

**SINTESIS NANOKOMPOSIT $\text{HAp/ZnFe}_{1.9}\text{La}_{0.1}\text{O}_4$: STUDI ADSORPSI
DAN FOTOKATALISIS UNTUK FOTOREDUKSI ION LOGAM Cr(VI)**

TESIS



PROGRAM STUDI MAGISTER KIMIA

DEPARTEMEN KIMIA FAKULTAS MIPA

UNIVERSITAS ANDALAS

PADANG

2025

SINTESIS NANOKOMPOSIT HAp/ZnFe_{1,9}La_{0,1}O₄ : STUDI ADSORPSI DAN FOTOKATALISIS UNTUK FOTOREDUKSI ION LOGAM Cr(VI)

Oleh : Ashta Varan Akhmad (2320412013)

(Dibawah bimbingan: Prof. Dr. Zulhadjri, M. Eng dan Prof. Dr. Rahmayeni, M. Si)

ABSTRAK

Kromium heksavalen [Cr(VI)] merupakan polutan berbahaya dalam limbah cair industri yang memerlukan penanganan efektif. Reduksi fotokatalitik Cr(VI) menjadi Cr(III) menawarkan strategi remediasi yang efisien dan berkelanjutan, namun efektivitasnya masih dibatasi oleh rendahnya kapasitas adsorpsi dan cepatnya rekombinasi pembawa muatan material fotokatalis. ZnFe₂O₄, sebagai semikonduktor berbasis spinel ferit yang mampu menyerap cahaya tampak, menunjukkan peningkatan kinerja setelah substitusi 0,1 mol La³⁺ serta pengompositan dengan hidroksiapatit (HAp) melalui rekayasa permukaan, sehingga efisiensi reduksi Cr(VI) dapat ditingkatkan. Nanokomposit HAp/ZnFe_{1,9}La_{0,1}O₄ (HAp/ZFLa) disintesis melalui metode hidrotermal berbasis *green chemistry* dengan memanfaatkan limbah cangkang pensil sebagai prekursor CaO untuk HAp dan ekstrak daun *Uncaria gambir* Roxb. sebagai *capping agent* alami. Analisis difraksi sinar-X (XRD) mengonfirmasi terbentuknya HAp berstruktur heksagonal dan ZFLa dengan struktur kubik yang stabil. Spektrum *Fourier transform infrared* (FTIR) menunjukkan vibrasi khas gugus PO₄³⁻ dari HAp dan ikatan logam-oksigen dari ZFLa, sedangkan pengukuran UV-Vis *diffuse reflectance spectroscopy* (UV-Vis DRS) mengindikasikan penyempitan celah pita sebesar 1,85 eV pada HAp/ZFLa-20%, yang meningkatkan kemampuan penyerapan foton pada cahaya tampak. Analisis morfologi menggunakan FESEM dan HRTEM memperlihatkan partikel dengan ukuran rata-rata 21,07 nm yang terdispersi homogen, sedangkan uji adsorpsi-desorpsi N₂ (BET-BJH) menunjukkan luas permukaan spesifik sebesar 75,72 m²/g. Uji fotokatalitik terhadap reduksi Cr(VI) di bawah penyinaran lampu LED 24 W menunjukkan persentase tertinggi hingga 99,07% dalam 60 menit, disertai peningkatan kapasitas adsorpsi yang signifikan. Pengujian *reusability* memperlihatkan kestabilan aktivitas fotokatalitik setelah lima siklus, dan analisis FTIR setelah fotoreduksi mengindikasikan munculnya pita vibrasi Cr-O yang menunjukkan penyerapan Cr pada permukaan katalis. Dengan demikian, nanokomposit HAp/ZFLa terbukti menjadi fotokatalis yang efisien, stabil, dan ramah lingkungan, serta memiliki potensi besar untuk aplikasi pengolahan limbah berbahaya berbasis cahaya tampak.

Kata kunci: Hidroksiapatit, ZnFe₂O₄ terdoping La³⁺, Sintesis hijau, Hidrotermal, Fotoreduksi Cr(VI)

**SYNTHESIS OF HAp/ZnFe_{1.9}La_{0.1}O₄ NANOCOMPOSITES:
ADSORPTION AND PHOTOCATALYSIS STUDIES FOR
PHOTOREDUCTION OF Cr(VI)**

by : Ashta Varan Akhmad (2320412013)

(Supervised by : Prof. Dr. Zulhadjri, M. Eng and Prof. Dr. Rahmayeni, M. Si)

ABSTRACT

Hexavalent chromium [Cr(VI)] is a hazardous pollutant in industrial wastewater that requires effective treatment. Photocatalytic reduction of Cr(VI) to Cr(III) offers an efficient and sustainable remediation strategy, although its effectiveness is still limited by low adsorption capacity and rapid recombination of charge carriers in the material. ZnFe₂O₄, as a spinel ferrite-based semiconductor, has the ability to absorb visible light, but its performance is enhanced through the substitution of 0.1 mol La³⁺ and compositing with hydroxyapatite (HAp) using surface engineering to increase Cr(VI) reduction efficiency. The HAp/ZnFe_{1.9}La_{0.1}O₄ (HAp/ZFLa) nanocomposite was synthesized through a green chemistry-based hydrothermal method using waste coffee shells as a CaO precursor for HAp and *Uncaria gambir* Roxb. leaf extract as a natural capping agent. X-ray diffraction (XRD) analysis confirmed the formation of hexagonal HAp and stable cubic ZFLa structures. Fourier transform infrared (FTIR) spectra showed characteristic vibrations of the PO₄³⁻ group from HAp and metal-oxygen bonds from ZFLa, while UV-Vis diffuse reflectance spectroscopy (UV-Vis DRS) indicated a narrowing band gap by 1.85 eV in HAp/ZFLa-20%, which increased the photon absorption capacity in visible light. Morphological analysis using FESEM and HRTEM showed particles with an average size of 21.07 nm that were homogeneously dispersed, while N₂ adsorption-desorption testing (BET-BJH) showed a specific surface area of 75.72 m²/g. Photocatalytic testing for Cr(VI) reduction under 24 W LED light irradiation showed a maximum percentage of 99.07% in 60 minutes, accompanied by a significant increase in adsorption capacity. Reusability testing showed the stability of photocatalytic activity after five cycles, and FTIR analysis after photoreduction indicated the appearance of Cr-O vibration bands, indicating Cr absorption on the catalyst surface. Thus, the HAp/ZFLa nanocomposite proved to be an efficient, stable, and environmentally friendly photocatalyst with great potential for visible light-based hazardous waste treatment applications.

Keywords: Hydroxyapatite, La³⁺-doped ZnFe₂O₄, Green synthesis, Hydrothermal, Photoreduction of Cr(VI)