL aquadest ditambakan kedalam larutan gel lalu di stirer selama 24 jam. Gel yang sudah distirer di hidrotermal dengan autoklaf selama 24 jam kemudian di *spraying dryer* untuk menghasilkan bubuk silika oksida.

4.2.3 Sintesis Variasi Katalis $Fe_3O_4@SiO_2$

Sintesis katalisFe_3O_4dilakukan dengan beberapa variasi massa dari beberapa komponen diantaranya adalah :

Tabel.2 Variasi massa sampel

Variasi	**SiO_2**	**$FeCl_3.6H_2O$**	**$FeSO_4.7H_2O$**	**Keterangan**
variasi 1	4 gram	1,45 gram	2,48 gram	$Fe_3O_4@SiO_2$ 20%
variasi 2	3 gram	2,9 gram	4,96 gram	$Fe_3O_4@SiO_2$ 40%
variasi 3	4,5 gram	0,73 gram	1,24 gram	$Fe_3O_4@SiO_2$ 10%

Ke dalam masing-masing variasi ditambahkan dengan 10 mL aquadest dan NH_4OH 1 M sebanyak 40 mL. Campuran di refluks selama 2 jam kemudian dikeringkan di oven. Diperoleh padatan jingga yang kemudian dikalsinasi dengan temperatur 400^oC selama 2 jam.

4.2.4 Karakterisasi Katalis $Fe_3O_4@SiO_2$

Karakterisasi yang dilakukan pada material fotokatalis besi oksida meliputi karakterisasi menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD) untuk menentukan kristalinitas suatu padatan,*Gas Sorption Analyzer* (GSA) untuk menentukan jenis dan ukuran pori katalis, *Scanning Electron Microscopy* (SEM-EDX) untuk melihat topografi serta morfologi dan komposisi penyusun material katalis, dan spektrofotometer UV-Vis untuk menentukan absorbansi pada sampel dan persen degradasi pada zat warna.

4.2.5 Pembuatan Larutan Induk Metil Violet

Pembuatan larutan induk MV dilakukan dengan ditimbang 0,05 gram MV dalam gelas beker dan dilarutkan dengan sedikit aquadest. Dipindahkan larutan kedalam labu ukur 500 mL dan ditambah aquadest hingga tanda batas, sehingga diperoleh larutan induk MV dengan konsentrasi 100 mg/L.

4.2.6 Pembuatan Larutan Sampel Metil Violet 20 mg/L

Sebanyak 100 mL larutan induk MV dengan konsentrasi 100 mg/L dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL kemudian ditambahkan aquadest hingga tanda batas, dan diperoleh larutan sampel MV dengan konsentrasi 20 mg/L.

4.2.7 Fotodegradasi Metil Violet dengan Katalis Fe_3O_4@SiO_2 Variasi 1, 2 dan 3

Sebanyak 500 mL larutan sampel MV dimasukkan kedalam tabung reaktor fotokatalis kemudian ditambah 0,2 gram katalis Fe_3O_4 variasi 1 dan larutan H_2O_2 0,5 mL. Selanjutnya dinyalakan reaktor fotokatalis dengan waktu 90 menit. Dilakukan sampling larutan sebanyak 10 mL pada waktu 0, 15, 30, 45, 60, 75, dan 90 menit untuk diukur absorbansi pada panjang gelombang maksimum dari MV dengan blanko aquadest. Hal diatas berlaku sama untuk variasi 2 dan variasi 3.

BAB V
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada bagian ini akan membahas pembuatan, karakterisasi dan uji degradasi pada fotokatalis dengan menggunakan zat warna metil violet dengan bantuan lampu UV. Adapun untuk karakterisasi digunakan beberapa instrument yaitu : XRD, SEM-EDX, dan GSA . Untuk analisis pada uji fotodegradasi digunakan UV-VIS dengan metil violet sebagai zat warna.

5.1 Pembuatan Komposit Fe_3O_4@SiO_2

Pada penelitian ini, silika yang digunakan sebagai bahan pengemban berasal dari abu daun bambu yang di kalsinasi pada suhu 500^0C agar diperoleh abu putih. Proses kalsinasi dengan pemilihan temperatur tersebut berfungsi untuk menghasilkan abu putih yang mengandung silika dan untuk menghilangkan hidrokarbon pada abu putih. Untuk mendapatkan ekstrak silika, abu putih daun bambu di refluks dengan NaOH 2 M sebagai basa kuat yang mampu mengekstraksi silika (SiO_2) yang terdapat didalam abu daun bambu. Proses refluks berlangsung selama 4 jam sehingga diperoleh campuran yang kemudian disaring dan dicuci dilanjutkan dengan titrasi menggunakan HCl pekat hingga pH 7 untuk mendapatkan senyawa silika yang berbentuk gel. Selanjutnya ke dalam gel ditambahkan larutan CTAB 100 mL dan dilakukan pengadukan selama 24 jam. Penambahan CTAB sebagai surfaktan agar dapat mengontrol kecepatan reduksi dan agregasi yang terjadi pada nanopartikel. Dimana pada kepala dari surfaktan CTAB yang bersifat polar akan berinteraksi dengan air sehingga membuat partikel partikel silika tidak akan berdekatan. Gel kemudian di oven untuk menghilangkan kadar air atau juga dapat dilakukan *sprying dryer* agar diperoleh bubuk silika yang halus dan berukuran nano.

Selanjutnya dilakukan pembuatan komposit Fe_3O_4 dengan prekursor $FeCl_3.6H_2O$ dan $FeSO_4.7H_2O$ yang dibagi menjadi 3 kelompok berdasarkan perbandingan massa 3:5 sebagai berikut :

Tabel 3. Variasi massa material

Variasi	**SiO_2**	**$FeCl_3.6H_2O$**	**$FeSO_4.7H_2O$**	**Keterangan**
variasi 1	4 gram	1,45 gram	2,48 gram	Fe_3O_4@SiO_2 20%
variasi 2	3 gram	2,9 gram	4,96 gram	Fe_3O_4@SiO_2 40%
variasi 3	4,5 gram	0,73 gram	1,24 gram	Fe_3O_4@SiO_2 10%

Proses imobilisasi atau pengembanan dengan menggunakan SiO_2 berfungsi sebagai pelapis untuk melindungi partikel agar tidak mudah teragregasi dimana SiO_2 memiliki sifat sukar larut dalam asam, inert dan amorf. Penggunaan $FeCl_2.6H_2O$ akan menghasilkan Fe^{3+} sedangkan $FeSO_4.7H_2O$ akan menghasilkan Fe^{2+}. Kemudian masing - masing bahan ditambah dengan 10 mL aquadest dan 1 M NH_4OH sebanyak 40 mL yang berfungsi sebagai agen pengendap yang diharapkan akan menghasilkan endapan Fe_3O_4@SiO_2. Dilanjutkan dengan proses refluks bertujuan agar proses imobilisasi dari setiap material dapat berlangsung sempurna. Pada proses ini akan menghasilkan larutan berwarna kuning dengan endapan berwarna kuning. Larutan kemudian disaring dan endapan dioven agar mengurangi kandungan air di dalamnya yang diikuti dengan kalsinasi agar terbentuk material komposit Fe_3O_4 yang murni dan bebas dari pengotor.

Gambar 11. a) larutan komposit Fe_3O_4@SiO_2 , b) komposit Fe_3O_4@SiO_2 setelah dioven, c) komposit setelah di kalsinasi

Berikut uraian reaksi Fe^{3+} dan Fe^{2+} dari prekursor yang digunakan:

$$2FeCl_3.6H_2O \rightarrow 2Fe^{3+} + 3Cl^- + 6H_2O$$

$$FeSO_4.7H_2O \rightarrow Fe^{2+} + SO_4^{2-} + 7H_2O$$

Dari reaksi diatas dapat ditentukan mekanisme reaksi pembentukan Fe_3O_4 secara umum oleh Petcharoen, (2012) sebagai berikut :

$Fe^{2+} + 2OH^- \rightarrow Fe(OH)_2$ (1)

$2Fe^{3+} + 6OH^- \rightarrow 2Fe(OH)_3$ (2)

$Fe(OH)_2 + 2Fe(OH)_3 \rightarrow Fe_3O_4 + 4H_2O$

5.2 Karakterisasi Fotokatalis Komposit $Fe_3O_4@SiO_2$ dengan SEM-EDX

Karakterisasi menggunakan SEM bertujuan untuk mengetahui bentuk morfologi pada material yang digunakan. Sedangkan untuk EDX, digunakan untuk kandungan unsur apa saja yang terkandung di dalam material yang digunakan.

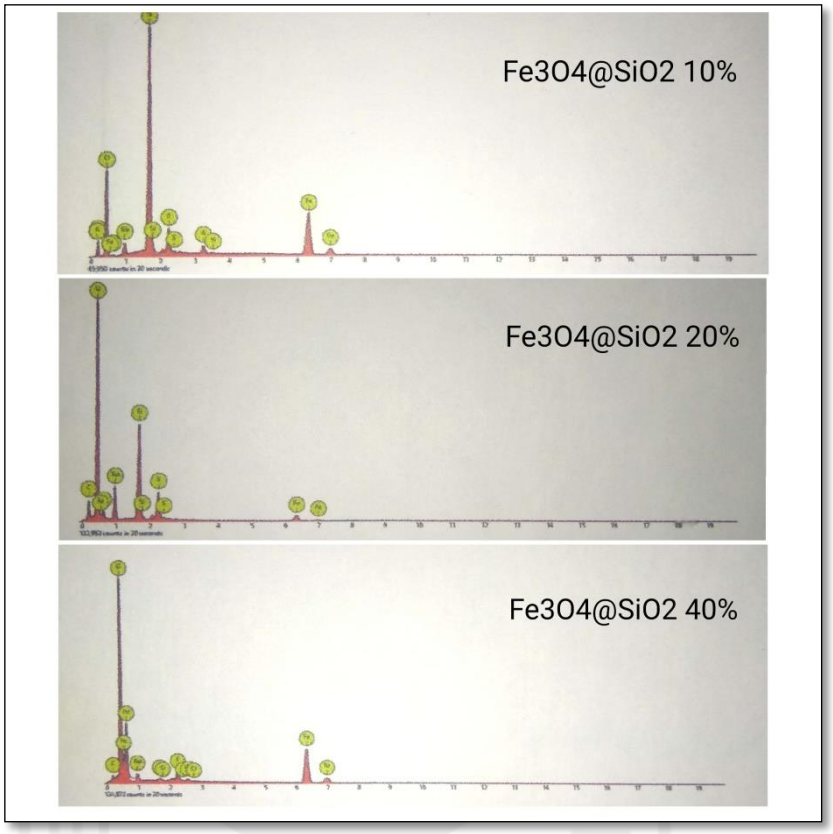
Gambar 12. SEM $Fe_3O_4@SiO_2$ 10% perbesaran 5.000x (kiri) dan 10.000x (kanan)

Gambar 13. SEM $Fe_3O_4@SiO_2$ 20% perbesaran 5.000x (kiri) dan 10.000x (kanan)

Gambar 14. SEM $Fe_3O_4@SiO_2$ 40% perbesaran 5.000x (kiri) dan 10.000x (kanan)

Dari citra SEM pada ketiga variasi $Fe_3O_4@SiO_2$ dapat dilihat bahwa $Fe_3O_4@SiO_2$ yang dihasilkan dari perbesaran 10.000 kali dan 5.000 kali memiliki bentuk kristal yang tidak beraturan dengan berbagai variasi ukuran dan berbentuk seperti kelompok kelompok kluster. Hal ini juga diperkuat oleh penelitian Munasir (2017) yang menerangkan bahwa $Fe_3O_4@SiO_2$ memiliki beberapa rongga serta gumpalan dengan bentuk yang tidak teratur. Hal ini terjadi karena sebagian besar SiO_2 (berwarna hitam) berbentuk speroid dan Fe_3O_4 (berwarna putih) memiliki cara distribusi yang tidak sama.

