

**PENGARUH pH TERHADAP KARAKTERISASI SILIKA AMORF DARI
LIMBAH GEOTERMAL MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL DENGAN
PEMANASAN *MICROWAVE***

(Skripsi)

Oleh

**NELLA ASTARI NINGRUM
NPM 2117041057**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2025**

**PENGARUH pH TERHADAP KARAKTERISASI SILIKA AMORF DARI
LIMBAH GEOTERMAL MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL DENGAN
PEMANASAN *MICROWAVE***

Oleh

NELLA ASTARI NINGRUM

Skripsi

**Sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar
SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Lampung**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2025**

ABSTRAK

Pengaruh pH Terhadap Karakterisasi Silika Amorf dari Limbah Geotermal Menggunakan Metode Sol-Gel dengan Pemanasan *Microwave*

Oleh

Nella Astari Ningrum

Penelitian ini bertujuan untuk mengevaluasi pengaruh variasi pH terhadap karakterisasi silika amorf hasil sintesis dari lumpur geotermal menggunakan metode sol-gel dengan asam oksalat sebagai agen pengasam dan pemanasan *microwave*. Proses sintesis dilakukan pada variasi pH 1 hingga pH 13. Hasil karakterisasi XRF menunjukkan bahwa kemurnian tertinggi SiO_2 sebesar 98,036 % dicapai pada pH 5, yang juga memiliki nilai recovery terbaik. Pola XRD menegaskan bahwa semua sampel bersifat amorf, dengan penghilangan sebagian besar impuritas kristalin seperti NaCl dan Fe, meskipun sisa logam berat masih terdeteksi pada pH ekstrem. Spektrum FTIR menunjukkan dominasi pita Si–O–Si pada pH tinggi, menandakan proses kondensasi yang lebih sempurna, sementara gugus silanol (Si–OH) lebih banyak terbentuk pada pH rendah. Citra SEM menunjukkan bahwa morfologi partikel berbentuk sferis dan terdispersi merata diperoleh pada pH 5 hingga pH 6, dengan rata-rata ukuran partikel SEM sebesar 48,2 nm. Karakterisasi TEM memperkuat hasil ini dengan distribusi ukuran partikel nanosilika pada pH 5 berkisar 20–140 nm dan rata-rata 61,4 nm.

Kata Kunci: Silika amorf, limbah geotermal, pH, metode sol-gel, asam oksalat, *microwave*, XRF, XRD, FTIR, SEM, TEM.

ABSTRACT

Effect of pH on Characterization of Amorphous Silica from Geothermal Waste Using Sol-Gel Method with Microwave Heating

By

Nella Astari Ningrum

This study aims to evaluate the effect of pH variation on the characterization of amorphous silica synthesized from geothermal mud using the sol-gel method based on oxalic acid and microwave heating. The synthesis process was carried out at pH variations of 1 to pH 13. The XRF characterization results showed that the highest purity of SiO₂ of 98.036 % was achieved at pH 5, which also had the best recovery value. The XRD pattern confirmed that all samples were amorphous, with the removal of most crystalline impurities such as NaCl and Fe, although residual heavy metals were still detected at extreme pH. The FTIR spectrum showed the dominance of the Si–O–Si band at high pH, indicating a more perfect condensation process, while more silanol groups (Si–OH) were formed at low pH. SEM images showed that the morphology of spherical and evenly dispersed particles was obtained at pH 5 to pH 6, with an average SEM particle size of 48.2 nm. TEM characterization strengthens this result with the particle size distribution of nanosilica at pH 5 ranging from 20–140 nm and an average of 61.4 nm.

Keywords: Amorphous silica, geothermal waste, pH, sol-gel method, oxalic acid, microwave, XRF, XRD, FTIR, SEM, TEM.

Judul Skripsi : PENERUH pH TERHADAP KARAKTERISASI
SILIKA AMORF DARI LIMBAH GEOTERMAL
MENGUNAKAN METODE SOL-GEL DENGAN
PEMANASAN *MICROWAVE*

Nama Mahasiswa : Nella Astari Ningrum

Nomor Pokok Mahasiswa : 2117041057

Program Studi : Fisika

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing


Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D
NIP. 196312281986102001


David Candra Birawidha, S.T., M.Si
NIP. 198403192008011006

2. Ketua Jurusan Fisika FMIPA


Arif Surtono, S.Si., M.Si., M.Eng.
NIP. 197109092000121001

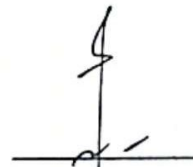
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

Ketua : **Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D.**



Sekretaris : **David Candra Birawidha, S.T., M.Si.**



Anggota : **Prof. Drs. Posman Manurung., M.Si., Ph.D.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si.
NIP. 197110012005011002

Tanggal ujian skripsi : 10 September 2025

PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Nella Astari Ningrum

Nomor Pokok Mahasiswa : 2117041057

Jurusan : Fisika

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi saya dengan judul **“Pengaruh pH Terhadap Karakterisasi Silika Amorf dari Limbah Geotermal Menggunakan Metode Sol-Gel dengan Pemanasan *Microwave*”** adalah benar hasil karya sendiri, baik ide, hasil, maupun analisisnya. Selanjutnya saya tidak keberatan jika sebagian atau keseluruhan data di dalam skripsi digunakan oleh dosen atau program studi dalam kepentingan publikasi atas persetujuan penulis dan sepanjang nama saya disebutkan sebelum dilakukan publikasi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan penuh kesadaran untuk dapat digunakan sebagaimana mestinya.

Bandar Lampung, 10 September 2025



Nella Astari Ningrum
NPM 2117041057

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Nella Astari Ningrum, dilahirkan pada tanggal 23 April 2004, di Tegal Rejo. Penulis merupakan anak perempuan dari Bapak Loskar dan Ibu Surtinah.

Pendidikan yang telah ditempuh oleh penulis adalah Sekolah Dasar (SD) diselesaikan pada tahun 2015 di SDN 7 Wonodadi, Sekolah Menengah Pertama (SMP) diselesaikan pada tahun 2018 di SMPN 3 Gadingrejo, dan Sekolah Menengah Atas (SMA) diselesaikan pada tahun 2021 di SMAN 1 Gading Rejo.

Tahun 2021 penulis terdaftar sebagai mahasiswa Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung melalui jalur SBMPTN. Selama menjadi mahasiswa, penulis pernah menjadi Anggota di Himpunan Mahasiswa Fisika (HIMAFI) FMIPA Unila. Pada tahun 2023, penulis melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) dengan penelitian yang berjudul **“Green-Synthesis Nanopartikel Komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$ ”** di Laboratorium Fisika Material dan Instrumentasi Departemen Fisika FMIPA Universitas Gadjah Mada (UGM). Selanjutnya, pada tahun 2025, penulis melaksanakan penelitian di Badan Riset Inovasi Nasional (BRIN) Tanjung Bintang dengan topik **“Pengaruh pH Terhadap Karakterisasi Silika Amorf dari Limbah Geotermal Menggunakan Metode Sol-Gel dengan Pemanasan Microwave”** sebagai skripsi.

MOTTO

***“...Maka sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan.
Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan yang lebih
banyak...”***

Q.S Al-Insyirah : 5-6

“Struggles shape strenght, patience brings success”

PERSEMBAHAN

Dengan penuh syukur kepada Allah SWT, kupersembahkan karya ini, kepada:

Kedua Orang Tuaku Bapak Loskar dan Ibu Surtinah

Terimakasih untuk segala do'a, kasih sayang, dukungan dan usaha yang tiada henti selalu diberikan kepada anak perempuan ini, sehingga dapat menyelesaikan pendidikannya sampai ke tahap Sarjana Sains.

Keluarga Besar dan Sahabat Rekan-rekan seperjuangan "Fisika 2021 FMIPA Unila"

Terima kasih atas do'a, dukungan, dan kebersamaan yang selalu menguatkan sepanjang perjalanan ini.

Almamater Tercinta
Universitas Lampung

SANWACANA

Puji syukur penulis ucapkan kehadiran Allah SWT, karena atas rahmat dan hidayah-Nya skripsi ini dapat diselesaikan. Skripsi dengan judul **“Pengaruh pH Terhadap Karakterisasi Silika Amorf dari Limbah Geotermal Menggunakan Metode Sol-Gel dengan Pemanasan *Microwave* ”** adalah salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains di Universitas Lampung.

Dalam kesempatan ini, penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Ibu Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D. selaku Pembimbing Utama atas kesediaannya memberikan motivasi, pengetahuan, dan saran dalam penulisan skripsi ini.
2. Bapak David Candra Birawidha, S.T., M.Si. selaku Pembimbing Kedua atas kesediaannya memberikan motivasi, pengetahuan, dan arahan, dalam penulisan skripsi ini.
3. Bapak Prof. Drs. Posman Manurung., M.Si., Ph.D. selaku Penguji, terimakasih atas kritik dan saran yang telah diberikan selama penulisan skripsi ini.
4. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si. selaku Dekan FMIPA Universitas Lampung.
5. Bapak Arif Surtono, S.Si., M.Si., M.Eng. selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung.
6. Bapak Dr. Anggoro Tri Mursito, M.Sc. selaku Kepala Badan Riset Inovasi Nasional (BRIN) Tanjung Bintang.
7. Bapak Drs. Amir Supriyanto, M.Si. selaku Pembimbing Akademik penulis selama menjadi mahasiswa Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung.
8. Bapak/Ibu Dosen Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung.

9. Bapak/Ibu Staf Administrasi Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung.
10. Bapak/Ibu Peneliti Badan Riset Inovasi Nasional (BRIN) Tanjung Bintang, yang senantiasa memberikan bantuan dalam pelaksanaan penelitian skripsi ini.
11. Kedua Orang tua penulis Bapak Loskar dan Ibu Surtinah, yang selalu memberikan doa dukungan sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
12. Muhammad Bagus Dewantara yang setiap harinya mendoakan, memberikan dukungan, semangat, nasihat, dan selalu mendengarkan keluh kesah penulis.
13. Mb Shania Garcia, S.Si., M.Sc. dan Mb Khoirun Nisa, S.Pd. yang memberikan pengetahuan dan saran kepada penulis.
14. Teman-temanku satu bimbingan Asri, Mayang, Anggis, dan Devi yang selalu memberikan semangat, dukungan serta kebersamaan yang berarti selama proses skripsi ini.
15. Fisika FMIPA Universitas Lampung 2021 dan semua teman yang tidak bisa penulis sebutkan satu-persatu.

