

Sintesis Material Fotokatalis Seng Oksida – Silika Abu Tongkol Jagung (ZnO-SiO₂) dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasinya

Fadilla Nur Alifya Rahmadani¹, Ilma Fadlilah², Theresia Evila Purwanti Sri Rahayu³

^{1,2,3} Program Studi Teknik Pengendalian Pencemaran Lingkungan, Jurusan Rekayasa Mesin Industri dan Pertanian, Politeknik Negeri Cilacap, Indonesia.

Corresponding author: ilma.fadlilah@pnc.ac.id

Article history

Received: 07 June 2024

Received in revised form: 19 June 2024

Accepted: 27 June 2024

DOI:

10.17977/um0260v8i12024p033

Kata-kata kunci:

Seng Oksida

Silika Abu Tongkol Jagung

Morfologi Permukaan

Abstrak

Pengolahan limbah secara kimiawi merupakan salah satu metode pengolahan yang memiliki banyak kelebihan, salah satunya fotodegradasi. Fotodegradasi adalah metode pengolahan limbah yang memanfaatkan foton sebagai sumber energi. Seng Oksida (ZnO) dikenal sebagai material semikonduktor dengan sifat fotokatalitik yang baik dan non toksik yang sering digunakan untuk mempercepat proses fotodegradasi. Sifat ZnO yang mengalami aglomerasi saat sintesis serta rekombinasi elektron yang sangat cepat dapat berpengaruh terhadap efektivitas ZnO. Silika merupakan material berpori yang baik digunakan sebagai material pendukung ZnO karena dapat mencegah aglomerasi dan menurunkan kecepatan rekombinasi elektron. Pada penelitian ini ZnO-SiO₂ disintesis menggunakan metode kopresipitasi dengan prekursor Zn(NO₃)₂·6H₂O dan abu tongkol jagung sebagai sumber silika dan variasi massa silika abu tongkol jagung yaitu (0,25; 0,5; 0,75) gram. Hasil sintesis menunjukkan bahwa ZnO-SiO₂ 0,5 gram memiliki morfologi permukaan dengan distribusi yang paling seragam, ukuran partikel paling kecil yaitu 124,73 nm, dan memiliki fasa kristalin *willemite hexagonal*.

Abstract

Chemical waste treatment is one of the treatment methods that has many advantages, one of which is photodegradation. Photodegradation is a waste treatment method that uses photons as an energy source. Zinc Oxide (ZnO) is known as a semiconductor material with good photocatalytic properties and is non-toxic which is often used to accelerate the photodegradation process. The nature of ZnO which experiences agglomeration during synthesis and very fast electron recombination can affect the effectiveness of ZnO. Silica is a porous material that is good for use as a supporting material for ZnO because it can prevent agglomeration and reduce the speed of electron recombination. In this study, ZnO-SiO₂ was synthesized using the coprecipitation method with precursors Zn(NO₃)₂·6H₂O and corn cob ash as a source of silica and variations in the mass of corn cob ash silica, namely (0.25; 0.5; 0.75) grams. The synthesis results show that 0,5 gram ZnO-SiO₂ has the most uniform surface morphology distribution, the smallest particle size of 124,73 nm, and has a hexagonal willemitecrystalline phase.

PENDAHULUAN

Perkembangan industri saat ini memiliki banyak pengaruh terhadap kehidupan masyarakat, seperti meningkatnya jumlah lapangan kerja, perkembangan teknologi, dapat meningkatkan perekonomian dan lain sebagainya. Akan tetapi, perkembangan industri juga memiliki pengaruh terhadap keseimbangan ekosistem lingkungan. Limbah merupakan sisa usaha dan/atau kegiatan yang memberikan dampak negatif apabila tidak

ditangani dengan baik (PP RI No 22 Tahun 2021). Salah satu metode pengolahan limbah khususnya limbah cair yang dapat menyisihkan seluruh polutan organik dan anorganik dalam air limbah adalah pengolahan limbah secara kimia [1]. Fotokatalisis merupakan metode pengolahan limbah secara kimia menggunakan mekanisme fotodegradasi atau degradasi polutan dengan memanfaatkan energi cahaya dengan bantuan material katalis untuk mempercepat proses degradasi yang disebut dengan

fotokatalis [2].

Seng Oksida (ZnO) adalah material semikonduktor logam oksida tipe-n berstruktur heksagonal [3] dengan energi celah pita 3,37 eV [4] yang dapat dimanfaatkan sebagai material fotokatalis karena efektif untuk mendegradasi polutan organik yang terlarut dalam air limbah dengan energi ikat eksiton sebesar 60 meV [5], memiliki stabilitas termal yang tinggi, harga ekonomis dan non toksik [4].

Pemaparan diatas menunjukkan bahwa ZnO memiliki banyak kelebihan, tetapi keterbatasan ZnO dalam mengadsorpsi zat yang didegradasi [6], serta proses rekombinasi elektron yang terlalu cepat sehingga proses fotodegradasi berjalan kurang optimal. Rekombinasi elektron adalah proses kembalinya pasangan *elektron/hole* ke posisi semula. Upaya yang dapat dilakukan untuk mengatasi permasalahan tersebut adalah dengan melakukan modifikasi material. Silika, zeolit, lempung, alumina dan karbon aktif merupakan beberapa material yang dapat digunakan untuk memodifikasi ZnO dengan tujuan mengurangi keterbatasan pertukaran *elektron* dan *hole* pada proses fotodegradasi [3].

Silika adalah material yang memiliki susunan rantai satuan SiO₄ tetrahedral dengan formula umum yaitu SiO₂. Silika banyak digunakan sebagai katalis dalam suatu reaksi kimia karena silika bersifat *inert* dan memiliki kestabilan termal dan mekanik yang baik [7]. Selain itu, sifat silika yang berpori cocok digunakan sebagai material pendukung fotokatalis semikonduktor seperti ZnO untuk mengurangi laju rekombinasi elektron/*hole* karena dapat menghimpun elektron dari pita konduksi sehingga elektron pada permukaan fotokatalis ZnO dapat bereaksi lebih optimal [3] tanpa mempengaruhi rentang serapan cahaya yang dimiliki ZnO [8]. Terkait dengan sifat ZnO yang dapat mudah mengalami aglomerasi pada saat sintesis, penambahan SiO₂ juga dapat menghambat aglomerasi ZnO pada suhu tinggi sehingga dapat menghasilkan partikel dengan ukuran yang lebih seragam [9].

