

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS PERAK FOSFAT
(Ag₃PO₄) MENGGUNAKAN METODE KOPRESIPITASI DAN
AKTIVITAS DEGRADASI ZAT WARNA *METHYLENE BLUE* (MB)**

SKRIPSI

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



Disusun Oleh:

Salsa Widya Pratiwi

No Mahasiswa: 18612047

PROGRAM STUDI KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

YOGYAKARTA

2022

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS PERAK FOSFAT
(Ag₃PO₄) MENGGUNAKAN METODE KOPRESIPITASI DAN
AKTIVITAS DEGRADASI ZAT WARNA *METHYLENE BLUE* (MB)**

HALAMAN PENGESAHAN

SKRIPSI

Yang diajukan oleh:

SALSA WIDYA PRATIWI

No Mahasiswa: 18612047

Telah dipertahankan dihadapan panitia penguji Skripsi
Prodi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

Tanggal: 07 Juli 2022

Dosen Penguji

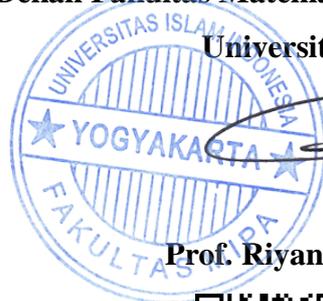
1. Gani Purwiandono, S.Si., M.Sc., Ph.D.
2. Wiyogo Prio Wicaksono, S.Si., M.Si.
3. Ika Yanti, S.Si., M.Sc.

Tanda Tangan



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 dibawah ini:

Nama : Salsa Widya Pratiwi
NIM : 18612047
Program Studi : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi saya dengan judul "Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Perak Fosfat (Ag_3PO_4) Menggunakan Metode Kopresipitasi dan Aktivitas Degradasi Zat Warna *Methylene Blue* (MB) " bersifat asli dan tidak berisi material yang telah diterbitkan sebelumnya kecuali referensi yang disebutkan didalam skripsi ini. Apabila terdapat kontribusi dari penulis lain, maka penulis tersebut secara eksplisit telah disebutkan didalam skripsi ini. Apabila kemudian hari ditemukan ketidak sesuaian 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, 07 Juli 2022

Yang menyatakan,



Salsa Widya Pratiwi

NIM. 18612047

KATA PENGANTAR

Assalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh.

Puji syukur atas kehadiran Allah SWT yang telah memberikan rahmat, hidayah, dan karunia-nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS PERAK FOSFAT (Ag_3PO_4) MENGGUNAKAN METODE KOPRESIPITASI DAN AKTIVITAS DEGRADASI ZAT WARNA *METHYLENE BLUE* (MB)”** dengan baik, lancar dan tepat waktu. Shalawat serta salam tidak lupa semoga selalu tercurahkan kepada Rasulullah Muhammad SAW yang senantiasa menunjukkan ummatnya pada jalan yang benar.

Skripsi ini merupakan salah satu mata kuliah wajib yang disusun untuk memenuhi salah satu persyaratan untuk menyelesaikan Program Studi S-1 Jurusan Kimia di Universitas Islam Indonesia. Dalam penyusunan skripsi ini dapat diselesaikan secara baik dan lancar juga tidak lepas dari do'a, dukungan, bimbingan, dan bantuan dari pihak yang sangat berarti bagi penulis. Maka dari itu pada kesempatan ini penulis ucapkan terima kasih banyak kepada:

1. Allah Subhanahu Wa Ta'ala
2. Bapak Fathul Wahid, S.T., M.Sc., Ph.D. selaku Rektor Universitas Islam Indonesia.
3. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
4. Bapak Dr. Dwiarso Rubiyanto, S.Si., M.Si. selaku Ketua Program Studi S-1 Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
5. Bapak Gani purwiandono, M.Sc, Ph.D. selaku dosen Dosen Pembimbing Skripsi.
6. Kedua orang tua serta kakak dan adik saya yang selalu mendo'akan dan memberikan semangat serta dukungan baik moril maupun material tanpa henti. Semoga Allah senantiasa menjaga dan melindungi Kedua Orang

Tua, kakak serta adik saya dimanapun mereka berada, dan senantiasa Allah memberikan keberkahan-Nya.

7. Rekan-rekan penelitian Shinta,Desi,Tosi.
8. Dan ucapan terima kasih sebesar-besarnya kepada Praja, Tania, Athal, Manda, Githa, Novia, Farhan, Husnu, Bangkit serta semua pihak yang tidak bisa penulis sebutkan satu-persatu yang turut serta membantu dari awal hingga selesainya skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa penyusunan skripsi yang penulis buat ini masih cukup jauh dari nilai sempurna, maka dari itu penulis akan menerima dengan senang hati setiap kritik dan saran yang membangun untuk melengkapi kekurangan di skripsi ini. Mohon maaf jika masih banyak kekurangan, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis khususnya dan pembaca pada umumnya. Atas perhatian dan waktunya saya ucapkan Terima Kasih.

Wassalamu'alaikum warahmatullahi wabaraktuh.

Yogyakarta, 07 Juli 2022



Salsa Widya Pratiwi

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR TABEL	viii
INTISARI.....	ix
ABSTRACT	x
BAB I.....	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	3
1.3. Tujuan Penelitian	4
1.4. Manfaat Penelitian	4
BAB II.....	5
2.1. Sintesis Fotokatalis Perak Fosfat (Ag_3PO_4)	5
2.2. Aplikasi Fotokatalis Perak Fosfat (Ag_3PO_4)	9
2.3. Hipotesis Penelitian.....	11
BAB III.....	13
3.1. Perak Fosfat (Ag_3PO_4)	13
3.2. Fotokatalisis	14
3.3. Fotodegradasi.....	15
3.4. Metode Kopresipitasi	16
3.5. Methylene Blue	16
3.6. Kinetika Reaksi.....	17
3.7. Spektrofotometer UV-Vis	19
3.8. X-ray Diffraction (XRD).....	21
3.9. UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS)	22
3.10. Gas sorption analyzer (GSA).....	23
BAB IV	26
4.1. Alat dan Bahan.....	26
4.1.1. Alat	26
4.1.2. Bahan.....	26
4.2. Cara Kerja.....	26
4.2.1. Sintesis Ag_3PO_4	26
4.2.2. Karakterisasi Material Ag_3PO_4	27
4.2.3. Pembuatan Larutan Sampel Methylene Blue	27
4.2.4. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Larutan Methylene Blue(MB)	28
4.2.5. Penentuan Kondisi pH, Konsentrasi, dan Waktu Kontak Optimum Material Ag_3PO_4 Terhadap Fotodegradasi Methlene Blue (MB).....	29
4.2.5.2. Penentuan Konsentrasi Optimum.....	30
4.2.5.3. Penentuan Waktu Kontak Optimum.....	30
BAB V.....	32

5.1. Sintesis Ag_3PO_4	32
5.2. Karakterisasi Ag_3PO_4 dengan X-ray Diffraction (XRD)	34
5.3. Karakterisasi Ag_3PO_4 dengan Gas Sorption Analyzer (GSA).....	35
5.4. Karakterisasi Ag_3PO_4 dengan Diffuse Reflectance Spectroscopy (DR UV-Vis)	36
5.5. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Larutan Methylene Blue (MB). 37	
5.6. Pengaruh Kondisi pH, Konsentrasi, dan Waktu Kontak Optimum Material Ag_3PO_4 Terhadap Fotodegradasi Methylene Blue (MB).....	38
5.6.1. PenentuanPengaruhpHOptimum.....	38
5.6.2. PenentuanPengaruhKonsentrasiOptimum.....	40
5.6.3. PenentuanPengaruhWaktuKontakOptimum.....	42
5.7. Mekanisme Fotodegradasi Zat Warna MB Menggunakan Fotokatalis Ag_3PO_4	45
BAB VI	48
6.1. Kesimpulan.....	48
6.2. Saran.....	48
DAFTAR PUSTAKA	49
LAMPIRAN	57
Lampiran 1. Perhitungan.....	57
Lampiran 2. Analisis Data.....	59
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi	62
Lampiran 4. Dokumentasi Penelitian.....	67

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Struktur Kimia Metilen Biru (Dwijayanti dkk., 2020).....	17
Gambar 2. Diagram Alat Spektrofotometer UV-Vis (double beam)	20
Gambar 3. Prinsip Kerja X-ray Diffraction (Beiser, 1992)	21
Gambar 4. Rumus Energi foton (Widyandari, 2004)	23
Gambar 5. Skema Alat GSA (Adamson dkk., 1967)	24
Gambar 6. Pengendapan Ag_3PO_4	33
Gambar 7. Hasil Sintesis Ag_3PO_4	34
Gambar 8. Difaktogram pada material Ag_3PO_4	34
Gambar 9. Grafik isoterm desorpsi dan adsorpsi Ag_3PO_4	36
Gambar 10. Penentuan energy band gap pada Ag_3PO_4	37
Gambar 11. Kurva Panjang Gelombang Maksimum Methylene Blue.....	38
Gambar 12. Kurva Hubungan antara pH dan % Degradasi.....	39
Gambar 13. Kurva Hubungan antara Konsentrasi dan % Degradasi	41
Gambar 14. Kurva Hubungan antara Waktu Kontak dan % Degradasi	43
Gambar 15. Grafik Data Orde Reaksi Hasil Fotodegradasi MB Pseudo Orde Satu	44
Gambar 16. Grafik Data Orde Reaksi Hasil Fotodegradasi MB Pseudo Orde Dua	45
Gambar 17. Skema Mekanisme Proses Fotodegradasi Ag_3PO_4 (Dhanabal dkk., 2015)	46
Gambar 18. Skema Mekanisme Proses Fotodegradasi Zat Warna MB	46

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Sintesis Ag_3PO_4 menggunakan berbagai metode.....	6
Tabel 2. Performa Fotokatalis Ag_3PO_4	9
Tabel 3. Radiasi Elektromagnetik	19
Tabel 4. Data analisis pH optimum fotodegradasi MB	39
Tabel 5. Data analisis konsentrasi optimum fotodegradasi MB	41
Tabel 6. Data analisis waktu kontak optimum fotodegradasi MB	43
Tabel 7. Data Orde Reaksi Hasil Fotodegradasi MB	45



**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS PERAK FOSFAT
(Ag₃PO₄) MENGGUNAKAN METODE KOPRESIPITASI DAN
AKTIVITAS DEGRADASI ZAT WARNA *METHYLENE BLUE* (MB)**

INTISARI

Salsa Widya Pratiwi

NIM: 18612047

Telah dilakukan penelitian tentang sintesis perak fosfat (Ag₃PO₄) menggunakan metode kopresipitasi, material Ag₃PO₄ diaplikasikan sebagai fotokatalis untuk mendegradasi zat warna *methylene blue*. Sintesis Ag₃PO₄ dibuat dengan mencampurkan larutan diammonium hidrogen fosfat ((NH₄)₂HPO₄) dan perak nitrat (AgNO₃) yang kemudian dilakukan pengadukan selama 10 menit, lalu dipisahkan menggunakan kertas saring *whatman* dan selanjutnya di oven pada suhu 60 °C, terbentuknya Ag₃PO₄ akan ditandai dengan munculnya endapan kuning. Hasil sintesis Ag₃PO₄ dikarakterisasi menggunakan beberapa instrument antara lain: XRD untuk menentukan fasa dan kristalinitas suatu padatan, GSA untuk menentukan luas permukaan pada katalis menggunakan metode BET, DR UV-Vis untuk menentukan *energy band gap* atau energi celah pita dan Spektrofotometer UV-Vis *Double Beam* untuk menentukan absorbansi pada sampel dan persen degradasi pada zat warna. Dari hasil XRD diperoleh puncak yang diidentifikasi sebagai Ag₃PO₄ murni ditandai dengan munculnya puncak yang sesuai dengan JCPDS no 06-0505. Karakterisasi pada GSA diperoleh luas permukaan sebesar 0.1491 m²/g, volume pori sebesar 0.000221 cm³/g, dan ukuran pori sebesar 59.2259 Å. Kemudian pada karakterisasi DR-UV diperoleh *energy band gap* sebesar 2,4 eV. Uji aktivitas fotokatalitik Ag₃PO₄ menggunakan zat warna *methylene blue* diperoleh bahwa pH 9 sebagai pH optimum dengan % degradasi sebesar 95,84 % , diperoleh konsentrasi 15 ppm sebagai konsentrasi optimum dengan % degradasi sebesar 98,82%, dan diperoleh waktu 60 menit sebagai waktu kontak optimum dengan % degradasi sebesar 99,86%.

Kata kunci : Fotokatalis, Fotodegradasi, Ag₃PO₄, *Methylene blue*, Kopresipitasi.

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF PHOTOCATALYST
SILVER PHOSPHATE (Ag₃PO₄) USING COPRECIPIATION METHOD
AND DEGRADATION ACTIVITY OF METHYLENE BLUE (MB)**

ABSTRACT

Salsa Widya Pratiwi

NIM: 18612047

Research has been done on the synthesis of silver phosphate (Ag₃PO₄) using the coprecipitation method, Ag₃PO₄ material was applied as a photocatalyst to degrade methylene blue dye. Ag₃PO₄ synthesis was made by mixing a solution of diammonium hydrogen phosphate ((NH₄)₂HPO₄) and silver nitrate (AgNO₃) which was then stirred for 10 minutes, then separated using Whatman filter paper and then in the oven at 60 °C, the formation of Ag₃PO₄ will be marked by the appearance of a precipitate yellow. The results of the Ag₃PO₄ synthesis were characterized using several instruments, including: XRD to determine the phase and crystallinity of a solid, GSA to determine the surface area of the catalyst using the BET method, DR UV-Vis to determine the energy band gap or band gap energy and UV-Vis Double Beam Spectrophotometer to determine the absorbance of the sample and the percent degradation of the dye. From the XRD results, the peak identified as pure Ag₃PO₄ was indicated by the appearance of a peak corresponding to JCPDS no 06-0505. Characterization on GSA obtained a surface area of 0,1491 m²/g, a pore volume of 0,000221 cm³/g, and a pore size of 59,2259. Then the DR-UV characterization obtained an energy band gap of 2,4 eV. Ag₃PO₄ photocatalytic activity test using methylene blue dye was obtained that pH 9 as the optimum pH with a % degradation of 95,84%, obtained a concentration of 15 ppm as the optimum concentration with a % degradation of 98,82%, and obtained 60 minutes as the optimum contact time with % degradation of 99,86%.

Key words : Photocatalyst, Photodegradation, Ag₃PO₄, Methylene blue, Coprecipitation.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Pencemaran lingkungan akibat industri tekstil adalah berupa pencemaran debu yang dihasilkan dari penggunaan mesin berkecepatan tinggi serta limbah cair yang berasal dari tumpahan dan juga air cucian tempat pencelupan larutan kanji dan proses pewarnaan. Limbah tekstil adalah limbah yang dihasilkan dalam proses pengkanjian, penghilangan kanji, penggelantangan, pemasakan, merserisasi, pewarnaan, pencetakan dan proses penyempurnaan. Zat warna tekstil merupakan gabungan dari senyawa organik tidak jenuh, kromofor dan auksokrom yang berguna sebagai pengaktif kerja kromofor dan pengikat antara warna dengan serat. Oleh karena itu akan lebih baik jika dipasang alat pengumpul debu kering agar lingkungan kerja menjadi bersih dari debu. Kapas mentah mengandung kotoran seperti lilin kapas, zat-zat lemak, senyawa pektin, protein, debu dan tanah, proses penyempurnaan kapas menghasilkan limbah yang lebih banyak daripada limbah dari proses penyempurnaan bahan sintesis. (Pratiwi,2010).

Kemajuan pada bidang teknologi dapat menciptakan zat pewarna sintetis dengan berbagai macam variasi warna (Manurung, 2012). Zat pewarna sintetis memiliki keunggulan jika dibandingkan dengan zat pewarna alam yaitu antara lain, mudah diperoleh di pasar, ketersediaan warna terjamin, jenis warna beragam dan lebih praktis serta lebih mudah digunakan. Limbah pewarna sintetis juga dapat menyebabkan pencemaran lingkungan dan termasuk bahan berbahaya, karena beberapa pewarna dapat terdegradasi menjadi senyawa yang bersifat karsinogenik dan beracun (Widjajanti dkk., 2011). Pada pencampuran material koloid dan limbah pewarna, dapat meningkatkan kekeruhan sehingga menjadikan air buruk, berbau, mencegah penetrasi sinar matahari. Adapun dampak yang ditimbulkan ialah penipisan oksigen terlarut, kualitas perairan menurun dan kematian makhluk hidup yang tinggal di dalamnya karena kekurangan oksigen atau terkontaminasi senyawa beracun. Kemudian ketika limbah dibiarkan mengalir akan mengakibatkan tersumbatnya pori-pori tanah yang berakibat pada

hilangnya produktivitas tanah, tekstur tanah mengeras serta mencegah penetrasi akar tumbuhan (Kant, 2012).

Zat pewarna limbah yang sangat banyak digunakan adalah *methylene blue*, pewarna ini merupakan bahan pewarna dasar yang penting dan juga murah jika dibandingkan dengan pewarna lain. *Methylene blue* merupakan senyawa kimia aromatik heterosiklik dengan rumus molekul $C_{16}H_{18}N_3SCl$ (Ansari dkk.,2011). *Methylene blue* merupakan senyawa pewarna yang larut di dalam air karena bersifat kationik dan sering digunakan pada bidang kimia, biologi, ilmu pengobatan dan industri pewarnaan (Tsai dkk., 2009). *Methylene blue* biasanya digunakan sebagai pewarna kapas, kertas, dan rambut. Adapun efek yang berbahaya terhadap kesehatan manusia, karena jika terkena paparan *methylene blue* dengan konsentrasi yang tinggi dapat menyebabkan iritasi pada kulit (jika disentuh), detak jantung cepat, penyakit kuning, muntah, serta bersifat karsiogenik (Alawiyah, 2012).

Methylene blue merupakan suatu senyawa yang sering digunakan dalam uji kemampuan fotokatalis karena mudah mengalami fotodegradasi, tersedia teknik analisis kualitatif dan kuantitatif yang sederhana seperti spektrofotometri. Metode fotodegradasi merupakan alternatif yang sedang dikembangkan untuk meminimalisir kandungan zat warna dari limbah tekstil dengan bantuan fotokatalis dan sinar ultra-violet karena zat warna tekstil merupakan zat warna sintesis yang tidak ramah lingkungan dan sulit terdegradasi secara alami. Selain itu zat warna tekstil juga bersifat toksik dan karsinogenik sehingga limbah zat warna tekstil perlu diolah sebelum dibuang ke perairan (Ali, 2008). Fotodegradasi diantara metode-metode lain merupakan metode alternatif yang relatif murah dan mudah digunakan (Joshi, 2010).