Penulis berdo'a semoga Allah SWT. memberikan balasan berlipat ganda dan memudahkan segala langkah kita atas bantuan yang telah diberikan dalam penyelesaian skripsi ini.

Bandar Lampung, 10 September 2025



Nella Astari Ningrum

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR GAMBAR.....	v
DAFTAR TABEL	vii
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Batasan Masalah.....	5
1.5 Manfaat Penelitian	5
II. TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1 Limbah Geotermal	6
2.2 Silika SiO ₂	7
2.2.1 Struktur silika SiO ₂	7
2.2.2 Struktur Kristal dan Amorf	8
2.3 Sol-Gel	9
2.4 XRF	11
2.5 XRD	12
2.6 FTIR	14
2.7 SEM	14
2.8 TEM	16

III. METODE PENELITIAN	19
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	19
3.2 Alat dan Bahan Penelitian.....	19
3.3 Prosedur Penelitian.....	22
3.3.1 Preparasi silika dari limbah geotermal	22
3.4 Diagram Penelitian.....	23
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	25
4.1 Karakterisasi Silika dengan XRF	26
4.2 Karakterisasi Silika dengan XRD	30
4.3 Karakterisasi Silika dengan FTIR	32
4.4 Karakterisasi Silika dengan SEM	35
4.5 Karakterisasi Silika dengan TEM	40
V. SIMPULAN DAN SARAN	43
5.1 Simpulan	43
5.2 Saran.....	44
DAFTAR PUSTAKA.....	45
LAMPIRAN.....	50

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. Susunan atom (a) kristal (b) amorf.....	9
2.2 Prinsip Kerja XRF.....	12
2.3 Skema XRD	13
2.4 Skema SEM	15
2.5 Skema TEM	17
3.1 Proses Preparasi Silika Geotermal	23
3.2 Diagram Alir Penelitian	24
4.1 Sampel silika dari limbah geotermal.....	23
4.2 Grafik XRD Raw Geotermal, pH 1, pH 2, pH 3, pH 4, pH 5, pH 6, pH 7, pH 8, pH 9, pH 10, pH 11, pH 12, pH 13	29
4.3 Spektrum FTIR pH 1, pH 2, pH 3, pH 4, pH 5, pH 6, pH 7, pH 8, pH 9, pH 10, pH 11, pH 12, pH 13.....	31
4.4 Hasil SEM silika amorf pH a) 1, b) 2, c) 3, d) 4.....	35
4.5 Hasil SEM silika amorf pH e) 5, f) 6, g) 7, h) 8	35
4.6 Hasil SEM silika amorf pH i) 9, j) 10, k) 11.....	36
4.7 Hasil SEM silika amorf pH l) 12, m) 13.....	36
4.8 (a) Nanosilika TEM pH 5 (b) Distribusi ukuran partikel silika amorf.....	39
L.4.1. Silika amorf SEM pH 1	59

L.4.2. Silika amorf SEM pH 2	59
L.4.3. Silika amorf SEM pH 3	60
L.4.4. Silika amorf SEM pH 4	60
L.4.5. Silika amorf SEM pH 5	61
L.4.6. Silika amorf SEM pH 6	61
L.4.7. Silika amorf SEM pH 7	62
L.4.8. Silika amorf SEM pH 8	62
L.4.9. Silika amorf SEM pH 9	63
L.4.10. Silika amorf SEM pH 10	63
L.4.11. Silika amorf SEM pH 11	64
L.4.12. Silika amorf SEM pH 12	64
L.4.13. Silika amorf SEM pH 13	65
L.4.14. Silika amorf TEM pH 5	65
L.5.1. Ukuran partikel pH 1	66
L.5.2. Ukuran partikel pH 2	66
L.5.3. Ukuran partikel pH 3	67
L.5.4. Ukuran partikel pH 4	67
L.5.5. Ukuran partikel pH 5	68
L.5.6. Ukuran partikel pH 6	68
L.5.7. Ukuran partikel pH 7	69
L.5.8. Ukuran partikel pH 8	69
L.5.9. Ukuran partikel pH 9	70
L.5.10. Ukuran partikel pH 10	70
L.5.11. Ukuran partikel pH 11	71
L.5.12. Ukuran partikel pH 12	71
L.5.13. Ukuran partikel pH 13	72

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Karakteristik silika.....	8
3.1 Alat yang digunakan dalam sintesis silika geotermal.....	19
3.2 Bahan yang digunakan dalam sintesis silika geotermal	21
3.3 Alat karakterisasi silika geotermal	21
4.1 Komposisi kimia silika amorf dari limbah geotermal dengan variasi pH	26
4.2 Recovery silika amorf dari limbah geothermal dengan variasi pH 1-13.....	28
4.3.1 Gugus fungsi silika amorf dari limbah geotermal pH 1-7 FTIR	32
4.3.2 Gugus fungsi silika amorf dari limbah geotermal pH 8-13 FTIR	33
4.3.3 Ukuran partikel silika hasil analisis SEM pada variasi pH 1-13	38

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pembangkit listrik tenaga panas bumi merupakan salah satu sumber energi terbarukan yang potensial, namun proses ekstraksi dan produksinya menghasilkan limbah padat berupa lumpur geotermal (*geothermal sludge*) sebanyak 165 ton per bulan, atau setara dengan 1.980-3.000 ton per tahun. Salah satu komponen utama dari lumpur ini adalah silika amorf (SiO_2) dengan kadar 90-98 %. Silika dalam lumpur geotermal berpotensi untuk dimanfaatkan kembali sebagai bahan baku pembuatan material bernilai tambah seperti *xerogel*, *aerogel*, *adsorben*, dan bahan membran ultrafiltrasi (Stringfellow and Camarillo, 2025; Ma *et al.*, 2021). Pendekatan ini tidak hanya mendukung prinsip pengelolaan limbah berkelanjutan, tetapi juga membuka peluang penerapan ekonomi sirkular (*circular economy*) di sektor energi panas bumi (Kusumastuti *et al.*, 2017; Prasetyo *et al.*, 2022).

Material berbasis silika telah menjadi fokus utama dalam pengembangan material fungsional dalam dua dekade terakhir. Hal ini disebabkan oleh sifat-sifat unggulnya, seperti luas permukaan spesifik tinggi, struktur pori yang dapat dimodifikasi, kestabilan termal dan kimia yang baik, serta kemampuan modifikasi permukaan yang luas. Silika telah diaplikasikan secara luas dalam bidang katalisis, penyerapan, penghantaran obat, bahkan sebagai pengisi dalam komposit (Jenie *et al.*, 2018; Sifana and Jenie, 2022). Untuk mendukung kebutuhan industri dan riset, pengembangan metode sintesis silika yang efisien, terkontrol, dan ramah lingkungan menjadi sangat penting.

Salah satu metode yang banyak digunakan untuk sintesis silika adalah metode sol-gel. Metode ini melibatkan proses hidrolisis dan kondensasi prekursor silika dalam medium cair, yang kemudian membentuk sol homogen dan berlanjut menjadi gel tiga dimensi. Setelah tahap pengeringan dan kalsinasi, diperoleh material silika dengan morfologi dan ukuran partikel yang dapat dikontrol secara presisi (Bokov, 2021; Mahato *et al.*, 2023). Keunggulan utama dari metode ini adalah fleksibilitasnya dalam pengaturan parameter reaksi, kemudahan skalabilitas, serta kemampuannya menghasilkan produk dengan kemurnian tinggi (Jiang *et al.*, 2019).

Sejumlah penelitian terdahulu telah menunjukkan keberhasilan sintesis silika dari lumpur geotermal menggunakan metode sol-gel. Misalnya, Jiang *et al.* (2019) mengolah silika geotermal menggunakan HCl sebagai katalis, menghasilkan silika amorf dengan permukaan spesifik tinggi. Namun, penggunaan asam kuat seperti HCl atau H_2SO_4 memiliki beberapa keterbatasan, seperti potensi korosi terhadap peralatan dan ketidakstabilan pH. Selain itu, asam kuat dapat mempengaruhi kualitas dan kemurnian produk akhir (Amenaghawon *et al.*, 2024). Untuk mengatasi hal tersebut, muncul pendekatan penggunaan asam lemah seperti asam sitrat dan asam oksalat yang lebih ramah lingkungan dan menawarkan kestabilan reaksi yang lebih baik (Maseko *et al.*, 2023). Meskipun demikian, penelitian oleh Al-Mothafer *et al.* (2021) menunjukkan bahwa penggunaan asam oksalat berpotensi meninggalkan residu karbon akibat interaksi gugus karboksilat dengan ion logam pengotor, yang termanifestasi sebagai noda gelap setelah kalsinasi. Penelitian lain dilakukan oleh Widiyandari *et al.* (2021) yang mensintesis silika mesopori jenis xerogel dari limbah lumpur geotermal PLTP Dieng menggunakan metode ekstraksi basa dan presipitasi asam. Proses sintesis diawali dengan ekstraksi silika dari lumpur geotermal menggunakan larutan NaOH 1,25 M untuk membentuk larutan natrium silikat (Na_2SiO_3), yang kemudian dipresipitasi menggunakan asam sulfat (H_2SO_4) dengan variasi pH (9, 8, 7, 6, dan 5,5). Gel silika yang terbentuk kemudian dikeringkan untuk menghasilkan xerogel. Karakterisasi dilakukan menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan *Brunauer Emmett*

Teller (BET). Hasil FTIR menunjukkan adanya gugus silanol (Si–OH) dan siloksan (Si–O–Si) pada xerogel yang dihasilkan. Pola XRD menunjukkan bahwa struktur silika tetap amorf dengan puncak melebar di sekitar 2θ 25° . Analisis permukaan BET menunjukkan bahwa penurunan pH berpengaruh terhadap peningkatan luas permukaan spesifik, di mana pada pH 5,5 diperoleh luas permukaan tertinggi yaitu 400,10 m²/g dengan ukuran pori sekitar 4,5 nm. Hasil SEM menunjukkan partikel silika yang teraglomerasi dengan morfologi beragam. Penelitian ini membuktikan bahwa metode presipitasi asam menggunakan H₂SO₄ efektif untuk menghasilkan silika mesopori dengan luas permukaan tinggi dari limbah geotermal (Widiyandari *et al.*, 2021).