Untuk mengetahui kandungan unsur yang terkandung didalam ketiga variasi $Fe_3O_4@SiO_2$ dilakukan analisis EDX dengan hasil sebagai berikut :



Gambar 15. Hasil analisis EDX $Fe_3O_4@SiO_2$ berturut turut 10%; 20; 40

Berdasarkan data hasil EDX diketahui unsur atau elemen penyusun yang terkandung didalam $Fe_3O_4@SiO_2$ pada masing masing variasi yaitu:

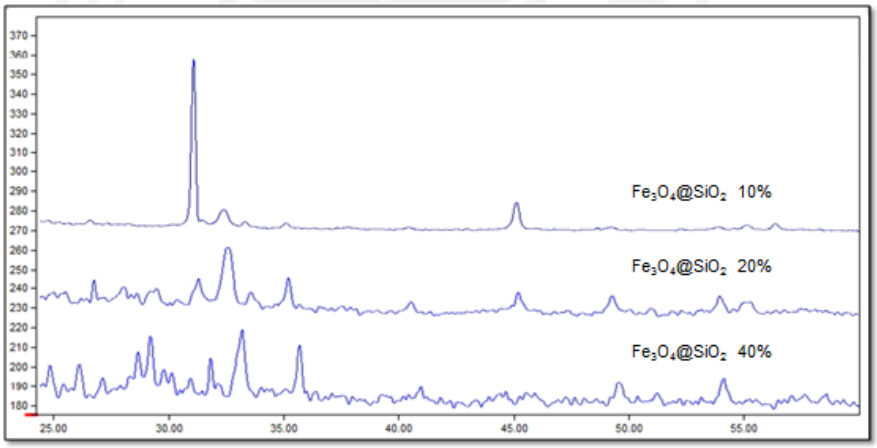
Tabel 4 : Kandungan Unsur dalam $Fe_3O_4@SiO_2$ variasi a) 10%; b) 20%; c) 40%

No	Nama Unsur	Variasi		
		$Fe_3O_4@SiO_2$ 10%	$Fe_3O_4@SiO_2$ 20%	$Fe_3O_4@SiO_2$ 40%
		(%)	(%)	(%)
1	Besi	5,41	24,32	35,9
2	Silika	24,25	12,44	7,62
3	Oksigen	19,45	55,06	47,91
4	Karbon	13,41	16,08	7,78
5	Sulfur	3,51	4,73	9,64
6	Natrium	1,91	6,28	2,73
7	Kalium	1,58		
Total = 100				

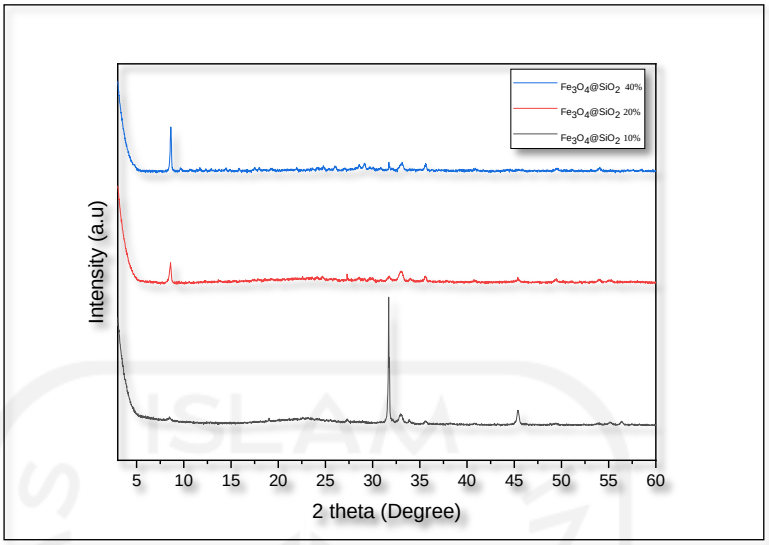
Hasil EDX menunjukkan bahwa ketiga variasi $Fe_3O_4@SiO_2$ tersebut mengandung unsur-unsur Fe, O, Si yang merupakan unsur penyusun material $Fe_3O_4@SiO_2$ dan mengindikasikan bahwa Fe_3O_4 telah terikat dengan baik pada permukaan silika (SiO_2) sehingga dapat terbentuk $Fe_3O_4@SiO_2$ sesuai dengan variasi yang diinginkan.

5.3 Karakterisasi Fotokatalis Komposit Fe_3O_4 dengan XRD

Karakterisasi dengan menggunakan XRD pada material komposit $Fe_3O_4@SiO_2$ bertujuan untuk mengidentifikasi dan mengkonfirmasi terbentuknya kristal dari $Fe_3O_4@SiO_2$ yang digunakan serta menentukan ukuran partikel kristal. Hasil yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD berupa difraktogram yang memberikan informasi kristalinitas yang ditunjukkan dengan puncak pada beberapa sudut difraksi 2θ. Ketajaman dan intesitas puncak pada spektrum kualitas kristal. Spektrum rumput yang terbentuk merupakan difraktogram dari SiO_2 yang bersifat amorf.



Gambar 16. Difraktogram XRD setelah diperbesar



Gambar 17. Difraktogram komposit $Fe_3O_4@SiO_2$

Dari gambar 16 menunjukkan bahwa proses pengembanan material $Fe_3O_4@SiO_2$ berhasil dilakukan. Dibuktikan dengan dihasilkan nilai 2θ yang bersesuaian dengan data *Joint Committee on Power Diffraction Standards* (JCPDS) No. 79-0417 sebagai berikut :

Tabel 5. Hasil analisis 2θ $Fe_3O_4@SiO_2$

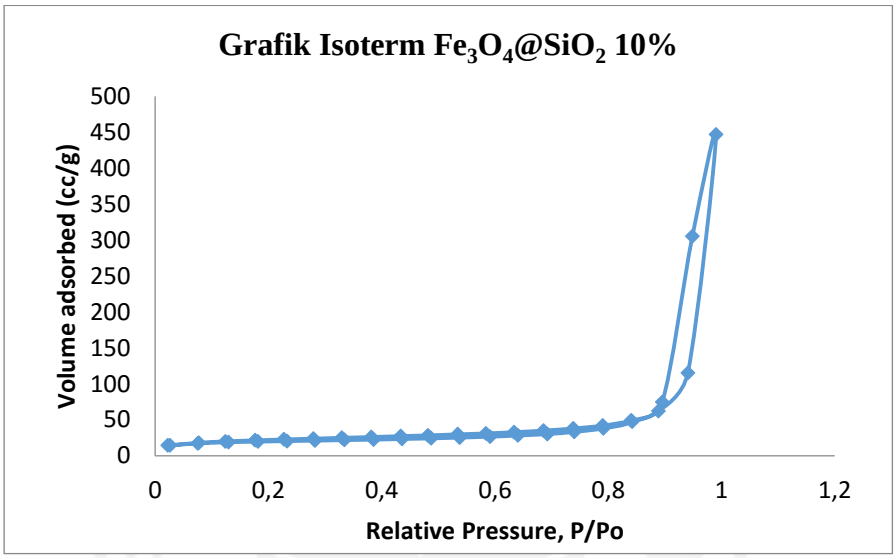
JCPDS No. 79-0417	Hasil analisis Fe3O4		
2θ *(degree)*	10%	20%	40%
	2θ *(degree)*	2θ *(degree)*	2θ *(degree)*
30,105	31,7	31,77	29,152
35,451	35,61	35,584	33,094
43,123	45,032	45,385	40,887
53,478	55,207	49,408	49,482
57,012	56,355	54,006	54,064

Pada hasil refleksi dapat diketahu ukuran partikel dari masing-masing variasi $Fe_3O_4@SiO_2$ yang dihasilkan yaitu 31,751 nm - 148,632 nm untuk variasi 10%, kemudian 28,285 nm – 39,31 nm untuk variasi 20% dan 12,12 nm – 23,22 nm untuk variasi 40% menandakan bahwa partikel yang telah disintesis tergolong ke dalam material berukuran nano atau nanopartikel.

5.4 Karakterisasi Fotokatalis Komposit $Fe_3O_4@SiO_2$ dengan GSA

Karakterisasi yang dilakukan dengan GSA (*Gas Sorption Analyzer)* bertujuan untuk menentukan distribusi pori material, ukuran pori, volume pori,

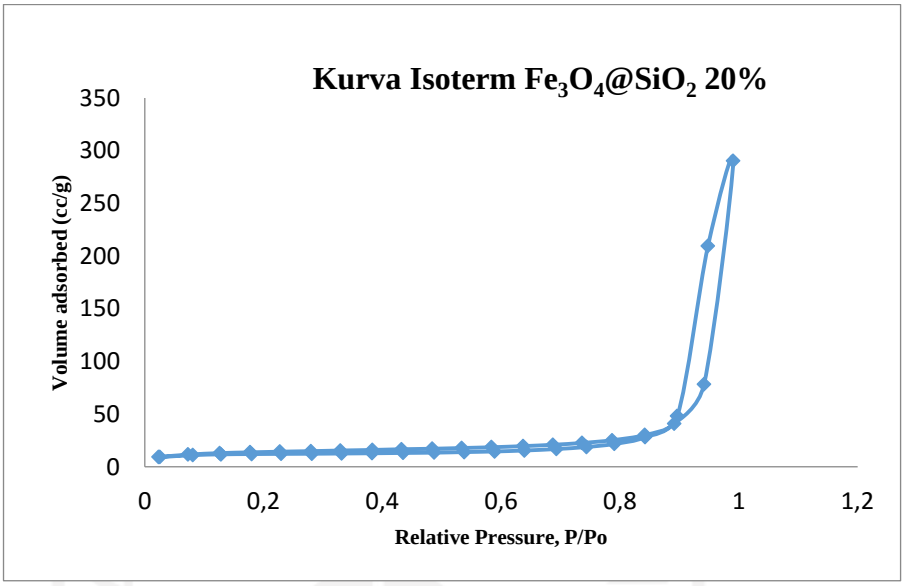
isoterm adsorpsi gas dan luas permukaan spesifik pada sampel. Untuk penelitian ini, karakterisasi GSA dilakukan untuk mengetahui ukuran pori dan klasifikasi pori dan luas permukaan spesifik. Hasil karakterisasi dapat dilihat pada Gambar 17.



