



Studi Awal Sintesis ZnO/SiO₂ dengan Silika dari Limbah Padat Geothermal dan Uji Performansinya dalam Penghilangan Metilen Biru

[Preliminary Study of ZnO/SiO₂ Synthesis with Silica from Geothermal Solid Waste and Its Performance Test in Methylene Blue Removal]

Tifa Paramitha[✉], Joko Suryadi, Rahma Ardelia Raissa, Teguh Aditya Nugraha, Nirmala Utami

*Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Bandung
Jl. Gegerkalong Hilir, Ciwaruga, Kec. Parongpong, Kabupaten Bandung Barat, Jawa Barat, Indonesia*

Abstract. Industrial development impacts environmental problems, such as the emergence of wastewater containing methylene blue. In this research, SiO₂ was composited with ZnO to remove methylene blue. The steps of this study include SiO₂ extraction from geothermal solid waste, ZnO/SiO₂ synthesis, and methylene blue removal test. The process of extracting SiO₂ from geothermal solid waste used the sol-gel method. The FTIR analysis showed that SiO₂ contains siloxane group (Si-OH) and silanol group (Si-O-Si). ZnO/SiO₂ synthesis was done by making SiO₂ suspension and continued with adding the addition of several Zn(NO₃)₂·6H₂O. The FTIR analysis of ZnO/SiO₂ showed no absorption at the wavenumber 960 cm⁻¹ and there is a shoulder around the number 950 cm⁻¹ which indicates the vibration of Si-O-Zn. Meanwhile, methylene blue removal tests were carried out on artificial wastewater. Based on the research results, the highest percent removal (99%) was obtained under operating conditions, including a dose of 500 mg/L, pH 10, and contact time of 30 minutes. Based on box-benkhen analysis, it is known that dose and pH singularly affect the percent removal, while contact time does not affect the percent removal. The optimization results obtained optimum conditions for methylene blue removal at a dose of 581.952 mg/L, pH of 10, and contact time of 30 minutes. Percent removal in conditions without irradiation and with irradiation of UV light were 98.758% and 99.178%. It shows that the adsorption process is the main process in removing methylene blue, while the photocatalytic process has little effect because it is possible that only a small amount of ZnO can attach to the surface of SiO₂.

Keywords: *geothermal, silica, ZnO, photocatalytic*

Abstrak. Perkembangan industri mempunyai dampak terhadap permasalahan lingkungan, seperti timbulnya air limbah yang mengandung zat warna metilen biru. Pada penelitian ini, SiO₂ dikompositkan dengan ZnO dengan tujuan untuk menghilangkan zat warna metilen biru. Tahapan penelitian ini meliputi ekstraksi SiO₂ dari limbah padat geothermal, sintesis ZnO/SiO₂, dan uji penghilangan metilen biru. Proses ekstraksi SiO₂ dari limbah padat geothermal menggunakan metode sol-gel. Hasil analisis FTIR diketahui SiO₂ mengandung gugus siloksan (Si-OH) dan gugus silanol (Si-O-Si). Sintesis ZnO/SiO₂ dilakukan dengan membuat suspensi SiO₂ dan dilanjutkan dengan penambahan sejumlah Zn(NO₃)₂·6H₂O. Hasil analisis FTIR dari ZnO/SiO₂ diketahui tidak munculnya serapan pada bilangan gelombang 960 cm⁻¹ dan terdapat *shoulder* disekitar bilangan 950 cm⁻¹ yang menandakan vibrasi Si-O-Zn. Sementara itu, uji penghilangan metilen biru dilakukan terhadap air limbah artificial. Berdasarkan hasil percobaan, persentase penghilangan metilen biru tertinggi (99%) diperoleh dengan kondisi operasi meliputi dosis 500 mg/L, pH 10, dan waktu kontak 30 menit. Berdasarkan analisis dengan box-benkhen diketahui bahwa dosis dan pH secara tunggal mempengaruhi persentase penghilangan, sedangkan waktu kontak tidak mempengaruhi persentase penghilangan. Hasil optimasi diperoleh kondisi optimum untuk penghilangan metilen biru pada dosis 581,952 mg/L, pH 10, dan waktu kontak 30 menit. Persentase penghilangan metilen biru pada kondisi tanpa penyinaran dan dengan penyinaran lampu UV sebesar 98,758% dan 99,178%. Hal ini menunjukkan bahwa proses adsorpsi merupakan proses utama dalam penghilangan metilen biru, sedangkan proses fotokatalitik sedikit berpengaruh karena dimungkinkan hanya sedikit sedikit ZnO yang dapat menempel pada permukaan SiO₂.

Kata kunci: *geothermal, silika, ZnO, fotokatalitik*

Diterima: 14 September 2023, Disetujui: 29 Desember 2023

Sitasi: Paramitha, T., Suryadi, J., Raissa, R.A., Nugraha, T.A., Utami, N. (2023). Studi Awal Sintesis ZnO/SiO₂ dengan Silika dari Limbah Padat Geothermal dan Uji Performansinya dalam Penghilangan Metilen Biru. *KOVALEN: Jurnal Riset Kimia*, 9(3), 266-277.

[✉] Corresponding author

E-mail: tifa.paramitha@polban.ac.id

<https://doi.org/10.22487/kovalen.2023.v9.i3.16557>



LATAR BELAKANG

Perkembangan industri mempunyai dampak terhadap permasalahan lingkungan, seperti timbulnya air limbah yang mengandung zat warna. Di seluruh dunia, produksi zat warna hampir 800.000 ton/tahun dan sekitar 10-15%nya menyebabkan pencemaran air (Hassan *et al.*, 2015). Salah satu zat warna yang paling sering digunakan di industri tekstil adalah metilen biru (Demirbas, 2009). Metilen biru sebagai zat warna kationik bersifat toksik dan sulit untuk didegradasi (Yang & Luan, 2012). Air limbah metilen biru yang tidak diolah dengan benar akan menyebabkan penurunan kualitas air, mempengaruhi organisme akuatik, dan menimbulkan penyakit kepada manusia. Menurut (Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup, 1995) yaitu KEP-51/MENLH/10/1995 tentang baku mutu limbah cair bagi kegiatan industri, konsentrasi maksimum metilen biru yang diperbolehkan di keluarkan ke lingkungan adalah 5 hingga 10 mg/L.