Penggunaan metode sol-gel untuk sintesis silika amorf dari limbah geotermal juga dapat dilakukan menggunakan pemanasan *microwave*. Pemanasan *microwave* merupakan metode pemanasan non-konvensional yang menggunakan gelombang elektromagnetik frekuensi tinggi untuk menghasilkan panas secara merata dan cepat di seluruh volume material. Metode ini terbukti dapat mempercepat waktu reaksi, mengurangi konsumsi energi, dan meningkatkan hasil reaksi yang lebih bersih. Untuk menjawab tantangan ini, integrasi teknologi pemanasan *microwave* dalam proses sol-gel mulai dikaji secara intensif. *Microwave* menawarkan keunggulan dalam distribusi panas volumetrik, mempercepat proses reaksi, serta meningkatkan efisiensi energi secara keseluruhan (Freitas *et al.*, 2023). Lebih penting lagi, proses ini mampu membantu degradasi senyawa organik sisa dari asam lemah selama kalsinasi, sehingga dapat meningkatkan kemurnian produk dan mengurangi residu karbon pada nanosilika akhir. Berdasarkan hal tersebut, diperlukan kajian lebih lanjut terhadap efektivitas kombinasi antara penggunaan asam lemah dan pemanasan *microwave* dalam sintesis nanosilika dari lumpur geotermal, baik dari segi struktur, morfologi, maupun tingkat kemurnian material hasil. Namun, hingga saat ini masih terbatas penelitian yang secara sistematis mengevaluasi pengaruh kombinasi penggunaan asam lemah dan pemanasan *microwave* dalam sintesis nanosilika dari lumpur geotermal, khususnya terhadap parameter kemurnian, morfologi, dan karakter gugus fungsional produk akhir. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh pH dari lumpur

geotermal melalui metode sol-gel berbasis asam lemah (asam oksalat) yang dikombinasikan dengan pemanasan *microwave*, serta mengevaluasi pengaruhnya terhadap morfologi partikel, kemurnian silika, dan karakter gugus fungsional hasil. Untuk memperoleh pemahaman menyeluruh mengenai hasil sintesis, penelitian ini menggunakan beberapa teknik karakterisasi, meliputi *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk menentukan komposisi kimia, *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengidentifikasi struktur kristalinitas, *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) untuk menganalisis gugus fungsional, serta *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM) untuk mengevaluasi morfologi dan distribusi ukuran partikel. Kombinasi kelima metode ini diharapkan mampu memberikan informasi komprehensif mengenai kemurnian, struktur, dan sifat nanosilika yang dihasilkan.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, maka dapat diambil rumusan masalah sebagai berikut.

1. Bagaimana pengaruh pH terhadap kemurnian silika yang dihasilkan?
2. Bagaimana pengaruh pH terhadap struktur amorf, gugus fungsi, morfologi silika Amorf dari limbah geotermal dengan metode sol-gel dan pemanasan menggunakan *microwave*?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Mengetahui kondisi optimal pH untuk kemurnian.
2. Mengetahui pengaruh pH untuk menghasilkan silika dengan sifat fisis yang diinginkan.
3. Mengetahui pengaruh pH untuk menghasilkan silika dengan karakteristik morfologi yang diinginkan.

1.4 Batasan Masalah

Penelitian ini memiliki batasan masalah sebagai berikut.

1. Melakukan pemanasan menggunakan *microwave* dengan daya 200 W, 400 W, 600 W, 900 W.
2. Melakukan pengadukan dengan magnetic stirrer dengan kecepatan 240 rpm.
3. Melakukan pemanasan menggunakan oven dengan suhu 100 °C.
4. Limbah geotermal berasal dari PT. Geo Dipa Energi Dieng.
5. Menggunakan NaOH 10 %.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Memahami sifat dasar silika tanpa adanya pengaruh dari pengotor.
2. Membantu dalam menentukan pH optimal untuk mendapatkan silika yang diinginkan.
3. Memberikan pengaruh pH terhadap morfologi.

II. TINJAUAN PUSTAKA

Tinjauan pustaka ini disusun untuk menguraikan berbagai konsep dasar dan teori yang menjadi landasan dalam pelaksanaan penelitian. Pembahasan diawali dengan penjelasan mengenai limbah geotermal sebagai sumber utama silika, diikuti dengan uraian mendalam tentang metode sol-gel sebagai teknik sintesis material. Selain itu, untuk mendukung proses analisis karakterisasi, tinjauan ini juga mencakup prinsip kerja serta fungsi beberapa instrumen analisis seperti XRF, XRD, FTIR, SEM, dan TEM.

2.1 Limbah Geotermal

Limbah geotermal dapat diklasifikasikan ke dalam tiga jenis utama: limbah padat, yang terdiri atas endapan mineral seperti silika amorf, karbonat, sulfida logam (misalnya besi, timbal), dan partikel tanah liat. Silika amorf merupakan komponen yang paling umum, seringkali mengendap di dalam peralatan dan saluran pipa sehingga mengurangi efisiensi sistem. Limbah padat juga bisa mencakup material terak atau residu dari sistem pemisahan dan injeksi ulang fluida. limbah cair, yaitu air geotermal bekas yang telah kehilangan energi panasnya dan mengandung berbagai ion logam berat (seperti arsenik, boron, litium, dan merkuri), garam terlarut, serta senyawa berbahaya lain yang berpotensi mencemari lingkungan jika tidak diolah dengan benar limbah gas seperti hidrogen sulfida (H_2S), karbon dioksida (CO_2), metana (CH_4), dan amonia (NH_3), yang dapat mencemari udara serta berkontribusi terhadap perubahan iklim. Komposisi dan volume limbah geotermal sangat bergantung pada kondisi

geologi reservoir, temperatur, tekanan, serta teknologi sistem pembangkitan (*flash, dry steam, binary cycle*) yang digunakan. Limbah ini menimbulkan tantangan signifikan seperti scaling (pengendapan kerak) pada sistem perpipaan dan perangkat pembangkit, yang menyebabkan penurunan efisiensi dan peningkatan biaya perawatan (Stringfellow and Camarillo, 2025).

2.2 Silika (SiO_2)

Silika (SiO_2) merupakan mineral melimpah di kerak bumi dan dapat ditemukan dalam berbagai bentuk, baik alami maupun hasil proses industri. Selain berasal dari batuan, silika juga diperoleh dari tumbuhan seperti daun bambu, sekam padi, dan abu bagasse. Senyawa ini banyak dimanfaatkan dalam pembuatan kaca, *aerogel*, dan serat optik. Di sisi lain, silika juga dapat membentuk kerak pada dinding pipa akibat pengendapan mineral dari fluida yang dialirkan. Kerak ini dapat mengganggu aliran dan mengurangi efisiensi perpindahan panas dalam sistem perpipaan (Silviana *et al.*, 2021). Silika mempunyai kelebihan dibanding bahan lain karena secara kimia bersifat tidak mudah bereaksi dan tidak larut dalam air. Selain itu, menunjukkan kekuatan mekanik dan stabilitas termal yang tinggi (Bhatia and Brinker, 2000). Struktur atom silika dapat berbentuk kristal dan amorf (Todkar *et al.*, 2016).

2.2.1 Karakteristik Silika (SiO_2)

Silika memiliki sejumlah karakteristik penting yang menentukan sifat fisika dan kimianya. Beberapa di antaranya adalah rumus molekul, struktur, warna, berat jenis, titik leleh, dan titik didih. Sifat-sifat ini menjadikan silika sebagai material yang stabil secara termal, inert, serta banyak digunakan dalam berbagai aplikasi industri dan penelitian (Amenaghawon *et al.*, 2024; Widiyandari *et al.*, 2021; Nayak *et al.*, 2023). Tabel 2.1 menunjukkan karakteristik silika.

Tabel 2.1 Karakteristik silika

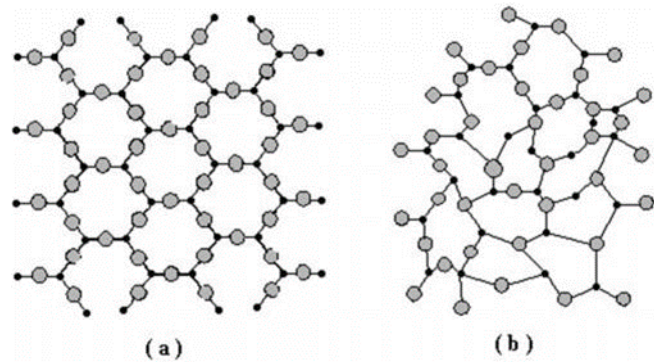
NO	Karakteristik	Nilai
1	Rumus molekul	SiO ₂
2	Struktur	Amorf/kristalin
3	Warna	Putih
4	Berat jenis	2,2 - 2,6 g/cm ³
5	Titik leleh	1610 °C
6	Titik didih	2230 °C

Berdasarkan **Tabel 2.1**, terlihat bahwa silika memiliki titik leleh dan titik didih yang sangat tinggi, sehingga cocok digunakan dalam aplikasi suhu ekstrem. Berat jenisnya yang relatif rendah dibandingkan oksida logam lain juga menjadikannya material unggul untuk aplikasi komposit ringan dan isolator termal.

2.2.2 Struktur Kristal dan Amorf

Struktur kristal adalah susunan atom, ion, atau molekul dalam padatan yang teratur secara periodik dalam ruang tiga dimensi. Keteraturan ini terbentuk dari *unit cell* (sel satuan), yaitu blok dasar terkecil yang berulang secara periodik membentuk kisi (*lattice*). Karena keteraturan tersebut, material kristalin memperlihatkan sifat anisotropi, yakni sifat fisis seperti kekuatan mekanik atau konduktivitas listrik dapat berbeda bergantung pada arah kristalnya (Callister and Rethwisch, 2018).

Sebaliknya, struktur amorf tidak memiliki keteraturan periodik jangka panjang dalam susunan atomnya. Meskipun terdapat keteraturan lokal pada jarak atom terdekat, susunan atom secara keseluruhan acak sehingga material amorf bersifat isotropi, yaitu menunjukkan sifat fisis yang sama ke segala arah. Contoh material amorf adalah kaca silika (SiO₂ amorf) serta silika hasil presipitasi dari limbah geotermal. Perbedaan antara struktur kristal dan amorf dapat dilihat pada **Gambar 2.1**.



Gambar 2.1. Susunan atom (a) kristal (b) amorf (Smallman and Bishop, 2000).

