

Sintesis dan karakterisasi fotokatalis ZnO/Karbon Aktif (KA) dan aplikasinya pada degradasi rhodamin B

Restina Bemis*, Nelson, Ngatijo, Siti Nurjanah, Nur Aini Maghviroh

Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Jambi, Jambi.

Jl. Jambi-Ma. Bulian KM 15 Mendalo Indah, Jambi, 36361

e-mail: [*bemisrestina@gmail.com](mailto:bemisrestina@gmail.com)

Diterima: 30 Oktober 2019 / Disetujui: 23 Desember 2019 / Dipublikasi online: 31 Desember 2019

DOI: <https://doi.org/10.22437/chp.v4i2.7936>

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis dan karakterisasi ZnO/KA sebagai fotokatalis untuk mendegradasi rhodamin B. Fotokatalis ZnO/KA disintesis menggunakan metode solid state, $Zn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ sebagai prekursor dan karbon aktif dari tempurung kelapa. Pola difraksi XRD menunjukkan bahwa fotokatalis ZnO/KA memiliki struktur heksagonal wurzite dengan ukuran kristal 0,12 μm . Hasil UV-Vis menunjukkan ZnO memiliki nilai energi celah pita (band gap energy, E_g) sebesar 3,12 eV dan hasil SEM menunjukkan morfologi permukaan tidak beraturan dan mengalami aglomerasi. Analisis EDS pada ZnO dan ZnO/KA memberikan persentase massa elemen Zn = 59,4%; O = 38,6% dan Zn = 66,9%; O = 23,6%; C = 7,8%. Hasil uji aktivitas fotokatalitik menunjukkan bahwa kondisi optimum degradasi 10 ppm rhodamin B memerlukan 200 mg fotokatalis ZnO/KA dan waktu radiasi sinar UV selama 90 menit, persentase degradasi sebesar 86,84%. Dari data analisis LC-MS menunjukkan terjadi degradasi molekul rhodamin B ($m/z = 442,88$) membentuk senyawa intermediet dengan perbandingan rasio massa dan muatan sebesar 387,30; 359,01; 331,12; 132,79 dan 117,03 m/z .

Kata kunci: fotokatalis ZnO/KA, fotodegradasi, rhodamin B, solid state

ABSTRACT

Synthesis and characterization of ZnO/activated carbon as photocatalyst has been carried out to degrade rhodamine B. ZnO/activated carbon photocatalyst has been synthesized using solid state method, $Zn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ as precursor and activated carbon from coconut shell. The XRD diffraction pattern shows that the ZnO/activated carbon photocatalyst has a hexagonal wurzite structure with a crystal size of 0.12 μm . UV-Vis results showed that ZnO had a band gap energy (E_g) value of 3.12 eV and SEM results showed irregular surface morphology and experienced agglomeration. The EDS analysis of ZnO and ZnO / activated carbon gives the mass percentage of element Zn = 59.4%; O = 38.6% and Zn = 66.9%; O = 23.6%; C = 7.8%. The results of the photocatalytic activity test showed that the optimum condition for rhodamine B 10 ppm degradation requires 200 mg of ZnO/activated carbon photocatalyst and 90 minutes of UV light radiation, the percentage of degradation was 86.84%. From the LC-MS analysis data showed that the degradation of rhodamine B ($m/z = 442.88$) molecules formed an intermediate compound with a ratio of mass and charge ratio of 387.30; 359.01; 331.12; 132.79 and 117.03 m/z .

Keywords: photocatalys ZnO/KA, photodegradation, rhodamin B, solid state

PENDAHULUAN

Air limbah industri tekstil dapat menimbulkan masalah serius terhadap lingkungan karena terbuat dari senyawa organik azo yang terikat dengan gugus benzene dan bersifat non- biodegradabel, beracun serta stabil sehingga sulit terdegradasi secara alami (bakteri dan panas) (Manurung, et al., 2004; Rashed, et al., 2007). Rhodamin B merupakan salah satu jenis zat warna sintesis yang biasa digunakan dalam industri tekstil. Rhodamin B termasuk pewarna sintesis kationik golongan *xanthene* bersifat toksik, reaktif, karsinogenik dan dapat terdekomposisi menjadi senyawa yang lebih berbahaya (Kurnia, 2011). Bahaya serius dapat timbulkan bila terakumulasi dalam tubuh yaitu dapat menyebabkan gangguan fungsi hati, ginjal, bahkan menimbulkan kanker hati (Agusriyanti, 2014).

Fotodegradasi merupakan metode yang saat ini banyak digunakan karena praktis dan ekonomis, memiliki kemampuan menghasilkan oksidator kuat dengan daya oksidasi tinggi, mampu mendegradasi hingga tingkat mineralisasi, mampu mendegradasi senyawa yang tidak dapat didegradasi secara biologi, dapat digunakan pada senyawa organik maupun anorganik, dan menggunakan energi rendah (energi cahaya) sebagai pengaktif (He, et al. 2009). Fotodegradasi berprinsip pada penggunaan fotokatalis berbahan semikonduktor. ZnO memiliki energi celah pita (*band gap/Eg*) sebesar 3,2 eV sehingga dapat digunakan sebagai fotokatalis. Beberapa hasil penelitian mengenai potensi ZnO sebagai fotokatalis telah dilaporkan diantaranya menunjukkan bahwa ZnO merupakan fotokatalis yang aktif (Sakthivel, et al., 2003) dan mampu mendegradasi polutan hingga 82,18 % (Kristriya, 2013).

