



TUGAS AKHIR - SF 091321

**PENGARUH TEMPERATUR KALSINASI DAN
WAKTU PENAHANAN TERHADAP
PERTUMBUHAN KRISTAL NANOSILIKA**

**Angriz Bani Rizka
NRP 1110 100 014**

**Dosen Pembimbing
Dr.rer.nat Triwikantoro, M.Si.**

**Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2014**



TUGAS AKHIR - SF 091321

**THE EFFECT OF CALCINATION
TEMPERATURE AND HOLDING TIME TO THE
GROWTH OF NANOSILICA CRYSTAL**

**Anggriz Bani Rizka
NRP 1110 100 014**

**Advisor
Dr.rer.nat Triwikantoro, M.Si.**

**Physics Departmen
Faculty Matematics and Natural Science
Sepuluh Nopember Institute of Technology
Surabaya 2014**

Pengaruh Temperatur Kalsinasi dan Waktu Penahanan terhadap Pertumbuhan Kristal Nanosilika

Nama : Anggriz Bani Rizka
NRP : 1110 100 014
Jurusan : Fisika FMIPA-ITS
Pembimbing : Dr.rer.nat Triwikantoro, M.Si.

Abstrak

Dalam tugas akhir ini telah dilakukan sintesis serbuk nanosilika dengan metode kopresipitasi yang dikalsinasi dengan variasi temperatur dan waktu penahanan. Bahan dasar yang digunakan dalam tugas akhir ini adalah pasir silika yang berasal dari pantai Bancar, Tuban, Jawa Timur, Indonesia yang telah dimurnikan dengan metode kopresipitasi. Nanosilika dibuat dengan melarutkan pasir silika kedalam larutan NaOH 7M sampai terbentuk prekursor natrium silikat. Prekursor hasil sintesis dititrasi dengan menggunakan HCl 37 % sampai pH 7 dan terbentuk nanosilika. Kemudian nanosilika dikalsinasi pada temperatur 900°C dan 950°C dengan variasi waktu penahanan 4, 6, 8, dan 10 jam. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan instrumen X-Ray Diffractometer sinar-X (XRD) dan Differential Scanning Calorimetry -Thermogravimetric Analysis (DSC-TGA). Analisis hasil pengujian XRD dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak Match!. Hasil analisis menunjukkan bahwa dengan temperatur kalsinasi 900°C dan 950°C terbentuk fasa cristobalite high. Fasa cristobalite high meningkat dengan bertambahnya waktu penahanan. Ukuran partikel dari nanosilika dapat diketahui yaitu berkisar antara 32,83 nm hingga 33,03 nm.

Kata Kunci: nanosilika, kalsinasi, metode kopresipitasi

The Effect of Calcination Temperature and Holding Time to The Growth of Nanosilica Crystal

Name : Anggriz Bani Rizka
NRP : 1110 100 014
Department : Fisika FMIPA-ITS
Advisor : Dr.rer.nat Triwikantoro, M.Si.

Abstract

In this final project, the synthesis of nanosilica powder with coprecipitation method that calcinated with calcination temperature and holding time variation has been done. The basic material used in this final project is silica sand of Bancar beach, Tuban, East Java, Indonesia, that has been purified with precipitation method. The nanosilica was made by dissolving silica sand into 7M NaOH solution to form sodium silicate precursor. This precursor was titrated using 37% HCl to pH 7 then formed nanosilika. Nanosilika then calcined at a temperature of 900°C and 950°C with a holding time variation of 4, 6, 8, and 10 hours. Characterization was performed using X-ray Diffractometer (XRD) and Differential Scanning Calorimetry-Thermogravimetric Analysis (TGA-DSC). And then the XRD's result was analysed by using the software Match!. The analysis showed that the calcination with temperature of 900°C and 950°C can form the high cristobalite phase. High cristobalite phase increased with increasing holding time. The size of the nanosilica particle is ranging from 32,83 nm to 33,03 nm.

Keywords: *nanosilica, calcination, coprecipitation method*

**PENGARUH TEMPERATUR KALSINASI DAN WAKTU
PENAHANAN TERHADAP PERTUMBUHAN KRISTAL
NANOSILIKA**

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains
pada
Bidang Fisika Material
Program Studi S-1 Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:
ANGGRIZ BANI RIZKA
NRP 1110 100 014

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir:

Dr.rer.nat Triwikantoro, M.Si.
NIP. 19660114.199002.1.001


(.....)