Oleh karena itu, pengolahan air limbah metilen biru perlu dilakukan untuk mengurangi konsentrasinya sebelum dibuang ke badan air. Proses penyingkiran zat warna dapat dilakukan melalui beberapa metode, seperti presipitasi, koagulasi, dan adsorpsi. Berdasarkan ketiga metode tersebut, zat warna hanya proses perubahan fase saja tanpa terdegradasi dan masih menjadi polutan. Metode fotokatalitik merupakan metode yang menggunakan fotokatalis semikonduktor yang dapat digunakan untuk menghilangkan limbah zat warna dengan mendegradasikan zat warna menjadi komponen yang lebih sederhana dan aman. Fotokatalitik dalam prosesnya menggunakan energi yang berasal dari cahaya untuk mengaktifkan proses katalisis pada

permukaan dari bahan semikonduktor yang akan menghasilkan radikal hidroksil ($\text{OH}\cdot$) pendegradasi polutan organik dan zat warna (Riskiani *et al.*, 2019).

Dalam beberapa tahun terakhir, para peneliti telah berfokus pada fotokatalis berbasis semikonduktor untuk pengolahan air limbah, seperti TiO_2 , ZnO , Fe_2O_3 , CdS , CuO , dan SnO_2 (Hernandez-Ramirez & Medina-Ramirez, 2015). Salah satu bahan fotokatalis yang umum digunakan adalah ZnO . Hal ini dikarenakan ZnO merupakan semikonduktor yang memiliki energi celah pita yang cukup besar yaitu 3,37 eV dan energi ikat sebesar 60 MeV (Anggita, 2020). Silikon oksida atau silika (SiO_2) dikompositkan dengan semikonduktor fotokatalis bertujuan untuk meningkatkan penghilangan limbah zat warna. SiO_2 memiliki stabilitas termal yang tinggi, kekuatan mekanik yang baik, dan membantu menciptakan situs aktif katalitik baru karena adanya interaksi antara semikonduktor fotokatalis (ZnO) dengan SiO_2 . Selain itu, SiO_2 membantu untuk mendapatkan luas permukaan besar dan struktur berpori (Mohamed *et al.*, 2013).

Sintesis ZnO/SiO_2 telah berhasil dilakukan oleh beberapa peneliti dengan efisiensi degradasi zat warna maupun logam berat pada rentang 65 – 100% (Mohamed *et al.*, 2013, Govindhan & Pragathiswaran, 2019, Mohamed *et al.*, 2012, Stanley *et al.*, 2019, Sunardi & Silviana, 2022, Oktaviani & Haris, 2016, Setyawati & Haris, 2015). Diantara penelitian tersebut, hampir semua peneliti menggunakan bahan sintesis sebagai sumber SiO_2 dan hanya Sunardi & Silviana (2022) yang menggunakan bahan baku alam (abu vulkanik) sebagai sumber SiO_2 .

Melalui penelitian ini, peneliti mensintesis ZnO/SiO_2 dengan SiO_2 yang diekstraksi dari

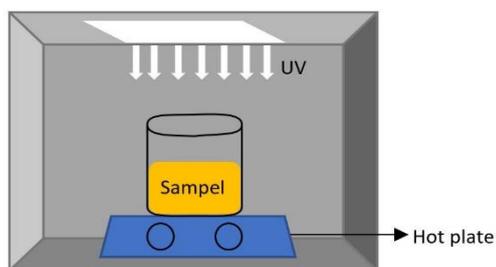
bahan baku alam sebagai kebaruan riset. Sumber SiO₂ diperoleh dari limbah padat geothermal yang mengandung SiO₂ yang cukup besar. Berdasarkan (Suryadi, 2021), yield SiO₂ yang didapatkan dari recovery limbah padat geothermal sebesar 79,92%. Selanjutnya, ZnO/SiO₂ yang dihasilkan diaplikasikan pada air limbah artificial mengandung metilen biru.

METODE PENELITIAN

Bahan dan Peralatan

Bahan penelitian adalah limbah padat geothermal dari PT Geodipa Energi Dieng, seng nitrat heksahidrat (Zn(NO₃)₂.6H₂O) pa merek Smart-Lab, sodium hidroksida (NaOH) pa merek Merck, asam klorida (HCl) pa merek Merck, etanol (C₂H₅OH) teknis, asam nitrat (HNO₃) teknis, metilen biru pa merek Merck, dan aquadest.

Peralatan utama yang digunakan berupa seperangkat alat fotokatalitik (Gambar 1), seperangkat peralatan gelas, *hotplate* dan *magnetic stirrer*, furnace, oven.



Gambar 1. Seperangkat alat fotokatalitik

Prosedur Penelitian

Ekstraksi SiO₂ dari limbah padat geothermal

Prosedur kerja ekstraksi SiO₂ dari limbah padat geothermal mengacu pada penelitian (Suryadi, 2021). Limbah padat geothermal dihaluskan dengan grinding dan diayak hingga ukuran dengan rentang 40 – 60 mesh serta dilanjutkan dengan pengeringan pada suhu

100°C selama 105 menit. Proses *acid leaching* dilakukan dengan mencampurkan limbah padat geothermal dengan larutan asam sulfat 25% dengan rasio 1:4 (b/v). Slurry dipisah dengan filtrat dan dicuci dengan aquadest, dan selanjutnya dikeringkan pada suhu 105°C hingga berat konstan. Kemudian, hasil *acid leaching* ditambahkan dengan larutan NaOH 2 N dengan rasio 1:25 (b/v) dan dilakukan pencampuran pada suhu 80°C selama 20 menit. Hasil proses *acid leaching* ditambahkan larutan HCl 1 N hingga diperoleh pH 7 dan dilakukan pendiaman selama 18 jam. Silika gel dicuci dengan aquadest dan dikeringkan selama 3 jam pada suhu 105°C.