Gambar 19. Grafik isoterm $Fe_3O_4@SiO_2$ 10%

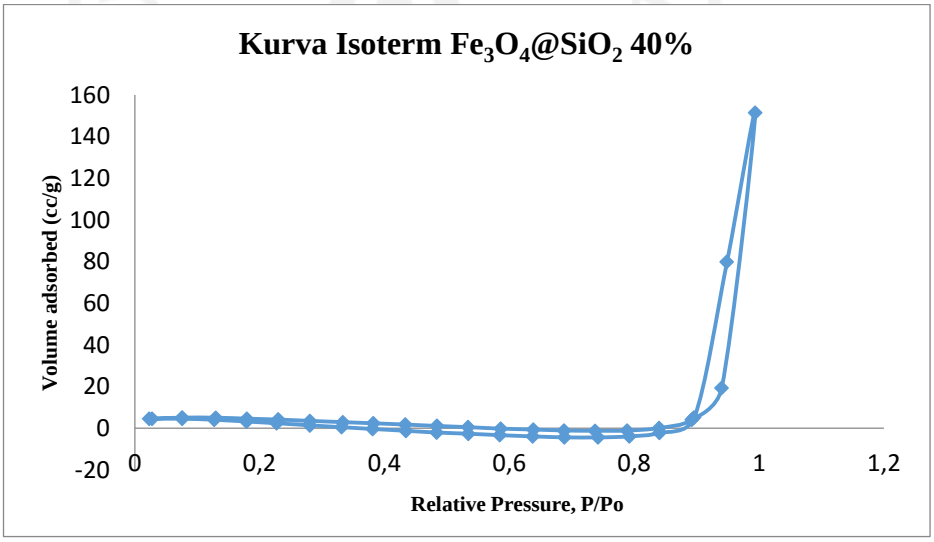
Berdasarkan grafik diatas, dapat dilihat dari bentuk grafik bahwa terjadi peristiwa adsorpsi dan desorpsi yang menunjukkan terjadinya isoterm sempurna ditandai dengan adanya kenaikkan dan penurunan pada kurva yang dihasilkan. Pada saat terjadinya adsorpsi, kurva akan mengalami kenaikkan volume dan akan mengalami penurunan ketika terjadi desorpsi.

Pada grafik tersebut, hasil karakterisasi $Fe_3O_4@SiO_2$ diklasifikasikan ke dalam tipe IV kurva isoterm adsorpsi-desorpsi. Jenis ini mempunyai ukuran pori yang tergolong ke dalam mesopori dengan ukuran berkisar antara 2-50 nm. Selain itu luas permukaan spesifik dari $Fe_3O_4@SiO_2$ diketahui sebesar 10,2049 m^2/g.



Gambar 20. Grafik isoterm $Fe_3O_4@SiO_2$ 20%

Berdasarkan grafik diatas, juga erjadi isoterm sempurna yang ditandai dengan terjadinya adsorpsi-desorpsi pada permukaan material $Fe_3O_4@SiO_2$. Hasil dari karakterisasi $Fe_3O_4@SiO_2$ 20% ini diklasifikasikan ke dalam tipe IV dengan yang tergolong ke dalam mesopori dengan ukuran sekitar 2-50 nm yang mempunyai luas permukaan spesifik sebesar 47,0704 m^2/g.



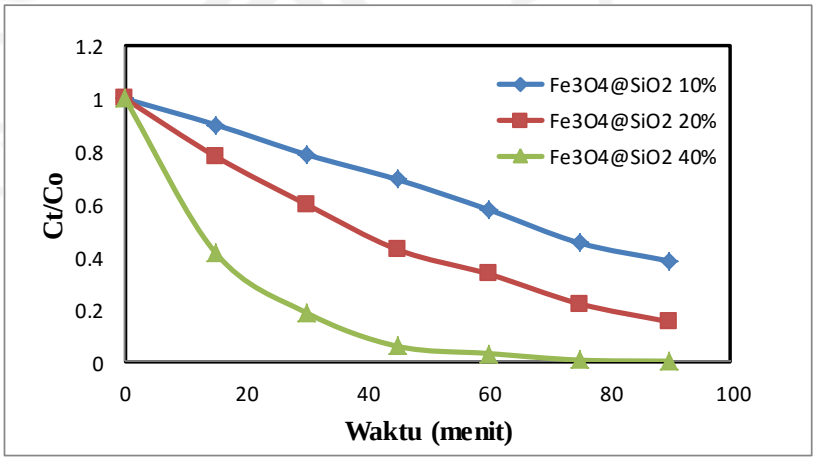
Gambar 19. Grafik isoterm $Fe_3O_4@SiO_2$ 40%

Berdasarkan grafik diatas, terjadi pula isoterm sempurna ditandai dengan terjadinya adsorpsi-desorpsi pada permukaan material $Fe_3O_4@SiO_2$. Hasil dari karakterisasi tersebut diklasifikasikan ke dalam tipe IV dengan jenis ukuran mesopori yang mempunyai ukuran pori antara 2-50 nm. $Fe_3O_4@SiO_2$ 40% mempunyai luas permukaan spesifik sebesar 75,6377 m^2/g.

5.5 Uji Aktivitas Fotokatalis Komposit $Fe_3O_4@SiO_2$ pada Fotodegradasi Zat Warna Metil Violet

5.6.1 Fotodegradasi Metil Violet Menggunakan Fotokatalis $Fe_3O_4@SiO_2$ 10%, $Fe_3O_4@SiO_2$ 20% dan $Fe_3O_4@SiO_2$ 40%

Proses fotodegradasi zat warna metil violet dilakukan pada larutan dengan konsentrasi 20 ppm menggunakan fotokatalis $Fe_3O_4@SiO_2$ dari masing masing variasi sebanyak 0,2 gram dan diikuti dengan penambahan Hidrogen Peroksida (H_2O_2) sebanyak 0,5 mL. Fotodegradasi berlangsung selama 90 menit dengan penyinaran cahaya UV dan dilakukan *sampling* pada sampel setiap 15 menit. Hasil *sampling* di uji dengan Spektrofotometer UV-Vis dengan menggunakan panjang gelombang maksimum 590 nm untuk menghitung nilai absorbansi. Hasil analisis perubahan konsentrasi Metil Violet terhadap waktu dengan bantuan cahaya UV ditunjukkan pada **Gambar 20.**



Gambar 20. Hasil analisis perubahan konsentrasi metil violet terhadap waktu.

Pada gambar 20 menunjukkan perubahan konsentrasi Metil Violet terhadap waktu saat fotokatalis $Fe_3O_4@SiO_2$ berinteraksi dengan larutan Metil Violet. Terjadi penurunan konsentrasi larutan seiring dengan adanya perubahan waktu yang ditandai dengan semakin kecilnya nilai konsentrasi larutan. Hal ini menunjukkan bahwa komposit dari $Fe_3O_4@SiO_2$ dapat mendegradasi zat warna metil violet. Semakin lama proses fotodegradasi, maka semakin turun pula konsentrasi larutan metil violet. $Fe_3O_4@SiO_2$ berperan sebagai semikonduktor yang akan mengalami eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi yang akan menyebabkan terbentuknya *hole* di pita valensi. Hole tersebut akan berinteraksi H_2O dan akan membentuk ·OH yang banyak. Kemudian dengan penambahan H_2O_2 sebagai reagen Fenton akan membantu mempercepat proses fotodegradasi dengan cara menghasilkan radikal hidroksil (·OH) lebih banyak yang bersifat oksidator kuat sehingga fotokatalis $Fe_3O_4@SiO_2$ akan mendegradasi senyawa organik seperti zat warna menjadi komponen yang lebih sederhana. Kemudian dengan adanya imoblisasi atau pengembanan pada SiO_2 akan menyebabkan fotokatalis terlindungi dan tidak berikatan dengan air sehingga ·OH pada reagen fenton dapat secara langsung menguraikan zat warna metil violet. Mekanisme fotodegradasi yang terjadi sebagai berikut :

$Fe_3O_4@SiO_2 + hv \rightarrow (e^-_{\text{pita konduksi}} + h^+_{\text{pita valensi}})$

$(h^+) + H_2O \rightarrow H^+ + \cdot OH$

$(h^+) + OH^- \rightarrow \cdot OH$

$(e^-) + OH^- \rightarrow \cdot OH$

$(e^-) + O_2 \rightarrow O_2^- \cdot$

$H_2O_2 \rightarrow 2 \cdot OH$

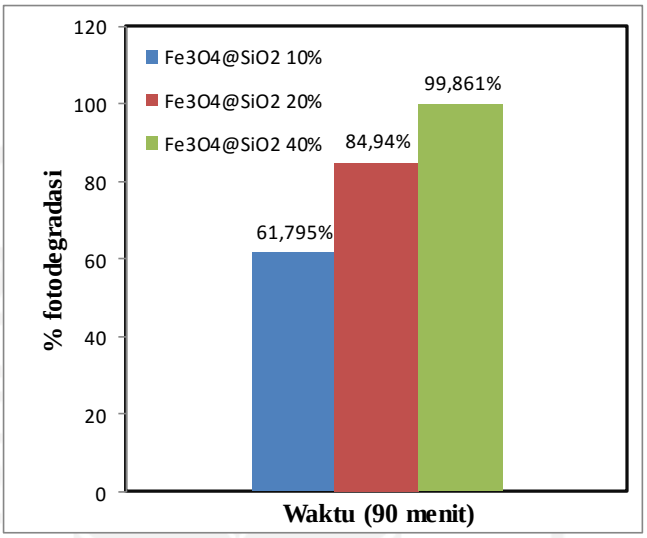
$MV + \cdot OH + 2 \cdot OH \rightarrow$ produk degradasi berupa CO_2 dan H_2O

Zat warna + $h^+ \rightarrow$ reaksi oksidasi

Zat warna + $e^- \rightarrow$ reaksi reduksi

Dari gambar 20 diatas dapat dilihat bahwa variasi $Fe_3O_4@SiO_2$ 40% mengalami penurunan konsentrasi yang signifikan diikuti dengan variasi 20% dan 10%. Hal ini menunjukkan bahwa perbandingan massa prekursor Fe yang digunakan memberikan pengaruh terhadap perubahan konsentrasi larutan dan

proses degradasi terhadap zat warna metil violet. Selain itu, penurunan konsentrasi yang signifikan menunjukkan terjadinya fotodegrasi metil violet yang dapat dilihat pada presentase degradasi yang terjadi dari masing masing variasi fotokatalis.