Surabaya, Juli 2014



KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat serta hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir sebagai syarat wajib untuk memperoleh gelar kesarjanaan jurusan Fisika FMIPA ITS dengan judul:

Pengaruh Temperatur Kalsinasi dan Waktu Penahanan terhadap Pertumbuhan Kristal Nanosilika

Penulis menyadari dengan terselesaikannya penyusunan tugas akhir ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Ayah dan ibu tercinta yang senantiasa memberikan dukungan moral dan spiritual terhadap keberhasilan penulis menyelesaikan Tugas Akhir.
2. Bapak Dr.rer.nat Triwikantoro M.Si. selaku Dosen pembimbing Tugas Akhir yang senantiasa memberikan bimbingan, wawasan dan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir.
3. Bapak Prof. Eddy Yahya selaku Dosen penguji Tugas Akhir yang senantiasa memberikan wawasan sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir.
4. Bapak Dr. M. Zainuri selaku Dosen penguji Tugas Akhir yang senantiasa memberikan wawasan sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir.
5. Kakak tercinta Cory Cintia Alief atas dukungan dan motivasi yang selalu diberikan dalam suka dan duka.
6. Bapak Munasir yang telah membantu dan memberikan wawasan tentang topik Tugas Akhir penulis.

7. Bapak Dr. Yono Hadi P., M. Eng. Dan Dr Melania Suweni M., M.T., selaku Ketua Jurusan dan Wakil Jurusan Fisika FMIPA ITS.
8. Seluruh Staf Pengajar di Jurusan Fisika ITS.
9. Segenap karyawan Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika ITS.
10. Van Deventer Maas-Stichting (VDMS) dan PT. BJTI yang telah memberikan beasiswa selama saya menempuh sarjana.
11. Tim penelitian Pasir Silika, Mas Nanda, Mas Chaironi, Mas Dian, Mbak Gaby, dan Ella Nurkumala yang turut membantu dalam penelitian dan diskusi di laboratorium.
12. Sahabat-sahabat yang selalu memberikan semangat dikala suka dan duka, Mas Taufiqi, Ismi Zahria, Dianita Wardani, Dessy Putri Efhana, Muhammad Nashrullah dan Roudhlolul Jannah.
13. Teman dan sahabat seperjuangan Ella Nurkumala yang selalu bersama-sama dalam suka dan duka menyelesaikan Tugas Akhir. Terima kasih atas semangat dan motivasi dalam perjuangan yang kita lewati ini.
14. Kakak-kakak senior yang selalu terbuka dalam memberikan arahan dan bantuan.
15. Teman-teman Cosmic 2010 yang selalu memberikan semangat dan dukungan selama masa kuliah, khususnya dalam pengerjaan Tugas Akhir ini, keluarga tersolid yang saya miliki.

Penulis menyadari atas keterbatasan ilmu pengetahuan dan kemampuan yang dimiliki, oleh karena itu penulis berharap akan menerima kritik dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan penulis Tugas Akhir ini. Semoga Tugas

Akhir ini bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan serta memberikan inspirasi bagi pembaca untuk perkembangan lebih lanjut.

Surabaya, Juli 2014

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
Lembar Pengesahan	iii
Abstrak	v
Kata Pengantar	ix
Daftar Isi	xiii
Daftar Gambar	xvii
Daftar Tabel	xix
Daftar Lampiran	xxi

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	3
1.6 Sistematika Laporan.....	3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pasir Kuarsa	5
2.2 Silika.....	6
2.3 Sintesis Silika	10
2.4 Karakteristik Silika.....	13
2.5 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF).....	15
2.6 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	18
2.7 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	20

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Peralatan dan Bahan	23
3.1.1 Peralatan.....	23
3.1.2 Bahan	23
3.2 Prosedur Penelitian.....	23
3.2.1 Sintesis Mikrosilika	23
3.2.1.1 Preparasi Pasir Alam	23

3.2.1.2	Proses Penggilingan (<i>Milling</i>)	24
3.2.1.3	Purifikasi dengan HCl (<i>Leaching</i>)	25
3.2.2	Sintesis Nanosilika	25
3.2.3	Kalsinasi Nanosilika	27
3.3	Karakterisasi Material.....	27
3.3.1	<i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	27
3.3.2	<i>Particle Size Analyzer</i> (PSA).....	28
3.3.3	<i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	28
3.3.4	<i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	30
3.3.5	<i>Differential Scanning Calorimetry- Thermogravimetric Analysis</i> (DSC-TGA)	30
3.4	Diagram Alir Penelitian.....	31
3.4.1	Sintesis Mikrosilika.....	31
3.4.2	Sintesis Nanosilika	32
3.4.3	Kalsinasi Nanosilika.....	33

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1	Hasil Purifikasi Silika.....	35
4.2	Analisis Termal	37
4.2.1	DSC/TGA.....	37
4.3	Analisis Difraksi Sinar-X (XRD).....	40
4.3.1	Pola Difraksi Sinar-X Pasir Silika ssebelum dan sesudah Proses <i>Leaching</i>	41
4.3.2	Pola Difraksi Sinar-X Serbuk Nanosilika Hasil Sintesis	43
4.4	Analisis Ukuran Partikel Silika	48
4.5	Analisis Morfologi Nanosilika (SEM).....	49