Efektivitas dari metode fotodegradasi didasari oleh fotokatalis yang digunakan. Fotokatalis pada umumnya terbentuk dari semikonduktor. Penggunaan semikonduktor sebagai fotokatalis saat ini sangat menarik karena kemampuannya untuk mendegradasi senyawa-senyawa disekitarnya dengan menggunakan sinar. Proses ini adalah proses yang mudah dan dapat dipakai ulang, serta ramah lingkungan. Fotokatalis ini dapat diaplikasikan sebagai antikabur, penghilang bau,

material self-cleaning pemurnian dan penjernihan air, anti bakteri, dan telah dapat digunakan sebagai anti tumor/kanker (Dony, 2013). Fotokatalis perak fosfat (Ag_3PO_4) menjadi salah satu pusat perhatian bagi para peneliti beberapa tahun belakangan karena umumnya fotokatalis yang beredar sekarang ini seperti TiO_2 terbatas pada beberapa hal diantaranya energi celah pita yang lebar yakni sebesar 3,18 eV untuk anatase dan 3,02 untuk rutil membuat aktif hanya pada sinar UV dimana porsi sinar UV hanya sekitar 3-5% dari spektrum cahaya yang dapat diserap, laju pemisahan yang lambat dari fotoeksitasi TiO_2 menunjukkan keterbatasan efisien si kuantumnya dan lain-lainnya (Syam, 2014).

Fotokatalis Ag_3PO_4 merupakan fotokatalis yang mampu menyerap sinar tampak (Liu dkk, 2011), memiliki kemampuan fotooksidatif yang sangat baik untuk pembentukan O_2 dari air, dan memiliki kuantum efisiensi mendekati 90% dibawah iridiasi sinar tampak. Perak fosfat (Ag_3PO_4) merupakan fotokatalis semikonduktor baru yang memiliki kemampuan penyerapan yang kuat serta kemampuannya dalam memanfaatkan sinar tampak dengan panjang gelombang yang lebih rendah dari 530 nm. Penelitian ini dilakukan untuk meningkatkan aktivitas degradasi dari perak fosfat (Ag_3PO_4) dengan cara memanfaatkan ekstrak buah beringin merah sebagai sensitized, sehingga dapat meningkatkan aktivitasnya dalam mendegradasi limbah serta stabil dalam proses terhadap proses biokimia dan kimia (Chenfan, 2017). Semikonduktor Ag_3PO_4 dapat di sintesis dengan mereaksikan perak nitrat (AgNO_3) dengan hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ atau HAp). HAp yaitu mineral yang dapat disintesis di laboratorium secara alami oleh makhluk hidup sehingga dapat ditemukan dalam tulang dan gigi manusia maupun hewan (Piccirilo dkk., 2014).

Dari latar belakang yang telah disampaikan diatas maka peneliti akan melakukan penelitian mengenai sintesis material Ag_3PO_4 dalam aplikasi sebagai fotokatalis pada degradasi zat warna *Methylene blue*. Sehingga, diharapkan material Ag_3PO_4 yang terbentuk dapat mendegradasi *methylene blue* secara efektif, efisien, dan ramah lingkungan.

1.2. Rumusan Masalah

1. Bagaimana hasil karakterisasi material Ag_3PO_4 ?

2. Bagaimana kemampuan aktivitas material Ag_3PO_4 sebagai fotokatalis pada fotodegradasi zat warna *methylene blue* dengan variasi pH, konsentrasi, dan waktu kontak?

1.3. Tujuan Penelitian

1. Mengetahui hasil karakteristik material Ag_3PO_4 .
2. Mengetahui kemampuan aktivitas material Ag_3PO_4 sebagai fotokatalis pada foto degradasi zat warna *methylene blue* dengan variasi pH, konsentrasi, dan waktu kontak.

1.4. Manfaat Penelitian

1. Sebagai acuan peneliti lainnya dalam meneliti fotodegradasi zat warna menggunakan fotokatalis Ag_3PO_4 .
2. Dapat menangani masalah pencemaran lingkungan, terutama pencemaran air yang terkontaminasi limbah zat warna.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Sintesis Fotokatalis Perak Fosfat (Ag_3PO_4)

Material fotokatalis telah lama digunakan dalam berbagai bidang baik dalam kehidupan sehari-hari atau industri saat ini. Beberapa tahun belakangan ini, baru ditemukan material fotokatalis yakni *silver orthophosphate* atau perak ortofosfat (Ag_3PO_4). Kehadiran fotokatalis Ag_3PO_4 menjadi salah satu pusat perhatian bagi para peneliti beberapa tahun belakangan karena umumnya fotokatalis yang beredar sekarang ini seperti TiO_2 terbatas pada beberapa hal diantaranya energi celah pita yang lebar yakni sebesar 3,18 eV untuk anatase dan 3,02 untuk rutil membuat hanya pada sinar UV dimana porsi sinar UV hanya sekitar 3-5% dari spektrum cahaya yang dapat diserap, laju pemisahan yang lambat dari fotoeksitasi TiO_2 menunjukkan keterbatasan efisiensi kuantumnya dan lain-lainnya.

Berbeda dengan fotokatalis TiO_2 atau kebanyakan material fotokatalis lainnya yang aktif pada panjang gelombang sinar UV ($\lambda < 400$ nm), fotokatalis Ag_3PO_4 mampu aktif pada panjang gelombang sinar tampak kurang dari ~530 nm [12-13]. Hal ini karena energi celah pitanya yang hanya berkisar antara ~2,2-2,4 eV mampu menyerap panjang gelombang yang lebih lebar pada daerah sinar UV sekaligus sinar tampak. Selain itu, pada kemampuan fotooksidatif yang sangat tinggi di bawah radiasi sinar tampak untuk pembentukan O_2 dari air [14-15], aktivitas degradasi yang lebih besar dibandingkan dengan TiO_2 [16], aktivitas degradasi yang baik untuk berbagai pewarna tekstil seperti Rhodamin B [10, 17], metil biru dan orange [10, 18-19], degradasi bisfenol [20], antibakteri [21], dan lainnya.

Sintesis kali ini digunakan perak fosfat (Ag_3PO_4) yang merupakan fotokatalis semikonduktor baru yang memiliki kemampuan penyerapan yang kuat serta kemampuannya dalam memanfaatkan sinar tampak dengan panjang gelombang yang lebih rendah dari 530 nm. Fotokatalis Ag_3PO_4 adalah salah satu fotokatalis yang memiliki aktivitas degradasi yang cukup baik terhadap senyawa pewarna. Penelitian sebelumnya membahas tentang sintesis Ag_3PO_4 dengan

menggunakan metode pertukaran ion, sonokimia-hidrotermal, kopresipitasi, hidrotermal, dan sol-gel.

Tabel 1. Sintesis Ag_3PO_4 menggunakan berbagai metode

No	Metode	Hasil	Penulis dan Tahun
1	Pertukaran Ion	Struktur Kristal dari sampel yang telah diperiksa menunjukkan hasil pola XRD serbuk yang khas dari produk. Dapat dilihat dengan jelas bahwa puncak difraksi dapat diindeks ke struktur kubik pusat tubuh (bcc) murni dari Ag_3PO_4 dengan konstanta sel sebuah = 6,013 (JCPDS no.84-512). Terdapat juga pola khas XRD dari sampel Ag_3PO_4 yang diperoleh. Tidak ada pengotor Kristal lainnya yang dapat diamati. Puncak difraksi Ag yang kuat menunjukkan derajat kristalinitas Ag yang baik pada fotokatalis plasmonik Ag_3PO_4 . Pada hasil mikrofrag SEM khas dari Ag_3PO_4 sampel mengungkapkan morfologi bola dengan ukuran seragam 800-900 nm dan pada hasil TEM menegaskan bahwa sejumlah besar nanokatalis Ag_3PO_4 melekat pada permukaan Ag bulat dan ukuran nanopartikel Ag_3PO_4 sebagian besar dalam kisaran 100-200 nm.	Huang dkk., 2015

2	Sonokimia-Hidrotermal	<p>Hasil sintesis Ag_3PO_4 menggunakan metode kombinasi sonokimia dan proses hidrotermal menunjukkan puncak difraksi utama untuk semua jenis mikropartikel Ag_3PO_4 dapat diindeks ke struktur kubik berpusat tubuh (komite gabungan standar difraksi bubuk 06-0505) menunjukkan bahwa konsentrasi AgNO_3 tidak berpengaruh terhadap fasa kristal mikropartikel Ag_3PO_4. Kemudian pada hasil SEM dari mikropartikel Ag_3PO_4 yang mengungkapkan perbedaan yang jelas dalam morfologi dan ukuran partikel. Pada spektrum UV-Vis DRS dari mikropartikel Ag_3PO_4 yang berwarna kuning diserap dari jangkauan sinar UV hingga sinar tampak.</p>	Tseng dkk., 2018
3	Kopresipitasi	<p>Hasil pada pola XRD menunjukkan ada dua puncak karakteristik pada 13.1 dan 27,5 dalam pola XRD gC_{3n4} yang masing-masing sesuai dengan bidang (100) dan (002) JCPDS No.06-0505. $\text{Ag}_3\text{PO}_4/\text{gC}_{3n4}$ komposit menunjukkan puncak difraksi yang sesuai dengan $\text{Ag}_3\text{PO}_4/\text{gC}_{3n4}$. Pada morfologi SEM dan TEM menunjukkan semuanya terdeteksi di $\text{Ag}_3\text{PO}_4/\text{gC}_{3n4}$ dengan hasil</p>	Zhang dkk., 2018

		<p>pemetaan elemen yang menunjukkan Ag_3PO_4 nanopartikel diendapkan pada permukaan gC_{3n4} dan heterojungsi terbentuk</p>	
4	Hidrotermal	<p>Hasil dari pengukuran XRD dengan AgNO_3 dan $\text{Na}_4\text{P}_2\text{HAI}_7$ sebagai bahan baku hanya terdapat satu puncak utama muncul dalam pola XRD $\text{Ag}_4\text{P}_2\text{HAI}_7$ kartu JCPDS No.37-0187 karena sampel ini tereliminasi pada suhu 100°C yang digunakan. Namun tidak ada puncak lain sesuai dengan Ag_3PO_4 yang menunjukkan bahwa fase murni Ag_3PO_4 fotokatalis diperoleh. Analisis UV-Vis dari katalis yang dibuat dengan suhu reaksi hidrotermal yang disetel pada 100°C menunjukkan bahwa absorbansi katalis jelas berubah warna menjadi merah seiring dengan bertambahnya waktu reaksi hidrotermal, menunjukkan bahwa sampel mengandung Ag_3PO_4, memberikan penjelasan untuk warna merah sampel dalam spektrum UV-Vis.</p>	He dkk., 2019
5	Sol-gel	<p>Semua puncak pada Ag_3PO_4 dapat diidentifikasi sebagai struktur kubik pusat tubuh (JCPDS No.06-0505) dan didapat hasil bahwa sampel</p>	Febiyanto dkk., 2016

		<p>Ag_3PO_4 murni dan tidak ada pengotor yang diamati. Pada morfologi katalis juga diamati dengan mikroskop elektron dan menunjukkan gambar SEM Ag_3PO_4 dan komposit oksida besi- Ag_3PO_4 dengan rasio mol 0,2 (aktivitas tertinggi) dan panjang 2-5 m dari batang seperti Ag_3PO_4</p>	
--	--	---	--

2.2. Aplikasi Fotokatalis Perak Fosfat (Ag_3PO_4)

Fotokatalis Ag_3PO_4 merupakan fotokatalis yang mampu menyerap sinar tampak dan memiliki kemampuan fotooksidatif yang sangat baik untuk pembentukan O_2 dari air, serta memiliki kuantum efisiensi mendekati 90% dibawah iridiasi sinar tampak. Perak fosfat (Ag_3PO_4) merupakan fotokatalis semikonduktor baru yang memiliki kemampuan penyerapan yang kuat serta kemampuannya dalam memanfaatkan sinar tampak dengan panjang gelombang yang lebih rendah dari 530 nm. Untuk meningkatkan aktivitas degradasi dari perak fosfat (Ag_3PO_4) diteliti sebagai aplikasi untuk fotokatalis semikonduktor berbasis perak fosfat (Ag_3PO_4).

Tabel 2. Performa Fotokatalis Ag_3PO_4

Foto-katalis	Aplikasi	Komposisi Katalis	Sumber Cahaya	Rasio Fotodegradasi Zat Warna
--------------	----------	-------------------	---------------	-------------------------------

Ag ₃ PO ₄ / Ag/HAp	MB (<i>Methyl Blue</i>)	0,05 g untuk 15 mL larutan MB	Lampu pijar 75 watt	Hasil fotodegradasi MB di bawah sinar tampak paling banyak terjadi oleh komposit fotokatalis yang disintesis dari tulang ikan kakap merah yang dikalsinasi pada 600 °C. Pada suhu ini, HAp lebih amorf dan memiliki kristalinitas rendah serta luas permukaan yang lebih besar, sehingga lebih banyak MB pada permukaan fotokatalis yang dapat didegradasi. (Evander dkk., 2019).
Ag ₃ PO ₄ / Ag	MO (<i>Methyl Orange</i>)	100 mg untuk 10mg/L larutan MO	Lampu busur xenon 300 W	Setelah diamati, warna MO secara keseluruhannya sekitar 40% terdegradasi setelah 90 menit penyinaran, sehingga dapat dikatakan bahwa molekul pewarna anionik (MO) cenderung ditolak dan akibatnya aksi fotokatalis plasmonik Ag ₃ PO ₄ / Ag kurang efektif. (Huang dkk., 2015).
Ag ₃ PO ₄ /	RhB	100 mg	Lampu	Hasil setelah penyinaran

Ag	(<i>Rhodamine B</i>)	untuk 10mg/L larutan RhB	busur xenon 300 W	selama 90 menit, warna RhB hilang sekitar 98%, karena molekul pewarna RhB dapat dengan mudah diserap ke permukaan katalis. (Huang dkk., 2015).
Ag ₃ PO ₄ / gC ₃ N ₄	DCF (<i>Discontinued Cash Flow</i>)	10 mg untuk 100 mL larutan DCF	Lampu Xenon 300W	Fotokatalis yang digunakan yaitu fotokatalisis yang sangat baik untuk degradasi pada DCF, dan terdegradasi sebesar 30 % (Zhang dkk., 2018).
Ag ₃ PO ₄ / Fe ₃ O ₄	MO (<i>Methyl Orange</i>)	60 mg untuk 20mg/L larutan MO	Lampu Xenon 150W	Dalam proses reaksi, warna larutan MO berangsur-angsur berkurang dan puncak serapan khas pada 461 nm menghilang setelah 15 menit, menunjukkan bahwa struktur kromoforik pewarna benar-benar hancur dibantu oleh Ag ₃ PO ₄ /Fe ₃ O ₄ (Wang dkk., 2014)

2.3. Hipotesis Penelitian

Berdasarkan latar belakang dan kerangka konseptual penelitian maka hipotesis dari penelitian ini adalah :

1. Pembuatan fotokatalis Ag₃PO₄ menggunakan metode kopresipitasi diharapkan berhasil dilakukan sehingga dapat diaplikasikan untuk fotodegradasi *methylene blue*.

2. Dilakukan variasi pH, konsentrasi, dan waktu kontak zat warna *methylene blue* terhadap fotodegradasi oleh Ag_3PO_4 diharapkan dapat diketahui kondisi optimum fotokatalis dalam mendegradasi *methylene blue*.



BAB III

DASAR TEORI

3.1. Perak Fosfat (Ag_3PO_4)

Fotokatalis Ag_3PO_4 adalah salah satu fotokatalis yang memiliki aktivitas degradasi yang cukup baik terhadap senyawa pewarna jika dibandingkan dengan fotokatalis yang sering digunakan seperti TiO_2 (Vu dkk., 2013). Prinsip kerja fotokatalis yaitu apabila disinari cahaya dengan energi pada panjang gelombang tertentu akan menghasilkan elektron (e^-) pada pita konduksi dan *hole*/lubang positif (h^+) pada pita valensi yang dapat menginisiasi reaksi pada permukaannya melalui serangkaian reaksi kimia oksidasi-reduksi (redoks). Reaksi ini akan menghasilkan ion reaktif atau radikal aktif yang dapat menghancurkan kontaminan (Rohimatun, 2012).

Perak fosfat (Ag_3PO_4) merupakan fotokatalis semikonduktor baru yang memiliki kemampuan penyerapan yang kuat serta kemampuannya dalam memanfaatkan sinar tampak dengan panjang gelombang yang lebih rendah dari 530 nm. Semikonduktor Ag_3PO_4 dapat di sintesis dengan mereaksikan perak nitrat (AgNO_3) dengan hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ atau HAp). HAp yaitu mineral yang dapat disintesis di laboratorium secara alami oleh makhluk hidup sehingga dapat ditemukan dalam tulang dan gigi manusia maupun hewan (Piccirilo dkk., 2014).

Banyak penelitian tentang penggunaan fotokatalis Ag_3PO_4 untuk mengolah limbah zat warna tekstil yang telah dilakukan, antara lain degradasi zat warna Rhodamin B dan *methyl orange* masing-masing sebesar 98% dan 81,0%. Metilen biru hingga 100% (Zheng dkk., 2013). OG (*Orange G*) dan CV (*Crystal Violet*) masing-masing. -57,3% dan 79,4% (Luo dkk., 2014). *Congo Red* 93%, Eosin Y mendekati 100%. (Khan dkk., 2012). Namun Ag_3PO_4 memiliki kelemahan yaitu stabilitas yang rendah dalam mendegradasi zat warna (Wang dkk., 2013). Hal ini disebabkan oleh proses reduksi ion perak (Ag^+) menjadi logam (Ag^0) akibat menangkap elektron pada saat proses fotodegradasi. (Qamar dkk., 2015).

3.2. Fotokatalisis

Fotokatalisis adalah kombinasi dari proses fotokimia dan katalitik terintegrasi untuk dapat melaksanakan reaksi transformasi kimia (Febriyani, 2012). Fotokatalisis juga merupakan proses kimia yang terjadi dengan bantuan radiasi ultraviolet (UV) dan katalis semikonduktor (Suryandari dkk., 2019). Suatu bahan dapat digunakan sebagai fotokatalis jika memiliki daerah energi yang kosong disebut celah pita energi. Dari pengertian tersebut dapat disimpulkan bahwa fotokatalitik adalah proses transformasi kimia yang melibatkan unsur-unsur ringan dan katalis sekaligus dalam menjalankan dan mempercepat proses transformasi yang terjadi. Reaksi fotokatalitik dalam tahapan mekanismenya sama dengan reaksi katalitik konvensional. Hanya saja pada reaksi fotokatalitik, aktivasi katalis berupa aktivasi oleh foton, berbeda dengan jenis reaksi katalitik konvensional dengan aktivasi katalis dilakukan secara termal. (Afrozi, 2010).

Metode fotokatalisis digunakan karena memiliki harga yang relatif murah dan mudah diterapkan di Indonesia. Fotokatalis bila disinari dengan panjang gelombang antara 100-400 nm elektron akan teraktivasi dari pita valensi ke pita konduksi yang mengarah pada pembentukan *hole* (muatan positif) di pita valensi berinteraksi dengan H₂O membentuk radikal OH adalah oksidator kuat sehingga akan mendegradasi senyawa organik dan elektron pada pita konduksi (muatan negatif) yang berguna untuk mereduksi senyawa anorganik (Perdana dkk., 2014). Berdasarkan jenis katalis yang digunakan, proses fotokatalitik terdiri dari fotokatalitik homogen dan fotokatalitik heterogen. Fotokatalitik homogen adalah sebuah proses fotokatalitik yang berlangsung dalam sistem dalam satu fase, dan biasanya dengan oksidator seperti ozon dan hidrogen peroksida, sedangkan fotokatalitik heterogen adalah proses fotokatalitik yang memanfaatkan bahan semikonduktor dalam bentuk serbuk/partikel dan penggunaannya sebagai fotokatalis dilakukan dalam suspensi (Richardson, 1989).