ZnO sebagai fotokatalis memiliki keterbatasan dalam menyerap zat yang akan didegradasi, sehingga perlu dilakukan modifikasi permukaan. Karbon aktif dapat digunakan sebagai pengemban karena mempunyai luas area permukaan yang spesifik dengan struktur berpori sehingga diharapkan dapat meningkatkan daya adsorpsi dan aktivitas fotokatalitik ZnO.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan adalah alat-alat gelas, pipet tetes, spatula, batang pengaduk, corong Buchner, timbangan analitik, ayakan 100 mesh, indikator universal, pH meter, pengaduk magnetik, pemanas, cawan porselen, mortal dan pastle, seperangkat alat refluks, kertas saring, aluminium foil, oven, furnace,

kotak radiasi, lampu in-Lite TUV 30W/G T8 dengan panjang gelombang 253,7 nm, *fourier transformation infrared* (FTIR), *X-ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM-EDS), Spektrofotometer UV-Vis dan *liquid chromatography-mass spectroscopy* (LC-MS).

Bahan yang digunakan adalah $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, etanol absolute, trietanolamin, NaOH, HCl, karbon tempurung kelapa.

Sintesis ZnO

Sebanyak 8,17 gram $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam etanol dan diaduk menggunakan magnetic stirer selama 30 menit. 12,5 mL *Triethanolamine* (TEA) ditambahkan secara perlahan disertai pengadukan konstan dan pemanasan pada suhu 80°C selama 30 menit, sehingga diperoleh koloid-gel berwarna putih. Koloid-gel dioven pada suhu 50°C selama 2 jam kemudian di diamkan selama 24 jam pada suhu ruang (*aging*). Koloid-gel disaring menggunakan corong *Buchner*. Residu dikeringkan dengan pemanasan oven suhu 60°C selama 14 jam dan kemudian dikalsinasi pada suhu 750°C selama 2 jam (Shokuhfar, *et al.*, 2008). Serbuk padatan yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, SEM-EDS dan spektrofotometer UV-Vis.

Aktivasi Karbon

Sebanyak 50 gram serbuk karbon tempurung kelapa ditambahkan larutan NaOH 1M. Larutan diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 4 jam disertai pemanasan suhu 85°C. Larutan disaring dan dicuci dengan air destilasi hingga pH netral. Residu dikeringkan menggunakan oven pada suhu 110°C selama 1 jam dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 600°C selama 1 jam sehingga dihasilkan karbon aktif.

Sintesis ZnO/KA

Sebanyak 1,6 gram ZnO sintesis ditambah 50 mL air destilat untuk menghasilkan larutan ZnO. Sebanyak 0,4 gram karbon aktif [KA] ditambahkan dalam larutan ZnO kemudian direfluks dengan pemanasan 90°C selama 5 jam disertai pengadukkan menggunakan pengaduk magnetik. Larutan disaring dengan penyaring *Buchner* dan dikeringkan dalam oven pada suhu 120°C selama ±30 menit. ZnO/KA kemudian dikalsinasi pada suhu 400°C selama 4 jam (Septiani, *et al.*, 2014). Fotokatalis ZnO/KA yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR dan SEM-EDS.

Uji Aktivitas Fotokatalitik ZnO/KA

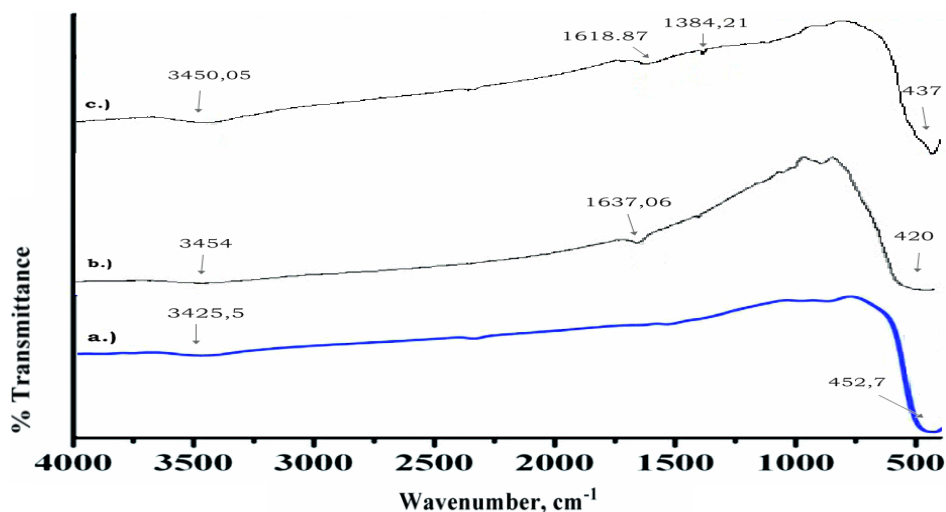
Penentuan massa optimum fotokatalis ZnO/KA Enam buah gelas kimia 100 mL diisi dengan 50 mL larutan rhodamin B 10 ppm pada pH 11, dan ditambahkan fotokatalis ZnO/KA sebanyak 0, 50, 100, 150, 200 dan 250 mg. Larutan diradiasi dibawah lampu UV sambil diaduk menggunakan pengaduk magnetik dengan kecepatan konstan selama 30 menit. Suspensi disaring dan filtrat diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum rhodamin B.

