

SINTESIS ZnO/SILIKA XEROGEL DAN APLIKASINYA

Nazriati*, Siti Shohibul Wahidah

Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Malang
Jl.Semarang 5, Malang 65145.

*Email: nazriati.fmipa@um.ac.id

Abstrak

Perkembangan industri tekstil diiringi dengan meningkatnya penggunaan zat warna yang dapat menimbulkan polutan organik yang sulit terdegradasi secara alami. Salah satu zat warna yang sering digunakan adalah metilen biru. Salah satu metode yang dapat digunakan untuk menurunkan kadar zat warna metilen biru adalah fotokatalisis. Pada metode fotokatalisis diperlukan suatu material sebagai katalis seperti ZnO. Namun, ZnO kompatibilitasnya yang lemah dapat menyebabkan agregasi, sehingga membutuhkan matriks penyangga seperti silika xerogel. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi rasio massa terhadap keberhasilan pembentukan ZnO/silika xerogel dan aplikasinya sebagai fotokatalis terhadap zat warna metilen biru. Tahapan penelitian ini meliputi sintesis silika xerogel dengan metode sol-gel, sintesis ZnO/silika xerogel dengan metode lelehan garam, dan aplikasi ZnO/silika xerogel untuk menurunkan kadar zat warna metilen biru. Hasil analisis FT-IR menunjukkan adanya gugus fungsi silanol (Si-OH), siloksan (Si-O-Si) dan vibrasi Zn-O. Fakta ini didukung dengan hasil analisis XRD yang menunjukkan pola standar ZnO (JCPDS No. 36-1451) dan mengindikasikan adanya ZnO terdispersi di dalam matriks silika xerogel. Hasil uji SEM menunjukkan morfologi partikel yang terbentuk berupa batang (rod) dan jarum (needle) dengan ukuran diameter partikel rata-rata sebesar 53,35 nm. Persentase penurunan kadar zat warna metilen biru dengan perbandingan komposisi 1:1 dan 1:2 yaitu sebesar 68,68% dan 69,12%.

Kata kunci: metilen biru, silika xerogel, ZnO, ZnO/SiO₂

1. PENDAHULUAN

ZnO adalah semikonduktor yang mempunyai lebar celah pita sebesar 3,37 eV dengan stabilitas kimia yang baik (Vaseem, Umar, and Hahn 2010). ZnO berpotensi sebagai katalis yang diaplikasikan sebagai fotokatalis (Lotfiman and Ghorbanpour 2017). Namun, ZnO memiliki ukuran 1-100 nm dan kompatibilitasnya yang lemah, sehingga dapat menyebabkan terjadinya agregasi antar partikel yang dapat menurunkan luas permukaan dari ZnO. Oleh karena itu diperlukan matriks silika yang berperan sebagai pendukung katalitik serta mengurangi aglomerasi dan memiliki kompatibilitas yang baik dengan ZnO. Selain itu, matriks silika juga memiliki kapasitas adsorpsi yang tinggi mampu memfasilitasi reaksi interface dengan senyawa organik untuk aplikasi degradasi fotokatalitik (Lotfiman and Ghorbanpour 2017).

Silika dapat disintesis dari prekursor natrium silikat. Salah satu bahan alternatif yang sering digunakan dalam pembuatan natrium silikat yakni abu ampas tebu (Nazriati et al. 2019). Abu ampas tebu pada umumnya tidak diolah kembali dan dibuang pada lingkungan. Agustina, Y. (2020) telah berhasil mensintesis ZnO/silika aerogel dengan penambahan agen

pemodifikasi permukaan berupa TMCS (Trimethylchlorosilane) dan HMDS (hexamethyldisilazane) yang berperan untuk menggantikan atom H pada gugus silanol (Si-OH) dengan gugus silana (Si-CH₃).