Beberapa keunggulan teknologi fotokatalitik adalah prosesnya dapat berlangsung pada suhu kamar, sehingga kebutuhan energinya jauh lebih rendah, kebutuhan kimianya sangat sedikit dan harganya jauh lebih murah. Dalam proses fotokatalitik, reaksi oksidasi-reduksi atau reaksi redoks selalu terjadi secara

bersamaan sehingga dapat digunakan untuk pengendalian lingkungan. (Sopyan, 1996).

3.3. Fotodegradasi

Fotodegradasi adalah proses penguraian suatu senyawa biasanya senyawa organik dengan bantuan energi foton. Proses fotodegradasi membutuhkan fotokatalis yang umumnya berupa bahan semikonduktor seperti: TiO_2 , CdS dan Fe_2O_3 dan radiasi ultraviolet (UV) dengan panjang gelombang sesuai dengan energi celah yang dimiliki oleh bahan semikonduktor itu. Salah satu metode degradasi pewarna tekstil yang telah dikembangkan adalah degradasi oleh fotokatalis. Prinsip metode ini adalah proses oksidasi dalam senyawa pewarna. Salah satu keuntungan dari degradasi dengan fotokatalis yaitu tidak membutuhkan metode pemrosesan lanjutan dari produk degradasi. Mekanisme reaksi pada proses degradasi fotokatalis adalah: cahaya diserap oleh fotokatalis menghasilkan eksiton tereksitasi (pasangan e^-/h^+ lubang elektron), eksiton memasuki fotokatalis dan terpisah untuk menghasilkan e^- dan h^+ situs fotoaktif, dan elektron lepas atau situs aktif h^+ bereaksi dengan reaktan yang teradsorpsi pada permukaan katalis untuk memulai reaksi secara kimia dan menjadi bermuatan netral (Annisaputri, 2020).

Prinsipnya adalah loncatan elektron dari pita valensi ke pita konduksi pada logam semikonduktor ketika dikenai energi foton. Loncatan elektron ini menyebabkan munculnya *hole* (lubang elektron) yang dapat berinteraksi dengan pelarut air membentuk radikal. Metode fotodegradasi ini dapat menguraikan zat warna menjadi lebih banyak komponen sederhana yang lebih aman bagi lingkungan. Metode fotodegradasi merupakan metode yang relatif murah dan mudah diterapkan. Pada proses fotodegradasi, pH berperan dalam mengkarakterisasi jenis limbah pewarna tekstil dan menghasilkan radikal hidroksi. Radikal hidroksi ini memiliki reaktivitas tinggi dalam mengoksidasi reagen sehingga dengan meningkatnya jumlah radikal hidroksi maka semakin banyak zat warna yang terdegradasi. Oleh karena itu, pengaruh pH dalam proses fotodegradasi limbah tekstil perlu dipelajari (Ali, 2006).

3.4. Metode Kopresipitasi

Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa-senyawa anorganik berdasarkan pengendapan lebih dari satu substansi yang dilakukan bersama-sama saat melewati titik jenuh. Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat. Kopresipitasi sendiri merupakan metode yang menjanjikan karena prosesnya menggunakan suhu rendah serta mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih sedikit. (Kim dkk., 2003).

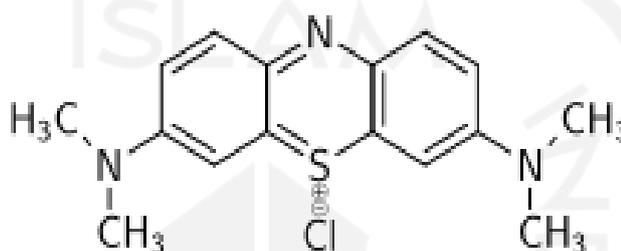
Ada beberapa hal yang dapat dilakukan analisis untuk meminimalkan kopresipitasi dengan endapan kristal. Ion pengotor akan hadir dalam konsentrasi lebih rendah selama pengendapan. Ketika cairan didinginkan, gerakan translasi molekul menjadi gaya molekul yang lebih kecil dan lebih besar. Sampai setelah kristalisasi molekul memiliki posisi tertentu dalam kristal. Panas yang terbentuk pada kristalisasi disebut panas kristalisasi atau panas pengkristalan. Selama kristalisasi suhu konstan, di sini terjadi kesetimbangan suhu akan turun lagi kristalisasi selesai. Peristiwa kebalikan dari kristalisasi disebut peleburan.

Metode ini memiliki 2 keuntungan yaitu pencampuran homogen dari endapan reaktan yang menurunkan suhu dan proses yang sederhana untuk mensintesis serbuk oksida logam. Kemudian, metode ini juga memiliki setidaknya 3 kelemahan, yaitu proses ini tidak cocok untuk pembuatan bahan dengan kemurnian tinggi, metode ini tidak bekerja dengan baik jika perekat yang digunakan memiliki kelarutan yang berbeda, dan tidak memiliki kondisi sintesis yang universal dalam pembentukan beberapa oksida logam (Ningsih, 2016).

3.5. Methylene Blue

Salah satu pewarna yang sering digunakan adalah *methylene blue* (MB). Metilen biru, yang memiliki rumus kimia $C_{16}H_{18}N_3S$, adalah senyawa hidrokarbon aromatik beracun dan merupakan pewarna kationik dengan daya serap yang sangat kuat. Secara umum, metilen biru digunakan sebagai pewarna untuk sutra, wol, tekstil, kertas, perlengkapan kantor dan kosmetik. Senyawa ini berupa kristal hijau tua/gelap. Saat dilarutkan, metilen biru dalam air atau alkohol

akan menghasilkan larutan berwarna biru. Metilen biru memiliki berat molekul 319,86 g/mol, dengan titik lebur pada 105 °C dan daya larut sebesar $4,36 \times 10^4$ mg/L. Pewarna ini digunakan sebagai pewarna kertas yang dikombinasikan dengan pewarna lainnya. *methylene blue* memiliki gugus benzena yang menyebabkan pewarna ini sulit terdegradasi, jika memungkinkan butuh waktu lama (Christina dkk., 2007).



Gambar 1. Struktur Kimia Metilen Biru (Dwijayanti dkk., 2020)

Metilen biru termasuk pewarna thiazine yang sering digunakan dalam industri tekstil, karena harganya yang ekonomis dan mudah diperoleh. Dalam pewarnaan, senyawa metilen biru hanya sekitar 5% digunakan sedangkan 95% sisanya dibuang sebagai limbah (Riyanto, 2009). Penggunaan metilen biru dapat menimbulkan beberapa efek, seperti iritasi saluran pencernaan jika tertelan, menimbulkan sianosis jika terhirup, dan iritasi pada kulit jika tersentuh oleh kulit (Hamdaoui, 2006). Juga jika terlalu lama berada di lingkungan akan menjadi sumber penyakit karena bersifat toksik, menyebabkan mutasi genetik dan berpengaruh pada reproduksi (Hawley, 1981).

3.6. Kinetika Reaksi

Kinetika reaksi merupakan reaksi orde satu dari fungsi suhu dan konsentrasi non biodiesel untuk memperoleh konstanta laju reaksi dan energi aktivasi. Kinetika reaksi adalah salah satu cabang ilmu kimia yang mempelajari tentang laju reaksi dan faktor-faktor yang mempengaruhi laju reaksi. Laju (kecepatan) reaksi dinyatakan sebagai perubahan konsentrasi reaktan atau hasil reaksi (produk) terhadap satuan waktu. Laju atau kecepatan reaksi adalah perubahan konsentrasi reaktan atau produk dalam satuan waktu, dimana laju reaksi dapat dinyatakan sebagai laju reduksi konsentrasi reaktan, atau laju di mana konsentrasi produk meningkat (Keenan, 1999).

Kinetika reaksi menggambarkan studi kuantitatif perubahan tingkat suatu zat terhadap waktu melalui reaksi kimia. Laju reaksi ditentukan oleh laju pembentukan produk, dan laju reduksi reaktan. Konstan kecepatan (K) adalah faktor pembanding yang menunjukkan hubungan antara laju reaksi dengan konsentrasi reaktan (Keenan, 1999). Dalam sebagian besar reaksi, kinetika kimia hanya mendeteksi bahan awal yang hilang dan produk yang dihasilkan, sehingga hanya reaksi keseluruhan yang dapat diamati. Padahal, keseluruhan perubahan reaksi yang terjadi dapat terdiri dari beberapa reaksi yang berurutan, masing-masing reaksi merupakan langkah reaksi untuk pembentukan produk akhir (Sastrohamidjojo, 2001).

Laju reaksi dari reaksi kimia adalah pengukuran tentang bagaimana konsentrasi atau tekanan zat yang terlibat dalam reaksi berubah dari waktu ke waktu. Analisis laju reaksi sangat penting dan memiliki banyak kegunaan, misalnya dalam teknik kimia, dan studi tentang kesetimbangan kimia. Laju reaksi berkaitan dengan konsentrasi zat-zat yang terlibat dalam reaksi. Hubungan ini ditentukan oleh persamaan laju untuk setiap reaksi. Perlu dicatat bahwa beberapa reaksi memiliki laju yang tidak tergantung pada konsentrasi reaksi. Ini dikenal sebagai reaksi orde nol. Laju reaksi suatu reaksi kimia dapat dinyatakan dengan persamaan laju reaksi. Untuk reaksi berikut:



Persamaan laju reaksi secara umum ditulis sebagai berikut:

$$\mathbf{r = k[A]^m[B]^n}$$

k sebagai konstanta laju reaksi, m dan n adalah orde parsial masing-masing pereaksi. Besarnya laju reaksi dipengaruhi oleh faktor-faktor sebagai berikut:

1. Sifat dan ukuran pereaksi
2. Konsentrasi pereaksi
3. Suhu pereaksi
4. Katalis (Sukamto, 1989).

Pada umumnya jika konsentrasi suatu zat semakin besar maka laju reaksi akan semakin besar, begitu pula sebaliknya jika konsentrasinya terlalu besar, begitu pula sebaliknya jika konsentrasi suatu zat semakin kecil maka laju reaksi

akan semakin kecil. Untuk beberapa reaksi, laju reaksi dapat dinyatakan dengan persamaan matematika yang dikenal sebagai hukum laju reaksi atau reaksi yang disebut orde reaksi. Menentukan orde reaksi suatu reaksi kimia pada prinsipnya menentukan seberapa besar pengaruh perubahan konsentrasi reaktan terhadap laju reaksi (Keenan, 1979).

3.7. Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis merupakan salah satu metode instrument paling sering diterapkan di analisis kimia untuk mendeteksi senyawa padat maupun senyawa cair berdasarkan absorbansi foton. Spektrofotometri UV-Vis merupakan gabungan antara spektrofotometri UV dan Visible. Alat ini menggunakan dua buah sumber cahaya yang berbeda, yaitu sumber cahaya UV dan sumber cahaya Visible.

Spektrofotometri UV-Vis pada pengukuran serapan cahaya di daerah ultraviolet yaitu (200 –350 nm) dan sinar tampak yaitu (350 – 800 nm) oleh suatu senyawa. Agar sampel dapat menyerap foton di UV-Vis pada panjang gelombang foton 200 nm – 700 nm, biasanya sampelnya harus diperlakukan atau derivatisasi, sebagai contoh yaitu penambahan reagen dalam pembentukan garam kompleks dan lain-lain dll., dan unsur nya diidentifikasi melalui senyawa kompleks (Irawan, 2019).

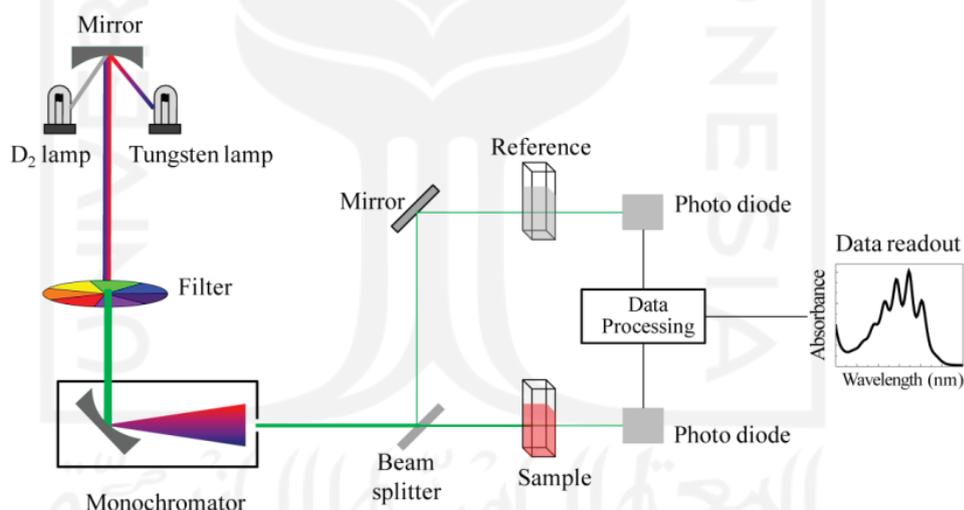
Spektrofotometri UV-Vis melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga Spektrofotometri UV-Vis lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif. (Mulja, 1995). Penyerapan (absorbs) sinar UV dan sinar tampak pada umumnya dihasilkan oleh eksitasi elektron-elektron ikatan, akibatnya panjang gelombang pita yang mengabsorpsi dapat dihubungkan dengan ikatan yang memungkinkan ada dalam suatu molekul (Rohman, 2007).

Tabel 3. Radiasi Elektromagnetik

Macam Sinar	Panjang Gelombang
Sinar X	10-100 pkm
Ultra-Violet jauh	10-200 nm
Ultra-Violet dekat	200-400 nm

Sinar tampak	400-750 nm
Infra-merah dekat	0,75-2 μm
Infra-merah tengah	2,5-50 μm
Infra-merah jauh	50-1000 μm
Gelombang mikro	0,1-100 cm
Gelombang radio	1-1000 m

Menurut (Neldawati, 2013) prinsip kerja spektrofotometer UV-Vis yaitu ketika cahaya putih atau radiasi dilewatkan melalui larutan, maka radiasi yang memiliki panjang gelombang tertentu akan diabsorpsi dan juga di transmisikan. Adapun perbandingan antara intensitas sinar yang diserap dengan intensitas sinar yang akan datang menghasilkan absorbansi. Semakin tinggi kadar suatu zat pada suatu sampel, maka akan semakin banyak molekul yang menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu sehingga nilai absorbansi nya semakin besar.



Gambar 2. Diagram Alat Spektrofotometer UV-Vis (double beam)

Prinsip kerja spektrofotometer juga berdasarkan hukum Lambert-Beer, yaitu seberkas sinar dilewatkan suatu larutan pada panjang gelombang tertentu, lalu sinar tersebut sebagian diteruskan dan sebagian lainnya diserap oleh larutan. Besarnya sinar (A) berbanding lurus dengan konsentrasi zat penyerap (C) dan jarak yang ditempuh sinar (a) dalam larutan (tebal larutan, b). Sehingga Hukum Lambert-Beer:

$$A = a.b.C$$

Keterangan :

A = Serapan (absorbans)

C = Konsentrasi

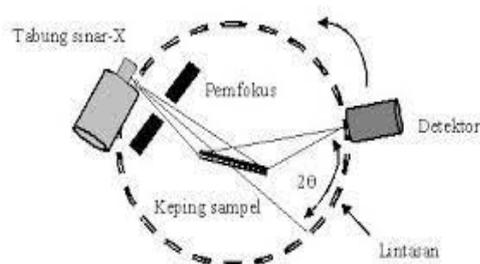
a = Koefisiensi serapan spesifik

b = Tebal larutan

3.8. X-ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar-X adalah salah satu metode standar yang paling penting untuk mengkarakterisasi bahan. Sampai saat ini, metode difraksi sinar-X digunakan untuk memperoleh informasi tentang struktur kristal logam dan paduan, mineral, polimer, bahan organik, superkonduktor (Suharyana, 2012), konstanta kisi, dll. Sinar-X adalah gelombang-gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang antara 400-800 nm (Smallman, 1999). XRD menyediakan data kuantisasi difraksi dan intensitas difraksi pada sudut bahan. Data diperoleh dari XRD berupa intensitas difraksi sinar-X yang terdifraksi dan sudut 2θ . Setiap pola yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu (Widyawati, 2012).

Prinsip kerja XRD secara umum adalah XRD terdiri dari tiga bagian utama, yaitu tabung sinar-X, objek sampel dan detektor sinar-X yang berisi katoda yang memanaskan filamen, sehingga menghasilkan elektron. Perbedaan tegangan menyebabkan percepatan elektron untuk menembak objek. Ketika elektron memiliki tingkat energi yang tinggi dan bertabrakan dengan elektron pada benda sehingga Sinar-X diproduksi. Objek dan detektor berputar untuk menangkap dan merekam intensitas pantulan sinar-X. Detektor merekam dan memproses sinyal sinar-X dan memprosesnya dalam bentuk grafik.



Gambar 3. Prinsip Kerja X-ray Diffraction (Beiser, 1992)

Salah satu teknik yang digunakan untuk menentukan struktur suatu padatan kristalin adalah dengan menggunakan metode difraksi sinar-X serbuk (X-ray powder diffraction). Apabila sinar X-ray ditembakkan pada sampel padatan kristal, maka bidang kristal ini akan dibiaskan Sinar-X yang memiliki panjang gelombang yang sama dengan jarak kisi dalam Kristal (menurut hukum Bragg). Kemudian cahaya yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor, detektor berikutnya akan merekam puncak intensitas yang akan cocok dengan orde pembiasan (orde n) yang digunakan, yang kemudian akan ditampilkan berupa grafik, yaitu grafik difraktogram yang merupakan grafik hubungan antara intensitas (cps) dengan 2θ . (Sania, 2014).

Metode difraksi sinar-X dapat dibagi menjadi: (1) Metode kristal tunggal. Metode ini sering digunakan untuk menentukan struktur kristal, dalam hal ini digunakan kristal tunggal. (2) Metode serbuk. Contoh bahan pada metode ini dibuat dalam bentuk serbuk, sehingga terdiri dari banyak kristal yang sangat kecil dan orientasi hingga tidak perlu diatur ulang karena semua orientasi bidang sudah ada dalam sampel, maka hukum Bragg dapat dipenuhi. Metode ini merupakan metode yang lebih cepat dan sederhana dibandingkan dengan metode kristal tunggal. Metode serbuk ini bisa menganalisa bahan apa yang terkandung dalam sampel juga dapat ditentukan secara kuantitatif (Cullity, 1956).