Penentuan waktu radiasi optimum fotokatalis ZnO/KA. Empat buah gelas kimia 100 mL diisi 50 mL larutan rhodamin B 10 ppm pada pH 11, dan ditambahkan fotokatalis ZnO/KA dengan jumlah optimum yang diperoleh pada prosedur sebelumnya. Campuran lalu diradiasi dibawah lampu UV selama 30, 60, 90 dan 120 menit sambil diaduk menggunakan pengaduk magnetik dengan kecepatan konstan. Masing- masing filtrat diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum rhodamin B. larutan dengan nilai persentase degradasi optimum dianalisis menggunakan LC-MS.

Karakterisasi Fotokatalis ZnO/KA

Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transformation Infra-Red*)

Analisis spektrum FTIR ZnO dan ZnO/KA bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi. Hasil spektrum FTIR ZnO dan ZnO/KA dapat dilihat pada gambar 1.



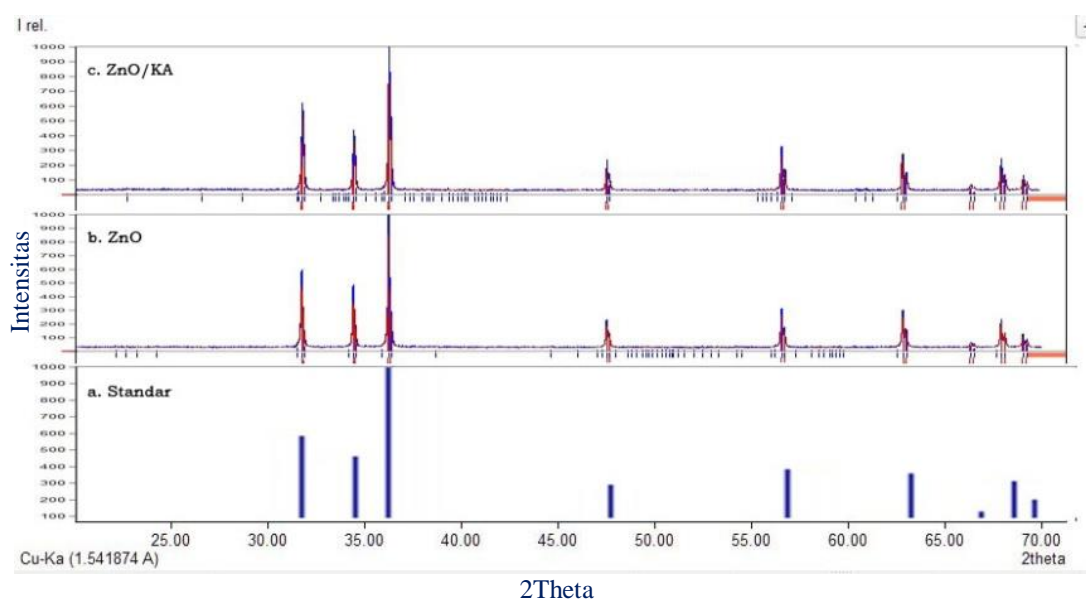
Gambar 1. Spektrum FTIR a.) ZnO Standar b.) ZnO Sintesis c.) ZnO/KA

Tabel 1. Interpretasi serapan FTIR ZnO dan ZnO/KA

ZnO	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)					Gugus fungsi
	ZnO/ KA	Jayaraman et al (2014)	Yulianti (2012)	Septiani et al (2014)	Rentang	
420	437	452,7	480	420	346-550	Zn-O <i>Stretching</i>
-	1384,21	-	-	1384	1333-1453	C-O <i>Stretching</i>
1637,06	1618,87	-	1639	1637	1600an	O-H <i>Bending</i>
3454	3450,05	3425,5	3433	3400	3000-3500	O-H <i>Stretching</i>

XRD (X-ray Diffraction)

Karakterisasi XRD dilakukan pada ZnO dan ZnO/KA dengan tujuan untuk mengidentifikasi fasa Kristal, struktur Kristal dan mengetahui ukuran kristal.