Namun, pada saat proses sintesis ZnO/silika aerogel dengan metode lelehan garam berlangsung pada suhu 450°C menghasilkan puncak zink silikat (Zn₂SiO₄) dan menghasilkan puncak gugus ZnO dalam jumlah yang sedikit disebabkan gugus silanol mudah lepas dan dapat berikatan dengan atom Zn (Agustina et al. 2023). Oleh karena itu, dalam penelitian ini digunakan silika xerogel sebagai matriks penyangga. Sintesis silika xerogel sebelumnya pernah dikaji oleh Nazriati, dkk. (2018) yang melakukan sintesis dengan menggunakan metode sol-gel pada variasi pH 2, 5, 7 serta 9 (Nazriati et al. 2019). Luas permukaan silika xerogel yang terbesar diperoleh pada pH 5 dengan luas permukaan sebesar 490,115 m²/g (Nazriati et al. 2019). Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dipelajari karakter komposit ZnO/silika xerogel dan selanjutnya diaplikasikan dalam pengolahan limbah zat warna tekstil.

Sintesis ZnO/silika xerogel diaplikasikan untuk mengurangi kadar zat warna metilen biru.

Perkembangan industri tekstil diiringi dengan meningkatkan penggunaan zat warna yang dapat menimbulkan polutan organik yang susah untuk didegradasi secara alami (Krishnakumar et al. 2017).

Salah satu zat warna tersebut adalah metilen biru. Metode-metode yang pernah dilakukan untuk degradasi zat warna diantaranya elektrokimia, adsorpsi, oksidasi, sonokatalitik, dan fotokatalisis. Metode fotokatalisis merupakan metode yang paling menjanjikan untuk mendegradasi polutan organik karena dapat diterapkan pada temperatur ambient dengan biaya yang tidak terlalu tinggi (Kusdianto et al. 2020).

Agustina, Y. (2020) telah berhasil mengaplikasikan ZnO/silika aerogel sebagai fotokatalis untuk degradasi zat warna metilen biru dengan variasi rasio massa dan temperatur kalsinasi, sehingga dihasilkan persentase degradasi sebesar 96% dibawah sinar UV (Agustina, Hamidah, and Nazriati 2022). Perbandingan komposisi ZnO : SiO₂ yang berbeda dapat memberikan kinerja katalitik yang berbeda. Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan dikaji pengaruh perbandingan komposisi ZnO/silika xerogel yang disintesis menggunakan metode lelehan garam dengan inovasi penggunaan matriks silika xerogel sebagai material untuk menurunkan kadar metilen biru dalam limbah.

2. METODOLOGI

2.1. Bahan

Bahan-bahan yang dibutuhkan dalam penelitian ini yaitu abu ampas tebu (limbah pabrik gula Kreet, Bululawang, Malang), NaOH (*p.a/Merck*), asam klorida 37% (*p.a/Smart Lab*), resin penukar kation (*Dowex*), garam ZnCl₂ (*p.a/Merck*), air demineralisasi, akuades, kertas saring Whatman No.40 (*Whatman Plc*), NH₄OH (*aq*) (*Merck*), dan metilen biru (*p.a/Merck*).

2.2. Metode

2.2.1. Ekstraksi SiO₂ dari Abu Ampas Tebu

Abu ampas tebu dikeringkan di dalam oven pada temperatur 100 °C selama 2-3 jam, kemudian diayak. Abu ampas tebu sebanyak 10 gram dan ditambahkan 60 mL larutan NaOH 2M. Campuran tersebut dididihkan menggunakan *hotplate*, dan diaduk dengan kecepatan 250 rpm selama 1 jam, kemudian disaring untuk mendapatkan natrium silikat.

2.2.2. Sintesis Silika Xerogel dengan Metode Sol-Gel

Natrium silikat dimasukkan ke dalam resin penukar kation pada pH 2 dengan perbandingan 1:3 dan diaduk selama 30 menit, sehingga didapatkan filtrat asam silikat. Larutan NH₄OH (*aq*) 1 M ditambahkan pada asam silikat sampai pH 5. Campuran di *aging* pada temperatur 27°C selama 18 jam. Gel yang dihasilkan dicuci menggunakan air demineralisasi sampai pH 7. Gel murni yang diperoleh di oven pada temperatur 80°C selama 24 jam sehingga terbentuk silika xerogel.