3.9. UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS)

Pada umumnya perangkat atau alat yang digunakan untuk mengukur energi celah pita adalah UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* atau UV-Vis DRS. *Diffuse Reflectance-UV* (DR-UV) dilakukan untuk menentukan besarnya celah energi yang dihasilkan oleh semikonduktor yang disintesis. Energi gap adalah celah energi antara pita valensi yang terisi elektron dan pita konduksi kosong dari elektron. Kesenjangan harga energi dalam semikonduktor sangat penting karena mempengaruhi kinerja semikonduktor dalam aliran elektron dan hole. Kesenjangan energi yang terlalu kecil akan menyebabkan elektron melompat dari pita valensi ke pita konduksi sehingga elektron kurang bebas, sedangkan celah energi yang terlalu besar akan menghambat loncatan elektron sehingga aliran elektron akan terhambat. Alat yang digunakan adalah spektrofotometer UV-

Vis. Analisis menggunakan Spektrofotometer UV-Vis dilakukan dengan rentang panjang gelombang 200 nm hingga 800 nm, pembacaan dari analisis ini adalah absorbansi dan panjang gelombang. Metode DRS didasarkan pada pengukuran intensitas UV-Vis yang dipantulkan oleh sampel. Alasan untuk metode ini cukup sederhana adalah jika bahan disinari dengan gelombang elektromagnetik, foton akan diserap oleh elektron dalam suatu material (Abdullah, 2009).

Ketika cahaya mengenai material kemudian sebagian akan diserap, dipantulkan dan ditransmisikan. Pada dasarnya ada tiga proses interaksi antara foton dan elektron dalam bahan, yaitu penyerapan, emisi spontan dan emisi yang terimbas. Energi setiap foton atau sinar dapat ditulis sebagai:

$$E = hv = h\frac{v}{\lambda}$$

Gambar 4. Rumus Energi foton (Widyandari, 2004)

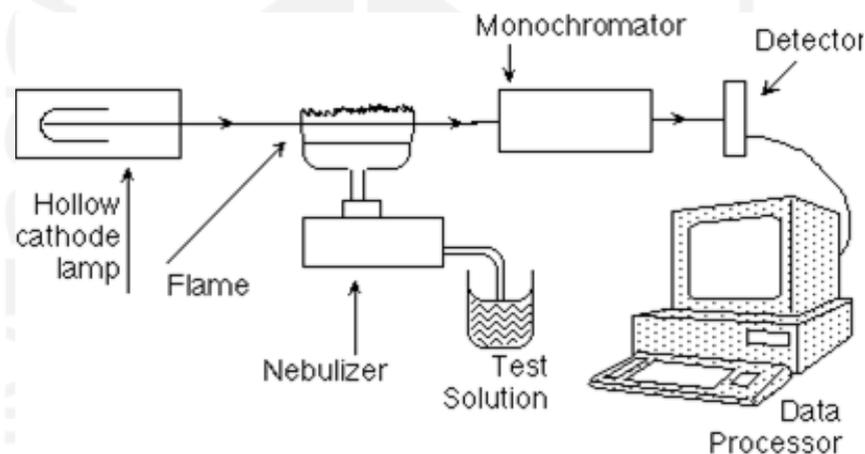
Ketika semikonduktor disinari, foton diserap dan kemudian terbentuk pasangan elektron-hole (a), jika keadaan yang terjadi adalah $hv = E_g$. Ketika $hv > E_g$ maka terbentuk pasangan elektron-hole dan kelebihan energi yang tidak terpakai ($hv - E_g$) diubah menjadi bentuk panas (b). Proses (a) dan (b) adalah transisi intrinsik (*band to band transition*). Ketika $hv < E_g$ maka foton akan diserap, jika ada keadaan energi di celah terlarang karena adanya cacat, transisi ekstrinsik terjadi (c). Proses adsorpsi foton menyebabkan elektron berpindah dari pita valensi ke pita konduksi di mana energi foton harus sama dengan atau lebih besar dari celah energi, dengan frekuensi ν sesuai dengan tepi serapan. (Putri, 2018).

3.10. Gas sorption analyzer (GSA)

Gas Sorption Analyzer (GSA) bukanlah alat analisis instrumen karena alat ini tidak mengubah sinyal listrik untuk menghasilkan data seperti instrumen lainnya. GSA hanya berfungsi untuk pengukuran fisik suatu material, termasuk luas permukaan, volume pori, radius pori-pori, dan distribusi pori. Pengukuran ini bertujuan untuk mengkarakterisasi suatu material bahan. Adapun syarat material yang dapat dikarakterisasi dengan GSA adalah padatan berpori, sebagai contoh

yaitu: material karbon, pengemban katalis, material organik, zeolit, alumina, lumpur, silica, keramik, semen, paper, serbuk logam, tulang (Sudarlin, 2012).

Hasil karakterisasi yang diperoleh dapat digunakan untuk berbagai keperluan penelitian maupun bidang industri. Misalnya, karbon aktif adalah bahan yang sering digunakan sebagai penyerap. Karakterisasi penyerapan karbon aktif tersebut, seperti daya serap, absorbat yang dapat diserap, dan sebagainya dapat dipelajari setelah mengetahui luas pori, volume pori, jari-jari pori, dan distribusi porinya. Bahkan, dengan data-data tersebut dapat pula dilakukan modifikasi terhadap karbon aktif untuk meningkatkan kemampuan penyerapannya (Sudarlin, 2012).

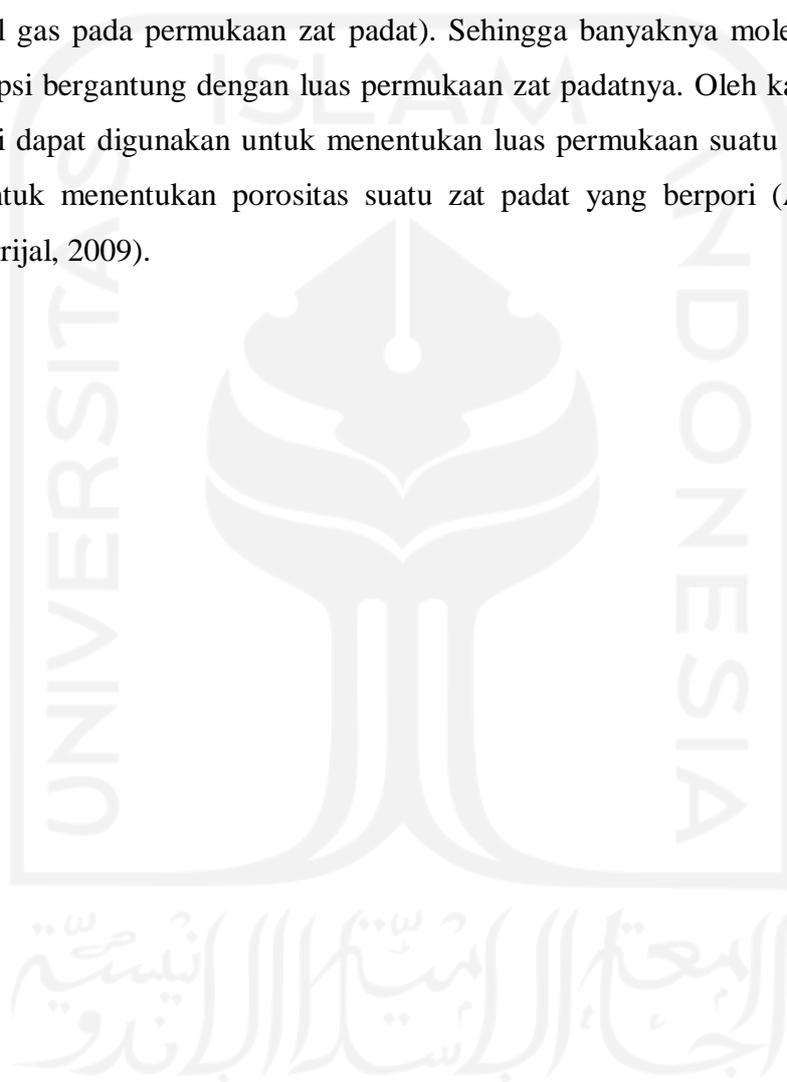


Gambar 5. Skema Alat GSA (Adamson dkk., 1967)

Alat ini terdiri dari dua bagian utama yaitu degasser dan analyzer. Degasser berfungsi untuk memberikan perlakuan awal pada padatan sebelum dianalisa, yaitu menghilangkan zat-zat pengotor (misalnya air, mineral, dan zat volatile lainnya) yang masih menempel/terperangkap pada pori/permukaan padatan tersebut. Fungsi ini disebut proses degassing. Prinsip kerja alat ini menggunakan mekanisme adsorpsi gas terhadap permukaan suatu bahan padat pada berbagai tekanan dan suhu yang konstan (isoterm). Gas yang biasanya digunakan pada GSA biasanya helium untuk mikropori (< 2 nm), nitrogen untuk mesopori ($2 - 5$ nm), atau argon untuk makropori (> 5 nm) (Adamson dkk., 1967).

Banyak teori serta model perhitungan untuk peneliti mengubah data yang dihasilkan alat menjadi luas permukaan, volume pori, serta distribusi pori dan

yang lainnya (Hartini., 2015). Contohnya yaitu untuk menghitung luas permukaan padatan yang paling banyak digunakan yaitu teori BET. Teori *Brunauer-Emmet-Teller* (BET) ini menganggap bahwa molekul padatan yang paling atas yaitu pada kesetimbangan dinamis (Chen., 2012). Dan juga pada teori BET dijelaskan mengenai fenomena adsorpsi molekul gas di permukaan zat padat (melekatnya molekul gas pada permukaan zat padat). Sehingga banyaknya molekul gas yang diadsorpsi bergantung dengan luas permukaan zat padatnya. Oleh karena itu teori BET ini dapat digunakan untuk menentukan luas permukaan suatu zat padat dan juga untuk menentukan porositas suatu zat padat yang berpori (Abdullah dan Khairurrijal, 2009).



BAB IV

METODOLOGI PENELITIAN

4.1. Alat dan Bahan

4.1.1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas beaker 50 mL, gelas beaker 100 mL, gelas beaker 250 mL, gelas ukur 100 mL, pipet ukur 25 mL, pipet ukur 10 mL, pipet ukur 5 mL, pipet tetes, labu ukur 1000 mL, labu ukur 100 mL, labu ukur 50 mL, labu ukur 25 mL, botol sampel, *ball* pipet, kaca arloji, pengaduk kaca, spatula, corong buchner 100 mm, pompa vakum, neraca analitik, *stirrer*, *magnetic stirrer*, cawan porselen, oven, lampu LED biru 3 watt, *Gas sorption analyzer* (GSA), *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DR UV-Vis), Spektrofotometer UV-Vis *Double beam* Hitachi U-2900, dan *X-Ray Diffraction* (XRD).

4.1.2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah perak nitrat (AgNO_3) (Merck, KgaA), diammonium hidrogen fosfat ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) (Merck, KgaA), akuades (H_2O), aseton p.a ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$), zat warna *Methylene Blue* ($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S}$) (Merck, KgaA), larutan buffer pH 3;5;7;9; dan 11 kertas saring *whatman*, kertas saring biasa, *aluminum foil*, dan plastik wrap.

4.2. Cara Kerja

4.2.1. Sintesis Ag_3PO_4

Dalam proses sintesis, perak nitrat ditimbang sebanyak 0,51 gram dimasukkan ke dalam gelas beaker 100 mL lalu dilarutkan dengan 75 mL akuades. Kemudian diammonium hidrogen fosfat ditimbang sebanyak 0,132 gram dimasukkan ke dalam gelas beaker 250 mL lalu dilarutkan dengan 25 mL akuades. Dicampurkan kedua larutan tersebut di atas *magnetic stirrer* dan ditetaskan larutan perak nitrat tetes demi tetes ke dalam larutan diammonium hidrogen fosfat dengan pengadukan selama 10 menit. Dipisahkan filtrat dan endapan dari campuran tersebut dengan cara disaring menggunakan kertas saring *whatman*, lalu diulangi pemisahan sebanyak 2 kali. Dicuci endapan yang

terbentuk dengan akuades sebanyak 3 kali dengan kondisi menggunakan pompa vakum, kemudian dicuci kembali menggunakan aseton sebanyak 1 kali. Endapan yang terbentuk dikeringkan dengan oven pada suhu 60 °C selama 24 jam. Sehingga didapatkan padatan Ag_3PO_4 (Dhanabal dkk., 2015).

4.2.2. Karakterisasi Material Ag_3PO_4

Karakterisasi yang dilakukan pada material fotokatalis perak fosfat (Ag_3PO_4) meliputi karakterisasi menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD) untuk menentukan fasa dan kristalinitas suatu padatan, *Gas sorption analyzer* (GSA) untuk menentukan luas permukaan pada katalis menggunakan metode BET, *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DR UV-Vis) untuk menentukan *energy band gap* atau energi celah pita dan Spektrofotometer UV-Vis *Double Beam* untuk menentukan absorbansi pada sampel dan persen degradasi pada zat warna.

4.2.3. Pembuatan Larutan Sampel *Methylene Blue*

1. Pembuatan Larutan Induk 1000 ppm

Pembuatan larutan induk 1000 ppm dilakukan dengan ditimbang 1 gram serbuk *Methylene Blue* yang dilarutkan dengan 100 mL akuades dalam gelas beaker. Kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 1000 mL lalu diencerkan dengan akuades hingga tanda batas dan digojog hingga homogen.

2. Pembuatan Larutan Standar 100 ppm

Larutan standar dibuat dari larutan induk 1000 ppm yang diencerkan menjadi 100 ppm sebanyak 100 mL, dengan cara diambil 10 mL larutan *Methylene Blue* 1000 mL lalu diencerkan dengan akuades menggunakan labu takar 100 mL hingga tanda batas dan digojog hingga homogen. Sehingga diperoleh larutan *Methylene Blue* 100 ppm sebanyak 100 mL.

3. Pembuatan Larutan Standar 2,4,6,8, dan 10 ppm

a. 2 ppm

Larutan standar 100 ppm diambil sebanyak 0,5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Selanjutnya diencerkan dengan akuades hingga tanda batas dan digojog hingga homogen.

b. 4 ppm

Larutan standar 100 ppm diambil sebanyak 1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Selanjutnya diencerkan dengan akuades hingga tanda batas dan digojog hingga homogen.

c. 6 ppm

Larutan standar 100 ppm diambil sebanyak 1,5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Selanjutnya diencerkan dengan akuades hingga tanda batas dan digojog hingga homogen.

d. 8 ppm

Larutan standar 100 ppm diambil sebanyak 2 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Selanjutnya diencerkan dengan akuades hingga tanda batas dan digojog hingga homogen.

e. 10 ppm

Larutan standar 100 ppm diambil sebanyak 2,5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Selanjutnya diencerkan dengan akuades hingga tanda batas dan digojog hingga homogen.

4. Pembuatan Larutan Sampel 10 ppm

Larutan *Methylene Blue* 100 ppm diambil sebanyak 10 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Selanjutnya diencerkan dengan akuades hingga tanda batas. Larutan dihomogenkan sehingga diperoleh larutan *Methylene Blue* dengan konsentrasi 10 ppm.

4.2.4. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Larutan *Methylene Blue* (MB)

Larutan kerja *methylene blue* 10 ppm diukur panjang gelombang maksimal pada rentang 200 nm hingga 800 nm dengan melihat absorbansi tertinggi

menggunakan alat spektrofotometer *UV-Vis Double Beam*. Hasil yang diperoleh digambarkan pada grafik dengan absorbansi sebagai sumbu y dan panjang gelombang cahaya sebagai sumbu x. Panjang gelombang maksimum adalah panjang gelombang yang memberikan nilai absorbansi maksimum.

4.2.5. Penentuan Kondisi pH, Konsentrasi, dan Waktu Kontak Optimum Material Ag_3PO_4 Terhadap Fotodegradasi Methylene Blue (MB)

4.2.5.1. Penentuan pH Optimum

Lima buah botol vial 100 mL masing-masing diisi dengan 50 mL larutan *methylene blue* 10 ppm. Kemudian larutan tersebut dilakukan variasi pH, yaitu pH 3, pH 5, pH 7, pH 9, dan pH 11. Variasi pH dilakukan dengan menambahkan larutan buffer sebanyak 5 mL sesuai pH yang diinginkan. Setelah itu, ke dalam masing-masing botol vial dimasukkan material Ag_3PO_4 sejumlah 0,06 gram. Selanjutnya 5 botol vial yang telah siap, dimasukkan ke dalam kotak radiasi yang di dalamnya berisi *shaker* dan lampu LED 3 watt warna biru. Masing-masing botol vial yang berisi larutan sampel tersebut diaduk menggunakan *shaker* dalam kondisi disinari dengan lampu visibel 3 watt selama 1 jam 15 menit dengan jarak lampu 20 cm dan dengan keadaan botol vial tanpa tutup atau terbuka agar larutan dapat terkena cahaya secara langsung. Setelah proses degradasi selesai, suspensi dari masing-masing botol vial disaring menggunakan kertas saring biasa untuk memisahkan suspensi dari filtratnya. Filtrat yang diperoleh dari masing-masing botol vial diukur absorbansinya dengan spektrofotometer *UV-Vis Double beam* pada panjang gelombang maksimum dari *methylene blue*.

Nilai absorbansi yang diperoleh kemudian dimasukkan ke dalam persamaan regresi linear larutan *methylene blue*, sehingga diperoleh konsentrasi akhir *methylene blue* setelah mengalami degradasi. Nilai konsentrasi dari *methylene blue* kemudian dimasukkan ke dalam rumus persentase degradasi (%D), yang dirumuskan sebagai berikut :

$$\text{Persentase Degradasi (\%D)} = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\%$$

Dari nilai %D maka dapat diketahui. pH optimum.

4.2.5.2. Penentuan Konsentrasi Optimum

Lima buah botol vial 100 mL masing-masing diisi dengan 50 mL larutan *methylene blue* pada berbagai konsentrasi, yaitu 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, 25 ppm, dan 30 ppm pada kondisi pH optimum yang telah diperoleh dari percobaan sebelumnya. Setelah itu, ke dalam masing-masing botol vial dimasukkan material Ag_3PO_4 sejumlah 0,06 gram. Selanjutnya 5 botol sampel yang telah siap, dimasukkan ke dalam kotak radiasi yang di dalamnya berisi *shaker* dan lampu LED 3 watt warna biru. Masing-masing botol vial yang berisi larutan sampel tersebut diaduk menggunakan *shaker* dalam kondisi disinari dengan lampu visibel 3 watt selama 1 jam 15 menit dengan jarak lampu 20 cm dan dengan keadaan botol vial tanpa tutup atau terbuka agar larutan dapat terkena cahaya secara langsung. Setelah proses degradasi selesai, suspensi dari masing-masing botol vial disaring menggunakan kertas saring biasa untuk memisahkan suspensi dari filtratnya. Filtrat yang diperoleh dari masing-masing botol vial diukur absorbansinya dengan spektrofotometer *UV-Vis Double beam* pada panjang gelombang maksimum dari *methylene blue*.

Nilai absorbansi yang diperoleh kemudian dimasukkan ke dalam persamaan regresi linear larutan *methylene blue*, sehingga diperoleh konsentrasi akhir *methylene blue* setelah mengalami degradasi. Nilai konsentrasi dari *methylene blue* kemudian dimasukkan ke dalam rumus persentase degradasi (%D), yang dirumuskan sebagai berikut :

$$\text{Persentase Degradasi (\%D)} = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\%$$

Dari nilai %D maka dapat diketahui konsentrasi optimum.