Dalam konteks penelitian ini, silika yang diperoleh dari lumpur geotermal umumnya berada dalam bentuk amorf. Hal ini ditunjukkan oleh hasil karakterisasi XRD yang memperlihatkan puncak lebar pada sekitar 2θ 20–25°, ciri khas material amorf. Struktur amorf pada silika memberikan keuntungan berupa luas permukaan spesifik tinggi serta sifat isotropi yang menjadikannya potensial untuk diaplikasikan pada material fungsional, seperti adsorben, membran, dan pengisi komposit (Kim *et al.*, 2022).

2.3 Metode Sol-Gel

Sol adalah partikel padat berukuran nano yang terdispersi dalam medium cair, contohnya pada sol sabun, sol detergen, sol kanji, tinta tulis, dan cat. Dalam preparasi partikel padat berukuran 1–5 nm, karakteristik partikel yang terbentuk dipengaruhi oleh ukuran inti, suhu, dan pH larutan. Kelarutan suatu partikel (S) berhubungan dengan jari-jari partikel (r) sebagaimana dijelaskan dalam persamaan Oswald–Freundlich (Brinker and Scherer, 1990) yang dinyatakan pada Persamaan 2.1:

$$S = S_0 \exp \frac{2\gamma_{SL}V_m}{R_E T r} \quad (2.1)$$

S_0 adalah kelarutan pelat datar

γ_{SL} adalah energi antar muka padat-cair

V_m adalah volume molar fase padat

R_E adalah konstanta gas ideal

T adalah suhu

Gel dapat didefinisikan sebagai gel kuat atau gel lemah, bergantung pada sifat ikatan yang menghubungkan fase padat, apakah bersifat permanen atau reversibel. Perbedaan ini pada dasarnya terkait dengan skala waktu. Bahkan ikatan siloksan kovalen dalam gel silika dapat terbelah, sehingga memungkinkan gel mengalami deformasi ireversibel (kental) secara lambat.

Proses sol-gel merupakan salah satu metode sintesis yang paling banyak digunakan karena fleksibilitasnya yang tinggi, kemampuan menghasilkan produk dengan homogenitas dan kemurnian tinggi, kesederhanaan relatif, serta variasi morfologi yang dapat dicapai. Reaksi kimia yang menyebabkan gelasi berlanjut jauh melampaui titik gel, sehingga terjadi perubahan bertahap dalam struktur dan sifat gel seiring proses penuaan. Studi kinetika menunjukkan bahwa laju reaksi hidrolisis dan kondensasi sangat dipengaruhi oleh kondisi pH, suhu, serta jenis katalis yang digunakan. Oleh karena itu, pengendalian laju reaksi menjadi faktor kunci dalam memperoleh morfologi partikel yang stabil dan struktur pori yang seragam (Petrus *et al.*, 2021; Borlaf and Moreno, 2021).

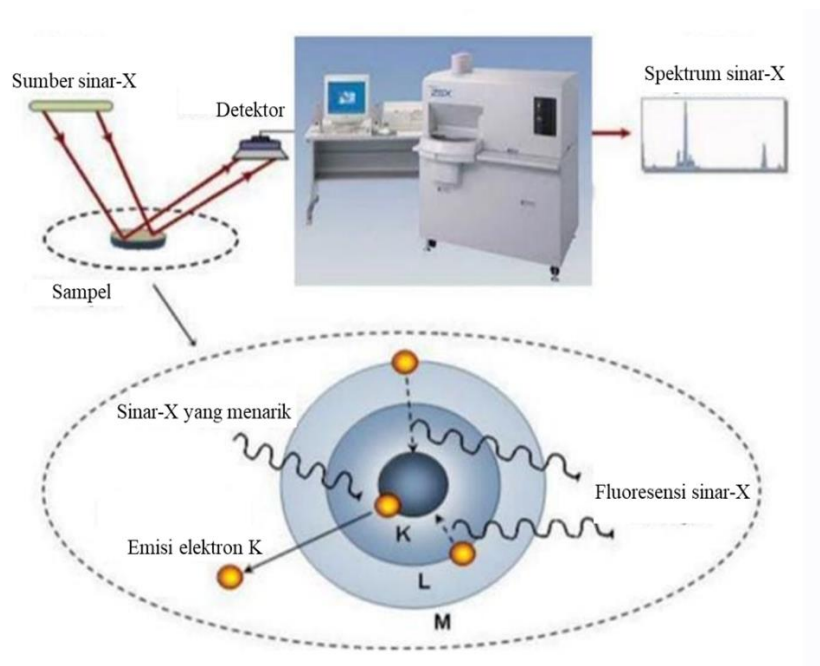
Penelitian lain dilakukan oleh Birawidha *et al.* (2025) yang mengembangkan sintesis nanosilika dari limbah slag geothermal Dieng menggunakan metode sol-gel berbasis asam sitrat yang ramah lingkungan, dengan tahapan pelarutan slag menggunakan NaOH 10 % untuk membentuk natrium silikat (Na_2SiO_3), kemudian dititrasi menggunakan asam sitrat 5N hingga mencapai pH 8 hingga 11, diikuti proses sentrifugasi, pencucian menggunakan metanol dan akuades hingga pH netral, pengeringan dalam oven pada suhu 100 °C selama 3 jam, dan pemanasan *microwave* multistage untuk mempercepat proses dekomposisi senyawa organik sisa. Hasil terbaik diperoleh pada pH 8 dengan kadar SiO_2 mencapai 94,846 % dan recovery sebesar 79,41 %, menunjukkan tingkat kemurnian tinggi dari produk silika yang dihasilkan. Karakterisasi dilakukan menggunakan XRF untuk menganalisis kandungan kimia dan menunjukkan penurunan signifikan logam pengotor seperti Fe, Zn, dan Ca, XRD untuk mengidentifikasi struktur amorf yang ditandai dengan puncak lebar sekitar 2θ 20–22° dengan sisa puncak kecil dari NaCl dan Fe_2O_3 , FESEM untuk mengamati morfologi

partikel silika yang tampak sferis dengan pengotor logam menempel di permukaan, dan TEM untuk mengonfirmasi bahwa ukuran partikel silika berkisar antara 20–100 nm dengan rata-rata 55 nm, berbentuk bulat dan tersebar merata, sementara pengolahan data ukuran dilakukan menggunakan perangkat lunak ImageJ, metode ini terbukti efektif dalam menghasilkan silika nano berkualitas tinggi dengan pendekatan yang aman dan berkelanjutan melalui kombinasi penggunaan asam organik lemah dan pemanasan *microwave* (Birawidha *et al.*, 2025).

2.4 XRF

XRF merupakan metode yang digunakan untuk menganalisis serta menentukan konsentrasi suatu unsur sampel padatan, bubuk maupun cairan dalam suatu bahan secara kualitatif maupun kuantitatif. XRF mampu menganalisis komposisi kimia beserta konsentrasi unsur-unsur pada sampel menggunakan metode spektrometri (Jenkin *et al.*, 1995).

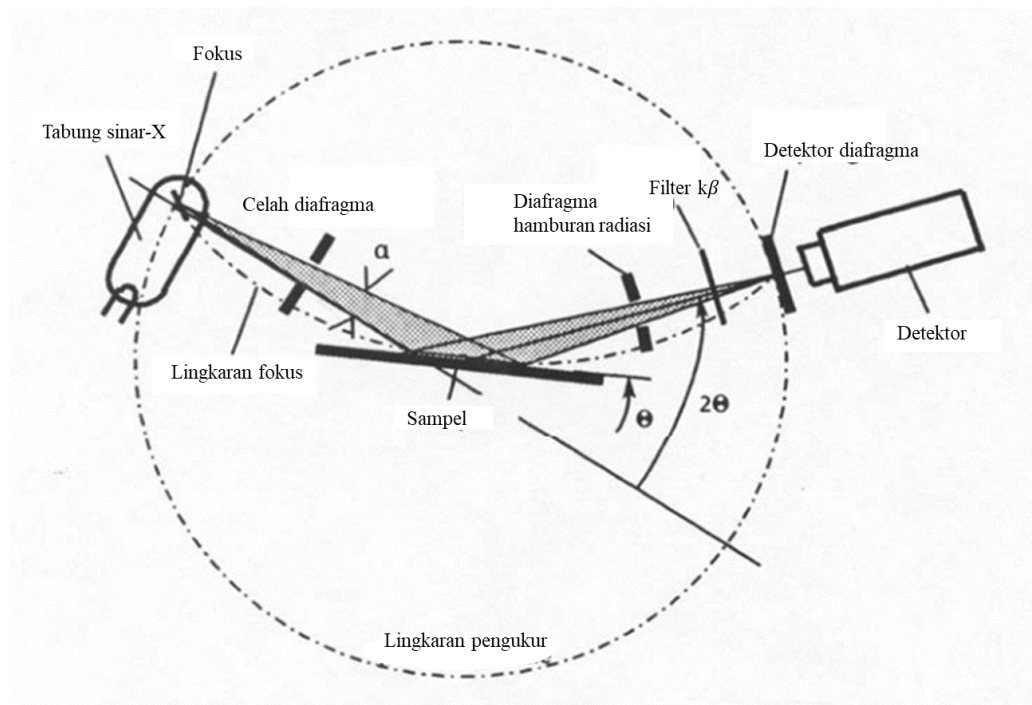
Dalam analisis menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan sinar-X karakteristik yang terjadi dari peristiwa efek fotolistrik. Efek fotolistrik terjadi karena elektron dalam atom target (sampel) terkena sinar berenergi tinggi (radiasi gamma, sinar-X). Apabila energi sinar tersebut lebih tinggi dari pada energi ikat elektron dalam orbit K, L, atau M atom target, maka elektron atom target akan keluar dari orbitnya. Atom target akan mengalami kekosongan elektron, kekosongan elektron ini akan diisi oleh elektron dari orbital yang lebih luar diikuti pelepasan energi yang berupa sinar-X. Sinar-X yang dihasilkan merupakan gabungan spektrum sinambung dan spektrum berenergi tertentu (discreet) yang berasal dari bahan sasaran yang tertumbuk elektron. Jenis spektrum discreet yang terjadi tergantung pada perpindahan elektron yang terjadi dalam atom bahan. Spektrum ini dikenal sebagai spektrum sinar-X karakteristik. Prinsip kerja XRF (Kalnicky and Singhvi, 2001) ditunjukkan pada **Gambar 2.2.**



Gambar 2.2 Prinsip kerja XRF (Dongcai, 2012).