2.2.3. Sintesis ZnO/Silika Xerogel dengan Metode Lelehan Garam

Serbuk silika xerogel dicampurkan dengan ZnCl₂ menggunakan variasi perbandingan massa 1:1 dan 1:2. Proses kalsinasi dilakukan dalam *furnace* pada temperatur 450 °C dengan waktu kalsinasi 40 menit. Hasil kalsinasi kemudian dicuci dengan menggunakan air demineralisasi dan di oven pada temperatur 80 °C.

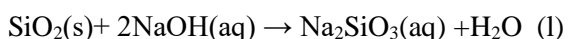
2.2.4. Aplikasi ZnO/Silika Xerogel untuk menurunkan kadar metilen biru

ZnO/silika xerogel sebanyak 100 mg ditambahkan ke dalam 25 ml larutan metilen biru 50 ppm. Suspensi dilakukan penyinaran di bawah sinar UV sambil diaduk menggunakan magnetic stirrer dengan kecepatan 150 rpm selama 60 menit. Proses sentrifugasi dengan kecepatan 1500 rpm selama 10 menit dan diuji menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

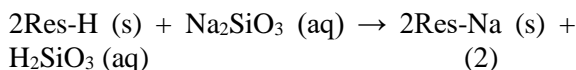
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Hasil Sintesis ZnO/Silika

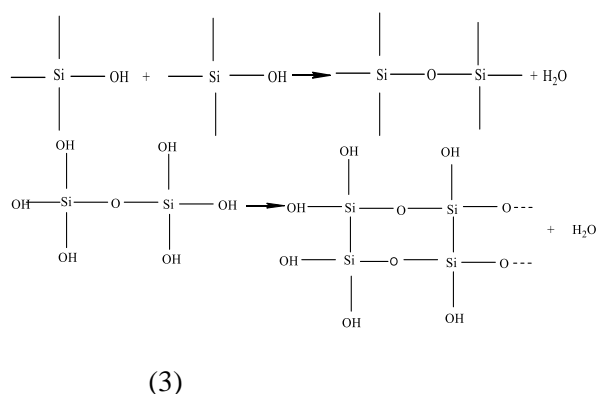
Hasil ekstraksi silika dari abu ampas tebu adalah natrium silikat berwarna kuning kecoklatan. Hal tersebut terjadi dikarenakan adanya interaksi antara silika dari abu ampas tebu dan natrium hidroksida. Pemanasan abu ampas tebu dalam larutan NaOH pada temperatur 100 °C mengakibatkan larutan NaOH mengalami disosiasi sempurna menjadi Na⁺ dan OH⁻. SiO₂ yang lebih elektropositif daripada atom O dapat membentuk zat antara yang tidak stabil, yaitu [SiO₂OH]⁻. Zat antara yang tidak stabil akan mengalami proses dehidrogenasi untuk melepaskan H⁺ membentuk SiO₃²⁻. Ion ini kemudian distabilkan oleh dua ion Na⁺ membentuk Na₂SiO₃ (natrium silikat). Mekanisme reaksi yang terjadi terdapat pada persamaan 1.



Natrium silikat memiliki pH tinggi sehingga kation Na dipertukarkan menggunakan resin penukar kation membentuk asam silikat. Reaksi yang terjadi ditunjukkan pada persamaan 2. Asam silikat yang dihasilkan digunakan dalam sintesis silika xerogel menggunakan metode sol gel.