Sintesis ZnO/SiO₂ dari limbah padat geothermal

Sintesis ZnO/SiO₂ mengacu pada penelitian Mohamed *et al.*, (2013) dengan modifikasi, yang mana pada penelitian tersebut menggunakan TEOS sebagai sumber SiO₂. Suspensi SiO₂ dibuat dengan mencampurkan SiO₂ dengan C₂H₅OH, H₂O, dan HNO₃ dengan rasio molar SiO₂: H₂O: C₂H₅OH: HNO₃ sebesar 1:12:16:0,04. Selanjutnya, campuran diaduk selama 60 menit. Kemudian, sejumlah Zn(NO₃)₂.6H₂O ditambahkan sedikit demi sedikit ke dalam campuran hingga rasio molar ZnO:SiO₂ sebesar 30:70. Campuran tetap diaduk selama 30 menit. Sol yang terbentuk didiamkan selama 24 hingga terbentuk gel. Gel dikalsinasi dalam furnace pada suhu 550 °C selama 5 jam.

Karakterisasi SiO₂ dan ZnO/SiO₂

Karakterisasi ZnO/SiO₂ dilakukan dengan menggunakan *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi produk.

Uji penghilangan metilen biru

Uji penghilangan metilen biru dilakukan dalam skala laboratorium dengan sistem operasi *batch* dan penyinaran dengan lampu UV. Uji dilakukan dengan mencampurkan sejumlah ZnO/SiO₂ ke dalam reaktor yang berisi larutan metilen biru sebanyak 250 ml (50 ppm). Proses penghilangan dilakukan pada kondisi ruang dan pengadukan yang konstan dengan variasi pH, dosis ZnO/SiO₂, dan waktu reaksi seperti ditunjukkan pada Tabel 1. Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk menentukan konsentrasi metilen biru awal dan yang tersisa. Hasil percobaan digunakan untuk optimasi proses dengan software Minitab dan desain eksperimen Box-Behnken Design (BBD). Selain itu, uji penghilangan metilen biru dilakukan pada kondisi tanpa penyinaran (gelap) dan dengan penyinaran (lampu UV).

Tabel 1. Variasi percobaan

Variasi	Kadar (unit)
pH	4, 7, 10
Dosis ZnO/SiO ₂ terhadap larutan (mg/L)	250, 500, 750
Waktu reaksi (menit)	30, 60, 90

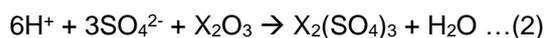
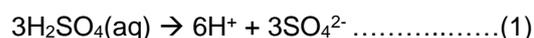
HASIL DAN PEMBAHASAN

Ekstraksi Silika dari Limbah Padat Geothermal dan Karakterisasinya

Limbah padat geothermal dimanfaatkan sebagai sumber silika dan proses ekstraksi dengan metode sol-gel. Pembuatan silika diawali dengan mengecilkan ukuran limbah padat geothermal guna memperluas kontak antara padatan dan larutan. Setelah dilakukan

pengecilan ukuran, limbah padat geothermal diayak hingga diperoleh padatan dengan ukuran rentang 40 mesh (420 μm) – 60 mesh (250 μm). Selanjutnya, limbah padat geothermal dikeringkan pada suhu 100 °C selama 105 menit untuk mereduksi kandungan air dalam padatan. Berdasarkan penelitian Syabani *et al.*, (2020), limbah padat geothermal mengandung sebagian besar SiO₂ (sekitar 96%) dan sedikit pengotor logam-logam oksida.

Untuk menghilangkan pengotornya, limbah padat geothermal dicuci dengan asam (*acid leaching*). Pada penelitian ini, *acid leaching* dilakukan dengan mengkontakkan limbah padat geothermal dengan larutan asam sulfat 25%. Setelah itu, limbah padat geothermal dicuci dengan aquadest hingga netral agar asam tidak terikut dalam produk kemudian produk proses *acid leaching* dikeringkan. Adapun reaksi yang terjadi antara asam sulfat dengan logam-logam oksida dalam limbah padat geothermal dapat dilihat pada persamaan berikut (Suryadi, 2021).



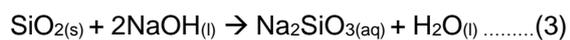
Huruf X adalah logam, contohnya logam besi

Secara visual, limbah padat geothermal setelah proses *acid leaching* berwarna lebih terang atau berwarna putih. Hal ini menunjukkan bahwa pengotor berupa logam oksida telah berkurang dalam padatan dan terjadi peningkatan kandungan silika. Rendemen dari proses pengasaman ini sebesar 91,27%. Gambar 2 menunjukkan limbah padat geothermal sebelum dan setelah proses *acid leaching*.



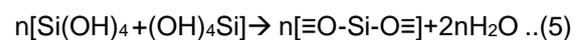
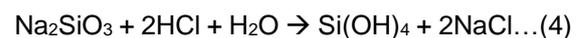
Gambar 2. (a) Limbah padat geothermal sebelum dan (b) setelah proses *acid leaching*

Proses selanjutnya adalah proses ekstraksi silika. Proses ekstraksi dilakukan dengan mengkontakkan limbah padat geothermal dengan larutan NaOH 2 N. Proses ini bertujuan untuk melarutkan silika dalam limbah padat geothermal hingga terbentuk larutan natrium silikat (Na_2SiO_3). Persamaan 3 menunjukkan reaksi silika dengan larutan NaOH (Suryadi, 2021).