2.5 XRD

Difraksi sinar-X memanfaatkan gelombang elektromagnetik dari sinar-X yang berinteraksi dengan atom untuk mengidentifikasi material yang tersusun dalam sistem kristalit maupun non kristalit. Sinar-X awal mula ditemukan pada tahun 1895 oleh fisikawan Jerman William Roentgen, untuk penemuannya pertama kali tidak memperlihatkan cahaya seperti biasa dimana sinar tersebut tidak terlihat, namun merambat dalam garis lurus dan mempengaruhi film fotografi dengan cara yang sama seperti cahaya pada umumnya. Dengan kata lain sinar-X dapat terpolarisasi, akan tetapi tidak dapat terbiaskan atau refraksi yang kemudian mendorong kontroversi tentang sinar-X apakah bagian dari partikel atau gelombang, Max Van Loue melalui teorinya berhasil membuktikan bahwa sinar-X adalah gelombang dimana dikatakan sinar-X dapat didifraksikan ketika melewati celah yang sempit (slirt) dan hal ini merupakan sifat gelombang (Cullity, 1978). Adapun skema alat XRD dapat dilihat pada **Gambar 2.3**.



Gambar 2.3 Skema XRD (Collony, 2005).

Adapun skema kerja XRD dapat dilihat pada **Gambar 2.3** menunjukkan sampel padatan kristal yang memiliki diameter butir antara 10710 m ditempatkan pada suatu plat kaca, tabung sinar-X mengeluarkan sinar-X yang difokuskan dan mengenai sampel oleh pemfokus kemudian detektor segera bergerak sepanjang lintasannya untuk merekam pola difraksi sinar-X, sinar-X yang telah melewati sampel akan terdifraksi ke segala arah dengan memenuhi hukum Bragg. Detektor bergerak pada kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi sinar-X yang didifraksikan oleh sampel. Sampel bubuk atau padatan kristalin memiliki bidang-bidang kisi yang tersusun secara acak dengan berbagai kemungkinan orientasi, begitu pula partikel-partikel kristal yang terdapat di dalamnya. Setiap kumpulan bidang kisi tersebut memiliki beberapa sudut orientasi sudut tertentu, sehingga difraksi sinar-X memenuhi Hukum Bragg, difraksi sinar-X oleh kisi kristal juga menghasilkan pola interferensi konstruktif (sefase) dan destruktif (berlawanan fase) (Cullity, 1978).

2.6 FTIR

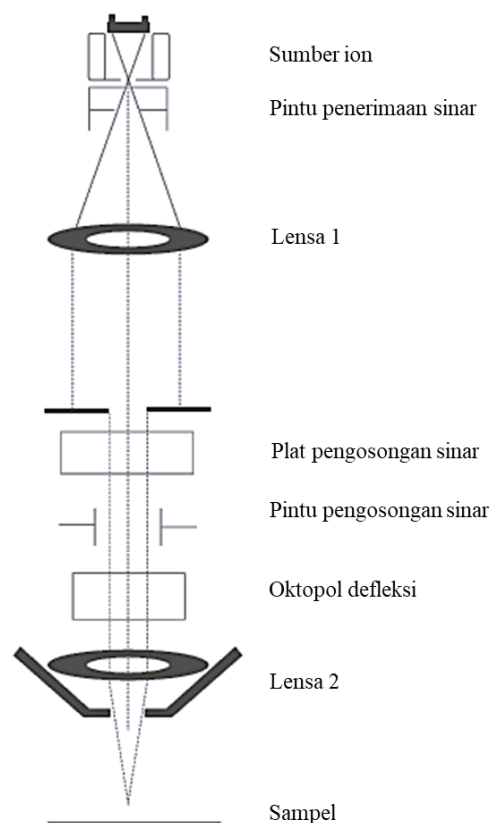
Spektroskopi FTIR merupakan sebuah metode untuk memperoleh spektrum absorpsi dari material padat, cair, maupun gas dalam spektrum infra merah (infra red IR) (Griffiths and de Haseth, 2006). Spektrum IR terbentuk karena adanya absorpsi GEM pada frekuensi tertentu yang terkait dengan berbagai jenis energi dari ikatan kimia tertentu yang dimiliki sebuah molekul. Dalam urutan dari yang terendah, energi ini mencakup energi translasi, energi rotasi, energi vibrasi, dan energi listrik. Energi translasi timbul dari perpindahan molekul, energi rotasi timbul dari rotasi molekul yang frekuensinya berada dalam spektrum gelombang mikro (*microwave*), energi vibrasi timbul karena adanya vibrasi atom-atom di sekitar pusat ikatan kimia, dan energi listrik timbul karena adanya transisi energi elektron-elektron dari sebuah molekul. Namun, untuk mengamati transisi elektronik ini, dibutuhkan GEM dengan energi yang lebih tinggi, yaitu dalam spektrum UV-Vis (Dutta, 2017).

Komponen spektrometer FTIR terdiri dari sumber IR, interferometer, kompartemen sampel, detektor, amplifier, konverter, dan komputer. Sumber menghasilkan radiasi yang melewati sampel melalui interferometer dan mencapai detektor. Kemudian sinyal tersebut diperkuat dan diubah menjadi sinyal digital masing-masing oleh amplifier dan konverter analog-ke-digital. Sinyal ditransfer ke komputer untuk dilakukan transformasi fourier. Transformasi ini dilakukan untuk merubah data interferogram yang berupa domain waktu (atau beda lintasan optis) menjadi domain frekuensi sehingga diperoleh spektrum dalam frekuensi (Birkner and Wang, 2020).

2.7 SEM

SEM adalah teknik mikroskopi yang menggunakan berkas elektron untuk memindai permukaan sampel, menghasilkan citra dengan resolusi tinggi dan kedalaman fokus yang besar. Elektron yang berinteraksi dengan sampel menghasilkan sinyal seperti elektron sekunder (SE) dan elektron backscattered (BSE), yang digunakan untuk membentuk citra topografi dan komposisi material (Sun *et al.*, 2020). SEM bekerja dengan cara menembakkan berkas elektron yang difokuskan ke permukaan sampel,

yang kemudian menghasilkan berbagai sinyal akibat interaksi elektron dengan atom penyusun sampel. Sinyal tersebut, seperti elektron sekunder (SE), elektron balik (BSE), dan sinyal sinar-X karakteristik, digunakan untuk membentuk citra resolusi tinggi dan untuk analisis komposisi kimia. SEM juga dapat menganalisis bahan organik dan anorganik pada skala nanometer (nm) hingga mikrometer (μm). SEM memberikan gambar yang sangat tepat dari berbagai bahan pada pembesaran tinggi hingga 300.000x dan bahkan 1.000.000x (Mohammed and Abdullah, 2018). Ilustrasi SEM dapat dilihat pada **Gambar 2.4**.



Gambar 2.4 Skema SEM (Goldstein, 2018).

Adapun prinsip kerja SEM pada **Gambar 2.4** menunjukkan penggunaan berkas elektron yang dihasilkan dari senapan elektron (electron gun) yang bekerja dalam ruang hampa untuk menghasilkan elektron berenergi tinggi yang difokuskan ke permukaan sampel (Goldstein, 2018). Berkas elektron difokuskan secara presisi melalui sistem

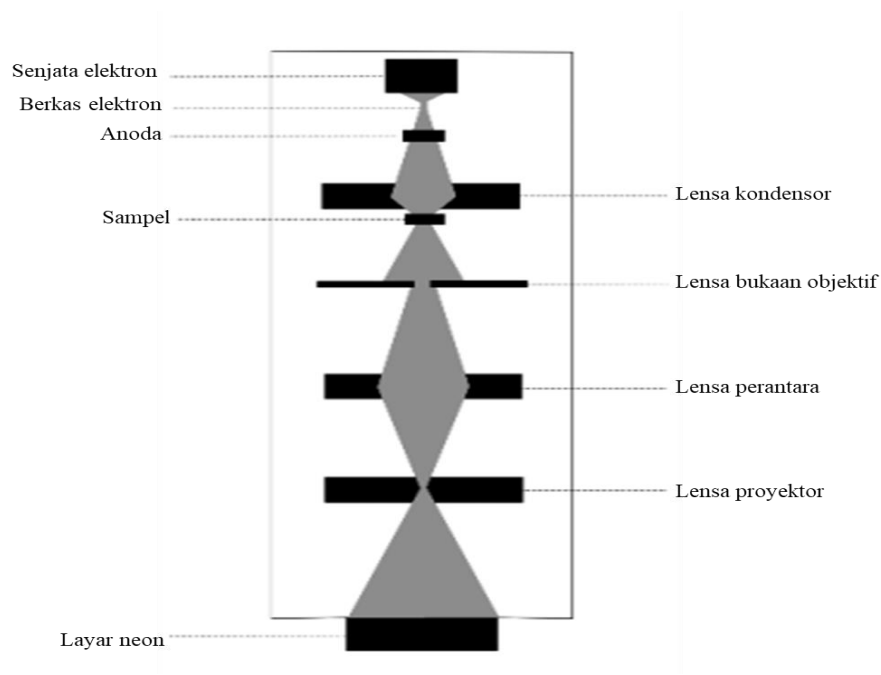
lensa elektromagnetik (Lensa 1 dan Lensa 2), kemudian diarahkan secara raster ke sampel dengan bantuan plat dan pintu pengosongan sinar serta oktopol defleksi untuk mengatur posisi berkas secara akurat. Ketika elektron mengenai sampel, interaksi yang terjadi menghasilkan sinyal seperti elektron sekunder (SE) untuk citra topografi, elektron hambur balik (BSE) untuk kontras komposisi, dan sinar-X karakteristik untuk analisis unsur. Semua sinyal ini dideteksi dan diubah menjadi gambar resolusi tinggi. Preparasi sampel untuk pengamatan SEM meliputi tiga tahap utama, yaitu: (1) pengeringan untuk menghilangkan kandungan air atau pelarut yang dapat mengganggu kondisi vakum, (2) pelapisan sampel non-logam dengan lapisan konduktif tipis seperti emas atau karbon menggunakan metode sputtering, dan (3) penempatan sampel dalam ruang vakum untuk menjaga lintasan elektron bebas hamburan, sehingga diperoleh citra yang tajam dan detail.