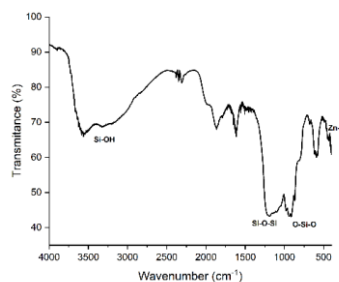
Metode sol-gel terdiri dari kondensasi, polimerisasi, aging, dan pengeringan. Tahap kondensasi dan polimerisasi terjadi pada saat asam silikat menghasilkan antara ikatan H⁺ dengan ion SiO₃ membentuk gugus siloksan. Reaksi yang terjadi ditunjukkan pada persamaan 3.



Berdasarkan hasil sintesis, bentuk fisik ZnO/silika xerogel hampir sama dengan silika xerogel berbentuk serbuk putih. ZnO/silika xerogel terbentuk karena adanya interaksi fisik ZnO dengan matriks silika xerogel yang menyebabkan ZnO terdispersi di dalam pori-pori matriks silika xerogel.

3.2. Karakterisasi Hasil Sintesis ZnO/Silika

Pengujian menggunakan instrumentasi FT-IR dilakukan untuk mengkonfirmasi keberadaan gugus fungsi dan interaksi kimia antara ZnO dan matriks silika hasil sintesis ZnO/silika xerogel yang dihasilkan. Spektra FTIR dari ZnO/silika xerogel yang disintesis pada rasio massa yang berbeda ditunjukkan **Gambar 1**.



Gambar 1 Spektra FTIR ZnO/Silika Xerogel

Pada **Gambar 1** tersebut menunjukkan adanya pelebaran pita di sekitar bilangan gelombang 1000-1250 cm⁻¹ yang mengidentifikasi gugus siloksan (Si-O-Si). Gugus silanol (Si-OH) ditunjukkan pada bilangan gelombang 3226-3600 cm⁻¹. Vibrasi ulur Zn-O pada kisi ZnO ditunjukkan dengan munculnya pita di sekitar bilangan gelombang 480 cm⁻¹. Adanya vibrasi ini menandakan bahwa ZnO masuk ke dalam matriks silika xerogel sehingga terjadi interaksi fisik. Kemunculan pita pada bilangan gelombang sekitar 977,91cm⁻¹ menunjukkan keberadaan vibrasi O-Si-O (Adziimaa, Risanti, and Mawarni 2013).

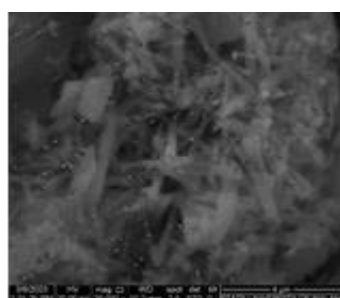
Pengujian dengan menggunakan XRD bertujuan untuk mengetahui keberhasilan sintesis dengan cara membandingkan data difraktogram hasil eksperimen dengan data difraktogram standar, sehingga ditunjukkan pada Tabel 3 terkait kemiripan puncak ZnO standar dengan hasil XRD pada rasio massa 1:1 dan 1:2.

Tabel 1 Puncak Khas dari Hasil XRD dengan Kemiripan ZnO Standar

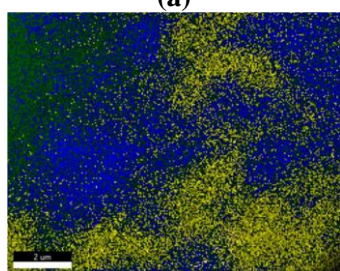
		2θ	
Zn ₂ SO ₄	ZnO	ZnO/Silika Xerogel 1:2	ZnO/Silika Xerogel 1:1
12,68 °	31,85 °	12,69 °	12,69 °
22,06 °	34,55 °	22,09 °	22,09 °
25,52 °	36,35 °	25,53 °	25,53 °
31,52 °	47,7 °	31,85 °	31,85 °
33,98 °	56,75 °	34,55 °	34,55 °
38,8 °	63,1 °	36,35 °	36,35 °
48,9 °	68,16 °	47,75 °	47,75 °
65,58 °	69,3 °	56,75 °	
68,6 °		63,11 °	
70,31 °		68,17 °	
		69,31 °	