Tongkol jagung merupakan salah satu jenis limbah pertanian dan perkebunan atau sering disebut dengan *biomassa*. Tongkol jagung menyusun 50% dari seluruh bagian jagung dengan kandungan silika (SiO₂) sebesar 67% [10] dan memiliki sedikit kandungan logam di dalamnya [11]. Selain itu, pemanfaatan tongkol jagung sebagai sumber silika juga dapat mengurangi

pencemaran akibat limbah *biomassa*, karena sebagian besar masyarakat memilih untuk membakar limbah *biomassa* yang tentunya dapat berdampak pada pencemaran udara akibat CO₂ dan CO [11].

Sintesis komposit ZnO-SiO₂ abu tongkol jagung dapat dilakukan dengan metode kopresipitasi. Kopresipitasi adalah metode sintesis yang baik digunakan untuk sintesis material logam seperti Zn, Ti dan Fe dengan prinsip pengendapan dari satu atau lebih substansi secara bersamaan untuk menghasilkan material yang homogen [12], [13]. Kelebihan dari metode ini yaitu waktu sintesis yang singkat, dilakukan pada suhu rendah, serta menghasilkan material dengan kemurnian yang tinggi [14].

Berdasarkan uraian diatas, maka pada penelitian ini penulis akan melakukan penelitian dengan judul “Sintesis Material Fotokatalis Seng Oksida – Silika Abu Tongkol Jagung (ZnO-SiO₂) dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasinya” dengan variasi massa SiO₂ abu tongkol jagung (0,25; 0,5; 0,75) gram dalam 5 gram prekursor Zn(NO₃)₂.6H₂O. Sampel yang diperoleh selanjutnya akan dianalisis karakterisasinya menggunakan instrumen (a) *Scanning Electron Microscopy – Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) untuk mengetahui morfologi permukaan, ukuran partikel dan persentase massa unsur penyusun material, (b) *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui fasa kristalin yang terbentuk dari material.

METODE

Alat

Alat utama yang digunakan dalam proses sintesis yaitu seperangkat peralatan gelas, *furnace*, oven, *hotplate* dan *magnetic stirrer*.

Bahan

Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu Tongkol Jagung, Hidrogen Klorida *p.a* (HCl), Natrium Hidroksida *p.a* (NaOH), Etanol *p.a* 99,99%, Seng Nitrat Heksahidrat *p.a* (Zn(NO₃)₂.6H₂O) dan *Aquadest*.

Sintesis Silika Abu Tongkol Jagung

Prosedur sintesis silika abu tongkol Jagung diawali dengan pembuatan abu tongkol Jagung yang mengacu pada penelitian Legesse (2021), yaitu tongkol jagung yang akan digunakan dipotong dan dicuci terlebih dahulu menggunakan air bersih kemudian dijemur dan digiling agar ukurannya menjadi lebih kecil. Kemudian dilakukan proses

acid leaching pada tongkol jagung menggunakan HCl 2,5N pada suhu 80°C selama 1 jam dengan perbandingan 1:5 m/v. Tongkol Jagung yang sudah mengalami proses *acid leaching* dinetralkan menggunakan air bersih hingga rentang pH 6 atau 7 dilanjutkan pengeringan dengan oven pada suhu 110°C selama 3 jam. Tongkol jagung kering selanjutnya diabukan dengan pembakaran terbuka selama 2-3 jam.

Proses ekstraksi silika dari abu tongkol jagung mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh [15], dimana proses ekstraksi diawali dengan proses *acid leaching* pada abu tongkol jagung yang dihasilkan menggunakan HCl 1M selama 6 jam dengan perbandingan yaitu 1:5 (m/v), kemudian dibilas dengan *aquadest* hingga rentang pH 6 atau 7. Abu tongkol jagung yang sudah netral didekantasi dari *aquadest* dan ditambahkan NaOH 4M dengan perbandingan 1/5 (m/v) kemudian dilanjutkan dengan pengadukan kosntan selama 3 jam dan didiamkan selama 24 jam. Campuran tersebut selanjutnya disaring dengan untuk diperoleh filtrat Na_2SiO_3 dan dititrasi dengan HCl 2M hingga pH 6 dan terbentuk gel SiOH_4 berwarna putih. Gel yang terbentuk selanjutnya disaring dengan dikeringkan dengan oven pada suhu 110°C selama 2 jam dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 900°C selama 4 jam untuk menghasilkan SiO_2 dan dihaluskan.

Sintesis ZnO-SiO₂ Abu Tongkol Jagung

Sintesis ZnO-SiO₂ dengan metode kopresipitasi mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh [16], dengan modifikasi sumber silika yang digunakan dan massa SiO₂ yang digunakan. Adapun variasi massa SiO₂ dalam 5 gram prekursor $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ disajikan dalam **Tabel 1.** Proses sintesis diawali dengan pembuatan suspensi SiO₂ Abu Tongkol Jagung dengan cara mencampurkan SiO₂ Abu Tongkol Jagung yang sudah ditimbang dengan 50 ml NaOH disertai pengadukan 500 rpm selama 30 menit dan ditambahkan dengan HCl 50 ml dengan pemanasan 50°C disertai pengadukan 800 rpm selama 1 jam. Adapun perbandingan molar SiO₂ Abu Tongkol Jagung, larutan NaOH dan larutan HCl yang digunakan untuk pembuatan suspense yaitu 1:2:2. Perbandingan tersebut berlaku pada setiap variasi massa SiO₂ Abu Tongkol Jagung yang digunakan dalam sintesis.

Proses selanjutnya yaitu pembuatan suspensi ZnO. Sebanyak 5 gram $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam 100 ml Etanol *p.a* 99% hingga homogen.

Selanjutnya larutan tersebut dicampurkan kedalam 50 ml NaOH 0,168 M dan diaduk hingga terbentuk suspensi berwarna putih. Kedua suspensi yang sudah dibuat selanjutnya dicampurkan dan dilakukan pengadukan cepat 800 rpm selama 1 jam. Suspensi yang terbentuk selanjutnya disaring dengan kertas *Whatman* No.5 dan dibilas menggunakan *aquadest* hingga pH 7. Suspensi tersebut dikeringkan menggunakan oven pada suhu 110°C selama 2 jam dan dilanjutkan proses kalsinasi pada suhu 900°C selama 2 jam. Sampel hasil kalsinasi selanjutnya dihaluskan menggunakan mortar dan alu.