2.8 TEM

TEM bekerja serupa dengan mikroskop elektron lainnya yang menggunakan sistem penembak elektron untuk menghasilkan pancaran elektron berenergi tinggi di ruangan hampa udara. Pada umumnya, TEM beroperasi pada tingkat energi 60 hingga 200 kV dan dapat memperbesar sampel uji hingga 10^7 kali. Semakin tinggi energi yang dioperasikan, maka akan menghasilkan gambar dengan resolusi yang semakin tinggi (gambar yang semakin rinci pada perbesaran yang tinggi) (Kenney *et al.*, 2019).

TEM terdiri atas beberapa komponen utama yang bekerja secara sinergis untuk menghasilkan citra mikroskopis beresolusi tinggi dari struktur internal material. Proses diawali dari senjata elektron (electron gun) yang menghasilkan berkas elektron berenergi tinggi dengan memanaskan filamen, lalu dipercepat oleh tegangan tinggi dan diarahkan menuju sampel melalui anoda. Berkas elektron ini kemudian difokuskan oleh lensa kondensor, yang mengatur intensitas serta konvergensi sinar agar sesuai dengan spesifikasi pencitraan. Sampel yang digunakan harus sangat tipis (kurang dari 100 nm) agar elektron dapat menembusnya dan menghasilkan sinyal internal. Setelah itu, elektron yang melewati sampel akan difokuskan oleh lensa bukaan objektif, yang

memiliki peran penting dalam menentukan resolusi dan kontras citra awal. Selanjutnya, lensa perantara (*intermediate lens*) berfungsi sebagai pengalih mode antara pencitraan dan difraksi, sementara lensa proyektor memperbesar citra akhir atau pola difraksi yang terbentuk. Citra ini kemudian ditampilkan secara langsung pada layar fluoresen atau direkam menggunakan kamera CCD maupun pelat gambar sebagai bagian dari sistem perekaman citra. Seluruh proses tersebut berlangsung dalam ruang hampa (vakum tinggi) untuk mencegah hamburan elektron oleh molekul udara, menjaga kestabilan jalur elektron, serta memastikan kualitas citra tetap optimal. Agar hasil analisis TEM optimal, sampel harus memiliki ketebalan yang sebanding dengan jarak bebas rata-rata elektron, umumnya hanya beberapa puluh nanometer. Persiapan sampel disesuaikan dengan jenis material yang diuji. Untuk bahan berukuran kecil seperti serbuk, virus, atau nanotube, preparasi dilakukan dengan cara melarutkan sampel dalam pelarut yang sesuai, lalu diteteskan ke grid karbon dan dibiarkan mengering secara alami. Pemilihan pelarut seperti aseton, etanol, atau alkohol lainnya sangat penting untuk mencegah terjadinya penggumpalan selama proses preparasi. Adapun prinsip kerja TEM dapat dilihat pada **Gambar 2.5**



Gambar 2.5 Skema TEM (Kenney, 2019).

Adapun prinsip kerja TEM dapat dilihat pada **Gambar 2.5** menyerupai mikroskop cahaya, namun berbeda pada jenis sumber cahayanya. Jika mikroskop cahaya menggunakan cahaya tampak, maka TEM memanfaatkan berkas elektron sebagai sumber pencahayaan, yang mampu mencapai resolusi hingga 0,1 nanometer. Resolusi yang sangat tinggi ini memungkinkan TEM untuk mengamati ukuran partikel suatu material pada skala nanometer serta memetakan posisi atom dalam struktur sampel secara detail. Meskipun TEM memiliki kemiripan dengan SEM dalam hal penggunaan elektron sebagai sumber energi, perbedaan utama keduanya terletak pada interaksi elektron dengan sampel. Pada SEM, berkas elektron hanya mengenai permukaan sampel dan sinyal pantulan atau pendar yang dihasilkan akan ditangkap oleh detektor. Sebaliknya, dalam TEM, sampel harus dipreparasi sangat tipis agar elektron dapat menembusnya dan menghasilkan citra internal dari struktur material tersebut (Rosenauer, 2003).

III. METODE PENELITIAN

Bab ini menjelaskan secara rinci metode yang digunakan dalam penelitian, yang mencakup waktu dan tempat pelaksanaan, alat serta bahan yang digunakan, peralatan karakterisasi silika geotermal, prosedur pelaksanaan penelitian, langkah-langkah preparasi silika geotermal, hingga penyajian diagram alir proses penelitian. Penjabaran ini bertujuan untuk memberikan gambaran yang jelas dan sistematis mengenai tahapan-tahapan yang ditempuh dalam upaya mencapai tujuan penelitian.

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada tanggal 1 Januari 2025 – 1 Maret 2025 di Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) yang bertempat di Kawasan Sains Iskandar Zulkarnain, Jl.Sutami KM 15, Tanjung Bintang, Lampung Selatan, 35361.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Alat dan bahan yang digunakan pada penelitian ini ditunjukkan pada **Tabel 3.1** dan **Tabel 3.2**.

Tabel 3.1 Alat yang digunakan dalam sintesis silika geotermal

NO	Alat	Fungsi	Keterangan
1	<i>Magnetic stirrer</i>	- Mengaduk larutan agar Homogen	- C-MAG HAS 7
2	Neraca analitik	- Mengukur massa suatu Zat atau bahan	- Excellent
3	Spatula	- Mengambil bahan kimia padat atau serbuk	- Stainles steel
4	Gelas beaker	- Menampung silika dan melarutkan NaOH	- IWAKI CTE33 Made in Thailand 500 ml

Tabel 3.1 Alat yang digunakan dalam sintesis silika geotermal (Lanjutan)

NO	Alat	Fungsi	Keterangan
5	Aluminium foil	- Menutup gelas beaker agar mengurangi penguapan cairan	- Klin pak tipe: refill 8 m x 30 cm
6	Plastik wrap	- Mencegah kontaminasi pada aquades dan metanol	- <i>Cling wrap</i> klin pak 30 m x 30 cm
7	Magnetik stirrer bar	- Mengaduk larutan agar Homogen	- Stirrer bar 3 cm
8	Gelas ukur	- Mengukur volume aquades dan methanol	- IWAKI 100 ml
9	Pipet tetes	- Memindahkan asam oksalat ke larutan silika	- Pipet pasteur
10	Kertas pH	- Mengukur pH pada larutan silika	- Universal test paper
11	Sentrifuge	- Memisahkan silika padatan dan cairan	- <i>Thermo Scientific</i> tipe: Megafuge 8
12	Tabung erlenmeyer	- Menampung larutan aquades dan metanol	- IWAKI CTE33 AGC TECHNO GLASS Made In Thailand 250 ml
13	Kertas saring	- Menyaring silika agar membentuk endapan	- Market place ukuran 58 x 58
14	Corong kaca	- Menyaring silika agar membentuk endapan	- Herma 75 mm
15	Cawan	- Memanaskan silika ke oven	- Porcelain 75 ml
16	Oven	- Mengurangi kadar air pada silika gel	- Labtech tipe: 250N
17	Mortar	- Menghaluskan silika menjadi powder	- Agate, hitam, 10 cm
18	<i>Microwave</i>	- Mengeringkan silika gel	- Panasonic tipe: NN-ST34NB

Tabel 3.2 Bahan yang digunakan dalam sintesis silika geotermal

NO	Bahan	Fungsi	Keterangan
1	Silika geotermal	- Sumber silika	- PT. Geo Dipa Energi Dieng, 90-98 %
2	NaOH	- Melarutkan silika Geotermal	- Made in Germany, 98 %
3	Asam oksalat	- Mengubah pH agar sol silika berubah menjadi silika gel	- Made in Germany, 99.5 %
4	Metanol	- Merubah pH agar gel silika berubah menjadi pH netral	- Made in Germany, 99.9 %
5	Aquades	- Melarutkan prekursor	- Dihasilkan dari proses penyulingan kemasan jerigen 20 liter, 95 %

Karakterisasi yang dilakukan pada penelitian ini ditunjukkan pada **Tabel 3.3**.

Tabel 3.3 Alat karakterisasi silika geotermal

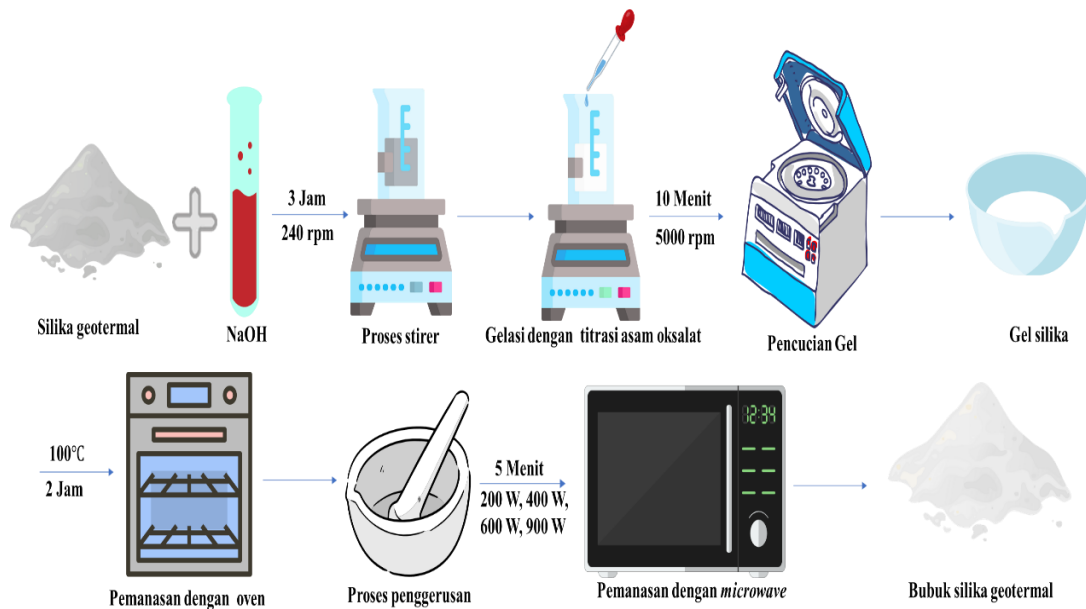
NO	Nama Alat	Fungsi	Keterangan
1	XRF	- Menentukan komposisi unsur kimia dalam suatu sampel.	- PANalytic tipe: Minipal 4
2	XRD	- Mengidentifikasi dan mengkonfirmasi sifat amorf suatu material.	- PANalytic tipe: E'xpertPro
3	FTIR	- Menentukan gugus fungsi yang terkandung dalam sampel.	- Bruker tipe: Invenio-R
4	SEM	- Mengamati morfologi permukaan dan topografi mikrostruktur suatu material dengan resolusi tinggi.	- FESEM <i>thermo scientific Quattro</i>
5	TEM	- Mengamati struktur internal material hingga skala nanometer atau atom.	- Talos f200x

3.3 Prosedur Penelitian

Prosedur preparasi silika dari limbah geotermal dilakukan melalui tahapan-tahapan sebagai berikut.