Berdasarkan pada Tabel 1, sintesis pada temperatur 450°C dengan rasio massa Si:Zn 1:1 puncak ZnO pada 2θ: 31,85° dan 47,75°. Pada rasio massa Si:Zn 1:1, puncak yang sesuai database difraktogram ZnO intensitasnya rendah. Sedangkan pada perbandingan rasio massa Si:Zn 1:2 terdapat puncak ZnO pada 2θ: 31,85–69,31°, sehingga dengan rasio massa Si:Zn 1:2 banyak puncak yang sesuai dengan database difraktogram ZnO dan intensitasnya lebih tinggi. Pada rasio massa 1:2 terdapat puncak tertinggi ZnO yang menunjukkan ukuran partikel sebesar 98,17 nm di 2θ: 56,66°.

Karakterisasi menggunakan SEM-EDX dilakukan untuk mengetahui morfologi dan topografi hasil sintesis. Masuknya ZnO ke dalam jaringan matriks silika xerogel juga terlihat jelas pada hasil pemetaan yang ditunjukkan pada **Gambar 2**.



(a)



(b)

Gambar 2 Morfologi (a) dan Elemental Mapping (b) ZnO/silika xerogel pada Variasi Rasio Massa 1:2

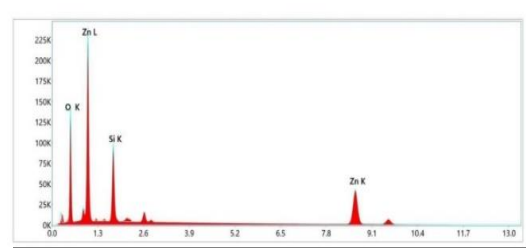
Berdasarkan **Gambar 2** dapat diketahui morfologi dan persebaran ZnO di dalam matriks silika xerogel. Silika xerogel yang telah dikompositkan dengan ZnO menunjukkan morfologi yang cukup seragam. Partikel yang terbentuk berupa batang (*road*) dan jarum (*needle*) dengan persebaran yang rapat. Berdasarkan perhitungan dengan menggunakan software ImageJ diketahui bahwa ukuran partikel dari ZnO/silika xerogel yang lebih

seragam. ZnO/silika xerogel memiliki ukuran rata - rata sebesar 53,35 nm.

Berdasarkan hasil analisis EDS dapat diketahui komponen unsur yang terkandung dalam senyawa hasil sintesis ZnO/silika xerogel dengan rasio massa 1:2 yaitu unsur O, unsur Si, unsur Zn yang ditunjukkan pada **Gambar 3**.

3.3. Pengaruh Rasio Massa ZnO/Silika Xerogel terhadap Penurunan Kadar Zat Warna Metilen Biru

Pada Tabel 4 menunjukkan rasio massa 1:1 menghasilkan persentase kadar penurunan zat warna metilen biru yang lebih kecil dibandingkan rasio massa 1:2. Pada perbandingan rasio massa 1:1 nilai persentase kadar penurunan zat warna metilen biru sebesar 68,68%, sedangkan rasio massa 1:2 nilai persentasenya sebesar 69,12%. Hasil persentase kadar penurunan zat warna metilen biru tinggi pada perbandingan rasio massa 1:2 disebabkan ZnO yang terbentuk lebih banyak berdasarkan kemunculan puncak dengan intensitas tinggi pada hasil uji XRD. Namun, persentase degradasi ZnO/silika xerogel masih rendah dibandingkan degradasi ZnO/silika aerogel dengan nilai persentase degradasi 1:1 dan 1:2 sebesar 95,39% dan 95,24% (Agustina, Hamidah, and Nazriati 2022).