Karakterisasi Silika Abu Tongkol Jagung dan Komposit ZnO-SiO₂ Abu Tongkol Jagung

Produk hasil sintesis dikarakterisasi dengan instrument SEM-EDX dengan perbesaran 5.00kx untuk memperoleh gambar morfologi permukaan partikel dan komposisi massa unsur penyusun sampel. Pengukuran distribusi ukuran partikel sampel dilakukan menggunakan *Software ImageJ* dan *OriginLab* seperti penelitian yang dilakukan oleh [17], [18]. Analisis XRD dilakukan menggunakan D8 *Advance Bruker Germany* dengan radiasi Cu K α ($\lambda=1,54056$ nm) pada tegangan 40kV dan kuat arus 35 mA pada pengukuran sudut 2θ (tetha) 10°-90°. Analisis XRD dilakukan untuk memperoleh data difraksi sinar-X (difraktogram) sampel sehingga dapat diketahui fasa kristalin pada sampel. Proses analisis difraktogram dilakukan dengan menggunakan *Software Match!* yang dibandingkan dengan *database* JCPDS yang terdapat dalam *software*.

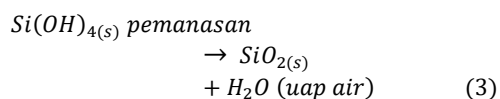
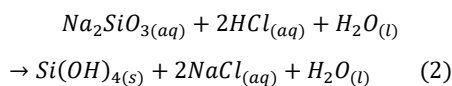
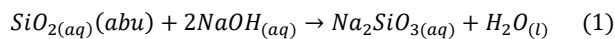
HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis SiO₂ Abu Tongkol Jagung dan Karakterisasinya

Tongkol jagung merupakan salah satu limbah biomassa pertanian yang dapat dimanfaatkan sebagai sumber silika. Tongkol jagung yang akan diesktraksi kandungannya dilakukan proses pencucian dan *acid leaching* dengan HCl 2M untuk menghilangkan pengotor berupa debu yang menempel pada tongkol jagung serta menghilangkan kandungan mineral alkali (Na, K), alkali tanah (Mg, Ca), logam transisi (Fe) serta logam lainnya seperti Al yang terdapat pada lignin atau hemiselulosa pada tongkol jagung. Penggunaan HCl bertujuan untuk mengionisasi pengotor logam dan mineral pada tongkol jagung menjadi H₂O, gas H₂ dan garam sehingga dapat mengoptimalkan proses pengabuan dan

meningkatkan kemurnian silika tongkol jagung yang diperoleh [11], [19].

Tahap ekstraksi silika abu tongkol jagung mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh [15] diawali dengan proses *acid leaching* abu tongkol jagung menggunakan HCl 1M untuk melarutkan pengotor pada abu tongkol jagung yang mungkin terbawa saat proses pengabuan. Penambahan NaOH 4M bertujuan untuk melarutkan SiO₂ yang terdapat pada abu tongkol jagung sehingga menghasilkan larutan Natrium Silikat (Na₂SiO₃) (1) berwarna bening kekuningan. Penambahan HCl 2M bertujuan untuk mengendapkan silika yang ditandai dengan terbentuknya suspensi berupa gel berwarna putih yang merupakan Asam Silikat (Si(OH)₄) dan residu berupa Natrium Klorida (NaCl) (2). Pembilasan gel Si(OH)₄ dengan *aquadest* bertujuan untuk menghilangkan ion Na⁺ dan ion Cl⁻ pada silika. Proses pemanasan Si(OH)₄ akan menghasilkan SiO₂ dan H₂O dalam bentuk uap air (3). Pemanasan pada suhu tinggi 900°C selama 4 jam bertujuan untuk menghilangkan kandungan air dan meningkatkan kemurnian silika, serta mengubah fasa silika dari amorf menjadi kristal akibat terputusnya ikatan Si-O-Si akibat suhu yang tinggi [15]. Silika abu tongkol jagung hasil ekstraksi pada penelitian ini berbentuk serbuk berwarna putih.



[15]

Silika abu tongkol jagung hasil sintesis memiliki karakterisasi fisik berbentuk serbuk berwarna putih seperti yang disajikan pada **Gambar 1**. Analisis SEM pada silika abu tongkol jagung hasil ekstraksi menghasilkan data berupa morfologi permukaan SiO₂ pada perbesaran 5.00kx yang disajikan pada **Gambar 2**. Pada gambar tersebut dapat diamati bahwa silika hasil ekstraksi memiliki morfologi berongga namun tidak seragam, terdapat partikel berukuran kecil dan berukuran besar. Partikel berukuran besar merupakan hasil aglomerasi dari partikel SiO₂ yang berukuran kecil akibat proses kalsinasi pada suhu tinggi (900°C) sehingga memperkecil jarak butir antar partikel [20], [21]. Morfologi permukaan tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh [15], yaitu menghasilkan bentuk tidak beraturan yang

menunjukkan adanya pengotor Na⁺ dalam SiO₂ sehingga proses pembentukan inti kristal tidak berjalan dengan baik. Ion Na⁺ merupakan salah satu pengotor yang sulit dihilangkan apabila hanya pembilasan dengan *aquadest* yang dimungkinkan berasal dari penggunaan NaOH sebagai pelarut SiO₂ yang mengalami absorpsi oleh gel SiO₂ sehingga mengurangi kemurnian SiO₂ [14].

Berdasarkan hasil morfologi SiO₂ pada **Gambar 2**, dapat dihitung pula distribusi ukuran partikel SiO₂ dan diperoleh ukuran rata-rata partikel SiO₂ pada rentang 125 nm ± 0 nm. Berdasarkan analisis EDX, silika abu tongkol jagung hasil ekstraksi tersusun atas unsur Si dan O dengan persentase massa unsur secara berurutan sebesar 55,80% dan 44,20%.

Analisis XRD pada silika abu tongkol jagung yang disajikan pada **Gambar 3**, menunjukkan bahwa berdasarkan *database* JCPDS 01-071-0785, SiO₂ memiliki fasa kristobalit dengan puncak difraksi tertinggi terdapat pada sudut 2θ = 21,98°, 28,43°, 31,43°, 36,09°, 47,01°, 48,56°, 54,16°. Hasil difraksi tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh [15] dan [22], yang menyebutkan bahwa SiO₂ kristobalit memiliki puncak difraksi yang khas pada sudut 22°, 28°, 31°, 36°, 45°, 47°, 48°, 54° dan 58°.