Gambar 21. Grafik presentase fotodegradasi metil violet dengan ketiga variasi $Fe_3O_4@SiO_2$

Dari grafik diatas diketahui $Fe_3O_4@SiO_2$ variasi 40% mampu mendegradasi zat warna metil violet sebesar 99,861%, $Fe_3O_4@SiO_2$ variasi 20% sebesar 84,94% dan $Fe_3O_4@SiO_2$ variasi 10% sebesar 61,795%. Terdapat perbedaan presentase yang signifikan dalam proses fotodegradasi tersebut. Secara fisik, perubahan warna larutan juga dapat menentukan proses fotodegrasi zat warna metil violet. Warna larutan akan memudar dari berwarna pekat menjadi bening karena adanya proses degradasi zat warna menjadi elemen yang lebih sederhana.

Gambar 22. Perubahan warna larutan metil violet setelah fotodegrasi secara berurutan variasi 10% ; 20% ; 40%.

Kinetika reaksi pada proses fotodegradasi metil violet dengan fotokatalis $Fe_3O_4@SiO_2$ dapat ditentukan melalui penentuan orde reaksi. Orde reaksi adalah

banyaknya faktor konsentrasi yang mempengaruhi kecepatan reaksi. Kecepatan reaksi terjadi karena adanya interaksi molekul ketika terjadinya tumbukan yang menyebabkan terjadinya laju reaksi. Penentuan orde reaksi dapat diketahui berdasarkan koefisien determinasi (R^2) dari masing masing sampel.

Tabel 6. Data orde reaksi hasil fotodegradasi metil violet

Variasi Fe3O4@SiO2	Orde 1			Orde 2			Orde 3		
	R2	slope	intersep	R2	slope	intersep	R2	slope	intersep
10%	0.982	-0.01	0.089	0.936	0.017	0.82	0.981	-0.009	0.948
20%	0.992	-0.02	0.067	0.885	0.059	0.272	0.856	-0.01	0.793
30%	0.982	0.071	0.276	0.547	6.029	-134.7	0.495	-0.008	0.534

Berdasarkan hasil analisis data menunjukkan metil violet mempunyai kinetika reaksi orde 1. Kinetika reaksi order 1 artinya bahwa konsentrasi berbanding lurus dengan laju reaksi. Sebab laju reaksi bergantung pada konsentrasi reaktan yang terlibat di dalamnya. Maksudnya, apabila dilakukan penambahan konsentrasi sebanyak 2x maka laju reaksi juga akan meningkat sebanyak 2x. Pada masing masing variasi $Fe_3O_4@SiO_2$ nilai koefisien determinasi yang baik adalah nilai yang mendekati 1 yaitu 0,982 ; 0,992 ; 0,982 yang terdapat pada orde 1. Sehingga letiga variasi fotokatalis mempunyai orde reaksi 1. Berdasarkan persamaan matematis nilai konstanta laju reaksi dari setiap variasi dapat diketahui dari orde reaksi yang sudah diperoleh yang menunjukkan kecepatan fotokatalis dalam mendegradasi zat warna. Besarnya konstanta laju reaksi berturut turut yaitu, 0,010 ; 0,020 ; 0,071.

BAB IV
KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa :

1. Fotokatalis komposit $Fe_3O_4@SiO_2$ berhasil dibuat menggunakan prekursor $FeCl_3.6H_2O$ dan $FeSO_4.7H_2O$ terembankan pada SiO_2 yang terbuat dari abu daun bambu dengan proses refluks dan kalsinasi dengan bentuk acak dan ukuran yang tidak seragam dengan ukuran partikel variasi 10% sebesar 31,751 nm - 148,632 nm, 28,28 nm - 39,31 nm untuk variasi 20% dan 12,12 nm – 23,22 nm untuk variasi 40%.
2. Karakterisasi fotokatalis komposit $Fe_3O_4@SiO_2$ menunjukkan bahwa SiO_2 terikat dengan baik pada permukaan Fe_3O_4 yang dapat dikonfirmasi dengan adanya unsur Fe, Si, O pada hasil analisis.
3. Fotokatalis $Fe_3O_4@SiO_2$ mempunyai kemampuan mendegradasi zat warna metil violet dengan sumber cahaya sinar UV sebesar 61,795% untuk $Fe_3O_4@SiO_2$ variasi 10%, 84,94% untuk Fe_3O_4 $@SiO_2$ variasi 20%, dan 99,861& untuk $Fe_3O_4@SiO_2$ variasi 40%.

6.2 Saran

Pada penelitian selanjutnya diharapkan dapat menggunakan silika oksida yang bersumber dari tanaman ataupun bahan alami lainnya yang tersedia di alam sehingga dapat meningkatkan kembali konsep *green chemistry* yang lebih aman, ekonomis,dan mudah dalam produksi fotokatalis. Selain itu, kedepannya dapat dilakukan pengujian terhadap variasi massa fotokatalis Fe_3O_4 $@SiO_2$ dalam proses degradasi sehingga dapat diterapkan dengan mudah di lingkungan industri.

DAFTAR PUSTAKA

Anwar, Devi Indah. 2015. *Synthesis of Fe-TiO2 Composite as a Photocatalyst for Degradation of Methylene Blue*. Procedia Chemistry 17: 49-54.

Ardiyanti, Harlina., Puspitarum, D. L., Okky, F.T.M.,Weni, A.P.J.,2019, Sintesis Komposit $Fe_3O_4/SiO_2/TiO_2$Berbasis Limbah Ampas Tebu di Wilayah Bandar Lampung dengan Kombinasi Metode Kopresipitasi & Sol Gel untuk Aplikasi Fotokatalis, *Jurnal Pendidikan Fisika***,** Vol. VII. No. 2.

Batista, A.P.L., Carvalho, H.W., Luz, G.H.P., Martins, P.F.Q., Goncalves, M., Oliveira, L. C. A. O., 2010, Preparation of Cu/SiO_2 and Photocatalytic Activity by degradation of Methylene Blue. *Journal Environmental Chem Lett*, (8), 63-67.

Bhimte, N.A., dan Tayade, P.T., 2007 , Evaluation of Microcrytaline Cellulose Prepared from Sisal Fibers as A Tablet Excipient : A Technical Note, *AAPS PharmSciTech.*8(1), E1-E7.

Coulson, J.M., 1983, *Chemical Engineering*, Aucklond, Mc. Graw hill, International Students Edition, Singapore.

Cullity, B. D. and Stock, S.R., 2001, *Elements of X-Rays Diffraction*, 3rd Edition, Adison-Wesley Publishing Company Inc, USA.

Dagher, s., Soliman, Ahmed., Ziout, A., *et al*, 2018, Photocatalytic Removal of Methylene Blue Using Titania- and Silicacoated Magnetic Nanoparticles, *Mater. Res. Express,*vol. 5 065518.

Deng, Y., Wang, C., Hu, J., Yang, W., Fu, S., 2005, Investigation Of Formation of Silica-Coated Magnetite Nanoparticles via Sol Gel Process Approach, *Colloid and Surfaces,* 87, 262.

Dhamayanti, Yuni., Wijaya, Karna., dan Tahir, Iqmal. 2005. Fotodegradasi Zat Warna Metil Orange Menggunakan Fe_2O_3-Montmorillonit dan Sinar Ultraviolet. *Proseding Seminar Nasional DIES ke 50 FMIPA Universitas Gadjah Mada.* Yogyakarta.

Duncan. 1980. *Introduction to Colloid and Surface Chemistry*. Butter Worths: London. hal 128-126..

Fajaroh, F., Setyawan, H., Winardi, S., Widyastuti, 2009, Sintesis Nanpartikel Magnetit dengan Metode Elektrokimia Sederhana, *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi Edisi Khusus.* 2009

Fatimah, I., Prakoso, N.I., Sahroni, I., Musawwa, M.M., Sim, Yoke-Leng., Kooli, F., Muraza, O., 2019, Physicochemical Characteristics and Photocatalytic Performance of TiO_2/SiO_2 Catalyst Synthesized Using Biogenic Silica From Bamboo Leaves, *Heliyon 5* e02766.

Fatimah, I., Said, A., Hasanah, U.A., 2015, Preparation of TiO_2/SiO_2 using Rice Husk Ash as Silica Source and The Kinetics Study as Photocatalyst in Methyl Violet Decolorization, *Bulletin of Chemical Reaction Engineering and Catalyst,* 10(1), 2015, 43-49

Fatimah , I., dan Wijaya, K., 2005, Sintesis TiO_2/Zeolit dengan Fotokatalis pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka secara Adsorpsi-Fotodegradasi, *jurnal TEKNOIN*, Vol. 10 No. 4, 257-267.

Fumoto, E., Sato, S., Takanohashi, T., 2018, Characterization of An Iron Oxide Based Catalyst User For Catalytic Cracking of Heavy Oil with Steam, *Journal Energy And Fuels*,32, 2834-2839

Gunlazuadi, J., 2001, Fotokatalisis Pada Permukaan TiO_2 : Aspek Fundamental dan Aplikasinya, *Seminar Nasional Kimia II*, Jakarta, 11-12 Jun.

G, Zhang., Chong, S., Tian, Huifang., Zhao, He., 2016, Rapid Degradation of dyes in Water by Magnetic Fe_0/Fe_3O_4/graphene composites, *Journal of Environmental Sciences,* vol.44, 148 – 157.

Hafner. (2007). Characterization Facility, Twins Cities,: University of Minnesota.

Hanke, L. D. 2001. Hanbook of Analytical Methods for Materials.Materials Evaluation and Engineering.Inc. Plymouth.Pp.35-38.

Hardeli., Afrianti Ramadhani., Desy Kurniawati., Nopri Andriko., Hary Sanjaya. 2014. Degradasi Methil Violet dan Methilen Blue oleh Fotokatalis TiO_2.*Eksakta*.Vol 1.