4.2.5.3. Penentuan Waktu Kontak Optimum

Lima buah botol vial 100 mL masing-masing diisi dengan 50 mL larutan *methylene blue* pada kondisi konsentrasi dan pH optimum yang telah diperoleh dari percobaan sebelumnya. Setelah itu, ke dalam masing-masing botol vial dimasukkan material Ag_3PO_4 sejumlah 0,06 gram. Selanjutnya 5 botol sampel yang telah siap, dimasukkan ke dalam kotak radiasi yang di dalamnya berisi

shaker dan lampu LED 3 watt warna biru. Masing–masing botol vial yang berisi larutan sampel tersebut diaduk menggunakan *shaker* dalam kondisi disinari dengan lampu visibel 3 watt dengan berbagai variasi waktu, yaitu 10, 30, 60, 90, dan 120 menit dengan jarak lampu 20 cm dan dengan keadaan botol vial tanpa tutup atau terbuka agar larutan dapat terkena cahaya secara langsung. Setelah proses degradasi selesai, suspensi dari masing-masing botol vial disaring menggunakan kertas saring biasa untuk memisahkan suspensi dari filtratnya. Filtrat yang diperoleh dari masing-masing botol vial diukur absorbansinya dengan spektrofotometer *UV-Vis Double beam* pada panjang gelombang maksimum dari *methylene blue*.

Nilai absorbansi yang diperoleh kemudian dimasukkan ke dalam persamaan regresi linear larutan *methylene blue*, sehingga diperoleh konsentrasi akhir *methylene blue* setelah mengalami degradasi. Nilai konsentrasi dari *methylene blue* kemudian dimasukkan ke dalam rumus persentase degradasi (%D), yang dirumuskan sebagai berikut :

$$\text{Persentase Degradasi (\%D)} = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\%$$

Dari nilai %D maka dapat diketahui variasi optimum.

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis dan karakterisasi perak fosfat (Ag_3PO_4). Sintesis Ag_3PO_4 menggunakan metode kopresipitasi, karena metode ini memiliki proses yang sederhana dengan menggunakan suhu kamar. Karakterisasi material dilakukan menggunakan beberapa instrument, antara lain yaitu *X-ray Diffraction* (XRD), *Gas sorption analyzer* (GSA), *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DR UV-Vis), Spektrofotometer UV-Vis *Double Beam*. Selanjutnya pada aplikasi dari Ag_3PO_4 digunakan sebagai fotokatalis untuk mendegradasi zat warna *methylene blue*.

5.1. Sintesis Ag_3PO_4

Pada sintesis kali ini digunakan perak fosfat (Ag_3PO_4) yang merupakan fotokatalis semikonduktor baru yang memiliki kemampuan penyerapan yang kuat serta kemampuannya dalam memanfaatkan sinar tampak dengan panjang gelombang yang lebih rendah dari 530 nm. Fotokatalis Ag_3PO_4 adalah salah satu fotokatalis yang memiliki aktivitas degradasi yang cukup baik terhadap senyawa pewarna.

Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa-senyawa anorganik berdasarkan pengendapan lebih dari satu substansi yang dilakukan bersama-sama saat melewati titik jenuh. Metode kopresipitasi adalah metode yang digunakan untuk menghasilkan serbuk yang memiliki keunggulan seperti pencampuran homogen yang terjadi dari endapan reaktan yang menurunkan suhu reaksi dan proses dari metode ini untuk mensintesis serbuk oksida logam sangat sederhana. Namun metode ini memiliki beberapa kelemahan seperti tidak bekerja dengan baik bila menggunakan reaktan dengan kelarutan yang berbeda, proses ini tidak cocok untuk pembuatan bahan dengan tingkat kemurnian yang tinggi, selain itu metode ini tidak memiliki kondisi sintesis yang umum dalam pembentukan beberapa oksida logam.

Dalam sintesis Ag_3PO_4 ini digunakan metode kopresipitasi dengan 2 tahapan yaitu tahapan pelarutan dan tahapan pengendapan. Untuk melakukan sintesis Ag_3PO_4 , digunakan sumber Ag yaitu prekursor AgNO_3 sebanyak 0,51

gram dan juga sumber fosfat yaitu $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ sebanyak 0,132 gram serta solvent yang digunakan yaitu akuades. AgNO_3 atau perak nitrat dilarutkan dengan 75 mL akuades di dalam gelas beaker 100 mL, sedangkan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ atau diammonium hidrogen fosfat dilarutkan dengan 25 mL akuades di dalam gelas beaker 250 mL. Kemudian dicampur kedua larutannya diatas *magnetic stirrer* agar pengadukan lebih maksimal dan menjadi lebih homogen dengan pengadukan selama 10 menit. Kedua larutan dicampurkan melalui cara ditetaskan larutan AgNO_3 atau perak nitrat ke dalam larutan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ diammonium hidrogen fosfat secara tetes demi tetes. Terbentuknya Ag_3PO_4 ditandai dengan muncul endapan kuning pada saat melakukan sintesis Ag_3PO_4 . Adapun reaksi yang terbentuk antara AgNO_3 dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ sebagai berikut:



Gambar 6. Pengendapan Ag_3PO_4

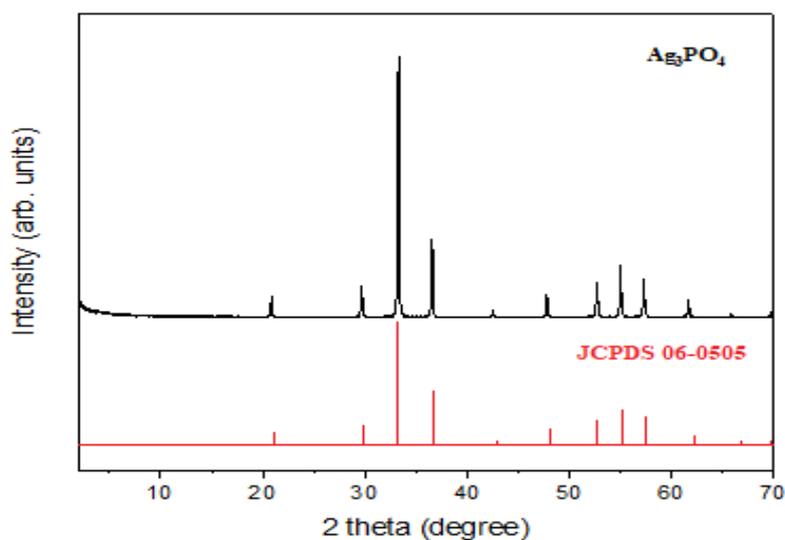
Kemudian dipisahkan filtrat dan endapan dari campuran tersebut dengan cara disaring menggunakan kertas saring *whatman*, lalu diulangi pemisahan sebanyak 2 kali. Dicuci endapan yang terbentuk dengan akuades sebanyak 3 kali dengan kondisi menggunakan pompa vakum, kemudian dicuci kembali menggunakan aseton sebanyak 1 kali. Endapan yang terbentuk dikeringkan dengan oven pada suhu $60\text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam. Sehingga didapatkan padatan Ag_3PO_4 .



Gambar 7. Hasil Sintesis Ag_3PO_4

5.2. Karakterisasi Ag_3PO_4 dengan *X-ray Diffraction* (XRD)

Material Ag_3PO_4 hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD) bertujuan untuk mengetahui fasa dan kristalinitas. Adapun data yang akan diperoleh XRD yaitu berupa difaktogram dan akan dibandingkan dengan standar JCPDS No. 06-0505. Pola difraksi pada sinar-X menunjukkan intensitas puncak difraksi sebagai fungsi dari sudut 2θ . Hasil karakterisasi Ag_3PO_4 dengan XRD dapat dilihat pada Gambar 9.



Gambar 8. Difaktogram pada material Ag_3PO_4

Berdasarkan standar JCPDS No. 06-0505 dengan sudut-sudut 2θ sebesar $33,29^\circ$; $36,59^\circ$; $55,02^\circ$; $57,28^\circ$; dan $52,70^\circ$. Dapat dilihat bahwa difaktogram pada material Ag_3PO_4 hasil penelitian cocok dengan standar JCPDS No. 06-0505 ditandai dengan keberadaan pada 5 puncak tertinggi sudut-sudut 2θ yaitu sebesar $33,304^\circ$; $36,591^\circ$; $55,022^\circ$; $57,291^\circ$; dan $52,700^\circ$ dengan intensitas yaitu sebesar 100%; 30,96%; 21,75%; 17,61%; dan 15,01%.

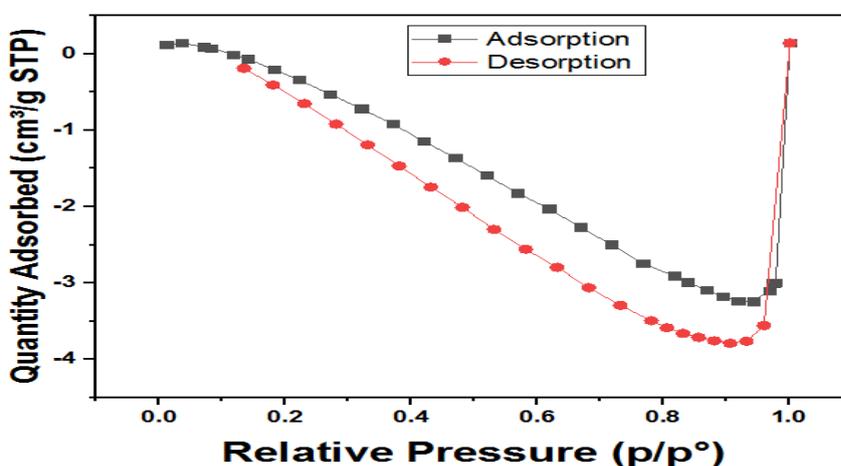
Sehingga pada penelitian kali ini, Ag_3PO_4 dapat dikatakan sesuai dengan dilihat pada sudut puncak 2θ yaitu $33,304^\circ$ yang memiliki puncak tajam dengan intensitas yang tinggi yaitu 100%. Adapun ukuran kristal dari Ag_3PO_4 yang dihitung dengan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* yaitu sebesar 69,13642 nm; 75,42018 nm; 84,54472 nm; 83,85976 nm; dan 77,80880 nm. Dapat disimpulkan jika dilihat dari hasil difaktogram tidak terlihat fase lain yang tidak sesuai dengan Ag_3PO_4 , yang berarti sudah murni Ag_3PO_4 dan dapat dikatakan kemurnian sampel Ag_3PO_4 cukup tinggi serta material Ag_3PO_4 dapat dikatakan memiliki kristalinitas.

5.3. Karakterisasi Ag_3PO_4 dengan *Gas Sorption Analyzer* (GSA)

Material Ag_3PO_4 hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *Gas Sorption Analyzer* (GSA) bertujuan untuk mengetahui luas permukaan pada katalis menggunakan metode BET, karena luas permukaan material merupakan salah satu hal yang penting bagi aktivitas katalitik di dalam suatu material. Pada metode BET ini dapat mengetahui distribusi volume serta ukuran pori yang disintesis dari pola desorpsi dan adsorpsi, sehingga diperoleh hasil dari grafik isotherm atau pola desorpsi dan adsorpsi yang diperoleh.

Teori Brunauer-Emmet-Teller (BET) menganggap bahwa padatan yang paling atas berada pada kesetimbangan dinamis (Chen, 2012). Teori BET juga menjelaskan mengenai fenomena adsorpsi molekul gas di permukaan zat padat (melekatnya molekul gas pada permukaan zat padat). Banyaknya molekul gas yang di adsorpsi tergantung pada luas permukaan zat padatnya. Oleh karena itu, teori BET dapat digunakan untuk menentukan luas permukaan suatu zat padat (Abdullah, 2009).

Dapat dilihat pada Gambar 8. Hasil grafik tersebut menunjukkan bahwa pada katalis Ag_3PO_4 memiliki ciri pori yaitu berada pada mesopori dengan adanya adsorpsi desorpsi serta memiliki luas permukaan sebesar $0.1491 \text{ m}^2/\text{g}$, volume pori sebesar $0.000221 \text{ cm}^3/\text{g}$, luas permukaan spesifik sebesar $1.3895 \text{ m}^2/\text{g}$, dan ukuran pori sebesar 5.92259 nm . Karena berdasarkan ukuran porinya, material berpori dapat diklasifikasikan menjadi mikropori, mesopori, dan makropori. Dimana mikropori untuk partikel dengan ukuran pori lebih kecil dari 2 nm . Mesopori adalah partikel yang ukuran porinya antara 2 sampai 50 nm . Makropori adalah partikel dengan ukuran pori di atas 50 nm .



Gambar 9. Grafik isoterm desorpsi dan adsorpsi Ag_3PO_4

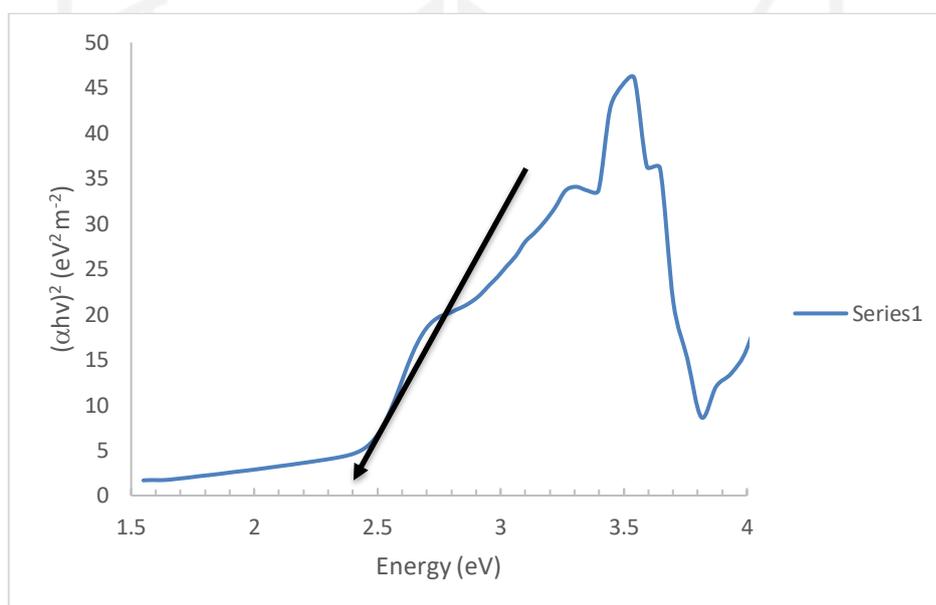
Jika dilihat dari bentuk grafik diatas, bahwa terjadi peristiwa adsorpsi dan desorpsi yang menunjukkan terjadinya isoterm kurang sempurna yang seharusnya ditandai dengan adanya kenaikan dan penurunan pada grafik yang dihasilkan. Pada saat terjadinya adsorpsi, seharusnya grafik akan mengalami kenaikan volume tetapi pada grafik diatas menunjukkan penurunan volume, saat desorpsi mengalami penurunan volume sesuai dengan teori yang sudah ada.

5.4. Karakterisasi Ag_3PO_4 dengan *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DR UV-Vis)

Material Ag_3PO_4 hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DR-UV) bertujuan untuk mengetahui *energy band gap* atau energi celah pita nya. Untuk menghitung *energy band gap* dapat

menggunakan persamaan Kubelka-Munk. Pada pengukuran *energy band gap* penting dilakukan karena kerja semikonduktor logam dipengaruhi oleh *energy band gap*. Penentuan hasil spektrum dengan instrumen DR-UV menggunakan metode *touc plot* dengan cara menarik garis tegak lurus dari puncak spektrum tertinggi hingga terendah. Dengan menggunakan metode persamaan Kubelka-munk energi *band gap* (E_g) dapat diketahui dengan rumus:

$$E_g = \frac{h \cdot c}{\lambda}$$

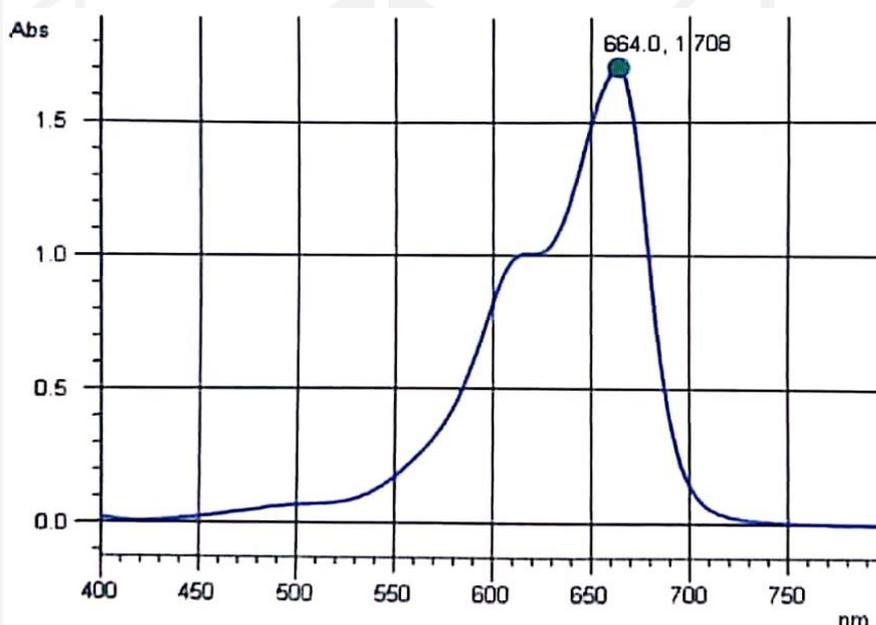


Gambar 10. Penentuan energy band gap pada Ag_3PO_4

Sehingga dapat dilihat hasil penentuan pada Ag_3PO_4 memiliki keadaan *band gap* sebesar 2,4 eV yang artinya mampu menyerap foton hingga pada panjang gelombang lebih rendah ~530 nm. Nilai *band gap* Ag_3PO_4 pada penelitian ini sesuai dengan nilai *band gap* pada penelitian yang dilakukan sebelumnya yaitu 2,40 eV, sehingga bisa dikatakan bahwa Ag_3PO_4 sudah terbentuk dan termasuk material semikonduktor (Oliveira dkk., 2021).

5.5. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Larutan *Methylene Blue* (MB).

Pada penentuan panjang gelombang maksimum MB dapat dilakukan dengan cara mengukur larutan sampel MB 10 ppm pada rentang 200 hingga 800 nm dengan analisis menggunakan spektrofotometer *UV-Vis Double Beam*. Pengukuran panjang gelombang yang digunakan untuk analisis yaitu panjang gelombang dimana suatu zat memberikan penyerapan paling tinggi atau disebut dengan lambda maks. Diperoleh panjang gelombang maksimum dari MB yaitu 664.0 nm. Hal ini sesuai dengan hasil pengukuran panjang gelombang serapan maksimum yang dilakukan oleh Monash dkk (2008), yaitu panjang gelombang *methylene blue* yaitu 664 nm.