3.3.1 Preparasi Silika dari Limbah Geotermal

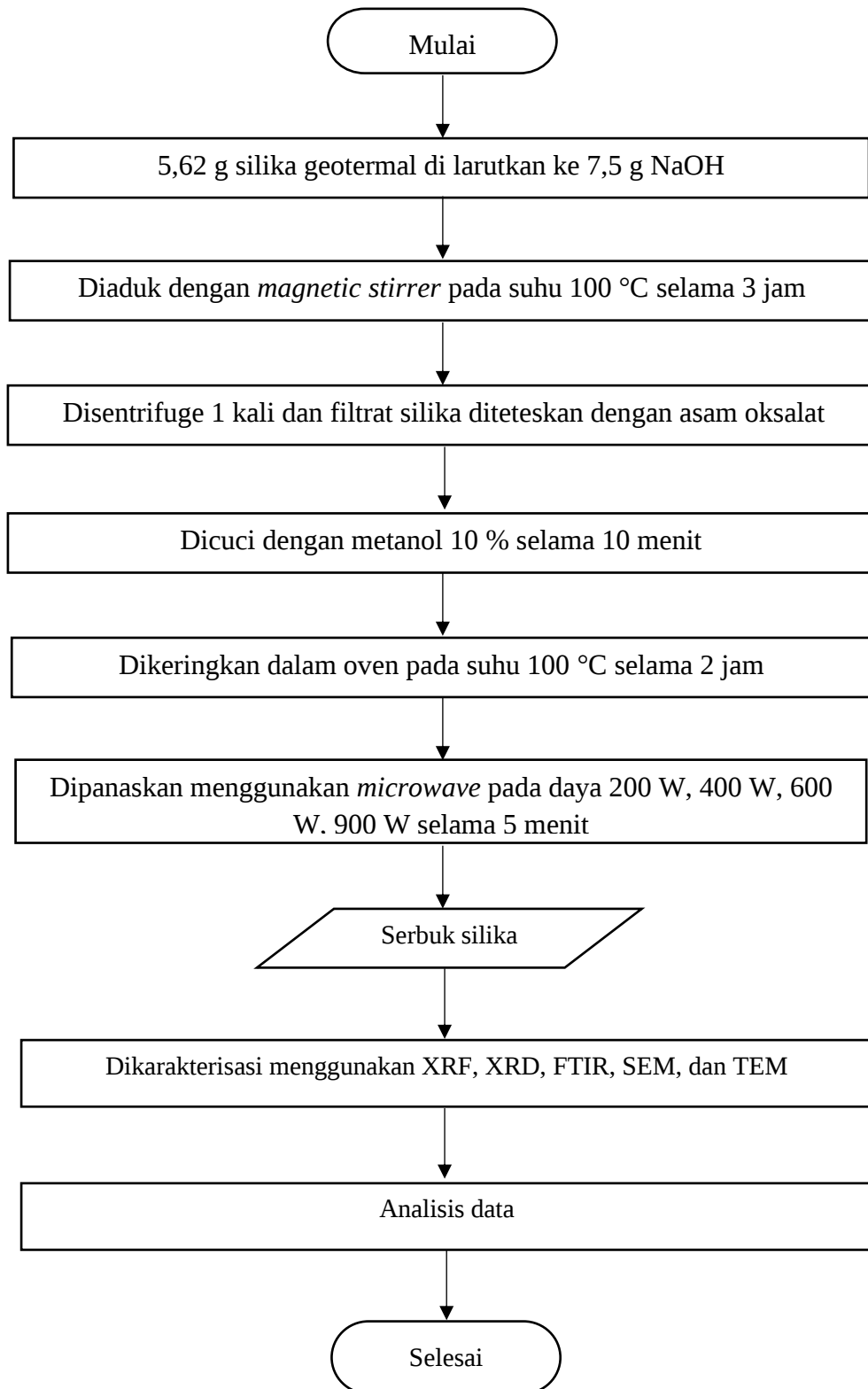
Proses preparasi silika dari limbah geotermal dilakukan dengan metode sol-gel. Silika geotermal sebanyak 5,62 gram ditimbang dan dimasukkan ke dalam gelas beaker, kemudian dicampurkan dengan larutan NaOH yang dibuat dari 7,5 gram NaOH dalam 75 ml akuades, lalu dipanaskan pada suhu 100 °C dan diaduk dengan kecepatan 240 rpm selama 3 jam. larutan hasil reaksi kemudian disentrifugasi satu kali pada kecepatan 5000 rpm selama 10 menit, dan filtrat yang diperoleh berupa sol silika geotermal dimasukkan ke dalam gelas beaker untuk disaring, sedangkan larutan filtrat yang diperoleh ditetaskan larutan asam oksalat secara perlahan hingga mencapai pH yang diinginkan (pH 1–13), kemudian dilakukan proses kondensasi gel, penyaringan, dan sentrifugasi. gel silika yang terbentuk dicuci berulang menggunakan metanol 10 % dan disentrifugasi dengan kecepatan 5000 rpm selama 10 menit hingga pH netral, lalu dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100 °C selama 2 jam atau hingga kering sempurna, digerus dengan mortar hingga menjadi serbuk, ditimbang, kemudian dipanaskan menggunakan *microwave* pada daya bertingkat (200 W, 400 W, 600 W, dan 900 W) masing-masing selama 5 menit, proses ini menghasilkan serbuk silika berwarna putih dan ditimbang untuk analisis lebih lanjut. Proses preparasi silika dari limbah geotermal dengan menggunakan metode sol-gel dapat ditunjukkan pada **Gambar 3.1.**



Gambar 3.1 Proses preparasi silika geotermal.

3.4 Diagram Alir

Adapun diagram alir pada penelitian ini dapat ditunjukkan pada **Gambar 3.3**.



Gambar 3.3 Diagram alir penelitian

V. SIMPULAN DAN SARAN

5.1 Simpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh simpulan sebagai berikut:

1. Silika amorf berhasil disintesis menggunakan bahan silika geotermal.
2. Berdasarkan hasil karakterisasi XRF diketahui bahwa silika amorf memiliki kadar SiO_2 tertinggi diperoleh saat pengkondisian larutan kondensasi pada pH 5 dengan kadar SiO_2 mencapai 98.036 %.
3. Hasil karakterisasi XRD pada silika amorf menunjukkan beberapa puncak tajam yang telah diidentifikasi sebagai *sodium chloride* (NaCl, ICDD 01-075-0306), *potassium chloride* (KCl, ICDD 00-041-1476), dan *iron oxide* (Fe, ICDD 00-087-0721), mengindikasikan adanya kontaminan mineral alami.
4. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan bahwa silika amorf memiliki gugus fungsi seperti O-H, Si-O-H, Si-C, Si-O-Si, dan Si-O.
5. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan bahwa silika amorf memiliki ukuran rata-rata sekitar 55.8 nm pH 1, 46.9 nm pH 2, 42.0 nm pH 3, 53.0 nm pH 4, 48.2 nm pH 5, 59.7 nm pH 6, 63.5 nm pH 7, 55.6 nm pH 8, 50.9 nm pH 9, 58.8 nm pH 10, 67.1 nm pH 11, 41.7 nm pH 12, 55.0 nm pH 13.
6. Hasil karakterisasi TEM menunjukkan bahwa silika amorf memiliki ukuran rata-rata sekitar 61.4 nm.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang dilakukan maka saran yang dapat dilakukan untuk penelitian selanjutnya adalah disarankan untuk menggunakan variasi jenis asam lain dalam proses sol-gel serta menambahkan karakterisasi lanjutan seperti *Brunauer Emmett Teller* (BET) dan *Thermogravimetric Analysis* (TGA). Selain itu, perlu dilakukan uji aplikasi silika sebagai adsorben atau katalis, serta mengkaji pengaruh waktu dan daya pemanasan *microwave* terhadap hasil sintesis.

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Mothafer, Z. H. ., Abdulmajeed, I. ., and Al-Sharuee, I. 2021. Effect of oxalic acid as catalyst and dry control chemical additive (DCCA) for rhydropilic aerogel base sodium silicate by ambient pressure drying. *Journal of ovonic research*, Vol. 17, No. 2, Hal. 175 - 183. <https://doi.org/10.15251/JOR.2021.172.175>.
- Amenaghawon, A. N., Ayere, J. E., Amune, U. O., Otuya, I. C., Abuga, E. C., Anyalewechi, C. L., Okoro, O. V., Okolie, J. A., Oyefolu, P. K., Eshiemogie, S. O., Osahon, B. E., Omede, M., Eshiemogie, S. A., Igemhokhai, S., Okedi, M. O., Kusuma, H. S., Muojama, O. E., Shavandi, A., and Darmokoesoemo, H. 2024. A comprehensive review of recent advances in the applications and biosynthesis of oxalic acid from bio-derived substrates. *Environmental Research*, Vol. 251, No. 118703. Hal. 1-22. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2024.118703>
- Bari, A. H., Jundale, R. B., and Kulkarni, A. A. 2020. Understanding the role of solvent properties on reaction kinetics for synthesis of silica nanoparticles. *Chemical Engineering Journal*. Vol. 398. No. 125427. Hal. 35-37. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.125427>.
- Batia, R. B. and Brinker, C. J. 2000. Aqueous sol-gel process for protein encapsulation. *Chemical materials*. Vol. 12, No. 8. Hal. 2434-2441.
- Birawidha, D. C., Manaf, A., Astuti, W., Daulay, A., Haryono, T., Sari, Y., and Suprihatin. 2025. Eco Friendly Citric Acid-Assisted Sol-Gel Synthesis of High-Purity Nano Silica from Dieng Geothermal Slag: Characterization and Optimization Method. *Indonesian Physical Review*. Vol. 8. No. 2. Hal. 530–539. <https://doi.org/https://doi.org/10.29303/ip r.v8i2.486>.
- Birkner, N., and Wang, Q. 2020, Desember 3. How an FTIR spectrometer operates. Diambil 4 Juni 2025, dari Chemistry LibreTexts website: <https://chem.libretexts.org/@go/page/1844>.