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1	Kesimpulan	53
5.2	Saran.....	53

DAFTAR PUSTAKA.....	51
LAMPIRAN.....	57

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Hasil XRF Pasir Silika Pantai Bancar setelah Proses Preparasi	35
Tabel 4.2	Hasil XRF Serbuk Nanosilika setelah Proses Kopresipitasi NaOH 7 M pH 7.....	36
Tabel 4.3	Data Penurunan Massa Sampel Serbuk Silika dari Kurva TGA	39
Tabel 4.4	Derajat Kristalinitas Serbuk Nanosilika Amorf.....	47
Tabel 4.5	Distribusi Ukuran Partikel Nanosilika	49

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Pasir Kuarsa Pantai Bancar, Tuban.....	6
Gambar 2.2	Struktur Atom SiO ₂	8
Gambar 2.3	Diagram Fasa SiO ₂	9
Gambar 2.4	Pola Difraksi Silika Murni dan Nanosilika.	13
Gambar 2.5	Pola Difraksi Sinar-X Nanosilika dengan Variasi Konsentrasi Natrium Hidroksida	14
Gambar 2.6	Hasil Mikrografi TEM	14
Gambar 2.7	Elektron dikulit K terpentol keluar dari atom akibat dari radiasi sinar-X yang datang, akibatnya terjadi kekosongan atau vakansi elektron pada kulit	16
Gambar 2.8	Elektron dari Kulit L atau M “Turun” untuk Mengisi Kekosongan tersebut Disertai oleh Emisi Sinar-X yang Khas dan Meninggalkan Kekosongan yang Lain dikulit L atau M	17
Gambar 2.9	Saat Kekosongan Terbentuk dikulit L, Elektron dari Kulit M atau N “Turun” untuk Mengisi kekosongan tersebut sambil melepaskan Sinar X yang Khas	17
Gambar 3.0	Difraksi Sinar-X pada Bidang Kristal.....	20
Gambar 3.1	Hasil Penggilingan (<i>Milling</i>) Pasir Silika.....	24
Gambar 3.2	Proses Purifikasi (a) Pasir Silika Rendaman HCl 2 M (b) Pencucian Pasir Silika Hasil Rendaman HCl	25
Gambar 3.3	<i>Stirrer</i> Serbuk Silika dan larutan NaOH.	26
Gambar 3.4	Sampel Nanosilika Hasil Metode Kopersipitasi. ..	27
Gambar 3.5	Spektrometer <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF).	28
Gambar 3.6	Seperangkat Instrumen <i>Particle Size Analyser</i> (PSA).	28
Gambar 3.7	Seperangkat Instrumen <i>X-Ray Diffractometer</i> (XRD)	29

Gambar 3.8	Seperangkat peralatan SEM di laboratorium COE (<i>Center of Energy</i>) gedung robotika ITS Surabaya.....	30
Gambar 4.1	Kurva DSC-TGA Sampel Serbuk Silika.....	38
Gambar 4.2	Kurva TGA Sampel Serbuk Silika.....	38
Gambar 4.3	Pola Diraksi Sinar-X Pasir Silika sebelum Proses <i>Leaching</i>	41
Gambar 4.4	Pola Diraksi Sinar-X Pasir Silika sebelum Proses <i>Leaching</i>	42
Gambar 4.5	Pola Difraksi Sinar-X Serbuk Nanosilika Amorf Hasil Sintesis tanpa Perlakuan Kalsinasi.....	44
Gambar 4.6	Pola Difraksi Sinar X Serbuk Silika Amorf dengan Kalsinasi Temperatur 900 °C selama 4, 6, 8, dan 10 jam.....	45
Gambar 4.7	Pola Difraksi Sinar X Serbuk Silika Amorf dengan Kalsinasi Temperatur 950 °C selama 4, 6, 8, dan 10 jam.....	47
Gambar 4.8	Analisis Scanning Electron Microscope Hasil Sintesis Nanosilika (a) Tanpa Kalsinasi (b) Kalsinasi 900 °C.....	50

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Dewasa ini, perkembangan ilmu pengetahuan sangat berkembang pesat khususnya dalam bidang nanoteknologi. Perkembangan nanoteknologi ini terus dilakukan oleh para peneliti dari dunia maupun dari dunia industri. Salah satu bidang yang mendapatkan perhatian serius dari para peneliti adalah pengembangan metode sintesis nanopartikel. Salah satu material yang menjadi perhatian mendalam para peneliti adalah nanopartikel silika. Hal ini disebabkan karena nanopartikel silika memiliki kestabilan yang bagus, inert secara kimia, bersifat biokompatibel yang mampu bekerja selaras dengan sistem kerja tubuh, dan membentuk sperik tunggal (Yuan et al, 2010). Dengan teknologi nano, silika dapat dimanfaatkan lebih efisien dan efektif (Kementrian Riset dan Teknologi Republik Indonesia, 2009).