Herliansyah, K, M., Suyitno., dan Dewo, P., 2010, *Produksi Hydroxyapatite Bone Graft or Bahan Baku Alami Lokal Untuk Pengganti Bone Filler*

Import Pada Aplikasi Biomedis, Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat, Universitas Gajah Mada

Hermawan, I., 2011, Analisis Dampak Kebijakan Ekonomi terhadap Perkembangan Industri Tekstil dan Produk Tekstil Indonesia, *Buletin Ekonomi Moneter dan Perbankan*, Vol. 13(4).

Hoffmann, M. R., Martin, S. T., Choi, W., dan Bahnemann, D. W., 1995, Environmental Aplicaion of Semiconductor Photocatalysis, *J. Chem. Rev*., 95,1, 69-96.

Hosseinnia, A., Rad, M.K., Pozouki, M., 2010.Photo-catalytic Degradation of OrganicDyes with Dzferent Chromophores by Sinthesized Nanosize Ti02 Particles.*World Applied Science Journal*, Vo1.8, No. 11, pp 1327-1332.

Jaycock, Parfitt. 1981. *Chemistry of Interface*. John Wiley & Sons: NewYork, hal. 208-213.

K, Petcharoen and A. Sirivat., 2012, Synthesis and Characterization of Magnetite Nanoparticles via The Chemical Coprecipitation Method, *Material Science Eng*,177, 5, 421-427

Khopkar, S M., 2003, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Diterjemahkan oleh A. Saptohardjo, UI Press, Jakarta.

Kristian H. Sugiyarto, *Common Textbook Kimia Anorganik I,* (Yogyakarta: UNY, 2004), hlm. 180

Latif MA, Tarmeze WAW, Fauzidah A. Anatomical Freatures and Mechanical Properties of Tree Malaysian Bamboos, *J Trofical Forest Sci*. 2 (1990), pp. 227-234.

Madhu, G.M., Lourdu, A.R.M.A.,Vasantha., Kumar Pai K., dan Shreyas, 2007, Photodegradation of Methylene Blue Dye Using UV/$BaTiO_3$, UV/H_2O, and UV/H_2O_2/$BaTiO_3$ Oxidation Processes, *Indian Journal Of Chemical Technology*, 14 : 139-144

M.A. Ghasemzadeh., *et al*, 2016, Fe_3O_4@SiO_2 Nanoparticles: An efficient, Green and Magnetically Reusable Catalyst for the One-Pot Synthesis of 14-

aryl-14H-dibenzo[a,i]xanthene-8,13-dione Derivatives, *Iranian Journal of Catalysis*, 6(2).

Mc Mullan, G., Meehan, C., Coneely, C., Kirby, N., Robinson, T., P, Nigan., I.M Banat., R, Marchant., W.F., Sinyth., (2001), Microbial Decoulorisation And Degradation of Textile Dyes, *Appl Microbial Biotechnol*, 56, 81-87.

Merdekani, Sera. 2013. *Sintesis Partikel Nanokomposit Fe3O4/SiO2 dengan Metode Kopresipitasi*. UNPAD.

Munasir, *et al*, 2017, Pengaruh Komposisi Nanokomposit Fe_3O_4@SiO_2 *core shell* untuk Aplikasi Adsorben Logam Berat, *jurnal Inovasi Fisika Indonesia*, Vol. 06 (14-17).

Prayitno, 2007, Kajian Kinetika Kmia Model Matematik Reduksi Kadmium Melalui Laju Reaksi, Konsrante dan Orde Reaksi dalam Proses Elektrokimis, *Ganendra* , vol 10 no. 1, 27-34

Qodri, A. A. 2011. "Fotodegradasi Zat Warna Remazol Yellow FG dengan Fotokatalis Komplit TiO2/SiO2*." skripsi jurusan kimia* FMIPA Universitas Sebelas Maret,Surakarta.

Qourzal, S.,Tamimi, M., Assabbane, A., dan Ait-Ichou, Y., 2009, Photodegradation of 2-Naphtol Using Nanocrystalline TiO_2, *M.J. Condensed Mater*, 11(2) : 55-59

Rashid, Md Mamunur dan Chikashi Sato. 2011. Photolysis, Sonolysis, and Photosonolysis of Trichloroethane (TCA), Trichloroethylene (TCE) and Tetrachloroethylene (PCE) Without Catalyst. *Water Air Soil Pollut*. Vol 216: 429-440

Rashid, J., M. A. Barakat. , Y. Ruzmanova, 2014, Fe_3O_4/SiO_2/TiO_2 Nanoparticles for Photocatalytic Degradation of 2-Chlorophenol in Simulated Wastewater, *Environ Sci Pollut Res*

Saizer, R., Graff, A., Simon, M., and Altmann, F., 2009, Standard Free Thickness Determination of Thin TEM samples via Backscatter Electron Image Correlation, *Microscopy And Microanalysis*, 15 (S2), 340-341

Sawitri, E., Azmiyawati, C., Siahaan, P., 2018, Silica Magnetite Adsorbent : Effect OF Drying Temperature of Silica Sol Gel on Magnetite Core Structure, *Journal of Science and Applied Chemistry*, 21 (3) : 149-154

.

Sharma, K.K., Saikia, R., Kotoky, J., Kalita, J.C. & Devi, R., 2011, Antifungal Activity of Solanum melongena L., Lawsonia inermis L., Justicia gendarussa B. against Dermatophytes, International Journal of Pharmtech Research,3 (3), 1635-1640.

Schecter, I., Barzilai, I.L and Bulatov, V., 1997, Online Remote Prediction of Gasoline Properties by Combined Optical Method, *Analytical Chemical Acta*, 339. pp 193-199

Sukma, Maya, W.K., 2012, Studi Awal Fabrikasi Dye Sensitized Solar Cell (DSCC) dengan Menggunakan Ekstraksi Daun Bayam (*Amaranthus Hybridus L.*) Sebagai Dye Sensitizer Dengan Variasi Jarak Sumber Cahaya pada DSCC, *Jurnal Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam*, Surabaya : Institur Teknologi Sepuluh Nopember

Syukri, S., 1999, *Kimia Dasar*, ITB, Bandung.

Teja, A.S. & Koh, P. 2009. Synthesis, properties ,and application of magnetic iron oxide nanoparticles. Progress in crystal growth and characterization of materials, 55: 22.

Van Vlack, L. H., 1995, *Elements of Material Science and Engineering*, Erlangga, Jakarta.

Wardiyati, S., Ari, A.W., Didin, S. W., 2016, Pengaruh Penambahan SiO_2 Terhadap Karakteristik dan Kinerja Fotokatalitik Fe_3O_4/TiO_2 pada Degradasi *Methylene Blue*, *J. Kimia Kemasan*, Vol.38 No.1 April 2016 : 31-40.

Wijaya, K., Sugiharto, E., Fatimah, I., Sudiono, S., dan Kuniaysih, D., 2006, Utilisasi TiO2-Zeolit dan Sinar UV untuk Fotodegradasi Zat Warna Congo Red, *TEKNOIN*, Vol. 11, No.3, 199-209.

Yang, S., Zeng, Tian., Li, Yaling.,Liu, Jun., *et al*, 2015, Preparation of Graphene Oxide Decorated $Fe_3O_4@SiO_2$ Nanocomposites with Superior

Adsorption Capacity and SERS Detection for Organic Dyes, *Journal of Nanomaterials*.

Youssef, N. A., Seham A. Shaban., Fatma A. Ibrahim., Aya S. Mahmoud. 2016. Degradation of Methyl Orange using Fenton catalytic reaction. *Egypt. J. Petrol*

LAMPIRAN

Lampiran 1. Dokumentasi Penelitian

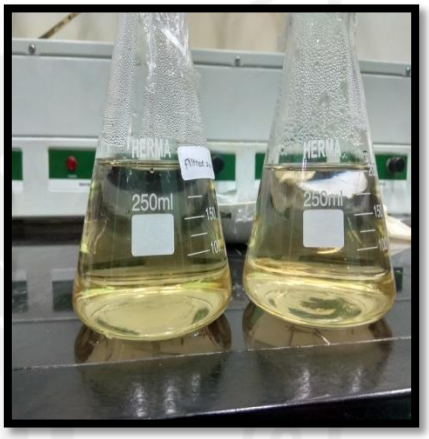
1.1 Sintesis $Fe_3O_4@SiO_2$ yang Terimobilisasi SiO_2 dari Abu Daun Bambu

Pengumpulan daun bambu

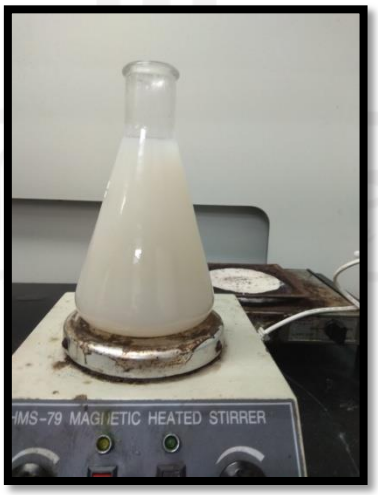
Pembakaran daun bambu menjadi abu hitam

abu putih daun bambu hasil kalsinasi

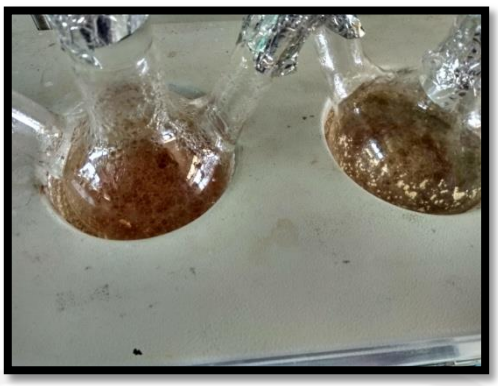
Proses refluks abu daun bambu dengan NaOH



Hasil refluks dan filtrasi abu daun bambu



Pembentukan silika gel dengan HCl pekat



Proses imobilisasi $Fe_3O_4@SiO_2$ dengan metode refluks

Hasil imobilisasi $Fe_3O_4@SiO_2$ dengan refluks sesudah filtrasi

Komposit fotokatalis $Fe_3O_4@SiO_2$ setelah dikalsinasi

2.1 Uji Aktivitas Fotokatalis $Fe_3O_4@SiO_2$ Variasi 10%; 20%; 40%

Hasil uji fotodegradasi metil violet dengan fotokatalis $Fe_3O_4@SiO_2$ 10% pada variasi waktu 0,15,30,45,60,75,90 menit (kiri ke kanan)