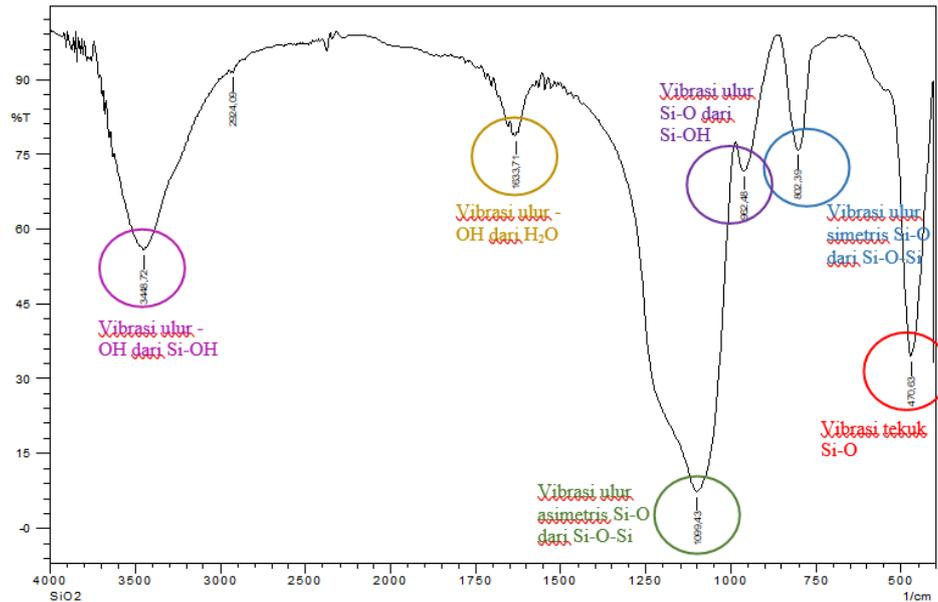
Larutan natrium silikat disaring dan diambil filtratnya. Kemudian, filtratnya ditambahkan larutan HCl 1 N hingga pH filtrat mencapai pH 7. Penambahan larutan HCl bertujuan untuk membentuk asam silikat $[\text{Si}(\text{OH})_4]$, dan selanjutnya terjadi polimerisasi dengan membentuk ikatan siloksan (Si-O-Si). Reaksi pembentukan silika gel ditampilkan

pada persamaan 4 dan 5 berikut (Suryadi, 2021).



Silika gel yang telah bersih dikeringkan hingga berat konstan untuk mereduksi kandungan airnya. Produk yang dihasilkan berwarna putih, yang menunjukkan senyawa silika. Rendemen dari proses ekstraksi silika dari limbah padat geothermal sebesar 98,1%. Silika hasil sintesis dari limbah padat geothermal dianalisis dengan instrumen FTIR untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terkandung.

Hasil analisis FTIR diketahui bahwa silika yang dihasilkan mengandung gugus silanol (-Si-OH) dan gugus siloksan (-Si-O-Si) (Chen et al., 2017). Interpretasi secara lengkap hasil FTIR telah dijabarkan pada Gambar 3.



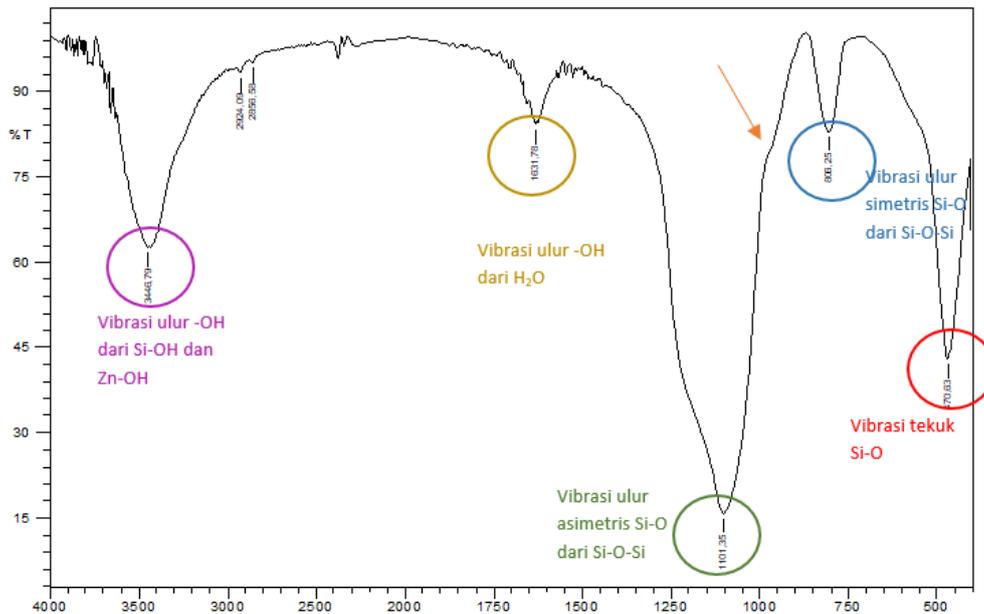
Gambar 3. Interpretasi spektra FTIR spektra silika dari limbah padat geotermal

Sintesis Komposit ZnO/SiO₂ dan Karakterisasinya

Sintesis ZnO/SiO₂ dilakukan dengan membuat suspensi SiO₂. Suspensi dibuat dengan mencampurkan padatan silika ke dalam sejumlah etanol, asam nitrat, dan aquadest. Selanjutnya, suspensi silika ditambahkan seng nitrat heksahidrat dan terbentuklah Zn(OH)₂, yang selanjutnya menghasilkan ikatan dengan gugus Si-OH pada permukaan silika. Setelah itu, produk didiamkan selama 24 jam. Kemudian dilakukan pengeringan untuk menghilangkan kadar air dan dikalsinasi untuk menghilangkan kandungan air lebih lanjut dan reaksi kondensasi dehidrasi antara Si-OH dan Zn-OH, dan menghasilkan ikatan Si-O-Zn (Chen et al., 2017).