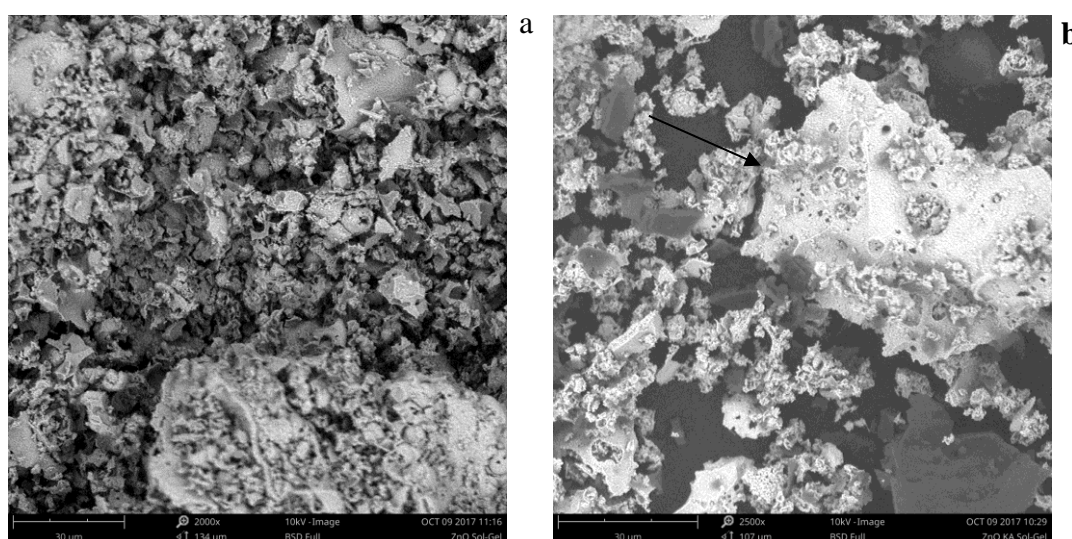
Gambar 2. Difraktogram XRD a) Standar ZnO b) ZnO sintesis c) ZnO/KA

Gambar 2(a) merupakan pola difraksi ZnO standar COD-inorg N0.96-900-4180 yang puncak dengan sudut 2θ pada $31,80^\circ$, $34,47^\circ$ dan $36,29^\circ$ dengan bentuk heksagonal *wurzite* (Kihara and Donnay, 1985). Gambar 2(b) menunjukkan pola difraksi ZnO sintesis pada 2θ yaitu $31,747^\circ$, $34,426^\circ$ dan $36,241^\circ$. Kristal ZnO yang mempunyai bentuk struktur heksagonal *wurzite*. Hal yang sama juga diperoleh Shokuhfar et al (2008) dan Septiani et al (2014) yang memperoleh posisi sudut puncak difraksi pada daerah $2\theta = 31,75^\circ$, $34,40^\circ$; dan $36,22^\circ$ dengan bentuk struktur heksagonal *wurzite*. Gambar 2(c) merupakan pola difraksi sinar-X dari ZnO/KA. Berdasarkan difraktogram ZnO/KA teramati dengan jelas bahwa adanya pola yang sama antara ketiga pola puncak difraktogram

(gambar 2), dimana hal tersebut didukung pula dengan data sudut difraksi dari difragtogram ZnO/KA yang muncul pada kisaran daerah $2\theta = 31,790^\circ$; $34,449^\circ$; dan $36,284^\circ$ dengan kristal berukuran $0,12 \mu\text{m}$. Dari hasil analisis difraksi tidak teramati kehadiran pola difraksi khas dari karbon aktif yang memiliki pola difraksi amorf. Hal ini diduga karena sedikitnya jumlah karbon aktif yang ditambahkan pada ZnO sehingga tidak mempengaruhi pola difraksi ZnO.

SEM-EDS (Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)

Morfologi permukaan dan unsur-unsur komposisi ZnO dan ZnO/KA dapat diidentifikasi menggunakan SEM-EDS.