Gambar 11. Kurva Panjang Gelombang Maksimum Methylene Blue

5.6. Pengaruh Kondisi pH, Konsentrasi, dan Waktu Kontak Optimum Material Ag_3PO_4 Terhadap Fotodegradasi *Methylene Blue* (MB)

5.6.1. Penentuan Pengaruh pH Optimum

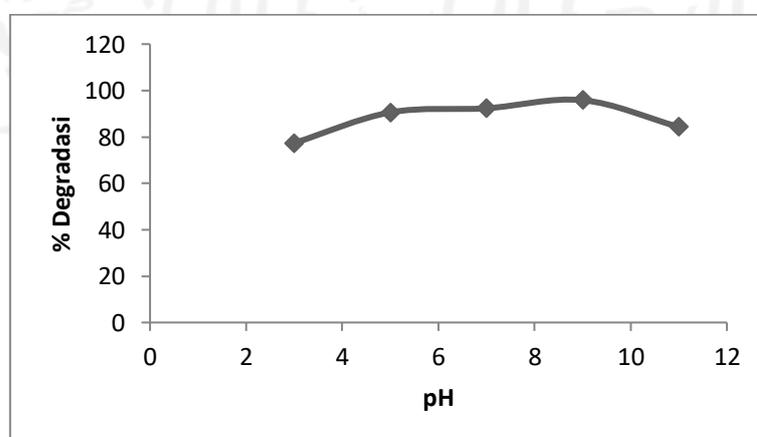
Pada penentuan pengaruh pH terhadap fotodegradasi MB dilakukan dengan variasi pH larutan MB 10 ppm pada pH 3, 5, 7, 9, dan 11. Dilakukan berbagai macam variasi pH mulai dari pH asam, netral, dan basa yaitu untuk mengetahui kondisi yang optimum pada material Ag_3PO_4 saat mendegradasi larutan MB. Larutan MB 10 ppm yang telah dibuat ditambahkan masing-masing 5

mL larutan buffer sesuai dengan variasi pH yang ingin dilakukan, kemudian ditambahkan sebanyak 0,06 gram material Ag_3PO_4 sebagai fotokatalis dan larutan MB didegradasi selama 1 jam 15 menit di dalam kotak radiasi berisi *shaker* dengan lampu LED 3 watt warna biru.

Proses fotodegradasi dilakukan dengan botol vial tanpa tutup agar larutan dapat terkena cahaya langsung dan lebih optimal degradasi nya. Setelah proses degradasi selesai, suspensi dari masing-masing botol vial disaring menggunakan kertas saring biasa untuk memisahkan suspensi dari filtratnya. Filtrat yang diperoleh dari masing-masing botol vial diukur absorbansinya dengan spektrofotometer *UV-Vis Double beam* pada panjang gelombang maksimum dari *methylene blue*.

Tabel 4. Data analisis pH optimum fotodegradasi MB

Sample	Abs	Conc (mg/L)	%Degradasi
pH 3	0,409	2,261	77,39
pH 5	0,173	0,943	90,57
pH 7	0,142	0,766	92,34
pH 9	0,079	0,416	95,84
pH 11	0,107	0,569	84,31



Gambar 12. Kurva Hubungan antara pH dan % Degradasi

Dalam proses fotodegradasi, peran pH yaitu untuk mengkarakterisasi jenis limbah zat warna tekstil dan menghasilkan radikal hidroksil. Radikal hidroksil memiliki kereaktifan yang tinggi dalam mengoksidasi reagen, sehingga dengan meningkatnya jumlah radikal hidroksil akan semakin banyak zat warna yang dapat terdegradasi. (Ali, 2006). Berdasarkan tabel diatas, didapat % degradasi pada pH 3 sebesar 77,39%, pada pH 5 sebesar 90,57%, pada pH 7 sebesar 92,34 %, pada pH 9 sebesar 95,84 %, dan pada pH 11 sebesar 84,31 %.

Dalam lingkungan pH yang rendah Ag_3PO_4 dianggap jenuh dengan kelebihan ion H^+ yang menghambat MB menjadi terikat, sehingga pada kondisi asam dapat mengurangi jumlah muatan positif pada permukaan katalis. Sedangkan pada lingkungan pH yang tinggi Ag_3PO_4 terdapat kelebihan anion OH^- yang memfasilitasi fotodegradasi OH^- radikal. (Chakrabarti, 2004). Dapat disimpulkan bahwa pH 9 atau pada pH yang basa merupakan pH optimum pada material Ag_3PO_4 saat mendegradasi larutan MB. Hal ini dapat terjadi karena permukaan Ag_3PO_4 pada kondisi asam cenderung bermuatan positif, namun pada kondisi basa cenderung bermuatan negatif, dan juga *methylene blue* merupakan zat warna kationik yang bermuatan positif sehingga zat warna *methylene blue* akan bergerak menuju permukaan fotokatalis yang akan memudahkan proses fotodegradasi.

5.6.2. Penentuan Pengaruh Konsentrasi Optimum

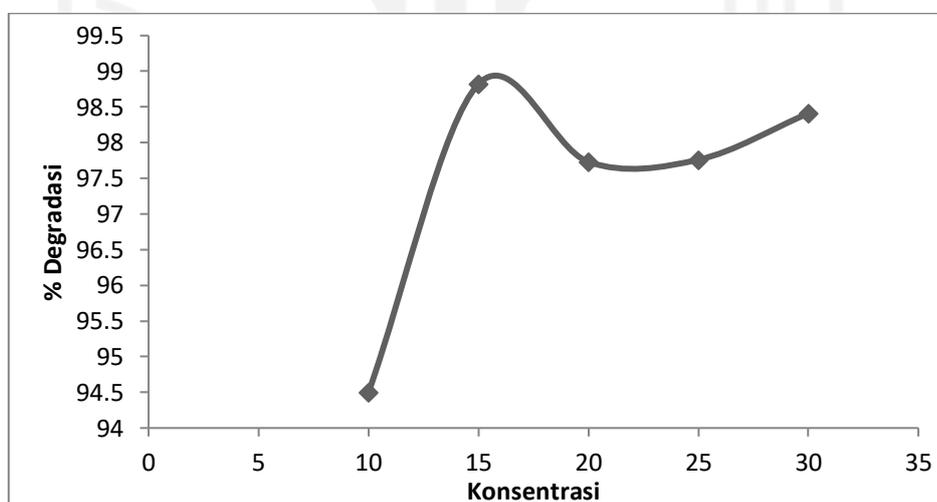
Pada penentuan pengaruh konsentrasi terhadap fotodegradasi MB dilakukan dengan variasi konsentrasi larutan MB pada konsentrasi 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, 25 ppm, dan 30 ppm. Dilakukan berbagai macam variasi konsentrasi untuk mengetahui kondisi konsentrasi yang optimum pada material Ag_3PO_4 saat mendegradasi larutan MB. Larutan MB dengan variasi yang telah dibuat ditambahkan masing-masing 5 mL larutan buffer pH 9, kemudian ditambahkan sebanyak 0,06 gram material Ag_3PO_4 sebagai fotokatalis dan larutan MB didegradasi selama 1 jam 15 menit di dalam kotak radiasi berisi *shaker* dengan lampu LED 3 watt warna biru.

Proses fotodegradasi dilakukan dengan botol vial tanpa tutup agar larutan dapat terkena cahaya langsung dan lebih optimal degradasi nya. Setelah proses

degradasi selesai, suspensi dari masing-masing botol vial disaring menggunakan kertas saring biasa untuk memisahkan suspensi dari filtratnya. Filtrat yang diperoleh dari masing-masing botol vial diukur absorbansinya dengan spektrofotometer *UV-Vis Double beam* pada panjang gelombang maksimum dari *methylene blue*.

Tabel 5. Data analisis konsentrasi optimum fotodegradasi MB

Sample	Abs	Conc (mg/L)	%Degradasi
10 ppm	0,209	0,550	94,5
15 ppm	0,140	0,177	98,82
20 ppm	0,191	0,454	97,73
25 ppm	0,210	0,559	97,76
30 ppm	0,195	0,477	98,41



Gambar 13. Kurva Hubungan antara Konsentrasi dan % Degradasi

Berdasarkan tabel diatas, didapat % degradasi pada konsentrasi 10 ppm sebesar 94,5%, dan terdapat kenaikan pada konsentrasi 15 ppm sebesar 98,82%, namun pada konsentrasi 20 ppm menurun sebesar 97,73%, konsentrasi 25 ppm tetap stabil sebesar 97,76%, tetapi terjadi kenaikan kembali pada konsentrasi 30

ppm sebesar 98,41%. Sehingga dapat disimpulkan bahwa konsentrasi yang optimum pada material Ag_3PO_4 saat mendegradasi larutan MB terdapat pada konsentrasi 15 ppm.

Untuk meningkatkan efisiensi degradasi dapat dilakukan dengan cara meningkatkan kuantitas katalis, karena semakin banyaknya katalis dalam larutan dengan konsentrasi yang tinggi dapat menyebabkan meningkatnya molekul MB di permukaan katalis, jika katalis semakin banyak maka radikal OH yang terbentuk juga semakin banyak, namun jika katalis sedikit akan mempengaruhi pembentukan radikal hidroksil ($\text{OH}\cdot$) dan membuat kemampuan katalis menurun, karena permukaan katalis tertutupi oleh banyaknya molekul MB (Chitambararaj dkk., 2013). Pada saat jumlah katalis tetap, maka luas permukaan tetap dan menyebabkan spesies $\text{OH}\cdot$ yang dihasilkan juga tetap, sehingga akan terjadi kekurangan pasokan radikal pada saat proses degradasi (Palupi, 2006).

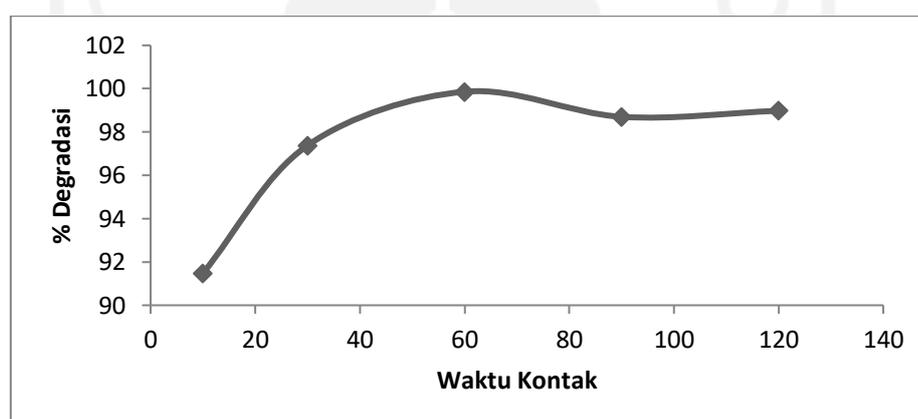
5.6.3. Penentuan Pengaruh Waktu Kontak Optimum

Pada penentuan pengaruh waktu kontak terhadap fotodegradasi MB dilakukan dengan berbagai macam variasi waktu kontak untuk mengetahui kondisi waktu kontak yang optimum pada material Ag_3PO_4 saat mendegradasi larutan MB. Larutan MB 15 ppm yang telah dibuat ditambahkan masing-masing 5 mL larutan buffer pH 9, kemudian ditambahkan sebanyak 0,06 gram material Ag_3PO_4 sebagai fotokatalis dan larutan MB didegradasi dengan berbagai macam variasi waktu kontak, yaitu selama 10 menit, 30 menit, 60 menit, 90 menit, dan 120 menit di dalam kotak radiasi berisi *shaker* dengan lampu LED 3 watt warna biru.

Proses fotodegradasi dilakukan dengan botol vial tanpa tutup agar larutan dapat terkena cahaya langsung dan lebih optimal degradasi nya. Setelah proses degradasi selesai, suspensi dari masing-masing botol vial disaring menggunakan kertas saring biasa untuk memisahkan suspensi dari filtratnya. Filtrat yang diperoleh dari masing-masing botol vial diukur absorbansinya dengan spektrofotometer *UV-Vis Double beam* pada panjang gelombang maksimum dari *methylene blue*.

Tabel 6. Data analisis waktu kontak optimum fotodegradasi MB

Sample	Abs	Conc (mg/L)	%Degradasi
10 menit	0,310	1,277	91,48
30 menit	0,160	0,392	97,38
60 menit	0,098	0,021	99,86
90 menit	0,269	0,194	98,70
120 menit	0,120	0,152	98,98

**Gambar 14.** Kurva Hubungan antara Waktu Kontak dan % Degradasi

Berdasarkan tabel diatas, didapat % degradasi yang menunjukkan kestabilan pada waktu kontak 10 menit yaitu sebesar 91,48%, pada waktu kontak 30 menit sebesar 97,38%, pada waktu kontak 60 menit sebesar 99,86%, dan terjadi penurunan pada waktu kontak 90 menit sebesar 98,70%, namun stabil kembali pada waktu kontak 120 menit sebesar 98,98%. Sehingga dapat disimpulkan bahwa waktu kontak optimum material Ag_3PO_4 saat mendegradasi larutan MB yaitu waktu kontak pada 60 menit.

Kinetika reaksi digunakan untuk mengetahui laju degradasi yang terjadi pada katalis terhadap zat warna *methylene blue* yang dipengaruhi oleh waktu kontak. Dalam penelitian ini, laju degradasi dapat diketahui dengan menentukan orde reaksinya. Orde reaksi laju suatu reaksi kimia dapat diartikan sebagai

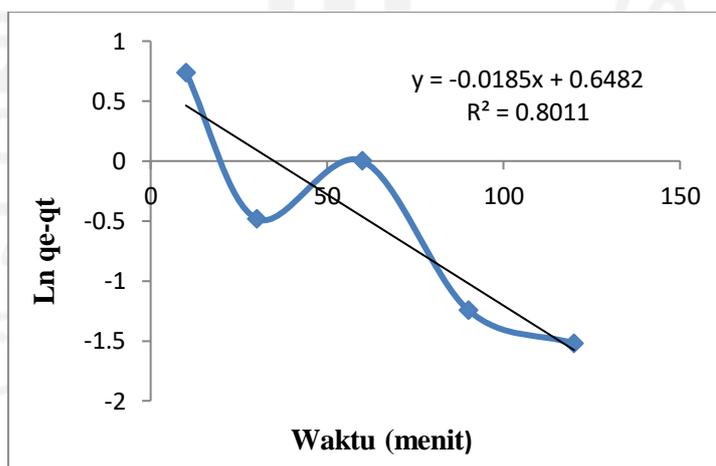
kecepatan terjadinya suatu reaksi, sehingga dari data kinetika reaksi yang diperoleh dapat dipahami dinamika proses degradasi berdasarkan orde desorpsi. Kinetika reaksi zat warna *methylene blue* pada sampel Ag_3PO_4 ditentukan berdasarkan persamaan reaksi pseudo orde satu dan pseudo orde dua. Dalam model kinetika pseudo orde satu, secara umum dinyatakan dengan persamaan sebagai berikut :

$$\ln(q_e - qt) = \ln q_e - k \cdot t$$

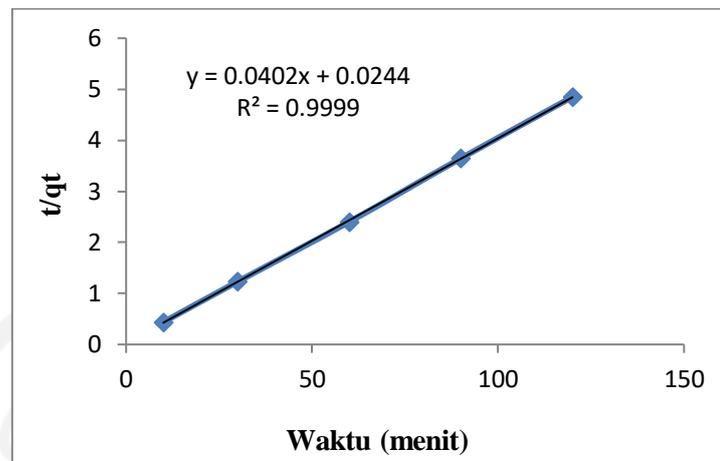
Jika dilakukan plot $\ln(q_e - qt)$ vs t maka k dan q_e (terhitung) dimana k merupakan slope dan q_e merupakan intersep (Maylani, 2015). Untuk model pseudo orde dua dapat dinyatakan dengan persamaan sebagai berikut :

$$\frac{t}{qt} = \frac{1}{k_2(q_e)^2} + \frac{1}{q_e} t$$

Jika pseudo orde dua dilakukan plot (t/qt) vs t , maka akan memperoleh nilai $1/k_2q_e^2$ dari intersep dan $1/q_e$ dari slope. Untuk menentukan orde reaksi pada kinetika reaksi fotodegradasi MB dalam sampel Ag_3PO_4 dapat dilihat dari koefisien determinasi atau R^2 di tiap orde reaksi yang nilai R^2 nya merupakan nilai mutlak yaitu satu.



Gambar 15. Grafik Data Orde Reaksi Hasil Fotodegradasi MB Pseudo Orde Satu



Gambar 16. Grafik Data Orde Reaksi Hasil Fotodegradasi MB Pseudo Orde Dua

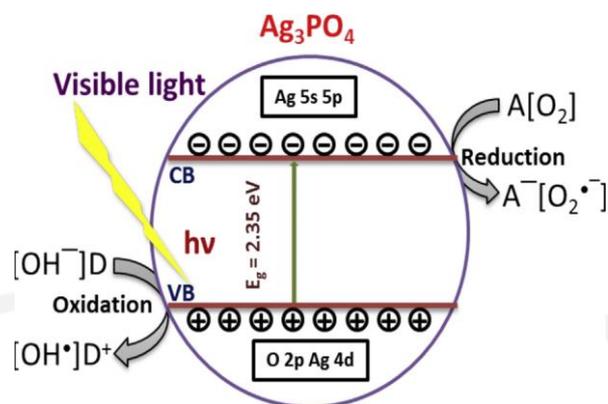
Dapat dilihat pada Gambar 16, pseudo orde dua memiliki nilai R^2 yang lebih tinggi yaitu sebesar 0,9999 dibandingkan dengan Gambar 15 yaitu pada pseudo orde satu yang memiliki nilai R^2 sebesar 0,8011, hal ini menunjukkan bahwa pseudo orde reaksi pada hasil fotodegradasi *methylene blue* menggunakan katalis Ag_3PO_4 adalah pseudo orde dua yang didukung oleh nilai koefisien determinasi (R^2) yang paling mendekati angka satu.

Tabel 7. Data Orde Reaksi Hasil Fotodegradasi MB

Model Kinetika Reaksi	Nilai K (menit)	R^2
Pseudo Orde Satu	0,0185	0,8011
Pseudo Orde Dua	- 0,0402	0,9999

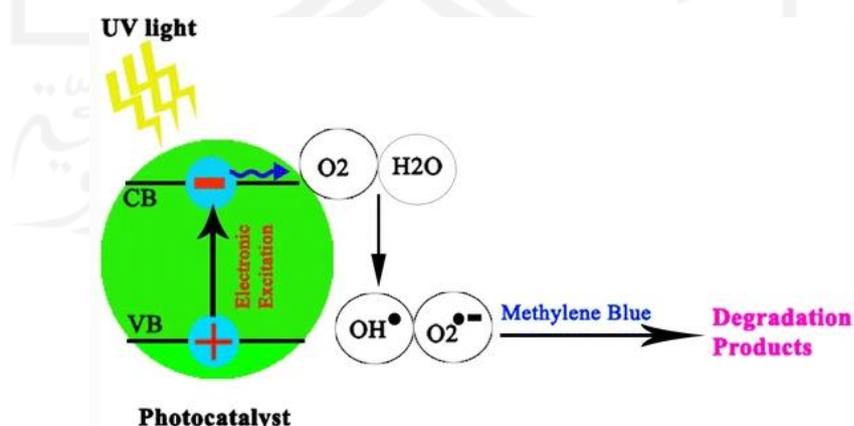
Berdasarkan Tabel 7 dapat diketahui bahwa fotodegradasi pada zat warna *methylene blue* menggunakan katalis Ag_3PO_4 mengikuti pseudo orde dua. Nilai ini dapat diperoleh karena jumlah radikal bebas pada saat proses fotokatalisis lebih besar dari molekul-molekul yang ada dalam larutan zat warna *methylene blue*, sehingga proses laju fotodegradasi berjalan lebih cepat dengan laju reaksi -0,0402 menit.