Produk ZnO/SiO₂ dikarakterisasi dengan instrumen FTIR untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terkandung. Hasil FTIR (Gambar 4)

menunjukkan adanya serapan yang sama antara sampel SiO₂ dengan sampel ZnO/SiO₂, yaitu pada bilangan gelombang 470,63 cm⁻¹ yang menunjukkan vibrasi tekuk Si-O. Terdapat sedikit pergeseran bilangan gelombang pada 806,25; 1101,35; 1631,78; dan 3446,79 cm⁻¹ yang menunjukkan vibrasi ulur simetris Si-O dari Si-O-Si, vibrasi ulur asimetris Si-O dari Si-O-Si, vibrasi ulur -OH dari H₂O, dan vibrasi ulur -OH dari Si-OH dan Zn-OH. Sementara itu, yang membedakan antara hasil FTIR sampel SiO₂ dengan sampel ZnO/SiO₂ adalah tidak munculnya serapan pada bilangan gelombang disekitar 960 cm⁻¹ pada sampel ZnO/SiO₂. Pada sampel ZnO/SiO₂, terdapat *shoulder* disekitar 950 cm⁻¹ yang memungkinkan adanya vibrasi Si-O-Zn. Hasil tersebut telah sejalan dengan hasil FTIR penelitian (Galedari et al., 2017) dan (Raevskaya et al., 2014).

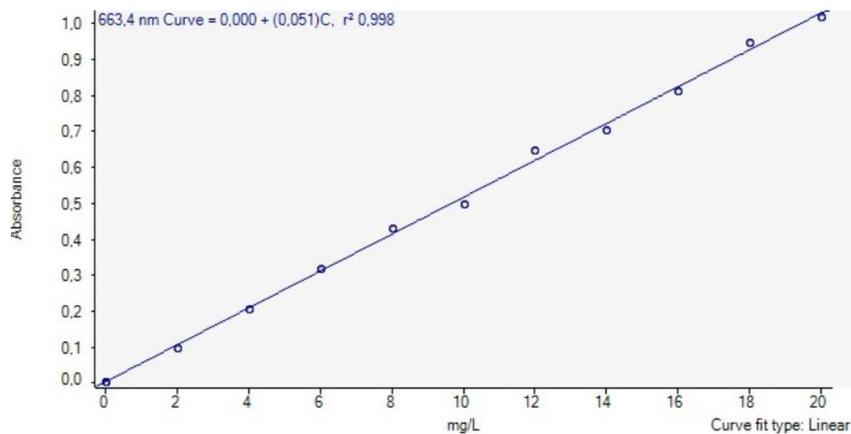


Gambar 4. Interpretasi spektra FTIR ZnO/SiO₂

Penghilangan Metilen Biru

Sebelum dilakukan uji penghilangan metilen biru, pada penelitian ini telah dilakukan penentuan panjang gelombang maksimum metilen biru dan pembuatan kurva kalibrasi.

Panjang gelombang maksimum dari metilen biru adalah 663,4 nm. Selanjutnya, Gambar 5 menunjukkan kurva kalibrasi dengan nilai koefisien korelasi (r^2) sebesar 0,998.



Gambar 5. Kurva kalibrasi metilen biru

Uji penghilangan metilen biru dilakukan untuk mengetahui kemampuan ZnO/SiO₂ dalam menghilangkan zat warna metilen biru. Metode *response surface methodology* digunakan untuk optimasi proses penghilangan metilen biru dengan desain eksperimen berupa Box-Behnken Design (BBD). Berdasarkan (Sitohang et al., 2022), BBD adalah desain

eksperimen yang tepat untuk optimasi dengan 3 variabel dan jumlah percobaan sedikit. Pada penelitian ini, variabel respon adalah persentase penghilangan metilen biru (Y), sedangkan variabel bebas/independent adalah dosis (X1), pH (X2), dan waktu kontak (X3).

Tahap pertama yang dilakukan adalah menentukan persamaan dengan cara meregresikan data percobaan. Persamaan optimasi yang dihasilkan dalam model linier dengan persamaan sebagai berikut.

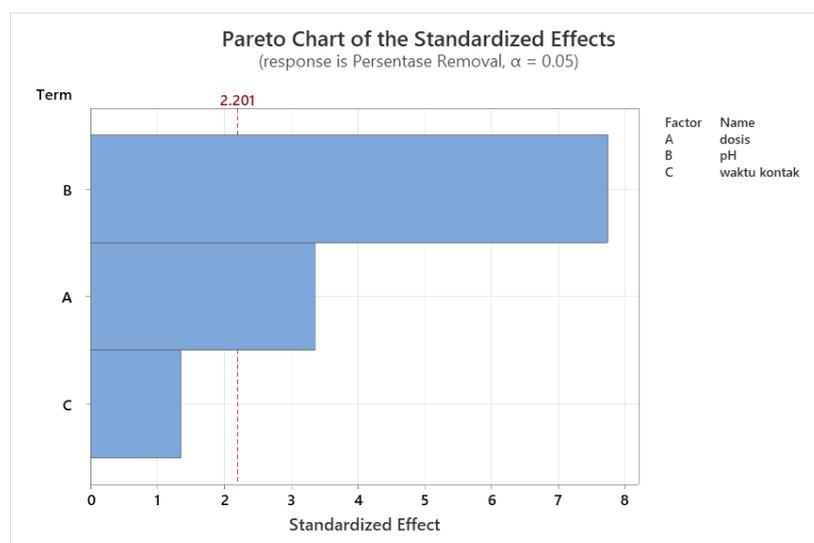
$$Y = 21.56 + 0.03014 \cdot X_1 + 5.786 \cdot X_2 + 0.1010 \cdot X_3$$