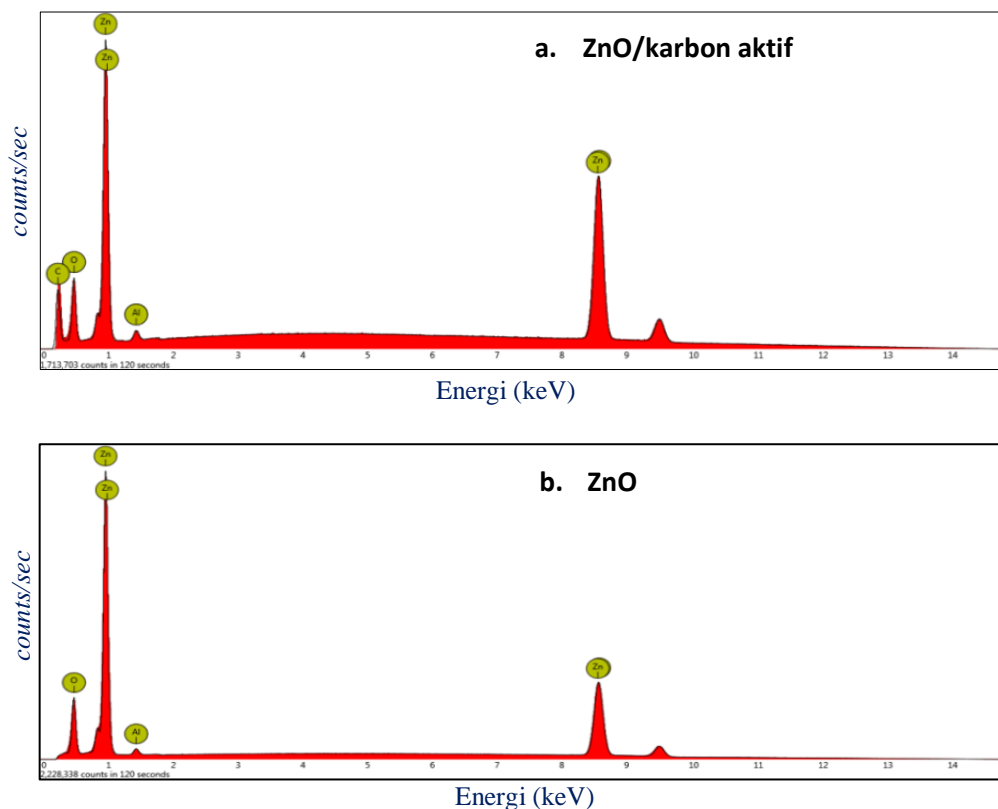


Gambar 3. Morfologi a) ZnO b) ZnO/KA

Berdasarkan gambar 3(a) memperlihatkan bentuk permukaan ZnO tidak beraturan dan terjadi aglomerasi. Menurut Kanade et al (2006), penggumpalan partikel ini terjadi karena adanya proses penyimpanan (*aging*) pada saat sintesis ZnO sehingga menambah waktu reaksi pembentukan ZnO. Selanjutnya gambar 3(b) menunjukkan bahwa ZnO dengan bentuk tidak beraturan menyisip dan menyebar secara merata, penyebaran ini sebagian teramati berada pada permukaan karbon aktif yang memiliki rongga atau pori pada permukaannya. Menurut Cazetta et al (2011) ciri-ciri khas dari karbon aktif ditandai dengan adanya rongga atau pori pada bagian permukaannya. Dari rongga atau pori yang dimiliki karbon aktif dapat membantu kinerja proses adsorpsi ZnO sehingga meningkatkan aktivitas fotokatalitik ZnO dalam mendegradasi zat warna. Selain itu, karbon aktif berfungsi sebagai penghalang terjadinya penumpukan partikel ZnO sehingga dihasilkan luas permukaan ZnO yang besar, semakin luas

permukaan fotokatalis mampu meningkatkan aktivitas fotokatalitik (Septiani et al., 2014). Berdasarkan hasil analisis menggunakan *software* Image-J diperoleh ukuran partikel ZnO dan ZnO/KA sebesar 5,4 μm .

Berikut adalah spektrum EDS dari ZnO dan ZnO/KA dapat dilihat pada gambar 4.



Gambar 4. Spektrum EDS a) ZnO dan b) ZnO/KA

Tabel 2. Hasil komposisi elemen ZnO dan ZnO/KA menggunakan EDS

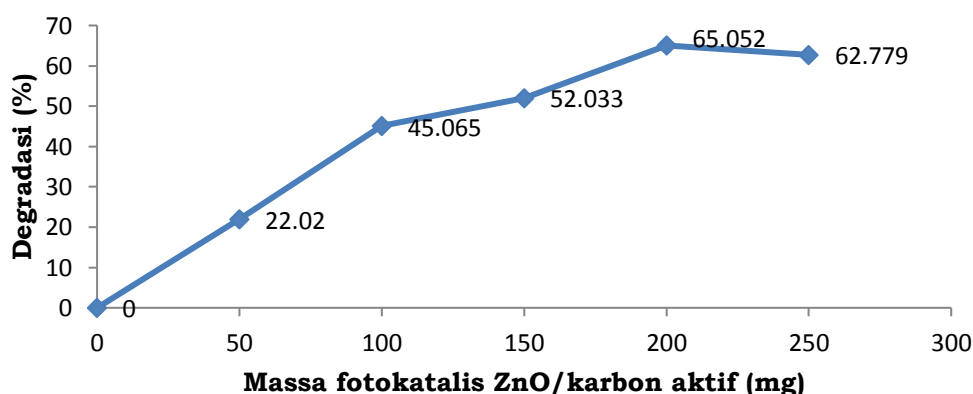
Sampel	Elemen			
	Zn	O	Al	C
ZnO	59,4%	38,6%	2,0%	-
ZnO/KA	66,9%	23,6%	1,7%	7,8%

Berdasarkan tabel 4 terlihat bahwa dari kedua sampel berupa ZnO dan ZnO/KA memiliki komposisi 2 unsur yang dominan yaitu Zn dan O serta adanya elemen C pada ZnO/KA yang berasal dari karbon aktif. Dari persentase komposisi elemen terlihat bahwa persentase O mengalami penurunan. Hal ini dikarenakan adanya pengaruh temperatur kalsinasi yang cukup tinggi pada sintesis ZnO/KA sehingga menyebabkan semua kandungan O yang bukan merupakan ikatan Zn-O pada ZnO sintesis mengalami penguapan (Sirenden, 2012).

Uji Aktivitas Fotokatalitik ZnO/KA

Penentuan Massa Optimum Fotokatalis ZnO/KA

Penentuan massa optimum dilakukan dengan menambahkan fotokatalis ZnO/KA dari berbagai variasi massa yaitu 50; 100; 150; 200 dan 250 mg kedalam 50 mL larutan rhodamin B 10 ppm serta larutan dikondisikan pada pH 11 dan diradiasi selama 30 menit dibawah lampu UV. Selama proses radiasi UV, dilakukan pengadukan dengan pengaduk magnetik agar semua fotokatalis ZnO/KA terkena radiasi sinar UV (bersumber dari lampu UV Merck In-Lite TUV T8 Germicidal 30W) dan reaksi dapat berlangsung secara merata. Pada penelitian ini dilakukan hal serupa pada larutan kontrol berupa larutan rhodamin B tanpa adanya penambahan fotokatalis ZnO/KA. Data variasi massa fotokatalis ZnO/KA terhadap degradasi rhodamin B dapat dilihat pada grafi di bawah ini.