Hasil uji fotodegradasi metil violet dengan fotokatalis $Fe_3O_4@SiO_2$ 20% pada variasi waktu 0,15,30,45,60,75,90 menit (kiri ke kanan)

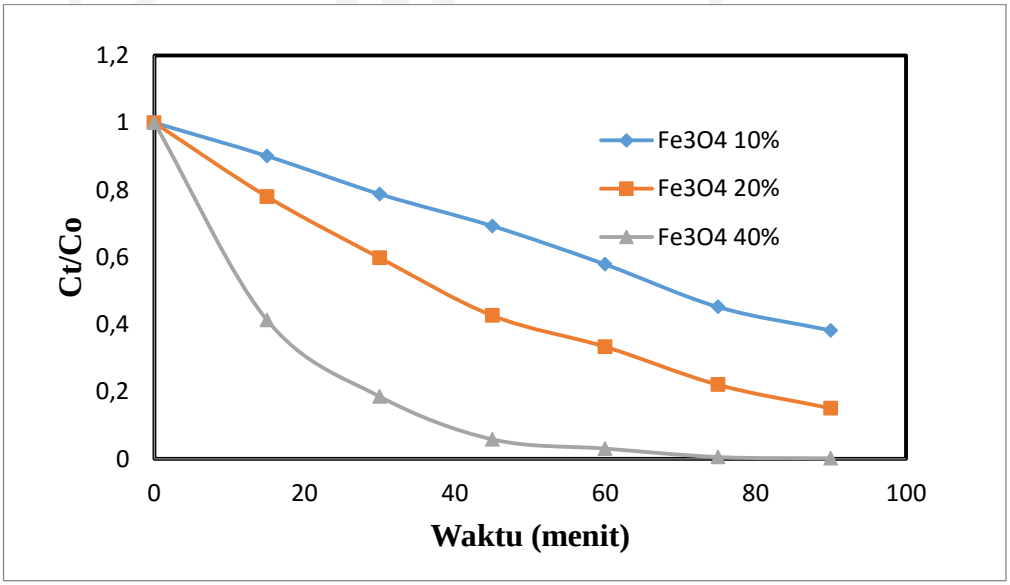
Hasil uji fotodegradasi metil violet dengan fotokatalis $Fe_3O_4@SiO_2$ 40% pada variasi waktu 0,15,30,45,60,75,90 menit (kiri ke kanan)

Lampiran 2. Pengolahan data fotodegradasi metil violet dengan Fe_3O_4@SiO_2 10%, 20%, dan 40%

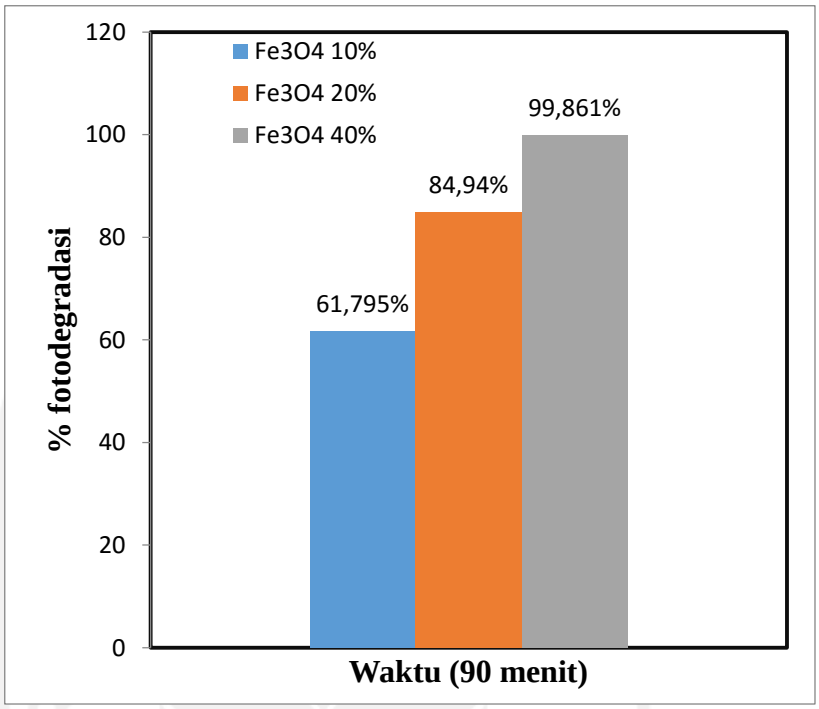
2.1 Pengolahan data fotodegradasi metil violet 20 ppm dengan variasi Fe_3O_4@SiO_2 10%, 20%, dan 40%

Waktu (menit)	Fe_3O_4@SiO_2 10%		Fe_3O_4@SiO_2 20%		Fe_3O_4@SiO_2 40%	
	Abs	Ct/C0	Abs	Ct/C0	Abs	Ct/C0
0	2,094	1	2,178	1	2,154	1
15	1,886	0,9006685	1,699	0,7800735	0,889	0,4127205
30	1,649	0,787488	1,302	0,5977961	0,399	0,1852368
45	1,45	0,692454	0,928	0,426079	0,125	0,0580316
60	1,211	0,578319	0,726	0,3333333	0,066	0,0306407
75	0,946	0,451767	0,48	0,2203857	0,012	0,005571
90	0,8	0,3820439	0,328	0,1505969	0,003	0,0013928

1. Grafik penurunan konsentrasi hasil fotodegradasi metil violet



2. Grafik presentase fotodegradasi metil violet



3. Perhitungan % fotodegradasi

a) % degradasi metil violet 20 ppm dan Fe_3O_4@SiO_2 10%

$$\% \text{ degradasi} = \left(\frac{Absorbansi\ awal - Absorbansi\ akhir}{Absorbansi\ awal}\right) x\ 100\%$$

$$= \left(\frac{2{,}094 - 0{,}800}{2{,}094}\right) x\ 100\%$$

$$= 61{,}795\%$$

b) % degradasi metil violet 20 ppm dan Fe_3O_4@SiO_2 20%

$$\% \text{ degradasi} = \left(\frac{Absorbansi\ awal - Absorbansi\ akhir}{Absorbansi\ awal}\right) x\ 100\%$$

$$= \left(\frac{2{,}178 - 0{,}328}{2{,}178}\right) x\ 100\%$$

$$= 84{,}940\%$$

c) % degradasi metil violet 20 ppm dan Fe_3O_4@SiO_2 20%

$$\% \text{ degradasi} = \left(\frac{Absorbansi\ awal - Absorbansi\ akhir}{Absorbansi\ awal}\right) x\ 100\%$$

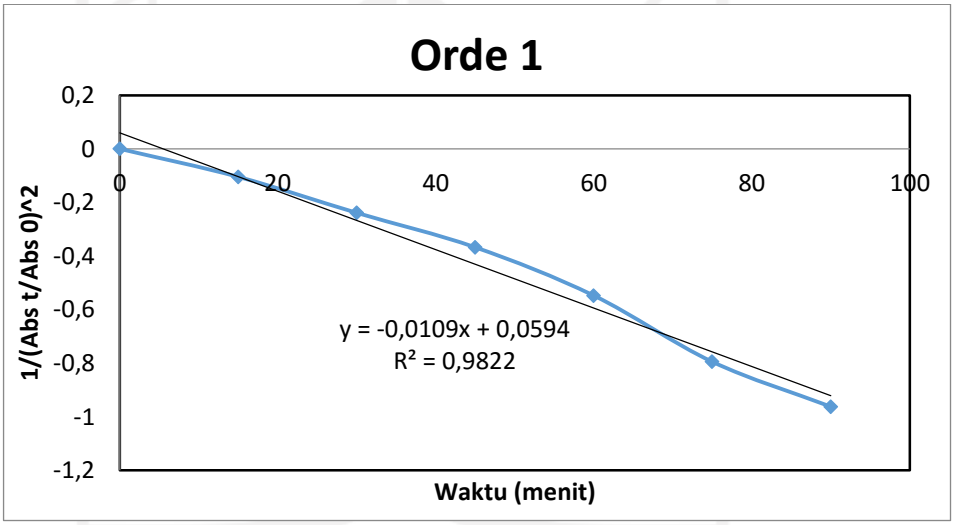
$$= \left(\frac{2{,}154 - 0{,}003}{2{,}154}\right) x\ 100\%$$

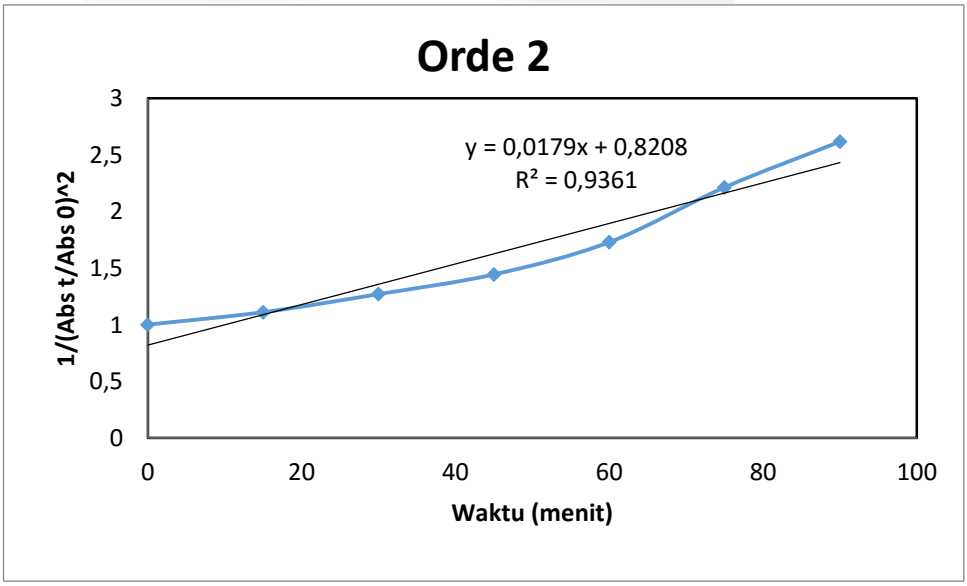
$$= 99{,}861\%$$

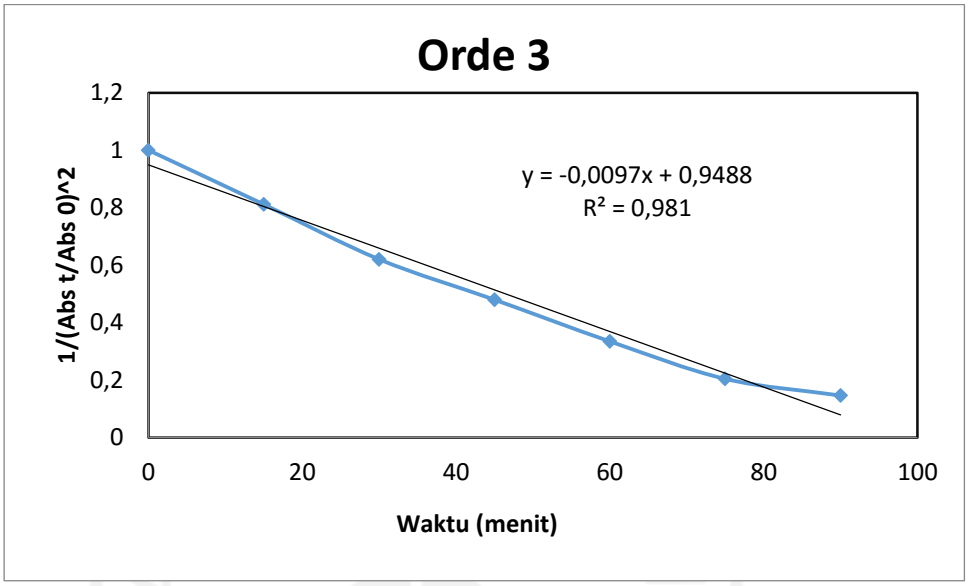
4. Perhitungan orde reaksi $Fe_3O_4@SiO_2$ 10%