Sintesis ZnO-SiO₂ Abu Tongkol Jagung dan Karakterisasinya

Sintesis ZnO-SiO₂ abu tongkol jagung mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh [16] menggunakan metode kopresipitasi dengan cara mencampurkan suspensi silika abu tongkol jagung dengan suspensi ZnO. Suspensi silika abu tongkol jagung dilakukan dengan mencampurkan SiO₂ hasil ekstraksi dalam larutan NaOH disertai pemanasan untuk menghasilkan Na₂SiO₃ dan dilakukan penambahan HCl dengan tujuan untuk menurunkan pH (6-7) larutan sehingga menghasilkan suspensi SiO₂. Pembuatan suspensi ZnO dilakukan dengan menggunakan prekursor Seng Nitrat Heksahidrat (Zn(NO₃)₂·6H₂O) sebagai sumber ion Zn²⁺ dengan pelarut Etanol. Etanol dipilih menjadi pelarut karena Etanol tergolong dalam pelarut organik yang dapat mereduksi ion logam pada prekursor sehingga terbentuk Zn²⁺ [23]. Penambahan NaOH bertujuan untuk mengendapkan Zn(OH)₂ pada prekursor yang ditandai dengan munculnya koloid berwarna putih [17].

Pencampuran suspensi SiO₂ dan suspensi Zn(OH)₂ bertujuan untuk menghasilkan komposit ZnO-SiO₂ abu tongkol jagung. Campuran suspensi

tersebut dilakukan pengadukan cepat selama 1 jam untuk memaksimalkan kontak antara suspensi $Zn(OH)_2$ dengan suspensi SiO_2 abu tongkol jagung dan dilakukan proses *aging* untuk memaksimalkan ikatan antara ZnO dengan SiO_2 . Suspensi yang terbentuk disaring dengan kertas *Whatman No.5* dan dilakukan pembilasan dengan *aquadest* untuk menghilangkan ion OH^- dan garam $NaCl$ yang berasal dari proses ekstraksi [15], [17]. Gel $ZnO-SiO_2$ abu tongkol jagung yang terbentuk dilakukan pemanasan pada suhu $110^\circ C$ selama 2 jam untuk menghilangkan kandungan air. Sementara kalsinasi sampel pada suhu $900^\circ C$ selama 2 jam bertujuan untuk membentuk fasa kristal dari komposit $ZnO-SiO_2$ abu tongkol jagung [15]. Hasil akhir komposit $ZnO-SiO_2$ abu tongkol jagung berupa serbuk berwarna putih yang disajikan pada **Gambar 4**.

Analisis SEM pada komposit $ZnO-SiO_2$ abu tongkol jagung menghasilkan data berupa gambar morfologi permukaan sampel dengan perbesaran 5.00kx yang disajikan pada **Gambar 5**. Berdasarkan gambar tersebut dapat dilihat bahwa **Gambar 5(a)** dan **Gambar 5(b)** memiliki bentuk morfologi permukaan granula atau bulat. Partikel berbentuk bulatan tersebut merupakan ZnO yang melekat pada permukaan SiO_2 abu tongkol jagung. **Gambar 5(a)** memiliki ukuran partikel yang lebih bervariasi dibandingkan dengan **Gambar 5(b)**. **Gambar 5(b)** menunjukkan distribusi ZnO yang lebih merata dengan ukuran yang lebih seragam. Sementara **Gambar 5(c)** memiliki morfologi permukaan yang hampir sama dengan morfologi permukaan SiO_2 pada **Gambar 2**. Namun, pada **Gambar 5(c)** terdapat partikel berbentuk bulat tidak sempurna yang melekat pada permukaan SiO_2 sehingga menghasilkan permukaan yang tidak beraturan.

Berdasarkan uraian di atas maka dapat dipahami bahwa semakin banyak massa SiO_2 yang ditambahkan pada proses sintesis maka morfologi permukaan dan distribusi partikel semakin seragam. Massa SiO_2 yang terlalu sedikit menyebabkan aglomerasi antar partikel ZnO sehingga menghasilkan ukuran partikel yang semakin besar (**Gambar 5(a)**) [16]. Sementara massa SiO_2 yang terlalu banyak dapat menyebabkan partikel ZnO tidak hanya melekat pada permukaan SiO_2 , tetapi masuk ke dalam pori-pori SiO_2 (**Gambar 5(c)**) [24]. Kondisi tersebut terjadi karena proses sintesis komposit yang terjadi pada pH netral menyebabkan permukaan SiO_2 memiliki muatan negatif dan Zn^{2+} bermuatan positif. Semakin banyak massa SiO_2 yang ditambahkan maka gaya tarik SiO_2 terhadap

Zn^{2+} dan jumlah pori-pori SiO_2 juga semakin tinggi seiring dengan bertambahnya massa SiO_2 yang digunakan [25].

Berdasarkan gambar morfologi permukaan komposit $ZnO-SiO_2$ abu tongkol jagung yang disajikan pada **Gambar 5**, dapat dihitung pula distribusi ukuran partikel pada masing-masing sampel. Adapun distribusi ukuran partikel komposit $ZnO-SiO_2$ abu tongkol jagung dari yang paling kecil hingga paling besar secara berurutan yaitu Sampel B ($124,73 \text{ nm} \pm 1,09 \text{ nm}$), Sampel A dan C ($139,68 \text{ nm} \pm 2,51 \text{ nm}$). Hasil pengukuran distribusi partikel sesuai dengan kondisi morfologi permukaan sampel, dimana Sampel B (**Gambar 5(b)**) memiliki ukuran partikel paling kecil karena memiliki morfologi permukaan yang paling seragam dibandingkan dengan Sampel A (**Gambar 5(a)**) dan Sampel C (**Gambar 5(c)**). Ukuran partikel yang diperoleh pada penelitian ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Sunardi & Silviana (2022) yang menyatakan sintesis komposit $ZnO-SiO_2$ memiliki ukuran partikel pada rentang 100-200 nm.