Gambar 5. Grafik penentuan massa optimum fotokatalis ZnO/KA.

Gambar 5 terlihat bahwa persentase degradasi meningkat seiring dengan meningkatnya penambahan jumlah fotokatalis ZnO/KA. Hal tersebut dikarenakan fotokatalis ZnO/KA sebagai fotokatalis membantu proses degradasi rhodamin B dan menyebabkan degradasi berlangsung lebih cepat. Namun seiring meningkatnya jumlah massa fotokatalis ZnO/KA yang ditambahkan (250 mg) menyebabkan terjadinya penurunan %D yang disebabkan tidak seimbangnya antara jumlah fotokatalis ZnO/KA dengan energi yang diberikan sebesar 30W. Energi sebesar 30 W yang diberikan pada fotokatalis ZnO/KA menyebabkan tidak maksimalnya proses eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi sehingga berpengaruh pada berkurangnya jumlah produk berupa radikal hidroksil ($\text{OH}\cdot$) yang berperan sebagai agen pendegradasi (Wu, 1998). Penambahan fotokatalis ZnO/KA yang memberikan hasil persentase degradasi paling besar adalah pada penambahan fotokatalis sebanyak 200 mg dengan persentase degradasi sebesar

65,05%. Berikut adalah larutan yang telah diradiasi sinar UV dengan variasi massa fotokatalis.



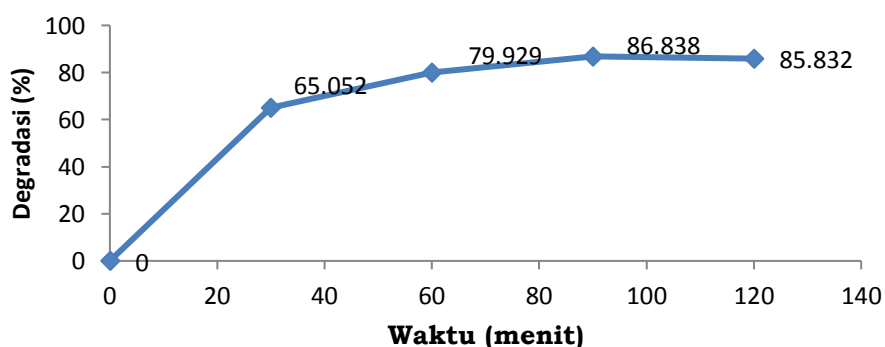
a).

b).

Gambar 1. Rhodamin B, a) sebelum b) setelah diradiasi sinar UV dengan variasi massa fotokatalis ZnO/KA

Penentuan Waktu Optimum Fotokatalis ZnO/KA

Penentuan waktu optimum dilakukan dengan memvariasikan waktu radiasi sinar UV dan dilakukan penambahan massa fotokatalis ZnO/KA optimum yang diperoleh dari uji sebelumnya yaitu 200 mg. Penentuan waktu optimum dilakukan pada 30, 60, 90, dan 120 menit.

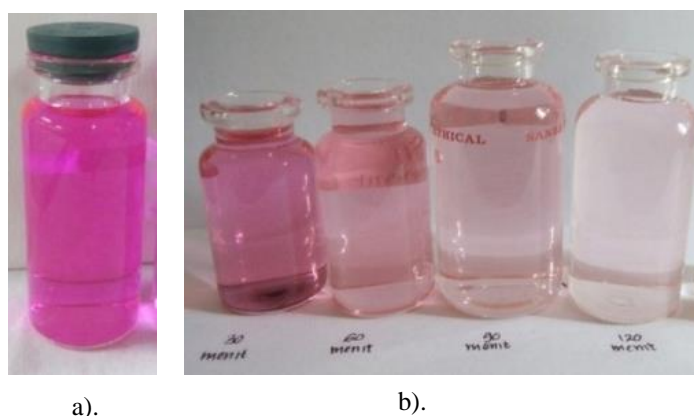


Gambar 8. Grafik penentuan waktu optimum fotokatalis ZnO/KA.

Dari gambar 8 terlihat bahwa semakin bertambahnya waktu radiasi menyebabkan persentase degradasi zat warna rhodamin B semakin meningkat. Hal ini dikarenakan semakin lama radiasi menyebabkan semakin lama waktu kontak antara foton dengan fotokatalis ZnO/KA sehingga semakin banyak elektron yang mengalami eksitasi dari pita valensi ke pita konduksi, sehingga akan lebih banyak terbentuknya superoksida ($O_2^{\cdot-}$) dan radikal hidroksil (OH^{\cdot}) yang berfungsi sebagai oksidator dalam proses degradasi molekul Rhodamin B (Melysa, 2017). Pada penelitian ini penentuan waktu optimum dihentikan setelah dilakukan variasi waktu radiasi 120 menit. Penurunan % degradasi yang terjadi disebabkan karena fotokatalis yang digunakan telah melewati kemampuan

optimum untuk menghasilkan radikal hidroksil ($\text{OH}\cdot$) yang berperan sebagai agen pendegradasi molekul rhodamin B. Menurunnya kemampuan tersebut dapat disebabkan akibat terjadinya proses rekombinasi elektron yaitu proses kembalinya elektron yang telah mengalami loncatan ke pita konduksi kembali ke pita valensi sehingga tidak dihasilkan spesies (pasangan h^+ dan e^-) pemicu reaksi pembentukan $\text{OH}\cdot$ (Wu, 1998). Dengan demikian gambar 28 menunjukkan bahwa radiasi optimum adalah pada waktu 90 menit yaitu dengan persentase degradasi 86,84%.