(a)

Element	Weight %	Atomic %
O K	35.2	63.2
Si K	13.0	13.3
Zn K	49.7	21.8

(b)

Gambar 3 Hasil Spektrum EDS (a) dan Persentase Elemental Mapping (b) ZnO/silika xerogel dengan Rasio Massa 1:2

Hal tersebut disebabkan pada ZnO/silika aerogel memiliki matriks silika yang luas permukaan lebih besar dibandingkan silika xerogel (Agustina, Hamidah, and Nazriati 2022). Pada penelitian ini kemungkinan yang terjadi bukan hanya terjadi fotokatalis tetapi juga adsorpsi. Hal tersebut dapat terjadi

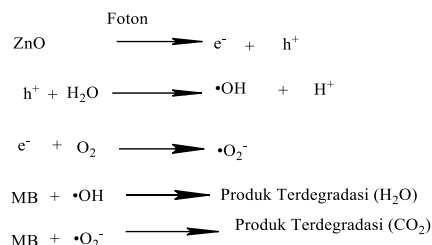
dikarenakan pada rasio massa yang digunakan 1:1 antara Si:Zn, sehingga dihasilkan 0,05 (ZnO) :0,05 (silika xerogel) yang ZnO potensial sebagai katalis dan silika xerogel dapat berfungsi sebagai adsorben terhadap penurunan zat warna metilen biru. Fakta tersebut didukung dengan hasil penelitian dari Lukluil, M. (2017) melakukan penelitian tentang silika xerogel yang digunakan untuk adsorben metilen biru pada limbah tekstil.

Pada penelitian tersebut dihasilkan persentase adsorben metilen biru sebesar 98,070 % dengan konsentrasi 3 ppm dan waktu optimumnya 60 menit dengan massa adsorben 0,1 gram (Maknun et al. 2018). Pada penelitian ini menggunakan massa 0,1 gram dengan perbandingan massa 1:2 diperoleh persentase penurunan kadar metilen biru sebesar 69,12 % sehingga bila anggapan yang terjadi merupakan proses adsorpsi oleh silika xerogel yang massanya hanya 0,05 g maka, akan terjadi penurunan kadar metilen biru sebesar 34,46 % namun penurunan kadar metilen biru pada penelitian ini mencapai 69,12%. Hal ini dapat disebabkan keberadaan dari ZnO yang dapat berperan sebagai fotokatalis sehingga penurunan kadar metilen biru menjadi lebih besar.

Tabel 4 Hasil Persentase Kadar Penurunan Zat Warna Metilen Biru

ZnO/Silika Xerogel	Konsentrasi awal (ppm)	Konsentrasi akhir (ppm)	Degradasi (%)
1:1	50 ppm	15,66 ppm	68,68%
1:2	50 ppm	15,44 ppm	69,12%

ZnO menyerap energi lebih besar dari energi celah pitanya, menghasilkan eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi, menciptakan elektron dan hole (Isai and Shrivastava 2019). Elektron dan hole yang diinduksi oleh cahaya bereaksi dengan oksigen (O₂), air (H₂O), dan gugus hidroksil untuk membentuk spesies oksigen reaktif seperti radikal hidroksil (•OH) dan anion radikal superoksida (•O₂⁻) yang memiliki daya pengoksidasi kuat. Spesies oksigen reaktif adalah spesies utama yang memiliki peran penting dalam mendegradasi polutan organik persisten dalam air limbah (Han et al. 2018). Hal tersebut ditunjukkan pada persamaan reaksi berikut ini (Han et al. 2018).



4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil sintesis ZnO/silika xerogel dengan variasi rasio massa yang dihasilkan secara fisik berbentuk serbuk berwarna putih. Keberhasilan ditunjukkan dengan hasil uji XRD pada rasio massa Si:Zn 1:1 terdapat puncak rendah ZnO pada 2θ: 31,85° dan 47,75°. Hal tersebut, jika dibandingkan rasio massa Si:Zn 1:2 terdapat puncak ZnO pada 2θ: 31,85–69,31°, sehingga dengan rasio massa Si:Zn 1:2 makin banyak puncak yang sesuai dengan database difraktogram ZnO yang muncul dan intensitasnya lebih tinggi. Pada hasil uji FTIR munculnya pita pada bilangan gelombang sekitar 480 cm⁻¹ menunjukkan keberadaan vibrasi Zn-O. Berdasarkan hasil uji SEM-EDX ZnO/silika xerogel dengan rasio massa 1:2 memiliki ukuran rata-rata partikel sebesar 53,35 nm. Persentase penurunan kadar zat warna metilen biru dengan perbandingan komposisi 1:1 dan 1:2 yaitu sebesar 68,68% dan 69,12%.