Analisis EDX pada komposit $ZnO-SiO_2$ abu tongkol jagung disajikan pada **Tabel 2**. Berdasarkan tabel tersebut dapat diketahui bahwa persentase massa unsur Zn mengalami penurunan seiring dengan bertambahnya massa SiO_2 yang digunakan. Hal ini dikarenakan semakin banyak massa SiO_2 maka jumlah Zn^{2+} yang melekat dengan SiO_2 semakin banyak. Selain itu, persentase massa unsur O dan Si mengalami kenaikan seiring dengan bertambahnya massa SiO_2 . Kondisi tersebut terjadi karena terbentuknya ikatan hidrogen dari gugus $Si-OH$ pada permukaan SiO_2 dengan $Zn(OH)_2$ kompleks dari proses hidrolisis Zn^{2+} pada saat sintesis, sehingga meningkatkan jumlah O dalam sampel. Peningkatan jumlah Si disebabkan oleh penguapan $Si-OH$ yang tidak berikatan dengan $Zn(OH)_2$ sehingga membentuk $Si-O$ yang meningkatkan jumlah Si dalam sampel [27].

Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui perbandingan fasa kristal pada setiap variasi sampel. Adapun hasil difraksi sinar-X masing-masing sampel disajikan dalam **Gambar 6**. Berdasarkan gambar tersebut dapat diketahui bahwa komposit $ZnO-SiO_2$ abu tongkol jagung memiliki fasa *willemite hexagonal* sesuai *database* JCPDS 00-037-1485. Adapun puncak difraksi pada sudut 2θ Sampel A (0,25 gram) yaitu $31,52^\circ$, $34,01^\circ$ dan $38,83^\circ$, Sampel B (0,5 gram) yaitu $31,56^\circ$, $34,04^\circ$, dan $38,86^\circ$ dan Sampel C (0,75 gram)

yaitu $31,57^\circ$, $34,04^\circ$ dan $38,86^\circ$. Puncak difraksi tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh [16], dimana menunjukkan hasil puncak difraksi ZnO-SiO₂ terdapat pada sudut $2\theta = 31,70^\circ$, 34° dan $38,80^\circ$ dengan fasa kristal *Willemite Hexagonal* Seng Silikat (Zn₂SiO₄).

Pada **Gambar 6**, dapat diamati pula Sampel A memiliki pola difraksi yang lebih tajam dibandingkan dengan Sampel B dan Sampel C. Pola difraksi yang tajam pada Sampel A dan B merupakan pola difraksi milik ZnO yang terletak pada sudut $2\theta = 31,76^\circ$, $31,80^\circ$, $34,42^\circ$, $34,45^\circ$, $36,23^\circ$, $36,27^\circ$, $47,54^\circ$, $47,56^\circ$, $56,57^\circ$, $56,60^\circ$, $62,58^\circ$, $62,88^\circ$, $66,35^\circ$, $66,38^\circ$, $67,93^\circ$, $67,96^\circ$, $69,07^\circ$ dan $69,10^\circ$ yang tergolong dalam ZnO dengan fasa kristalin *Wurtzite* sesuai dengan *database* JCPDS 01-089-7102. Hasil pengukuran

tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh [28] yang menunjukkan bahwa ZnO memiliki pola difraksi $2\theta = 31,77^\circ$, $34,42^\circ$, $36,26^\circ$, $47,54^\circ$, $56,60^\circ$, $62,86^\circ$, $67,95^\circ$ yang menunjukkan ZnO dengan fasa kristal *Wurtzite* dengan ruang P63mc. Sementara pada Sampel C (0,75 gram) tidak terdapat puncak ZnO, tetapi muncul puncak baru pada sudut $2\theta = 17,53^\circ$, $39,46^\circ$, dan $43,66^\circ$ yang terindikasi sebagai puncak difraksi milik ZnO-SiO₂ dengan *database* JCPDS 00-037-1485.

Berdasarkan uraian diatas maka dapat dipahami bahwa semakin banyak massa SiO₂ yang ditambahkan, maka semakin banyak pula puncak difraksi komposit ZnO-SiO₂ yang dihasilkan. Selain itu, grafik difraktogram yang semakin tajam dengan peregangan yang rendah mengindikasikan bahwa komposit tersebut memiliki fasa kristal [9].

Tabel 1. Variasi Massa SiO₂ Abu Tongkol Jagung Terhadap 5 Gram Prekursor Zn(NO₃)₂.6H₂O

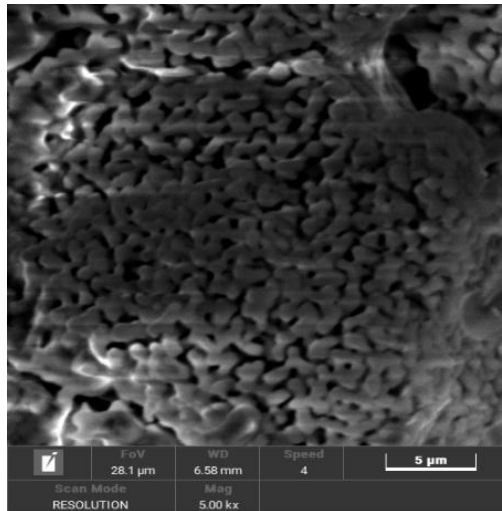
Variasi	Massa Prekursor Zn(NO ₃) ₂ .6H ₂ O (gram)	Massa SiO ₂ Abu Tongkol Jagung (gram)
Sampel A	5	0,25
Sampel B		0,5
Sampel C		0,75

Tabel 2. Persentase Massa Unsur Penyusun Fotokatalis ZnO-SiO₂ Abu Tongkol Jagung

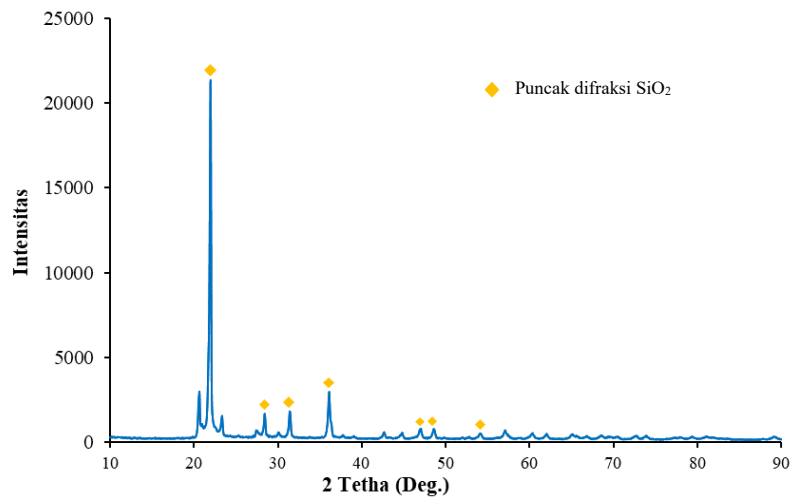
No	Sampel	Persentase Massa Unsur Penyusun (%)		
		Zn	O	Si
1	Sampel A	71,99	21,24	6,76
2	Sampel B	64,82	24,84	10,35
3	Sampel C	41,80	32,69	25,51