Secara visual terlihat bahwa saat dilakukan variasi waktu radiasi UV pada larutan rhodamin B 10 ppm yang telah ditambahkan fotokatalis ZnO/KA optimum, larutan tersebut mengalami perubahan warna dari merah muda terang menjadi sedikit merah muda.



Gambar 9. Rhodamin B a). sebelum b). setelah diradiasi sinar UV dengan variasi waktu 30, 60, 90, dan 120 menit

Dari data persentase degradasi yang diperoleh melalui analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis menunjukkan terjadinya penurunan konsentrasi rhodamin B diakibatkan terjadinya degradasi molekul rhodamin B. Untuk mengetahui senyawa yang terbentuk setelah dilakukan degradasi menggunakan fotokatalis ZnO/KA maka dilakukan analisis menggunakan LC-MS (*Liquid Chromatography- Mass Spectroscopy*). Pada analisis LC-MS ini digunakan sampel rhodamin B optimum dengan persentase degradasi sebesar 86,84%.

Berdasarkan kromatogram LC di peroleh beberapa waktu retensi yaitu 10,65; 13,20 ; 14,91 ; 15,93 ; 17,46 dan 18,48. Analisis lebih lanjut dilakukan pada ke enam waktu retensi yang dihasilkan dan diperoleh data senyawa Use the "Insert Citation" button to add citations to this document.

intermediet berupa m/z massa molekul pada waktu retensi 10,65; 13,20; 15,93 dan 18,48 yang disajikan dalam tabel 3.

Tabel 3. Hasil identifikasi senyawa intermediet rhodamin B

Ret. Time (menit)	Penelitian (m/z)	Chen. et al., 2003 (m/z)	He. et al., 2009 (m/z)	Senyawa intermediet rhodamin B
15,93	331,12	331,1	331,2	<i>Rhodamine (R)</i>
13,20	359,01	359,1	359,3	<i>N-ethylrhodamine (ER)</i>
10,65	387,30	387,1	387,3	<i>N,N-diethylrhodamine (DR)</i>
10,65	387,30	387,1	387,3	<i>N-ethyl-N'-ethylrhodamine (EER)</i>
	-	415,1	415,3	<i>N,N-diethyl-N'-ethyl-rhodamine (DER)</i>
18,48	442,88	443,1	443,4	<i>Rhodamine B (RhB)</i>
15,93	132,79	-	132	<i>2-Hydroxipentanedioic acid</i>
3,20	117,03	-	118	<i>Succinic acid</i>

Berdasarkan identifikasi menggunakan LC-MS diketahui terbentuknya beberapa senyawa intermediet diantaranya *N-ethyl-N'-ethylrhodamine* (EER), *N,N-diethylrhodamine* (DR), *N-ethylrhodamine* (ER), dan *Rhodamine* (R) yang terbentuk akibat adanya reaksi oleh radikal OH• yang menyebabkan terjadinya pemecahan molekul rhodamin B. Selain itu, pada penelitian ini diperoleh senyawa intermediet yang telah mengalami pembukaan cincin aromatik berupa *2-Hydroxipentanedioic acid* dan *Succinic acid*. Senyawa intermediet dengan struktur ikatan terbuka ini nantinya dapat mengalami proses lebih lanjut menghasilkan senyawa yang lebih sederhana (senyawa target) diantaranya berupa CO₂ dan H₂O.

Menurut Chen et al (2003) dan He et al (2009) proses degradasi rhodamin B terjadi secara bertahap yaitu terdiri dari empat proses yang diawali dengan proses *N-de-ethylation*. Proses *N-de-ethylation* yaitu proses pemutusan gugus alkil menghasilkan senyawa intermediet dengan $m/z = 415,387; 359; 387$ dan 331 , namun pada penelitian ini senyawa intermediet yang dihasilkan berupa senyawa intermediet dengan $m/z = 359; 387$ dan 331 . Proses selanjutnya adalah tahapan *chromophore cleavage* berupa pemecahan struktur konjugasi dari senyawa intermediet hasil proses *N-de-ethylation* membentuk senyawa dengan $m/z = 166; 138$ dan 122 (He et al., 2009) yang terbentuk akibat terjadinya reaksi antara radikal OH• dengan atom rhodamin B yang tidak stabil. Namun pada penelitian ini, senyawa dari hasil *chromophore cleavage* tidak ditemukan melainkan ditemukan munculannya senyawa dengan $m/z = 132,79$ dan $117,03$ yang merupakan senyawa intermediet yang telah mengalami tahapan proses pembukaan ikatan cincin aromatik (*opening ring*) yang terjadi akibat adanya delokalisasi elektron dan reaksi dengan radikal hidroksil. Pemecahan atau degradasi molekul (produk *opening-ring*) terus berlanjut ketahap mineralisasi

yaitu proses perubahan senyawa intermediet menjadi senyawa target dengan massa yang relatif sederhana yaitu berupa CO₂ dan H₂O.