5. DAFTAR PUSTAKA

Adziimaa, Ahmad Fauzan, Doty Dewi Risanti, and Lizda Johar Mawarni. 2013. "Sintesis Natrium Silikat Dari Lumpur Lapindo Sebagai Inhibitor Korosi." *Jurnal Teknik ITS* 2 (2): 384–89.

Agustina, Yuli, Hamidah, and Nazriati. 2022. "Reducing Textile Dyes from Liquid Waste Using ZnO/Silica Aerogel Nanocomposite." *AIP Conference Proceedings* 2638 (August).

Agustina, Yuli, Nazriati Nazriati, Fauziatul Fajaroh, and Adrian Nur. 2023. "Synthesis and Characterization of ZnO/Silica Aerogel Nanocomposites." *AIP Conference Proceedings* 2569 (January).

Han, Mei, Shoujun Zhu, Siyu Lu, Yubin Song, Tanglue Feng, Songyuan Tao, Junjun Liu, and Bai Yang. 2018. "Recent Progress on the Photocatalysis of Carbon Dots: Classification, Mechanism and Applications." *Nano Today* 19: 201–18.

- Isai, Kalpesh Anil, and Vinod Shankar Shrivastava. 2019. "Photocatalytic Degradation of Methylene Blue Using ZnO and 2%Fe-ZnO Semiconductor Nanomaterials Synthesized by Sol-Gel Method: A Comparative Study." *SN Applied Sciences* 1 (10).
- Krishnakumar, Balu, Avula Balakrishna, Shaik Abdullah Nawabjan, V. Pandiyan, António Aguiar, and Abilio J.F.N. Sobral. 2017. "Solar and Visible Active Amino Porphyrin/SiO₂-ZnO for the Degradation of Naphthol Blue Black." *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 111: 364–71.
<https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2017.08.012>.
- Kusdianto, K., W. Widiyastuti, M. Shimada, L. Qomariyah, and S. Winardi. 2020. "Fabrication of ZnO-SiO₂ Nanocomposite Materials Prepared by a Spray Pyrolysis for the Photocatalytic Activity under UV and Sunlight Irradiations." *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 778 (1): 0–10.
- Lotfiman, Samaneh, and Mohammad Ghorbanpour. 2017. "Antimicrobial Activity of ZnO/Silica Gel Nanocomposites Prepared by a Simple and Fast Solid-State Method." *Surface and Coatings Technology* 310: 129–33.
- Maknun, Lukluil, Nazriati, Ida Farida, Nur Kholila, and Ratu Baiqis Muyas Syufa. 2018. "Synthesis of Silica Xerogel Based Bagasse Ash as a Methylene Blue Adsorbent on Textile Waste." *Journal of Physics: Conference Series* 1093 (1).
<https://doi.org/10.1088/1742-6596/1093/1/012050>.
- Nazriati, Nazriati, Isma Rahayu, Fauziatul Fajaroh, and Adrian Nur. 2019. "Adsorpsi Ion Kadmium Menggunakan Silika Xerogel Berbasis Abu Bagasse." *JC-T (Journal Cis-Trans): Jurnal Kimia Dan Terapannya* 3 (1): 10–16.
- Vaseem, Mohammad, Ahmad Umar, and Yb Hahn. 2010. *ZnO Nanoparticles: Growth, Properties, and Applications. Metal Oxide Nanostructures and Their Applications*. Vol. 5.