Waktu (menit)	$Fe_3O_4@SiO_2$ 10%		Orde 1	Orde 2	Orde 3
	Abs	Ct/C0			
0	2,094	1	0	1	1
15	1,886	0,9006685	-0,10461801	1,11028642	0,811203747
30	1,649	0,787488	-0,23890715	1,26986062	0,62013735
45	1,45	0,692454	-0,36751347	1,44413925	0,479492542
60	1,211	0,578319	-0,54762965	1,72914946	0,334452873
75	0,946	0,451767	-0,79458882	2,21353066	0,20409338
90	0,8	0,3820439	-0,96221966	2,6175	0,145957568

a. Grafik yang dihasilkan







b. Penentuan konstanta laju reaksi

Mengikuti orde 1 karena nilai Regresi ~ 1 yaitu sebesar 0,982

Slope = - K

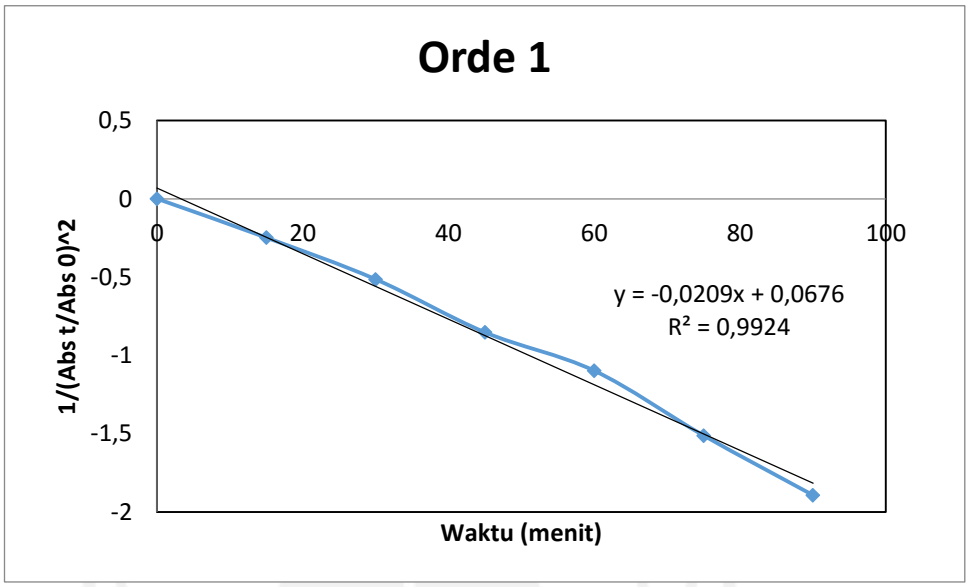
K = - (Slope)

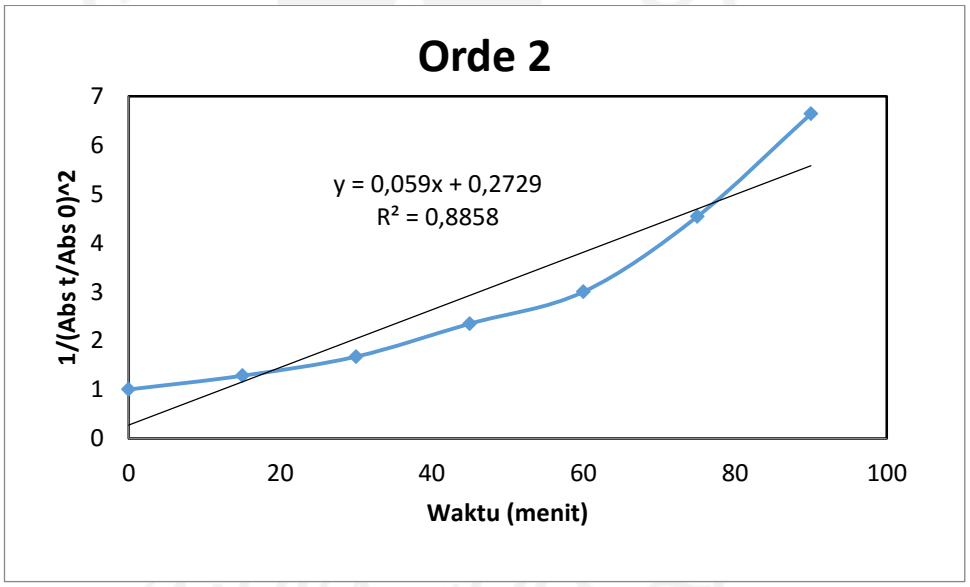
K = 0,010

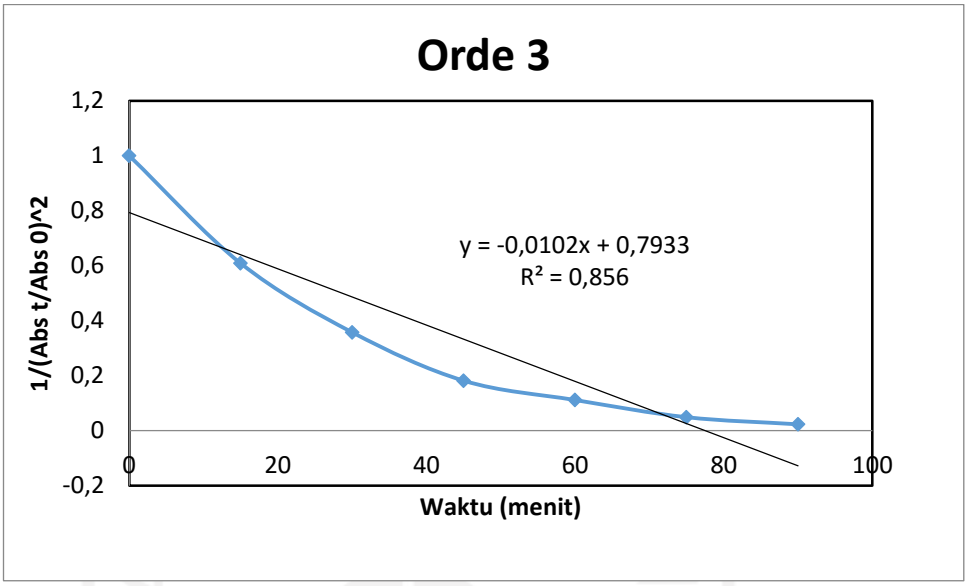
5. Perhitungan orde reaksi Fe_3O_4@SiO_2 20%

Waktu (menit)	Fe_3O_4 20%		Orde 1	Orde 2	Orde 3
	Abs	Ct/C0			
0	2,178	1	0	1	1
15	1,699	0,7800735	-0,2483672	1,28193055	0,608514606
30	1,302	0,5977961	-0,5145055	1,67281106	0,357360229
45	0,928	0,426079	-0,8531306	2,34698276	0,18154329
60	0,726	0,3333333	-1,0986123	3	0,111111111
75	0,48	0,2203857	-1,5123762	4,5375	0,048569846
90	0,328	0,1505969	-1,8931487	6,6402439	0,02267942

a. Grafik yang dihasilkan







b. Penentuan konstanta laju reaksi

Mengikuti orde 1 karena nilai Regresi ~ 1 yaitu sebesar 0,992

Slope = - K

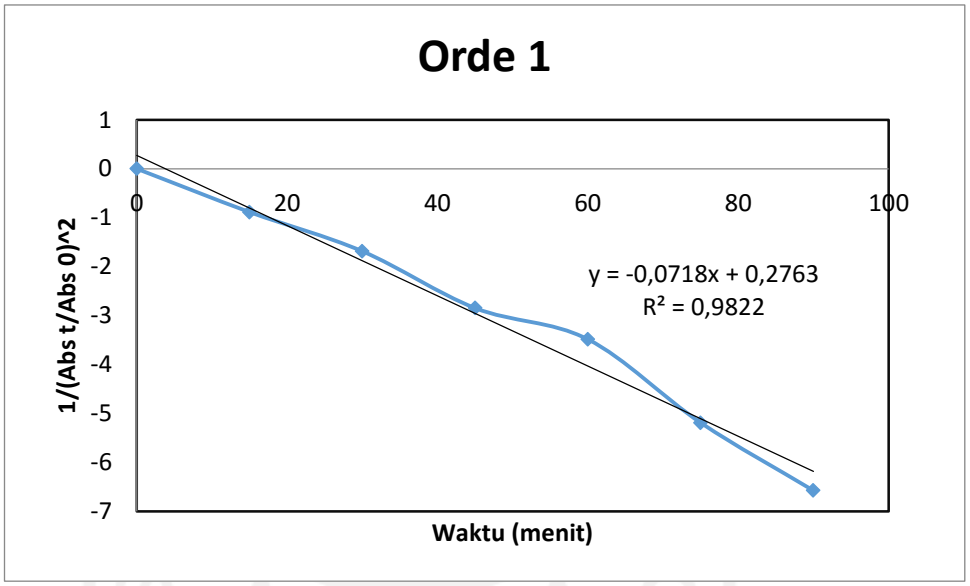
K = - (Slope)