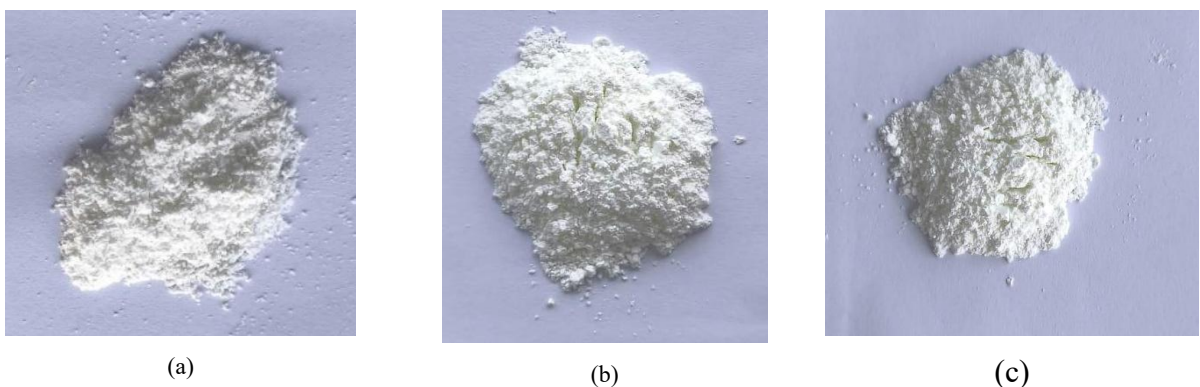
Gambar 1. SiO₂ Abu Tongkol Jagung Hasil Kalsinasi 900°C Selama 4 Jam



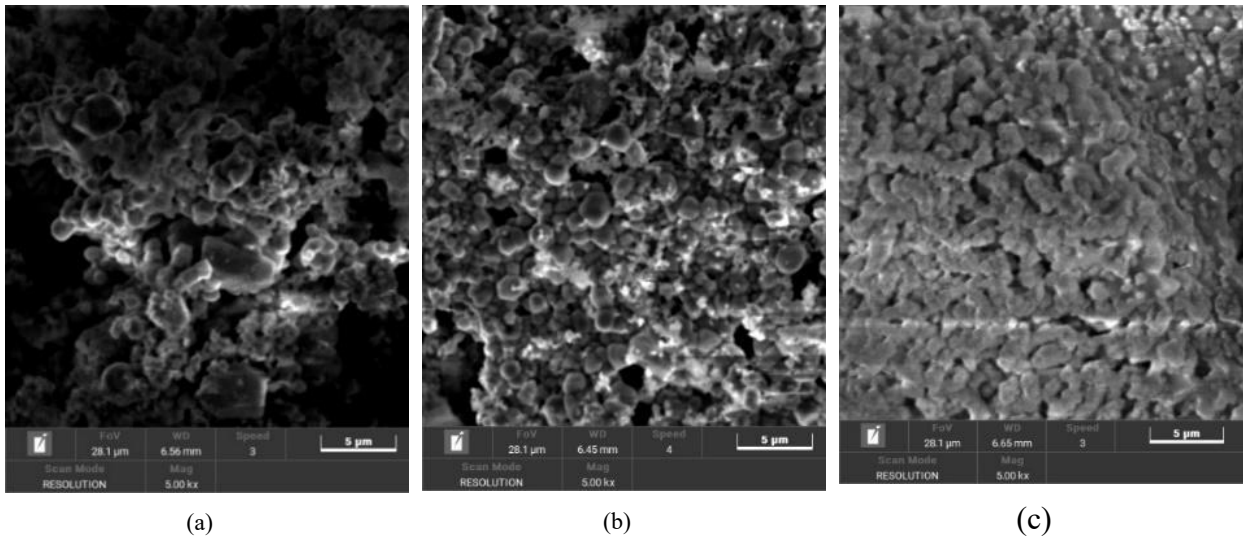
Gambar 2. Hasil Analisis SEM Morfologi Permukaan SiO₂ Abu Tongkol Jagung dengan Perbesaran 5.00kx



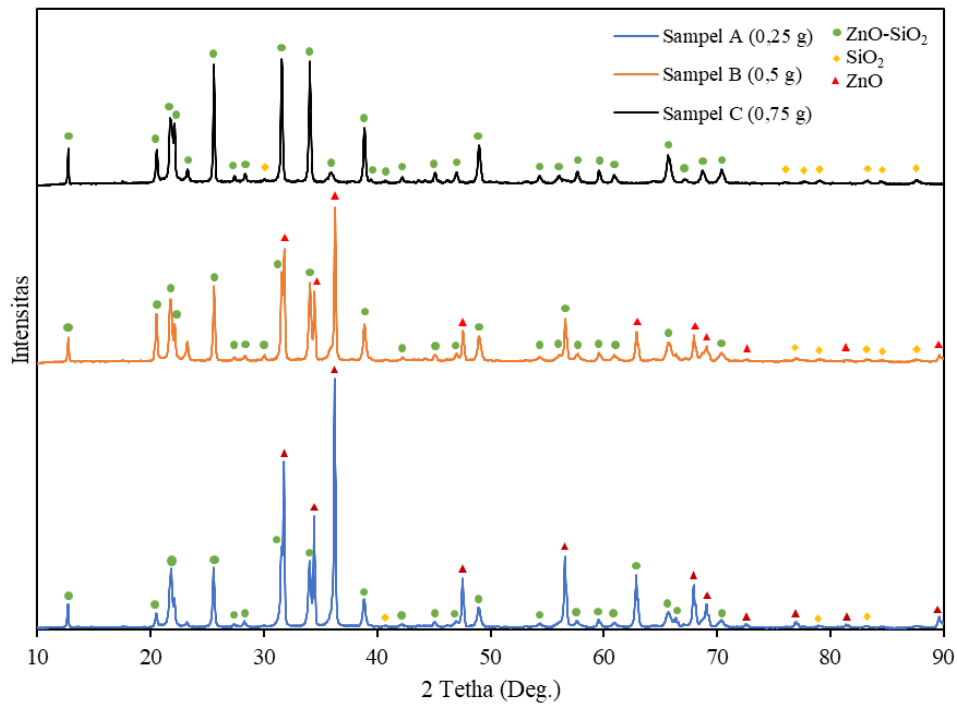
Gambar 3. Pola Difraksi SiO₂ Abu Tongkol Jagung