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa sintesis ZnO/KA telah berhasil disintesis dengan menggunakan metode solid state. Hasil XRD menunjukkan ZnO dengan struktur Kristal heksagonal *wurzite* dan polikristalin. Ukuran Kristal ZnO dan ZnO/KA adalah sebesar 0,12 µm. Hasil spektrum FTIR menunjukkan adanya serapan vibrasi ulur (*stretching*) Zn-O pada bilangan gelombang 420-437,56 cm⁻¹ dan serapan *stretching* C-O yang diasumsikan berasal dari karbon aktif. Hasil SEM- EDS menunjukkan permukaan ZnO berbentuk tidak beraturan dan menggumpal. Nilai *band gap* ZnO yang diperoleh dengan metode Kubelka-Munk adalah sebesar 3,12 eV. Massa optimum fotokatalis ZnO/KA untuk mendegradasi rhodamin B 10 ppm adalah 200 mg dengan persentase degradasi sebesar 65,052%. Waktu optimum fotokatalis ZnO/KA untuk fotodegradasi rhodamin B 10 ppm adalah selama 90 menit dengan persentase degradasi sebesar 86,838%. Hasil LC-MS menunjukkan terjadinya degradasi molekul rhodamin B dengan senyawa intermediet *m/z*= 387,30; 359,01; 331,12; 132,79 dan 117,03.

DAFTAR PUSTAKA

- Agusriyanti S. 2014. Pemanfaatan Zeolit Alam Ciamis Sebagai Pengembangan Fotokatalis TiO₂ Untuk Fotodegradasi Zat Warna Rhodamin B. *Skripsi*. Yogyakarta: Universitas Negeri Sunan Kalijaga.
- Cazetta L. A., Alexandro M. M. Vargas., Eurica M. N., Marcos H. K., and *et al.* 2011. NaOH- Activated Carbon of High Surface Area Produced from Coconut Shell: Kinetics and Equilibrium Studies from The Methylene Blue Adsorption. *Chem. Engener. Journal*. 174(1): 117-125
- Chen F., Zhao J and Hidaka H. 2003. Highly Selective Deethylation Of Rhodamin B: Adsorption and Photooxidation Pathways of The Dye on The TiO₂/SiO₂ Composite Photocatalyst. *Inter. J. of Photoenergy*. 5.
- Han, Z., Liao, L., Wu, Y., Pan, H., Shen, S., and Chen, J. 2010. Synthesis and Photocatalytic Application of Oriented Hierarchical ZnO Flower-rod Architectures. *Journal of Hazardous Materials*. 100-106.
- Haryati, T., Andarini, N., Febrianti, M. I. 2012. Sintesis Lapis Tipis Fotokatalis ZnO-TiO₂ Menggunakan Metode Sol Gel dengan PEG (*Polyethylene Glycol*) sebagai Pelarut. *Journal Ilmu Dasar*. 13(1):1-5.
- He Z., Cheng S., Shaogui Y., Youchao D., He H., Zhiliang W. 2009. Photocatalytic Degradation of Rhodamin B by Bi₂WO₆ with Electron Accepting Agent

- Under Microwave Irradiation: Mechanism and Pathway. *J.of Hazardous Materials*. 162:1477-1486.
- Janotti, A., and Walle, C. G. V. De. 2009. Fundamental of Zinc Oxide as a Semiconductor. *Report on progress in Physics*. 72: 5.
- Jing Chen, Xinian Wen, Xiaobao Shi, and Rongkan Pan. 2011. Synthesis of Zinc Oxide/Activated Carbon Nano-Composites and Photodegradation of Rhodamin B. *Environmental Engineering Science*. Vol 29. No 6.
- Kristriya M.A. 2013. Aplikasi Nanopartikel ZnO untuk Degradasi Fotokatalitik Congo Red. *Journal Kimia*. Universitas Air Langga: Surabaya.
- Manurung R., R. Hasibuan and Irvan. 2004. Perombakan Zat Warna Azo Reaktif Secara Anaerob-Aerob. *e-USU Repository*.
- Omri, A., Lambert, S. D., Geens, J., Bennour, F., and Benzina, M. 2014. Synthesis, Surface Area Characterization and Photocatalytic Activity of TiO₂ Supported on Almond Shell Activated Carbon. *Journal Material. Sciences Technology*. 1-9.
- Rashed M.N and A.A. El-Amin. 2007. Photocatalytic Degradation of Methyl Orange in Aqueous TiO₂ Under Different Solar Irradtion Sources. *Internasional Journal of Physical Sciences*. 2:73-81.
- Sirenden, A. H. 2012. Sintesis Nanorod Seng Oksida (ZnO) Menggunakan Putih Telur Sebagai Biotemplate. *Skripsi*. Fakultas Teknik- Departemen Metalurgi dan Material, Depok.
- Wismayanti, D. A., Diantariani, N. P., dan Santi, S. R. 2015. Pembuatan Komposit ZnO- Arang Aktif Sebagai Fotokatalis Untuk mendegradasi Zat Warna Metilen Biru. *J. Kimia*. 9 (1): 109-116.
- Wulandari, I. O., Wardhani, S., dan Purwonugroho, D. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis ZnO Pada Zeolit. *S. Journal*.1 (2) 241-247.
- Yulianti C. H. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Kristal Nano ZnO. *Jurnal Teknik*.4.