Kecocokan model ditentukan berdasarkan nilai *lack of fit*. Pada penelitian ini diperoleh nilai *lack of fit* sebesar 0.055 ($P_{lack\ of\ fit} > 0,05$). Hal tersebut memiliki arti tidak signifikan yang menunjukkan bahwa adanya kecocokan model yang digunakan. Sementara itu, keakuratan model ditentukan dengan uji koefisien determinasi (R^2). Nilai R^2 yang diperoleh pada penelitian ini sebesar 86,92%, yang mana nilai $R^2 > 70\%$ menunjukkan nilai percobaan dan prediksi cukup tepat atau adanya kedekatan hasil (Wyantuti et al., 2020).

Tahap kedua adalah menentukan variabel mana yang berpengaruh terhadap persentase penghilangan metilen biru dengan *Analysis of Variance* (ANOVA). Apabila nilai p-

value hasil perhitungan ANOVA lebih kecil dari level signifikansi (α) maka variabel dianggap berpengaruh secara signifikan. α yang digunakan dalam penelitian ini sebesar 0,05. Nilai p-*value* untuk variabel dosis (X1), pH (X2), dan waktu kontak (X3) berturut-turut sebesar 0,006; 0,000; dan 0,204. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan variabel dosis dan pH secara tunggal mempengaruhi persentase penghilangan metilen biru secara signifikan (p-*value* < 0,05), sedangkan variabel waktu kontak secara tunggal tidak mempengaruhi secara signifikan (p-*value* > 0,05).

Selain itu, untuk menentukan variabel yang berpengaruh terhadap persentase penghilangan metilen biru dapat ditentukan menggunakan *Pareto Chart* yang disajikan pada Gambar 6. Variabel yang berpengaruh secara signifikan ditentukan dari panjang batang yang melebihi garis referensi (2,201). Dari Gambar 6 dapat diketahui bahwa variabel dosis dan pH secara tunggal berpengaruh secara signifikan terhadap persentase penghilangan metilen biru.



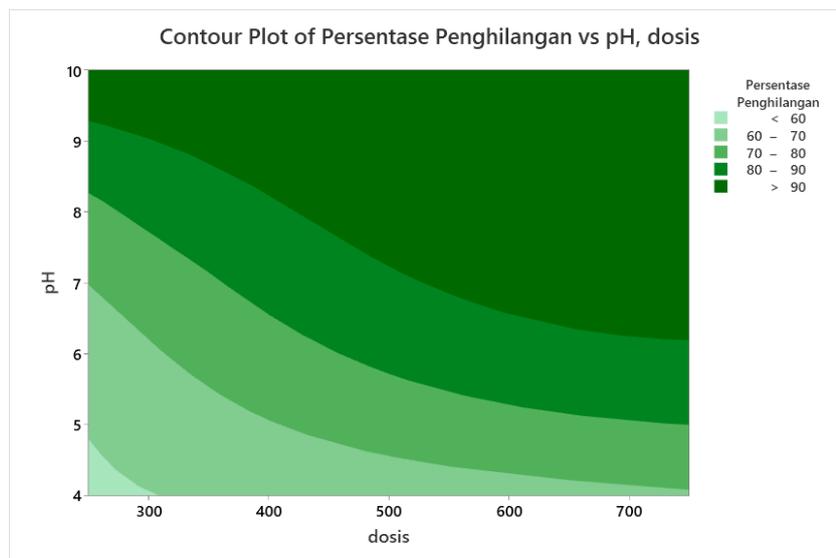
Gambar 6. Pareto chart

Gambar 7 menunjukkan *contour plot* dari interaksi pH dan dosis terhadap persentase

penghilangan metilen biru. Berdasarkan Gambar 7 dapat diketahui bahwa nilai pH dan

dosis diperbesar maka akan menghasilkan persentase penghilangan metilen biru yang maksimal. Hal ini disebabkan semakin naiknya pH (4-10) atau kondisi basa menyebabkan permukaan ZnO/SiO₂ cenderung bermuatan negatif akibat kondisi larutan berada di atas pHzpc (pHzpc ZnO = 8,6) (Daneshvar et al., 2007 dalam (Joshaghani et al., 2017)) dan pHzpc SiO₂ = 3,4 (Safari et al., 2021) sehingga

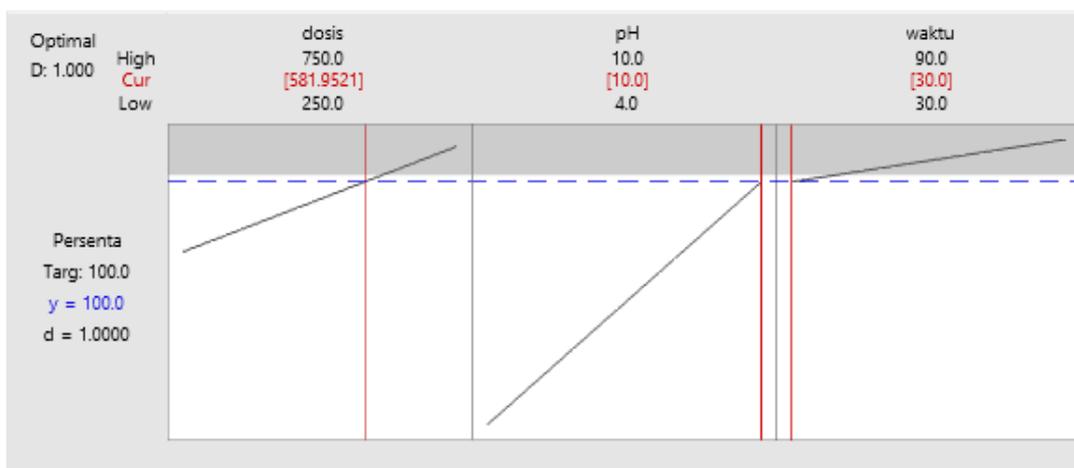
metilen biru yang bersifat kationik akan bergerak ke permukaan komposit dan memudahkan proses penghilangan metilen biru. Sementara itu, semakin besar dosis dari 250 mg/L hingga 750 mg/L menyebabkan semakin banyak gugus aktif dan radikal hidroksi yang terlibat sehingga proses penghilangan metilen biru akan semakin maksimal.