Gambar 4. Hasil Sintesis Komposit ZnO-SiO₂ (a) Sampel A : ZnO-SiO₂ 0,25 gram, (b) Sampel B : ZnO-SiO₂ 0,5 gram, (c) Sampel C : ZnO-SiO₂ 0,75 gram



Gambar 5. Hasil Analisis SEM Terhadap Morfologi Permukaan (a) Sampel A : ZnO-SiO₂ 0,25 gram, (b) Sampel B : ZnO-SiO₂ 0,5 gram, (c) Sampel C : ZnO-SiO₂ 0,75 gram



Gambar 6. Hasil Analisis XRD Komposit ZnO-SiO₂ Abu Tongkol Jagung

KESIMPULAN

Silika Abu Tongkol Jagung dan komposit ZnO-SiO₂ Abu Tongkol Jagung berhasil disintesis menggunakan metode kopresipitasi. SiO₂ abu tongkol jagung memiliki morfologi permukaan dan ukuran partikel yang tidak seragam dengan distribusi ukuran partikel yaitu 125 nm ± 0 nm yang memiliki fasa kristal kristobalit.

Pengaruh penambahan massa SiO₂ Abu Tongkol Jagung terhadap karakteristik material fotokatalisis

ZnO-SiO₂ Abu Tongkol Jagung cukup bervariasi. Berdasarkan ukuran partikel, adapun ukuran partikel fotokatalis dari yang berukuran paling kecil sampai paling besar secara berurutan yaitu 124,73 nm (Sampel B : ZnO-SiO₂ 0,5 g), 139,68 nm (Sampel A : ZnO-SiO₂ 0,25 g) dan 139,68 nm (Sampel C : ZnO-SiO₂ 0,75 g). Berdasarkan morfologi permukaan, penambahan SiO₂ berpengaruh terhadap aglomerasi ZnO dengan komposisi yang optimum yaitu Sampel B (ZnO-SiO₂ 0,5 g) karena menghasilkan distribusi partikel

yang seragam. Berdasarkan persentase kandungan unsur, semakin bertambahnya massa SiO₂ yang ditambahkan maka kandungan Zn dalam fotokatalis akan semakin berkurang. Berdasarkan kristalinitas, SiO₂ Abu Tongkol Jagung memiliki struktur kristal kristobalit. Sementara penambahan massa SiO₂ mempengaruhi kristalinitas dari ZnO-SiO₂ Abu Tongkol Jagung hasil pengujian XRD menunjukkan bahwa fotokatalis ZnO-SiO₂ memiliki 2 fasa kristalin yaitu ZnO dengan fasa kristal wurtzite dan ZnO-SiO₂ dengan fasa kristal willemite.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] D. R. Sari, "Evaluasi Pengolahan Air Limbah Dengan Sistem Extended Aeration Di Rumah Sakit 'X' Semarang," Universitas Negeri Semarang, 2015. [Online]. Available: <http://lib.unnes.ac.id/23498/>
- [2] A. D. Rosanti, A. R. K. Wardani, and H. A. Anggraeni, "Pengaruh Suhu Kalsinasi terhadap Karakteristik dan Aktivitas Fotokatalis N/TiO₂ pada Penjernihan Limbah Batik Tenun Ikat Kediri," *Cakra Kim. (Indonesian E-Journal Appl. Chem.,* vol. 8, no. 1, pp. 26–33, 2020.
- [3] M. Syabila and M. Khair, "Penurunan Celah Pita ZnO dengan Impregnasinya pada Karbon Aktif," *Ekasakti J. Penelit. Pengabdian*, vol. 3, no. 1, pp. 1–7, 2022.
- [4] T. C. Raganata, H. Aritonang, and E. Suryanto, "Sintesis Fotokatalis Nanopartikel ZnO untuk Mendegradasi Zat Warna Methylene Blue," *Chem. Prog.*, vol. 12, no. 2, pp. 54–58, 2020, doi: 10.35799/cp.12.2.2019.27923.
- [5] S. M. Siagian, S. Khairani, S. Chrisna HS, and F. R. Tampubolon, "Sintesis dan Karakteristik Sifat Optik Semikonduktor ZnO dan ZnO Dopping Cu," *ORBITA J. Kajian, Inov. dan Apl. Pendidik. Fis.*, vol. 8, no. 1, p. 79, 2022, doi: 10.31764/orbita.v8i1.8406.
- [6] R. Bemis, Nelson, Ngatijo, S. Nurjanah, and N. Maghviroh, "Sintesis Dan Karakterisasi Fotokatalis ZnO/Karbon Aktif Dan Aplikasinya Pada Degradasi Rhodamin B," *Chempublish J.*, vol. 4, no. 2, pp. 101–113, 2019, doi: 10.22437/chp.v4i2.7936.
- [7] B. Andika, "Pemanfaatan Tongkol Jagung (*Zea mays L*) pada Sintesis Membran Silika yang Termodifikasi Kitosan sebagai Adsorben Logam Timbal (Pb)," *Skripsi*, 2016.
- [8] R. M. Mohamed and E. S. Aazam, "Enhancement of photocatalytic activity of ZnO-SiO₂ by nano-sized Ag for visible photocatalytic reduction of Hg(II)," *Desalin. Water Treat.*, vol. 50, no. 1–3, pp. 140–146, 2012, doi: 10.1080/19443994.2012.708559.
- [9] D. C. Wicaksono and D. D. Anwar, "Aktivitas Fotokatalitik ZnO-SiO₂ yang Disintesa dengan Metode Spray Pyrolysis," Institut Teknologi Sepuluh Nopember, 2018.
- [10] M. Fathurrahman, A. Taufiq, D. Widiastuti, and F. D. F. Hidayat, "Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Tongkol Jagung sebagai Adsorben Ion Logam Cu (II)," *J. Kartika Kim.*, vol. 3, no. 2, pp. 89–95, 2020.
- [11] S. Legesse, "Extraction of Silica From Corn Cob and Corn Stalk For Removal of Methyl Orange From Aqueous Solution," Debre Berhan University, 2021. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1080/09638288.2019.1595750>
<https://doi.org/10.1080/17518423.2017.1368728>
<http://dx.doi.org/10.1080/17518423.2017.1368728>
<https://doi.org/10.1016/j.ridd.2020.103766>
<https://doi.org/10.1080/02640414.2019.1689076>
- [12] N. Rosyidah, "Sintesis Nanopartikel Zn_{1-x}Al_xO Dengan Metode Kopresipitasi Dan Karakterisasi Sifat Listrik," Institut Teknologi Sepuluh Nopember, 2016.
- [13] M. S. Adhim, "Sintesis Nanopartikel Fe₃O₄ (Magnetit) dari Batu Besi Menggunakan Metode Kopresipitasi dengan Variasi PH," *Skripsi*, vol. 4, pp. 1–59, 2018.
- [14] D. A. Daratika, "Sintesis Nanopartikel Zn_{1-x}Cu_xO Dengan Metode Kopresipitasi," Institut Teknologi Sepuluh Nopember, 2016. [Online]. Available: https://scholar.google.com/citations?view_op=view_citation&hl=en&user=2Q8yawsAAA&pagesize=100&citation_for_view=2Q8yawsAAA&2P1L_qKh6hAC
- [15] D. Renika, M. Wijaya, and D. E. Pratiwi, "Pengaruh Konsentrasi Natrium Hidroksida (NaOH) Dalam Sintesis Nanosilika Dari Tongkol Jagung dengan Metode