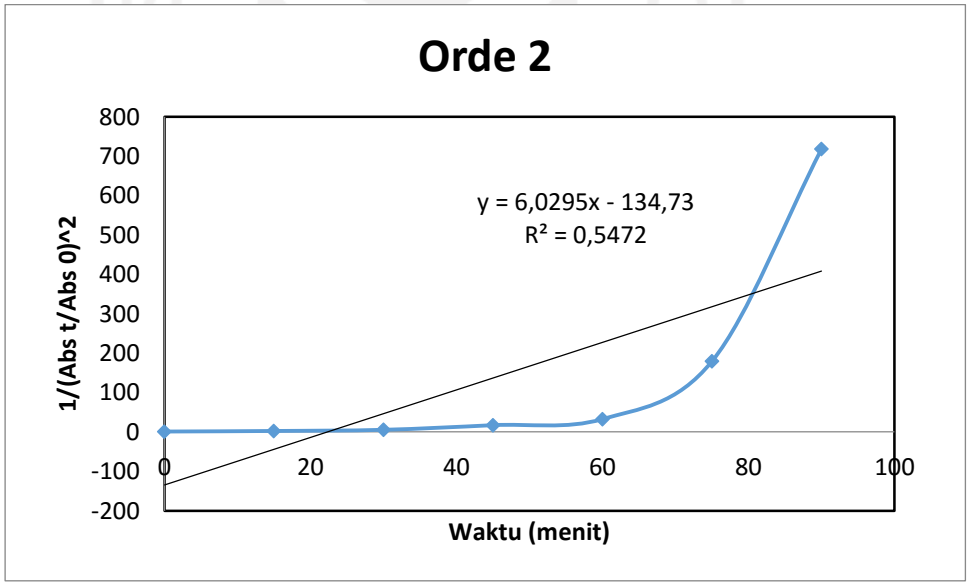
K = 0,020

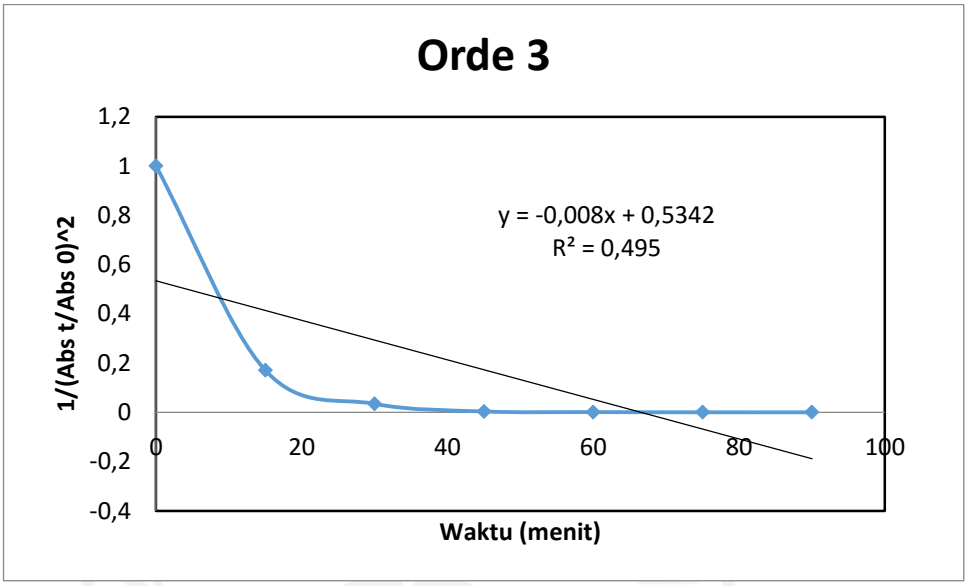
6. Perhitungan orde reaksi $Fe_3O_4@SiO_2$ 40%

Waktu (menit)	$Fe_3O_4@SiO_2$ 40%		orde 1	orde 2	orde 3
	Abs	Ct/C0			
0	2,154	1	0	1	1
15	0,889	0,4127205	-0,8849846	2,4229471	0,170338228
30	0,399	0,1852368	-1,6861204	5,3984962	0,034312661
45	0,125	0,0580316	-2,8467681	17,232	0,003367663
60	0,066	0,0306407	-3,4854271	32,636364	0,000938851
75	0,012	0,005571	-5,1901752	179,5	3,10364E-05
90	0,003	0,0013928	-6,5764696	718	1,93977E-06

a. Grafik yang dihasilkan







b. Penentuan konstanta laju reaksi

Mengikuti orde 1 karena nilai Regresi ~ 1 yaitu sebesar 0,982

Slope = - K

K = - (Slope)

K = 0,071

Lampiran 3. Perhitungan ukuran partikel data XRD

Perhitungan ukuran partikel dengan persamaan Scherrer :

Fe_3O_4@SiO_2 20%		
sudut difraksi 2θ (*degree*)	θ	FWHM
31,77	15,885	0,289
35,584	17,792	0,21
45,385	22,6925	0,25
49,408	24,704	0,242
54,006	27,003	0,31

1. 31,77°

$\beta = \frac{\pi}{180} x\ FWHM$

$= \frac{3,14}{180} x\ 0,289$

$= 0,00504$

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

$= \frac{0,89\ x\ 0,154060}{0,00504 \cos 15,885}$

= 28,28 nm

2. 35,584°

$\beta = \frac{\pi}{180} x\ FWHM$ D $= \frac{k\lambda}{\beta cos\theta}$

$= \frac{3,14}{180} x\ 0,21$ $= \frac{0,89\ x\ 0,154060}{0,003663 \cos 17,792}$

= 0,003663 = 39,31 nm

3. 45,385°

$\beta = \frac{\pi}{180} x\ FWHM$ D $= \frac{k\lambda}{\beta cos\theta}$

$= \frac{3,14}{180} x\ 0,250$ $= \frac{0,89\ x\ 0,154060}{0,0040234\ \cos\ 22,6925}$

= 0,0040234 = 34, 08 nm

4. 49,408

$\beta = \frac{\pi}{180} x\ FWHM$ D $= \frac{k\lambda}{\beta cos\theta}$

$= \frac{3,14}{180} x\ 0,242$ $= \frac{0,89\ x\ 0,154060}{0,0042215\ \cos\ 24,704}$

= 0,0042215 = 36,68 nm

5. 54,006°

$\beta = \frac{\pi}{180} x\ FWHM$ D $= \frac{k\lambda}{\beta cos\theta}$

$= \frac{3,14}{180} x\ 0,310$ $= \frac{0,89\ x\ 0,154060}{0,00541\ \cos 27,003}$

= 0,00541 = 28,44 nm

Fe_3O_4@SiO_2 40%		
sudut difraksi 2θ (*degree*)	θ	FWHM
29,152	14,576	0,372
33,094	16,547	0,211
40,887	20,4435	0,413
49,482	24,741	0,38
54,064	27,032	0,38

1. 29,152°

$\beta = \frac{\pi}{180} x\ FWHM$ D $= \frac{k\lambda}{\beta cos\theta}$

$= \frac{3,14}{180} x\ 0,372$ $= \frac{0,89\ x\ 0,154060}{0,0116878\ \cos 14,576}$

$= 0,0116878$ $= 12,12$ nm

2. 33,094°

$\beta = \frac{\pi}{180} x\ FWHM$ $D = \frac{k\lambda}{\beta cos\theta}$

$= \frac{3,14}{180} x\ 0,211$ $= \frac{0,89\ x\ 0,154060}{0,00709988\ \cos 16,547}$

$= 0,00709988$ $= 20,14$ nm

3. 40,887°

$\beta = \frac{\pi}{180} x\ FWHM$ $D = \frac{k\lambda}{\beta cos\theta}$

$= \frac{3,14}{180} x\ 0,413$ $= \frac{0,89\ x\ 0,154060}{0,007204\ \cos 20,4435}$

$= 0,007204$ $= 20,31$ nm

4. 49,482°

$\beta = \frac{\pi}{180} x\ FWHM$ $D = \frac{k\lambda}{\beta cos\theta}$

$= \frac{3,14}{180} x\ 0,38$ $= \frac{0,89\ x\ 0,154060}{0,00662889\ \cos 24,741}$

$= 0,00662889$ $= 22,77$ nm

5. 54,064°

$\beta = \frac{\pi}{180} x\ FWHM$ $D = \frac{k\lambda}{\beta cos\theta}$

$= \frac{3,14}{180} x\ 0,38$ $= \frac{0,89\ x\ 0,154060}{0,00662889\ \cos 27,32}$

$= 0,00662889$ $= 23,22$ nm

$Fe_3O_4@SiO_2$ 10%		
sudut difraksi 2θ (*degree*)	θ	FWHM
31,7	15,85	0,055
35,61	17,805	0,26
45,032	22,516	0,25
55,207	27,6035	0,28
56,355	28,1775	0,26

1. 31,7°

$\beta = \frac{\pi}{180} x\ FWHM$ $\quad$ $D = \frac{k\lambda}{\beta cos\theta}$

$= \frac{3,14}{180} x\ 0,055$ $\quad$ $= \frac{0,89\ x\ 0,154060}{0,000959\ \cos 15,85}$

= 0,000959 $\quad$ = 148, 63 nm

2. 35,61°

$\beta = \frac{\pi}{180} x\ FWHM$ $\quad$ $D = \frac{k\lambda}{\beta cos\theta}$

$= \frac{3,14}{180} x\ 0,26$ $\quad$ $= \frac{0,89\ x\ 0,154060}{0,00453556\ \cos 17,805}$

= 0,00453556 $\quad$ = 31,75 nm

3. 45,032

$\beta = \frac{\pi}{180} x\ FWHM$ $\quad$ $D = \frac{k\lambda}{\beta cos\theta}$

$= \frac{3,14}{180} x\ 0,25$ $\quad$ $= \frac{0,89\ x\ 0,154060}{0,004361\ \cos 22,516}$

= 0,004361 $\quad$ = 34,03 nm

4. 55,207

$\beta = \frac{\pi}{180} x\ FWHM$ $\quad$ $D = \frac{k\lambda}{\beta cos\theta}$

$= \frac{3,14}{180} x\ 0,28$ $\quad$ $= \frac{0,89\ x\ 0,154060}{0,0048844\ \cos 27,6035}$

= 0,0048844 $\quad$ = 31,88 nm

5. 56,355

$\beta = \frac{\pi}{180} x\ FWHM$ $\quad$ $D = \frac{k\lambda}{\beta cos\theta}$

$= \frac{3,14}{180} x\ 0,26$ $\quad$ $= \frac{0,89\ x\ 0,154060}{0,0045355\ \cos 28,1775}$

= 0,0045355 $\quad$ = 34,29 nm