- Borlaf, M., and Moreno, R. 2021. Colloidal sol-gel: a powerful low-temperature aqueous synthesis route of nanosized powders and suspensions. *Open ceramics*. Vol. 8. No. 100200. Hal. 1-19. <https://doi.org/10.1016/j.oceram.2021.100200>.
- Brinker, C. J., and Scherer, W. G. 1990. *Sol-gel science : the physics and chemistry of sol-gel processing*. Academic press limited. Hal. 237-304.
- Callister, W.D. and Rethwisch, D.G. 2018. *Materials Science and Engineering: An Introduction* (10th ed.). John Wiley dan Sons, Hoboken, New Jersey, USA. Hal. 82–95.
- Cullity, B. D. 1978. *Element of x-ray diffraction 2 edition*. Addison wesley publishing company, Inc. Phillipines.
- Connolly, J. R. 2005. *Introduction to X-ray Powder Diffraction* for EPS400-002. Spring. Hal 1-9.
- Danks, A. E., Hall, S. R., and Schnepp, Z. 2016. The evolution of sol-gel chemistry as a technique for materials synthesis. *Materials Horizons*. Vol.3. No. 2. Hal. 91–112. <https://doi.org/10.1039/c5mh00260e>.
- Dutta, A. 2017. *Spectroscopic methods for nanomaterials characterization*. Elsevier. Oxford. doi: 10.1016/B978-0-323-46140-5.00004-2. Hal. 73-91.
- Dongcai, L. 2012. *Fundamental of x-ray crystallography, and edition*. sciense pres. Oxford.
- Freitas, D. C., Mazali, O., Sigoli, A., Francischini, S., Aur, M., and Arruda, Z. 2023. The microwave-assisted synthesis of silica nanoparticles and their applications in a soy plant culture. *RSC Advances*. Vol. 13. No. 46. Hal. 27648–27656. <https://doi.org/10.1039/d3ra05648a>.
- Goldstein, J. L., Newbury, D.E., Michael, J. R., Ritchie, N. W. M., Scott, J. H. J., and Joy, D. C. 2018. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Springer. New York.
- Gonzalez-Lavin, J., Arenillas, A., and Rey-Raap, N. 2023. Microwave-Assisted Synthesis of Iron-Based Aerogels with Tailored Textural and Morphological Properties. *ACS Applied Nano Materials*. Vol. 6. No. 19. Hal. 18582–18591. <https://doi.org/10.1021/acsanm.3c04173>
- Griffiths, P. R., and de Haseth, J. A. 2006. *Fourier transform infrared spectrometry* (2 ed.). New Jersey: John Wiley dan Sons, Ltd. Diambil dari <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/book/10.1002/047010631X>

- Islam, S. 2021. Impact of pH on structural and sensing characteristics of cresol red encapsulated polyethylene glycol assisted silica nanomatrix: Sol-gel method. *Optical Materials*. Vol. 121. No. 111546. Hal. 1-7.
<https://doi.org/10.1016/j.optmat.2021.111546>.
- Jenie, S. N. A., Ghaisani, A., Ningrum, Y. P., Kristiani, A., Aulia, F., and Petrus, H. T. M. B. 2018. Preparation of silica nanoparticles from geothermal sludge via sol-gel method. *AIP conference proceedings*. Vol. 2026. No. Hal. 1–6.
<https://doi.org/10.1063/1.5064968>
- Jenkin, R., Gould, R. W., and Dale, G. 1995. *Quantitative x-ray spectrometry, 2nd Edition*. Marcel Dekker. New York. Hal. 133-136.
- Jiang, B., Xia, D., Yu, B., Xiong, R., Ao, W., Zhang, P., and Cong, L. 2019. An environment-friendly process for limestone calcination with CO₂ looping and recovery. *Journal of cleaner production*. Vol. 240. No. 118147. Hal. 1-7.
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.118147>.
- Kalnicky, D. J. and Singhvi, R. 2001. Field portable XRF analysis of environmental samples. *Journal of Hazardous Materials*. Vol. 83. No. 2. Hal: 93-122.
- Kenney, J. P, L., Veeramani, H., and Alessi, D. S. 2019. *Analytical geomicrobiology a handbook of instrumental techniques*. Cambridge University Press. Cambridge.
doi: 10.1017/9781107707399.007.
- Kim, Y., Lee, J., Park, H., Choi, S., and Kang, M. 2022. Iron contamination in sol–gel derived silica. *Ceramics International*. Vol. 48. No. 3. Hal. 4561–4570.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.10.102>.
- Kusumastuti, Y., Petrus, H. T. B. M., Yohana, F., Buwono, A. T., and Zaqina, R. B. 2017. Synthesis and characterization of biocomposites based on chitosan and geothermal silica. *AIP Conference Proceedings*. Vol. 1823. No. 1. Hal. 1–6.
<https://doi.org/10.1063/1.4978200>.
- Ma, C., Liu, X., Zhang, X., Zhang, Q., and Li, F. 2021. Mineralogical characterization of geothermal slag. *Journal of Hazardous Materials*. Vol. 403. Hal. 123988.
<https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.123988>.
- Maseko, N. N., Enke, D., Iwarere, S. A., Oluwafemi, O. S., and Pocock, J. 2023. Synthesis of low density and high purity silica xerogels from south african sugarcane leaves without the usage of a surfactant. *Sustainability*. Vol. 15. No. 4626. Hal. 1–12. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/su15054626>.

- Mohammed, A. and Abdullah, A. 2018. Scanning electron microscopy (SEM): A review. *Proceedings of the 2018 international conference on hydraulics and pneumatics HERVEX*. Vol. 2018. Hal. 1-10.
- Nayak, P. P., Nandi, S., Bhunia, K., and Datta, A. K. 2023. Modelling the extraction process parameters of amorphous silica-rich rice husk ash using hybrid RSM–BPANN–MOGA optimization technique. *Materials Chemistry and Physics*. Vol. 293. No. 126944.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2022.126944>
- Petrus HTBM, Olvianas M, Shafiyurrahman MF, Pratama IGAAN, Jenie SNA, AstutiW, NurpratamaMI, Ekaputri JJ, Anggara F. 2022. Circular economy of coal fly ash and silica geothermal for green geopolymer: Characteristic and kinetic study. *Gels*. Vol. 8. No. 233. Hal. 1-14. doi:10.3390/gels8040233.
- Petsong, K., Luangchaisri, C., and Muangphat, C. 2025. Effect of mixing methods and chemical concentrations on the homogeneity of SiO₂ microsphere via Stöber and modified Stober methods. *Science Asia*. Vol. 51.No. 1. Hal. 1–11.
<https://doi.org/10.2306/scienceasia1513-1874.2025.017>.
- Prasetyo, A. B., Handayani, M., Sulistiyono, E., Syahid, A. N., Febriana, E., Mayangsari, W., Muslih, E. Y., Nugroho, F., and Firdiyono, F. 2022. Development of high purity amorphous silica from emulsifier silicon by pyrolysis process at temperature of 700 °C. *Journal of Physics: Conference Series*. Vol. 2190. No. 1. Hal. 1-8.
<https://doi.org/10.1088/1742-6596/2190/1/012013>.
- Rosenauer, A. 2003. Transmission Electron Microscopy of Semiconductor Nanostructures: Analysis of Composition and Strain State. Springer. Pp 1.
- Sifana, N. O., and Jenie, S. N. A. 2022. Fabrication and characterization of FITC-modified natural-based silica nanoparticles using sol-gel method. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*. Vol. 963. No. 1. Hal. 1–5. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/963/1/012025>.
- Silviana. 2021. *Silika dan pemanfaatannya*. Andi (anggota ikapi). Yogyakarta.
- Smallman, R.E. dan Bishop, R.J. 2000. *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material*. Erlangga. Jakarta. Hal. 13.
- Stringfellow, T. W., and Camarillo, K. M. 2025. Solid wastes from geothermal energy production and implication fr direct lithium extraction. *Energies*. Vol. 18. No. 1359. Hal. 2-17. <https://doi.org/10.3390/en18061359>.
- Sun, C., Lux, S., Müller, E., Meffert, M., and Gerthsen, D. 2020. Versatile application of a modern scanning electron microscope for materials characterization.

Journal of materials science. Vol. 55. No. 28. Hal. 13824–13835.
<https://doi.org/10.1007/s10853-020-049703>.

- Sujatno, A., Salam, R., Dimyati, A., Sains, P., dan Maju, B. 2015. Studi scanning electron microscopy (SEM) untuk karakterisasi proses oksidasi paduan zirkonium. *Jurnal forum nuklir (JFN)*. Vol. 9. No. 2. Hal. 44–50.
- Taxiarchou, M., Tsakiri, D., and Douni, I. 2025. The Impact of pH on the Pore and Structural Characteristics of Acid-Modified Bentonites in Oxalate Solutions. *Minerals*. Vol. 15. No. 257. Hal. 1-17. <https://doi.org/10.3390/min15030257>.
- Todkar, B. J., Deorukhkar O. A., and Deshmukh, S. M. 2016. Extraction of silica from rice husk. *International journal of engineering research and development*. Vol. 12. No. 3. Hal. 69-74.
- Ulfa, Z.M., Manurung P, Karo Karo, P. 2020. Pengaruh variasi konsentrasi NaOH optimum pada pembuatan nanosilika dari batu apung. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*. Vol. 8. No. 1. Hal. 11–18.
- Wang, H., Li, X., Zhang, Y., Chen, J., Liu, S., and Zhao, T. 2019. Geochemical behavior of alkali elements during slag treatment. *Applied Geochemistry*. Vol. 07. No. 104368.
- Widiyandari H, Pardoyo P, Sartika J, Putra OA, Purwanto A, Ernawati L. 2021. Synthesis of mesoporous silica xerogel from geothermal sludge using sulfuric acid as gelation agent. *International journal of engineering*. Vol. 34. No. 7. Hal. 1569-1575. doi:10.5829/ije.2021.34.07a.02.
- Yoon, G. J., Lee, S. Y., Lee, S. Bin, Park, G. Y., and Choi, J. H. 2018. Synthesis of iron oxide/gold composite nanoparticles using polyethyleneimine as a polymeric active stabilizer for development of a dual imaging probe. *Nanomaterials*. Vol. 8. No. 300. Hal. 1-10.
<https://doi.org/10.3390/nano8050300>.