- Kopresipitasi Effect Of NaOH Concentration In Synthesis Of Nanosilica by Corn Cob With Coprecipitation Method,” *J. Chem.*, vol. 22, no. 2, pp. 56–63, 2021.
- [16] S. Rohilla *et al.*, “Excellent uv-light triggered photocatalytic performance of zno.Sio2 nanocomposite for water pollutant compound methyl orange dye,” *Nanomaterials*, vol. 11, no. 10, pp. 1–17, 2021, doi: 10.3390/nano11102548.
- [17] Z. Adzra, E. P. Hadisantoso, and S. Setiadji, “Pengaruh Konsentrasi Prekursor, Konsentrasi Agen Pengendap, Kecepatan, dan Waktu Pengadukan pada Sintesis ZnO Nanopartikel dan Aplikasinya untuk Penanganan Metilen Biru secara Fotokatalisis,” *J. Sains Mater. Indones.*, vol. 7, pp. 109–117, 2022.
- [18] F. I. Al Ghifari, “Sintesis dan Karakterisasi Seng Oksida (ZnO) Menggunakan Metode Solvotermal,” UIN Maulana Malik Ibrahim, 2023.
- [19] I. E. Putra and T. Burhanuddin, “The Effect of Circulation of 3% HCL Solution On the Corrosion Rate of Aluminum,” *J. Tek. Mesin*, vol. 10, no. 2, pp. 114–117, 2020, doi: 10.21063/jtm.2020.v10.i2.114-117.
- [20] A. Ismayana, A. Maddu, I. Saillah, E. Mahfuq, and N. S. Indrasti, “Sintesis Nanosilika Dari Abu Ketel Industri Gula Dengan Metode Ultrasonikasi Dan Penambahan Surfaktan,” *J. Teknol. Ind. Pertan.*, vol. 27, no. 2, pp. 228–234, 2017, doi: 10.24961/j.tek.ind.pert.2017.27.2.228.
- [21] Z. Nisa and Munasir, “Studi morfologi silika hasil kalsinasi dengan metode sintesis hidrotermal kopresipitasi,” *Fisika*, vol. 04, no. 01, pp. 41–44, 2015.
- [22] S. Samik *et al.*, “Karakterisasi Abu Sekam Padi dengan Menggunakan XRD,” *Unesa J. Chem.*, vol. 11, no. 3, pp. 153–159, 2023, doi: 10.26740/ujc.v11n3.p153-159.
- [23] A. Amin, Mistriyani, and S. Tengker, “Sintesis dan Karakterisasi Nano ZnO Menggunakan Biorereduktor Ekstrak Daun Kopasanda (*Chromolaena Odorata L.*),” *Fuller. Journ.Of Chem*, vol. 7, no. 1, pp. 47–51, 2022, doi: 10.37033/fjc.v7i1.511.
- [24] M. D’Arienzo *et al.*, “Insight into the Influence of ZnO Defectivity on the Catalytic Generation of Environmentally Persistent Free Radicals in ZnO/SiO2 Systems,” *J. Phys. Chem. C*, vol. 123, no. 35, pp. 21651–21661, 2019, doi: 10.1021/acs.jpcc.9b06900.
- [25] I. Maula, “Analisis Pengaruh Silika Terhadap Aktivitas Fotokatalitik Nanopartikel Zinc Oxide,” Institut Teknologi Sepuluh Nopember, 2015.
- [26] Sunardi and Silviana, “Transformasi Abu Vulkanik dan Limbah Seng menjadi Nanokomposit ZnO-SiO2 dan Aplikasinya untuk Degradasi Rhodamin B,” *J. Ilmu Lingkung.*, vol. 20, no. 4, pp. 856–871, 2022, doi: 10.14710/jil.20.4.856-871.
- [27] Y. Chen, H. Ding, and S. Sun, “Preparation and Characterization of ZnO Nanoparticles Supported on Amorphous SiO2,” *Nanomaterials*, vol. 7, no. 8, pp. 1–12, 2017, doi: 10.3390/nano7080217.
- [28] E. W. Diyanthi, E. P. Hadisantoso, and R. Fitriyani, “Regenerasi Fotokatalis Nanopartikel ZnO dari Limbah Baterai untuk Penanganan Metil Violet,” in *Seminar Nasional Kimia 2023 UIN Sunan Gunung Djati*, 2023, pp. 19–33.