5.7. Mekanisme Fotodegradasi Zat Warna MB Menggunakan Fotokatalis Ag_3PO_4



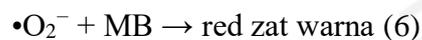
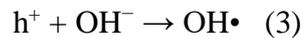
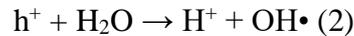
Gambar 17. Skema Mekanisme Proses Fotodegradasi Ag_3PO_4 (Dhanabal dkk., 2015)

Ag_3PO_4 dapat mengambil energi foton secara efisien dari sumber cahaya yang tersedia secara alami seperti yang ditunjukkan pada Gambar 17. Ketika cahaya tampak disinari pada Ag_3PO_4 , foton dapat diserap dan elektron tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi. Elektron yang dihasilkan pada pita konduksi dan *hole* pada pita valensi selanjutnya bermigrasi melalui permukaan Ag_3PO_4 yang dapat berpartisipasi dalam reaksi reduksi-oksidasi. Molekul H_2O yang diserap secara kimia dan ion OH^- berinteraksi dengan elektron pita konduksi menghasilkan radikal superoksida ($\text{O}_2^{\bullet-}$). Selain itu berbagai bentuk oksigen aktif seperti O_2 , OH , HO_2 dan H_2O_2 dihasilkan untuk bertanggung jawab atas degradasi zat warna *methylene blue*.



Gambar 18. Skema Mekanisme Proses Fotodegradasi Zat Warna MB

Adapun reaksi dari fotodegradasi zat warna *methylene blue* yaitu :



Senyawa *methylene blue* dapat menyerap radiasi sinar UV-Vis, penyerapan cahaya dengan interaksi yang kuat dapat menyebabkan pembentukan radikal bebas yang disebut dengan senyawa fotoaktif. Senyawa organik termasuk *methylene blue* setelah menyerap sinar UV atau energi foton ($h\nu$) akan teraktifkan sehingga menjadi tidak stabil dan akan mengalami peruraian menjadi molekul-molekul yang lebih kecil dan relatif tidak berbahaya bagi lingkungan. Dalam fotokatalisis pada penyinaran cahaya, foton yang jumlah energi tertentu lebih tinggi dari energi celah pita dapat menginduksi pembentukan *hole* dan elektron (e^-), sehingga elektron yang dihasilkan akan bergeser ke pita konduksi dan *hole* tetap berada di pita valensi.

Mekanisme dari fotodegradasi yaitu ketika material semikonduktor dikenai sinar dengan energi yang lebih besar, maka elektron pada pita valensi akan tereksitasi ke pita konduksi dan meninggalkan *hole*, sehingga pada pita valensi akan menghasilkan pasangan elektron *hole*. Kemudian *hole* pada permukaan katalis akan berinteraksi dengan OH^- dari pelarut yang berada mengahasilkan OH radikal ($\text{OH}\cdot$) yang bersifat oksidator kuat, sehingga elektron akan berinteraksi dengan O_2 yang berada pada katalis membentuk radikal superoksida ($\cdot\text{O}_2^-$) yang bersifat reduktor.

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa :

1. Hasil karakterisasi menggunakan DR-UV menunjukkan *energy band gap* sebesar 2,4 eV. Kemudian hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan terdapat puncak yang diidentifikasi sebagai Ag_3PO_4 murni ditandai dengan munculnya puncak yang sesuai dengan JCPDS no 06-0505. Selanjutnya karakterisasi menggunakan GSA memiliki luas permukaan sebesar $0.1491 \text{ m}^2/\text{g}$, volume pori sebesar $0.000221 \text{ cm}^3/\text{g}$, luas permukaan spesifik sebesar $1.3895 \text{ m}^2/\text{g}$, dan ukuran pori sebesar 5.92259 nm , dengan ciri pori berada pada mesopori.
2. Fotokatalis material Ag_3PO_4 mempunyai kemampuan mendegradasi zat warna *methylene blue* dengan sumber cahaya sinar tampak. Diperoleh pH 9 dengan % degradasi sebesar 95,84 % , konsentrasi 15 ppm dengan % degradasi sebesar 98,82%, dan waktu 60 menit dengan % degradasi sebesar 99,86%.

6.2. Saran

Pada penelitian selanjutnya diharapkan dapat melakukan penelitian variasi massa katalis, karena pada penelitian kali ini tidak dapat melakukan variasi massa sehingga tidak dapat diketahui massa optimum katalis dalam mendegradasi zat warna *methylene blue*.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., Khairurrijal., 2009, Karakterisasi Nanomaterial, *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*, 2(2): 1-9.
- Adamson, A.W., Gast, A.P., 1967, *Physical Chemistry Of Surfaces*, John Wiley and Sons, New York.
- Afrozi, Agus., 2010, *Sintesis dan Karakterisasi Katalis Nanokomposit Berbasis Titania Untuk Produksi Hidrogen Dari Gliserol dan Air*, Tesis, Universitas Indonesia, Jakarta.
- Alawiyah, Tuti., 2012, *Pengembangan TiO₂ Pada Abu Dasar Batubara (Bottom Ash) dan Uji Aktivitasnya Sebagai Fotokatalis dalam Degradasi Zat Warna Metilen Biru*, Tesis, FMIPA, UGM, Yogyakarta.
- Ali, R., Siew, Bon., 2006, Photodegradation of New Methylene Blue N in Aqueous Solution Using Zinc Oxide and Titanium Dioxide as Catalyst, *Jurnal Teknologi*, 45: 31-42.
- Ali, R., Siew, Bon., 2008, Photodegradation of New Methylene Blue N in Aqueous Solution Using Zinc Oxide and Titanium Dioxide as Catalyst, *Jurnal Teknologi*, 1-14.
- Annisaputri, Winda., Anisah, Azzah., 2020, Studi Potensi Fotokatalis dari Material Kerangka Logam-Organik (Metal Organic Framework) untuk Degradasi Zat Pewarna Limbah Batik, *Jurnal The Indonesian Green Technology*.
- Ansari, R., Mosayebzadeh, Z., Keivani, M.B., 2011, Adsorption of Cationic Dyes from Aqueous Solution using Polyaniline Conducting Polymer as a Novel Adsorbent, *J.Adv.Sci.Res*, 2, 27-34.
- Beiser, Arthur., 1992, *Modern Technical Physics*, Malang.
- Chakrabarti, S., Dutta, B.K., 2004, Photocatalytic Degradation of Model Textile Dyes in Wastewater using ZnO as Semiconductor Catalyst, *Jurnal Teknologi University of Technology Malaysia*, Malaysia. ati

- Chenfan, M., Yu, Z., Whenquan, C., Yinghua, L.Y., 2017, Removal of Bisphenol A Over a Separation Free 3D Ag₃PO₄- graphene Hydrogel Via an Adsorption Photocatalysis Synergy, *Environmental*, : 41-49.
- Chitambararaj, A., Sanjini, N.S., Bose, A.C., Velmathi,S., 2013, *Flower-Like Hierarchical h-MoO₃ : New findings of Efficient Visible Light Driven Nano Photocatalyst for Methylene Blue Degradation*. *Catalysis Science & Technology*, 3, 1405-1414.
- Christina, P., Mu'nisatun, S., Rany, Saptaaji, Martjanto., 2007, Studi Pendahuluan Mengenai Degradasi Zat Warna Azo (Metil Orange) dalam Pelarut Air Menggunakan Mesin Berkas Elektron, *JFN*, Vol.1, No.1.
- Cullity, B.D., 1956, *Element of X-Ray Diffraction*, Addison-Wesley Publishing Company, Inc.
- Dhanabal ,R., Chitambararaj, A., Velmathi, S.A., Chandra, Bose., 2015, Visible Light Driven Degradation Of Methylene Blue Dye Using Ag₃PO₄, *Journal Of Environmental Chemical Engineering*, Vol.3.
- Dony, Novrian., Hermansyah, Aziz., Syukri., 2013, *Studi Fotodegradasi Biru Metilen Di Bawah Sinar Matahari Oleh ZnO-SnO₂ Yang Dibuak Dengan Metoda Solid State Reaction*, Universitas Andalas, Lampung.
- Dwijayanti, Umi., Gunawan., Didik, Setyo., Widodo., 2020, Adsorpsi Methylene Blue (MB) Menggunakan Abu Layang Batubara Teraktivasi Larutan NaOH, *Analytical and Environmental Chemistry*, Vol.5, No.1.
- Evander, Reksih., Audy, Wuntu., Henry, F., 2019, Kinetika Fotodegradasi Metilen Biru Oleh Cahaya Tampak Menggunakan Komposit Ag₃PO₄/Ag/HAP Dari Tulang Ikan Kakap Merah (*Lutjanus sp.*) Dengan Perlakuan Asam, *Chem. Prog.* Vol.12, No.2.
- Febiyani, Arthias., Rum, Hastuti., Abdul., 2012, Kajian Metode Elektrofotokatalisis, Elektrolisis dan Fotokatalisis Pada Dekolorisasi

Larutan Zat Warna Remazol Brilliant Orange 3R Yang Mengandung Ion Logam Cu^{2+} , *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 15(1) : 7-12.

Febiyanto., Irma, Vania., Anung, Riapanitra., 2016, Synthesis and Visible Light Photocatalytic of Ion Oxide-Silver Orthophosphate Composite, *AIP Publishing*.

Hamdaoui, O., Chiha, M., 2006, Removal of Methylene Blue From Aqueous Solutions by Wheat Bran. *Acta Chimica Slovenica*, 54: 407-418.

Hawley., 1981, *Condensed Chemical Dictionary (Edisi ke-11)*, Van Nortrand Reinhold, New York.

He, Guiwei., Wanliang, Yang., Wei, Zheng., Li, Gong., Xinghui, Wang., 2019, Facile Controlled Synthesis of Ag_3PO_4 With Various Morphologies For Enhanced Photocatalytic Oxygen Evolution From Water Splitting, *Journal Of The Royal Society Chemistry*, 9.

Huang, Kai., Yaohui, L., Wei, Zhang., Shanyun, Sun., Bin, Y., 2015, *One-Step Synthesis of $\text{Ag}_3\text{PO}_4/\text{Ag}$ Photocatalyst With Visible-Light Photocatalytic Activity*, Anhui University of Technology, China.

Irawan, Anom., 2019, Kalibrasi Spektrofotometer Sebagai Penjaminan Mutu Hasil Pengukuran Dalam Kegiatan Penelitian dan Pengujian, *Indonesian Journal Of Laboratory*, Vol.1(2), 1-9.

Joshi, K., Shirivastva, V., 2010, Removal of Hazardious Textile Dyes From Aqueous Solution by Using Commercial Activated Carbon With TiO_2 and ZnO as Photocatalyst, *International Journal of Chem Teach Research*, (2), 427-435.

Kant, R., 2012, Textile Dyeing Industry an Environmental Hazard, *Journal Natural Science*, 4(1).

Keenan., 1999, *Kimia untuk Universitas*, Erlangga, Jakarta.

- Khan, A., M, Qamar., Muneer., 2012, Synthesis of Highly Active Visible Light Driven Colloidal Silver Orthophosphate, *Chemical Physics Letters*, 519-520: 54-58.
- Kim, Y., Kim, D., Lee, C., 2003, Synthesis & Characterization of CoFe_2O_4 Magnetic Nanoparticles Prepared by Temperature-Controlled Coprecipitation Method, *Physica*, 337, 42-51.
- Liu, W., Wang, M., Xu, C., Chen, S., Fu, X., 2011, $\text{Ag}_3\text{PO}_4/\text{ZnO}$: An Efficient Visible-Light-Sensitized Composite with Its Applicationa in Photocatalytic Degradation of Rhodamine B, *Materials Research Bulletin*, 48.
- Luo, L., Y, Li., J, Hou., 2014, Visible Photocatalysis and Photostability of Ag_3PO_4 Photocatalyst, *Applied Surface Science*, 319: 332-338.
- Manurung, M., 2012, Aplikasi Kulit Buah Manggis (*Garcinia Mangostana* L.) Sebagai Pewarna Alami Pada Kain Katun Secara Pre-Mordanting, *Journal Of Chemistry*, 6(2): 183-190.
- Maylani, A.S., 2015, Preparasi Nanopartikel Fe_3O_4 (Magnetit) serta Aplikasinya sebagai Adsorben Ion Kadmium, *Skripsi*, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Negeri Semarang, Semarang.
- Monash, P., Majhi, A., Pugazhenthii, G., 2008, Adsorption Studies of Methylene Bluee onto MCM 41, *The International Conference of International Association for Computer Methods and Advances in Gheomechanics*, 1(6), 2240-2248.
- Mulja, M., Suharman., 1995, *Analisis Instrumental*, Airlangga University Press, Surabaya.

- Neldawati, Ratnawulan., Gusnedi., 2013, Analisis Nilai Absorbansi Dalam Penentuan Kadar Flavanoid Untuk Berbagai Jenis Daun Tanaman Obat, *Phillar of Physics*, 2: 76-83.
- Ningsih, Sherly.K., 2016, *Sintesis Organik*, UNP Press Padang, Padang.
- Oliveira, L.P., Foggi, C.C., Pimentel, B.N., Assis,M. Andres,J., Longo, E., Vergani, C.E., 2021, Increasing The Photocatalytic And Fungicide Activities Of Ag₃PO₄ Microcrystals Under Visible-Light Irradiation, *Ceramics International*, 47(16), 22604-22614.
- Palupi, E., 2006, Degradasi Methylene Blue dengan Metoda Fotokatalis dan Fotoelektrokatalisis menggunakan Film TiO₂, *Skripsi*, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Perdana, D.N., Wardhani, S., Khunur, M., 2014, Pengaruh Penambahan Hidrogen Peroksida (H₂O₂) Terhadap Degradasi Methylene Blue Dengan Menggunakan Fotokatalis ZnO-Zeolit, *Journal Kimia Student*, 2: 576-582.
- Piccirillo, C., Pinto, R.A., Tobaldi, D.M., Pullar, R.C., Labrincha, J.A., Pintado, M.M.E., Cartrol, P., 2014, Light Induced Antibacterial Activity And Photocatalytic Properties Of Ag/Ag₃PO₄- Based Material Of Marine Origin, *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 296, 40-47.
- Pratiwi, Yulia., 2010, Penentuan Tingkat Pencemaran Limbah Industri Tekstil Berdasarkan Nutrition Value Coeficient Bioindikator, *Jurnal Teknologi*, Vol.2, No.2, 129-137.
- Putri, Maywontiana.D., 2018, *Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Struktur dan Energi Celah Pita Pada Komposit ZSM-5-TiO₂ Yang Dibuat Dengan Metode Nanaqueous Sol Gel*, Skripsi, Program Studi Kimia Fakultas Ilmu Alam, Institut Teknologi Sepuluh November, Surabaya.

- Qamar, M., R.B. Elsayed., K.R. Alhooshani., M.I. Ahmed., D.W. Bahnemann., 2015, Chemoselective and Efficient Conversion of Aromatic Alcohols Into Aldehydes Photo-Catalyzed by g_3PO_4 in Aqueous Suspension Under Simulated Sunlight, *Catalysis Communications*, 58: 34-39.
- Richardson, J.F., Coulson, J.M., 1989, *An Introduction to Chemical Engineering Design*, Pergamon Press, New York.
- Riyanto., Julianto, T.S., 2009, *Degradasi Senyawa Metilen Biru Dengan Metode Elektrolisis Menggunakan Elektroda Platinum*, Proyek Penelitian Hibah Bersaing DIKTI, Yogyakarta.
- Rohimatun, B., 2012, Penerapan Teknologi Nano Fotokatalis Untuk Degradasi Pestisida, *Warta Penelitian dan Pengembangan Tanaman Industri*, 18(1): 15-20.
- Rohman, A., 2007, *Kimia Farmasi Analisis*, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- Sania., 2014, Karakteristik dan Kandungan Mineral Pasir Pantai Lhok Mee Beureunut dan Leungah Kabupaten Aceh Besar, *J.Material* 3, 263-270.
- Sastrohamidjojo, Hardjono., 2001. *Kimia Dasar*, Gadjah Mada University Press, Yogyakarta.
- Smallman, R.E., 1999, *Metalurgi Fisik Modern & rekayasa Material. Edisi ke enam*, Erlangga, Jakarta.
- Sopyan, I., Mitsuru W., Sadao, M., 1996, Efficient TiO_2 Powder and Film Photocatalysts With Rutile Crystal Structure, *Chemistry Letters*, Vol. 25, No. 1, 69-70.
- Sudarlin., 2012, *Prinsip dan Teknik Penggunaan Gas Sorption Analyzer (GSA)*, Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga, Yogyakarta.

- Suharyana., 2012, *Dasar-Dasar dan Pemanfaatan Metode Difraksi Sinar-X*, Universitas Sebelas Maret, Surakarta.
- Sukamto., 1989, *Kimia Fisika*, PT Bhineka Cipta, Jakarta.
- Suryandari, Ade.S., Asalil, Mustain., Dana, Wahyu.P., Inayatul, Maula., 2019, Studi Aktivitas Reaksi Fotokatalis Berbasis Katalis TiO_2 -Karbon Aktif Terhadap Mutu Air Limbah Power Plant, *Jurnal Teknik Kimia dan Lingkungan*, 3(2), 95-101.
- Syam, B.Widyandari., 2014, *Youngster Physic Journal*, 2(1), pp.15-24.
- Tsai, W.T., Hsein, K.J., Hsu, H.C., 2009, Adsorption of Organic compounds From Aqueous Solution Onto The Synthesized Zeolite, *Journal Of Hazardous Materials*, (166), 635-641.
- Tseng, Chi.Shun., Tsunghsueh, Wu., Yang, Wei.L., 2018, Facile Synthesis and Characterization of Ag_3PO_4 Microparticles For Degradation of Organic Dyestuffs Under White-Light Light-Emitting-Diode Irradiation, *Journal Materials*, Vol.11, No.5.
- Vu, T.A., C.D.Dao., T.Hoang., Nguyen, G.H., 2013, Highly Photocatalytic Activity Of Novel Nanosized Ag_3PO_4 for Rhodamin B Degradation Under Visible Light Irriation, *Materials Letters*, 92: 57-60.
- Wang, B., X, Gu.Y., Zhao., Y.Qiang., 2013, A Comparable Study on The Photocatalytic Activity of Ag_3PO_4 , AgBr , and $\text{AgBr}/\text{Ag}_3\text{PO}_4$ Hybrid Microstructure, *Applied Surface Science*, 283: 396-401.
- Wang, Zhen., Lu.Y., Ziwen, Chen., Guowang, Zhou., Huixiang, Shi., 2014, Photodegradation of Methyl Orange Using Magnetically Recoverable $\text{AgBr}/\text{Ag}_3\text{PO}_4/\text{Fe}_3\text{O}_4$ Photocatalyst Under Visible Light, *Journal of Nanomaterials*, (6).
- Widjajanti, E., Regina T.P., Utomo, M.P., 2011, Pola Adsorpsi Zeolit Terhadap Pewarna Azo Metil Merah dan Metil Jingga, *Prosiding Seminar Nasional*

Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA.hal K115-K122, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Yogyakarta.