Gambar 7. *Contour plot* interaksi dari pH dan dosis terhadap persentase penghilangan metilen biru

Tahap ketiga adalah menentukan kondisi optimum. Hasil optimasi diperoleh kondisi optimum untuk penghilangan metilen biru pada dosis 581,952 mg/L, pH 10, dan waktu kontak

30 menit (Gambar 8). Model memprediksi bahwa kombinasi dari dosis, pH, dan waktu kontak tersebut akan menghasilkan persentase penghilangan metilen biru sebesar 100%.



Gambar 8. *Response optimizer*

Pada penelitian ini dilakukan pula uji penghilangan metilen biru tanpa penyinaran (gelap) dan dengan penyinaran (lampu UV) untuk mengetahui proses yang paling berpengaruh dan keberhasilan terbentuknya komposit ZnO/SiO₂. Pengujian dilakukan pada kondisi operasi berupa dosis 500 mg/L, pH 10, dan waktu kontak 30 menit. Tabel 2 menunjukkan hasil persentase penghilangan metilen biru pada kondisi tanpa penyinaran (gelap) dan dengan penyinaran (lampu UV).

Berdasarkan Tabel 2 diketahui bahwa persentase penghilangan dengan lampu UV sedikit lebih tinggi dibandingkan pada kondisi gelap. Dengan demikian, dapat disimpulkan bahwa proses adsorpsi merupakan proses utama dalam penghilangan metilen biru, sedangkan proses fotokatalitik sedikit berpengaruh. Hal ini dimungkinkan karena proses sintesis komposit ZnO/SiO₂ kurang berjalan dengan baik karena pH larutan yang terlalu asam sehingga hanya sedikit saja ZnO yang dapat menempel pada permukaan SiO₂. Berdasarkan penelitian (Chen et al., 2017) menjelaskan bahwa semakin rendah pH larutan pada saat sintesis menghasilkan komposisi ZnO yang semakin rendah.

Tabel 2. Uji penghilangan metilen biru tanpa penyinaran (gelap) dan dengan penyinaran (lampu UV)

Perlakuan	Persentase penghilangan (%)
Tanpa penyinaran (gelap)	98,758
Dengan penyinaran (sinar UV)	99,178

KESIMPULAN

Ekstraksi silika dari limbah padat geothermal, sintesis ZnO/SiO₂, dan uji fotokatalitik telah dilakukan dalam penelitian ini.

Hasil analisis FTIR diketahui SiO₂ mengandung gugus siloksan (Si-OH) dan gugus silanol (Si-O-Si). Selanjutnya, hasil analisis FTIR dari ZnO/SiO₂ diketahui tidak munculnya serapan pada bilangan gelombang 960 cm⁻¹ dan terdapat *shoulder* disekitar bilangan 950 cm⁻¹ yang menandakan vibrasi Si-O-Zn. Berdasarkan analisis dengan box-benkhen diketahui bahwa dosis dan pH secara tunggal mempengaruhi persentase penghilangan, sedangkan waktu kontak tidak mempengaruhi persentase penghilangan. Hasil optimasi diperoleh kondisi optimum untuk penghilangan metilen biru pada dosis 581,952 mg/L, pH 10, dan waktu kontak 30 menit. Selanjutnya, hasil pengujian pada kondisi tanpa penyinaran dan dengan penyinaran menggunakan lampu UV menunjukkan hasil persentase penghilangan dengan penyinaran lampu UV sedikit lebih tinggi. Hal tersebut menunjukkan bahwa proses adsorpsi merupakan proses utama dalam penghilangan metilen biru, sedangkan proses fotokatalitik sedikit berpengaruh.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih ditujukan kepada Politeknik Negeri Bandung yang telah memberikan pendanaan melalui skema penelitian mandiri dengan nomor kontrak B/98.28/PL1.R7/PG.00.03/2023 untuk pelaksanaan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Anggita, S. R. (2020). Deposisi ZnO Doping Ag pada Substrat Aluminium Foil untuk Degradasi Methylene Blue. In *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*, 8(1).
- Chen, Y., Ding, H., & Sun, S. (2017). Preparation and characterization of ZnO nanoparticles supported on amorphous SiO₂. *Nanomaterials*, 7(8). <https://doi.org/10.3390/nano7080217>