Widyandari, H., M.Budiman., 2004, *Berkala Fisika*, 7(1): 28-34.

Widyawati, N., 2012, *Analisa Pengaruh Heating Rate terhadap tingkat Kristal dan Ukuran Butir Lapisan BZT yang Ditumbuhkan dengan Metode Sol Gel*, Universitas Sebelas Maret, Surakarta.

Zhang, Wei., Li, Zhou., Jun, Shi., Huiping, Deng., 2018, Synthesis of $\text{Ag}_3\text{PO}_4/\text{G-C}_3\text{-N}_4$ Composite With Enhanced Photocatalytic Performance For The Photodegradation Of Diclofenac Under Visible Light Irradiation, *Journal Catalysts*, 8(45).

Zheng, B., X.Wang., C.Liu., K.Tan., Z.Xie., L.Zheng., 2013, High-Efficiently Visible Light-Responsive Photocatalyst: Ag_3PO_4 Tetrahedral Microcrystal With Exposed Facets of High Surface Energy, *Journal of Chemistry A*, 1: 12635-126640.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan

1.1 Pembuatan Larutan Induk MB 1000 ppm sebanyak 1000 mL

$$\text{Konsentrasi MB (mg/L)} = \frac{\text{Zat terlarut (mg)}}{\text{Volume (mL)}}$$

$$1000 \text{ ppm mg/L} = \frac{\text{Zat terlarut (mg)}}{1\text{L}}$$

$$\text{Zat terlarut} = 1000 \text{ mg/L} \times 1\text{L}$$

$$\text{Zat terlarut} = 1000 \text{ mg atau } 1 \text{ gram}$$

1.2 Pembuatan Larutan Standar MB 100 ppm

Perhitungan larutan standar *methylene blue* menggunakan rumus pengenceran sebagai berikut :

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

Keterangan :

M_1 = Konsentrasi larutan sebelum pengenceran

V_1 = Volume larutan sebelum pengenceran

M_2 = Konsentrasi larutan setelah pengenceran

V_2 = Volume larutan setelah pengenceran

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$1000 \text{ ppm} \times V_1 = 100 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}}{1000 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

1.3 Pembuatan Larutan Standar MB 2,4,6,8,10 ppm

Perhitungan larutan standar *methylene blue* menggunakan rumus pengenceran sebagai berikut :

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

1) Larutan standar MB 2 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 2 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{2 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}}{100 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

2) Larutan standar MB 4 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 4 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{4 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}}{100 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

3) Larutan standar MB 6 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 6 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{6 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}}{100 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 1,5 \text{ mL}$$

4) Larutan standar MB 8 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 8 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{8 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}}{100 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 2 \text{ mL}$$

5) Larutan standar MB 10 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 10 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}}{100 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 2,5 \text{ mL}$$

1.4 Pembuatan Larutan Sampel MB 10 ppm

Perhitungan larutan standar *congo red* menggunakan rumus pengenceran sebagai berikut :

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 10 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

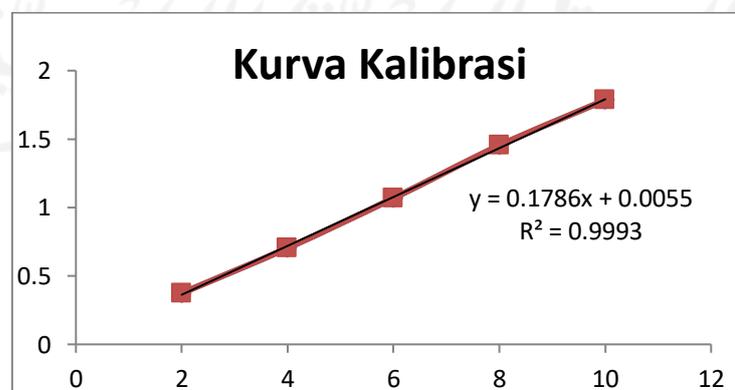
$$V_1 = \frac{10 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}}{100 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

1.5 Pembuatan Kurva Kalibrasi Larutan Standar MB

Hasil analisis larutan standar MB

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
2	0,374
4	0,704
6	1,068
8	1,453
10	1,785



Lampiran 2. Analisis Data

2.1 Analisis Data Fotodegradasi *Methylene Blue* dengan Fotokatalis Ag_3PO_4 pada Variasi pH

Massa	Sample	Abs	Conc (mg/L)	%Degradasi
0,6	pH 3	0,409	2,261	77,39
0,6	pH 5	0,173	0,943	90,57
0,6	pH 7	0,142	0,766	92,34
0,6	pH 9	0,079	0,416	95,84
0,6	pH 11	0,107	0,569	84,31

2.2 Analisis Data Fotodegradasi *Methylene Blue* dengan Fotokatalis Ag_3PO_4 pada Variasi Konsentrasi

Massa	Sample	Abs	Conc (mg/L)	%Degradasi
0,6	10 ppm	0,209	0,550	94,5
0,6	15 ppm	0,140	0,177	98,82
0,6	20 ppm	0,191	0,454	97,73
0,6	25 ppm	0,210	0,559	97,76
0,6	30 ppm	0,195	0,477	98,41

2.3 Analisis Data Fotodegradasi *Methylene Blue* dengan Fotokatalis Ag_3PO_4 pada Variasi Waktu Kontak

Massa	Sample	Abs	Conc (mg/L)	%Degradasi
0,6	10 menit	0,310	1,277	91,48
0,6	30 menit	0,160	0,392	97,38
0,6	60 menit	0,098	0,021	99,86
0,6	90 menit	0,269	0,194	98,70
0,6	120 menit	0,120	0,152	98,98

Untuk menghitung % degradasi dapat menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\text{Degradasi (\%D)} = \frac{C_0 \text{ (konsentrasi awal)} - C_t \text{ (konsentrasi akhir)}}{C_0 \text{ (konsentrasi awal)}} \times 100\%$$

2.4 Perhitungan orde reaksi

Model Kinetika Reaksi	Nilai K (menit)	R ²
Pseudo Orde Satu	0,0185	0,8011
Pseudo Orde Dua	- 0,0402	0,9999

Penentuan konstanta laju reaksi

Mengikuti pseudo orde dua karena nilai R² mendekati 1 sebesar 0,9999

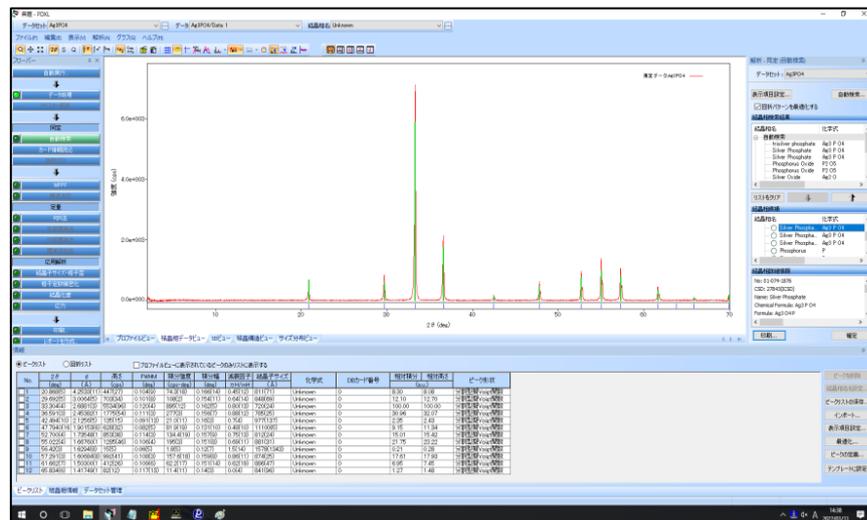
Slope = -K

K = - (Slope)

K = - 0,0402

Lampiran 3. Hasil Karakterisasi

3.1 Hasil Karakterisasi Ag_3PO_4 Menggunakan XRD



3.1.1 Perhitungan Ukuran Kristal

Sudut difraksi 2θ (°)	Sudut θ (°)	Rel. Intensity (%)	FWHM	Ukuran Kristal (nm)
33,304	16,652	100	0,120	69,13642
36,591	18,2955	30,96	0,111	75,42018
55,022	27,511	21,75	0,106	84,54472
57,291	28,6455	17,61	0,108	83,85976
52,700	26,35	15,01	0,114	77,80880
29,692	14,846	12,10	0,101	81,41809
47,7940	23,897	9,15	0,082	106,0224

20,868	10,434	8,30	0,104	77,71210
61,662	30,831	6,95	0,109	84,92316
42,494	21,247	2,35	0,091	93,71683
65,834	32,917	1,27	0,117	80,92637

Perhitungan ukuran kristal menggunakan persamaan Debye-Scherrer

$$\text{Ukuran kristal (D)} = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \text{ dengan } \beta = \text{FWHM} \times \frac{\pi}{180}$$

1) Sudut 33,304°

$$\beta = \text{FWHM} \times \frac{\pi}{180}$$

$$\beta = 0,120 \times \frac{3,14}{180}$$

$$\beta = 2,0933 \times 10^{-3}$$

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

$$D = \frac{0,9 \times 1,54060 \text{ \AA}}{(2,0933 \times 10^{-3}) \times \cos 16,652^\circ}$$

$$D = 691,3642 \text{ \AA} \text{ atau } 69,13642 \text{ nm}$$

2) Sudut 36,591°

$$\beta = \text{FWHM} \times \frac{\pi}{180}$$

$$\beta = 0,111 \times \frac{3,14}{180}$$

$$\beta = 1,9363 \times 10^{-3}$$

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

$$D = \frac{0,9 \times 1,54060 \text{ \AA}}{(1,9363 \times 10^{-3}) \times \cos 18,2955^\circ}$$

$$D = 754,2018 \text{ \AA} \text{ atau } 75,42018 \text{ nm}$$

3) Sudut 55,022°

$$\beta = \text{FWHM} \times \frac{\pi}{180}$$

$$\beta = 0,106 \times \frac{3,14}{180}$$

$$\beta = 1,8491 \times 10^{-3}$$

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

$$D = \frac{0,9 \times 1,54060 \text{ \AA}}{(1,8491 \times 10^{-3}) \times \cos 27,511^\circ}$$

$$D = 845,4472 \text{ \AA} \text{ atau } 84,54472 \text{ nm}$$

4) Sudut 57,291°

$$\beta = \text{FWHM} \times \frac{\pi}{180}$$

$$\beta = 0,108 \times \frac{3,14}{180}$$

$$\beta = 1,884 \times 10^{-3}$$

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

$$D = \frac{0,9 \times 1,54060 \text{ \AA}}{(1,884 \times 10^{-3}) \times \cos 28,6455^\circ}$$

$$D = 838,5976 \text{ \AA} \text{ atau } 83,85976 \text{ nm}$$

5) Sudut 52,700

$$\beta = \text{FWHM} \times \frac{\pi}{180}$$

$$\beta = 0,114 \times \frac{3,14}{180}$$

$$\beta = 1,9886 \times 10^{-3}$$

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

$$D = \frac{0,9 \times 1,54060 \text{ \AA}}{(1,9886 \times 10^{-3}) \times \cos 26,35^\circ}$$

$$D = 778,0880 \text{ \AA} \text{ atau } 77,80880 \text{ nm}$$

6) Sudut 29,692

$$\beta = \text{FWHM} \times \frac{\pi}{180}$$

$$\beta = 0,101 \times \frac{3,14}{180}$$

$$\beta = 1,7618 \times 10^{-3}$$

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

$$D = \frac{0,9 \times 1,54060 \text{ \AA}}{(1,7618 \times 10^{-3}) \times \cos 14,846^\circ}$$

$$D = 814,1809 \text{ \AA} \text{ atau } 81,41809 \text{ nm}$$

7) Sudut 47,7940

$$\beta = \text{FWHM} \times \frac{\pi}{180}$$

$$\beta = 0,082 \times \frac{3,14}{180}$$

$$\beta = 1,4304 \times 10^{-3}$$

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

$$D = \frac{0,9 \times 1,54060 \text{ \AA}}{(1,4304 \times 10^{-3}) \times \cos 23,897^\circ}$$

$$D = 1060,224 \text{ \AA} \text{ atau } 106,0224 \text{ nm}$$

8) Sudut 20,868

$$\beta = \text{FWHM} \times \frac{\pi}{180}$$

$$\beta = 0,104 \times \frac{3,14}{180}$$

$$\beta = 1,8142 \times 10^{-3}$$

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

$$D = \frac{0,9 \times 1,54060 \text{ \AA}}{(1,8142 \times 10^{-3}) \times \cos 10,434^\circ}$$

$$D = 777,1210 \text{ \AA} \text{ atau } 77,71210 \text{ nm}$$

9) Sudut 61,662

$$\beta = \text{FWHM} \times \frac{\pi}{180}$$

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

$$\beta = 0,109 \times \frac{3,14}{180}$$

$$D = \frac{0,9 \times 1,54060 \text{ \AA}}{(1,9014 \times 10^{-3}) \times \cos 30,831^\circ}$$

$$\beta = 1,9014 \times 10^{-3}$$

$$D = 849,2316 \text{ \AA} \text{ atau } 84,92316 \text{ nm}$$

10) Sudut 42,494

$$\beta = \text{FWHM} \times \frac{\pi}{180}$$

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

$$\beta = 0,091 \times \frac{3,14}{180}$$

$$D = \frac{0,9 \times 1,54060 \text{ \AA}}{(1,5874 \times 10^{-3}) \times \cos 21,247^\circ}$$

$$\beta = 1,5874 \times 10^{-3}$$

$$D = 937,1683 \text{ \AA} \text{ atau } 93,71683 \text{ nm}$$

11) Sudut 65,834

$$\beta = \text{FWHM} \times \frac{\pi}{180}$$

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

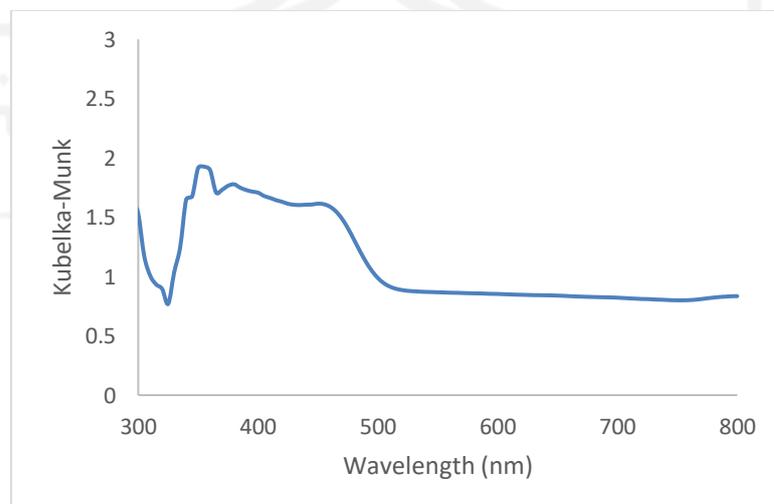
$$\beta = 0,117 \times \frac{3,14}{180}$$

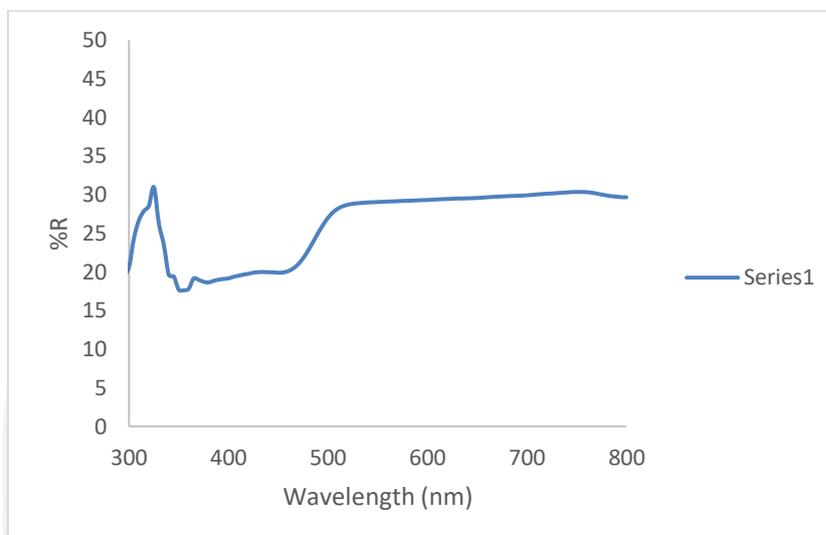
$$D = \frac{0,9 \times 1,54060 \text{ \AA}}{(2,041 \times 10^{-3}) \times \cos 32,917^\circ}$$

$$\beta = 2,041 \times 10^{-3}$$

$$D = 809,2637 \text{ \AA} \text{ atau } 80,92637 \text{ nm}$$

3.2 Hasil Karakterisasi Ag₃PO₄ Menggunakan DR-UV





3.2 Hasil Karakterisasi Ag_3PO_4 Menggunakan GSA

Slope	$30.542939 \pm 0.000000 \text{ g/cm}^3 \text{ STP}$
Intersept	$-1.339848 \pm 0.000000 \text{ g/cm}^3 \text{ STP}$
Konstanta BET	-21.795816
Koefisien Monolayer (W_m)	$0.0342 \text{ cm}^3/\text{g STP}$
Cross Section	0.1620 nm^2
Berat Sampel	0.1073 g
Volume Pori	$1.001880386: 0.000221 \text{ cm}^3/\text{g}$
Luas Permukaan	$0.1491 \text{ m}^2/\text{g}$
Ukuran Pori	5.92259 nm
Luas Permukaan Spesifik	$1.3895 \text{ m}^2/\text{g}$

Lampiran 4. Dokumentasi Penelitian

4.1 Sintesis Ag_3PO_4



Di Timbang AgNO_3



Di Timbang $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$



Di Stirer Kedua nya



Di Saring Ag_3PO_4



Di Oven Ag_3PO_4



Sintesis Ag_3PO_4

4.2 Penentuan Kondisi Optimum Material Ag_3PO_4 Terhadap Fotodegradasi *Methylene Blue* (MB)



Hasil uji fotodegradasi *methylene blue* dengan fotokatalis Ag_3PO_4 pada variasi pH 3, 5, 7, 9, dan 11 (dari kiri ke kanan)



Hasil uji fotodegradasi *methylene blue* dengan fotokatalis Ag_3PO_4 pada variasi konsentrasi 10, 15, 20, 25, dan 30 ppm (dari kiri ke kanan)



Hasil uji fotodegradasi *methylene blue* dengan fotokatalis Ag_3PO_4 pada variasi waktu kontak 10, 30, 60, 60, dan 120 menit (dari kiri ke kanan)