- Demirbas, A. (2009). Agricultural based activated carbons for the removal of dyes from aqueous solutions: A review. In *Journal of Hazardous Materials*, 167, (1–3), 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2008.12.114>
- Galedari, N. A., Rahmani, M., & Tasbihi, M. (2017). Preparation, characterization, and application of ZnO@SiO₂ core-shell structured catalyst for photocatalytic degradation of phenol. *Environmental Science and Pollution Research*, 24(14), 12655–12663. <https://doi.org/10.1007/s11356-016-7888-2>
- Govindhan, P., & Pragathiswaran, C. (2019). Silver Nanoparticle Decorated on ZnO@SiO₂ Nanocomposite and Application for Photocatalytic Dye Degradation of Methylene Blue. *National Academy Science Letters*, 42(4), 323–326. <https://doi.org/10.1007/s40009-018-0746-7>
- Hassan, S. S. M., Azab, W. I. M. E., Ali, H. R., & Mansour, M. S. M. (2015). Green Synthesis and Characterization of ZnO Nanoparticles for Photocatalytic Degradation of Anthracene. *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*, 6(4). <https://doi.org/10.1088/2043-6262/6/4/045012>
- Hernandez-Ramirez, A., & Medina-Ramirez, I. (2015). *Photocatalytic Semiconductors: Synthesis, Characterization, and Environmental Applications* (1st ed.). Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-10999-2>
- Joshaghani, M., Yazdani, D., & Zinatizadeh, A. A. (2017). Statistical modeling of p-nitrophenol degradation using a response surface methodology (RSM) over nano zero-valent iron-modified Degussa P25-TiO₂/ZnO photocatalyst with persulfate. *Journal of the Iranian Chemical Society*, 14(11), 2449–2456. <https://doi.org/10.1007/s13738-017-1179-9>
- Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup. (1995). *KEP-51/MENLH/10/1995 tentang Baku Mutu Limbah Cair bagi Kegiatan Industri*. Kementerian Negara Lingkungan Hidup, Jakarta.
- Mohamed, R. M., Baeissa, E. S., Mkhallid, I. A., & Al-Rayyani, M. A. (2013). Optimization of preparation conditions of ZnO–SiO₂ xerogel by sol–gel technique for photodegradation of methylene blue dye. *Applied Nanoscience (Switzerland)*, 3(1), 57–63. <https://doi.org/10.1007/s13204-012-0074-z>
- Mohamed, R. M., Mkhallid, I. A., Baeissa, E. S., & Al-Rayyani, M. A. (2012). Photocatalytic degradation of methylene blue by Fe/ZnO/SiO₂ nanoparticles under visiblelight. *Journal of Nanotechnology*, vol. 2012, Article ID 329082 <https://doi.org/10.1155/2012/329082>
- Oktaviani, Z. P., & Haris, A. (2016). Sintesis ZnO-SiO₂ dan Aplikasinya pada Fotokatalisis Degradasi Limbah Organik Fenol dan Penurunan Kadar Cd(II) secara Simultan. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 19(2), 45–49. <https://doi.org/10.14710/jksa.19.2.45-49>
- Raevskaya, A. E., Panasiuk, Y. V., Stroyuk, O. L., Kuchmiy, S. Y., Dzhagan, V. M., Milekhin, A. G., Yeryukov, N. A., Sveshnikova, L. A., Rodyakina, E. E., Plyusnin, V. F., & Zahn, D. R. T. (2014). Spectral and luminescent properties of ZnO-SiO₂ core-shell nanoparticles with size-selected ZnO cores. *RSC Advances*, 4(108), 63393–63401. <https://doi.org/10.1039/c4ra07959k>
- Riskiani, E., Suprihatin, I. E., & Sibarani, J. (2019). Fotokatalis Bentonit-Fe₂O₃ Untuk Degradasi Zat Warna Remazol Brilliant Blue. In *Cakra Kimia (Indonesian E-Journal of Applied Chemistry)*, 7(1).
- Safari, M., Mehrdadi, N., Baghdadi, M., & Nabi Bidhendi, G. (2021). Removal capability of 4-Nonylphenol using new nano-adsorbents produced in sand filters of water treatment plants. *Materials Research Express*, 8(4). <https://doi.org/10.1088/2053-1591/abafcd>

- Setyawati, D. A., & Haris, A. (2015). Sintesis ZnO-SiO₂ serta Aplikasinya pada Degradasi Limbah Organik Fenol dan Fotoreduksi Pb(II) secara Simultan. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 18(3), 96–100.
<https://doi.org/10.14710/jksa.18.3.96-100>
- Sitohang, R. G., Turnip, N. J. R., & Aditia, A. (2022). Optimasi proses adsorpsi zat warna indigosol di air limbah artifisial menggunakan response surface methodology dengan pendekatan desirability function. *Jurnal Rekayasa Proses*, 16(2), 60.
<https://doi.org/10.22146/jrekpros.72318>
- Stanley, R., J, A. J., & S, M. V. (2019). Enhanced sunlight photocatalytic degradation of methylene blue by rod-like ZnO-SiO₂ nanocomposite. *Optik*, 180, 134–143.
<https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2018.11.084>
- Sunardi, S., & Silviana, S. (2022). Transformasi Abu Vulkanik dan Limbah Seng menjadi Nanokomposit ZnO-SiO₂ dan Aplikasinya untuk Degradasi Rhodamin B. *JURNAL ILMU LINGKUNGAN*, 24(4), 856–871.
- Suryadi, J. (2021). Perolehan Kembali Senyawa Silika Dari Limbah Padat Geotermal Menggunakan Metode Sol-Gel. *Prosiding Seminar Nasional Terapan Riset Inovatif (SENTRINOV)*, 24–33.
- Syabani, M. W., Amaliyana, I., Hermiyati, I., & Supriyatna, Y. I. (2020). Silica from geothermal waste as reinforcing filler in artificial leather. *Key Engineering Materials*, 849 KEM, 78–83.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.849.78>
- Wyantuti, S., Aristantia, R., Hartati, Y. W., & Bahti, H. H. (2020). Penerapan Desain Eksperimen Plackett-Burman dan Box-Behnken pada Analisis Voltametri Pulsa Diferensial untuk Penentuan Kadar Senyawa Kompleks Gd-DTPA. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 16(1), 140.
<https://doi.org/10.20961/alchemy.16.1.35166.140-151>
- Yang, Y., & Luan, J. (2012). Synthesis, property characterization and photocatalytic activity of the novel composite polymer polyaniline/Bi₂SnTiO₇. *Molecules*, 17(3), 2752–2772.
<https://doi.org/10.3390/molecules17032752>