Pasir silika yang sangat melimpah keberadaannya dapat kita temukan di daerah pantai timur dan utara Indonesia, salah satunya adalah pantai yang berada di daerah Jawa Timur, Pantai Bancar, yang mengandung silika dengan kemurnian yang cukup tinggi mencapai 81,7%. Keberadaan pasir silika yang terdistribusi secara luas serta jumlahnya melimpah di Indonesia ini menjadi daya tarik secara ekonomi. Penelitian juga telah banyak dilakukan untuk memperoleh silika dengan kemurnian tinggi dari material alam dan murah. Penelitian untuk mendapatkan silika murni dapat dilakukan menggunakan metode *leaching*. Metode ini dilakukan dengan cara merendam silika dengan HCl. Telah dilakukan penelitian menggunakan pasir Pantai Bancar yang mampu menghasilkan mikrosilika dengan kemurnian 94,8% menggunakan metode *leaching* (Hartiningsih, 2013). Dan juga bahan dari pasir Pantai Slopeng, dapat dihasilkan nanosilika dengan metode kopresipitasi dengan kemurnian 98,9 % (Akbar, 2010). Nittaya juga berhasil mensintesis abu sekam padi menjadi nanosilika dengan metode kopresipitasi sehingga dihasilkan silika dengan kemurnian 98 % (Nittaya, 2008).

Berbagai metode yang digunakan untuk memurnikan silika tersebut menghasilkan silika berstruktur amorf, sehingga perlu dilakukan perlakuan untuk mengubah struktur silika dari amorf menjadi kristal. Salah satu metode yang bisa digunakan untuk menghasilkan silika dengan struktur kristal adalah dengan memberikan perlakuan pemanasan (kalsinasi) pada temperatur tinggi tetapi masih berada di bawah titik leleh. Silika yang merupakan material amorf telah berhasil ditransformasikan menjadi mikrokristal melalui pemanasan dengan temperatur 1000°C dan 1200°C selama 4 jam, fasa yang terbentuk adalah *tridymite* dan *crystalite* (Latif, 2013). Penelitian serupa juga dilakukan oleh Hartiningsih dengan pemanasan pada temperatur 1200°C selama 4 jam dan fasa yang terbentuk adalah *low crystalite* (Hartiningsih, 2013).

Dalam tugas akhir ini, pasir alam akan disintesis menjadi nanosilika menggunakan metode koplesipitasi dengan tujuan untuk mendapatkan silika dengan kemurnian tinggi. Untuk mendapatkan fasa kristal dari nanosilika, sintesis dilakukan dengan memberikan perlakuan pemanasan dengan variasi temperatur dan waktu penahanan. Tugas akhir ini bertujuan untuk mendapatkan fasa kristal dari nanosilika dengan temperatur yang lebih rendah dengan waktu yang singkat. Seperti yang diketahui, material nanosilika merupakan salah satu material yang dapat diaplikasikan pada teknologi tinggi, misalkan sebagai penguat (*reinforce*) dalam komposit polimer (Bhandari et al., 2012). Sehingga pengolahan pasir pantai diharapkan lebih efektif dan efisien demi meningkatkan daya guna potensi mineral dan nilai jual pasir alam di Indonesia.

1.2 Perumusan Masalah

Permasalahan yang diangkat pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana komposisi fasa nanosilika dengan beberapa variasi pada temperatur kalsinasi 900 °C dan 950 °C dan waktu penahanan 4, 6, 8, dan 10 jam?
2. Bagaimana pengaruh temperatur kalsinasi dan waktu penahanan terhadap fasa yang terbentuk?

3. Bagaimana bentuk morfologi dan ukuran partikel pada nanosilika?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan pada penelitian ini adalah:

1. Mengetahui komposisi fasa nanosilika dengan beberapa variasi pada temperatur kalsinasi 900 °C dan 950 °C dan waktu penahanan 4, 6, 8, dan 10 jam.
2. Mengetahui pengaruh temperatur kalsinasi dan waktu penahanan terhadap fasa yang terbentuk.
3. Mengetahui bentuk morfologi dan ukuran partikel pada nanosilika.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bahan dasar yang digunakan adalah pasir silika dari pantai Bancar, Tuban, Jawa Timur.
2. Variasi temperatur kalsinasi yang digunakan adalah 900°C dan 950°C.
3. Variasi waktu penahanan yang digunakan adalah 4 jam, 6 jam dan 8 jam.
4. Waktu penggilingan (*milling*) yang digunakan adalah 10 jam.

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian tugas akhir ini bermanfaat bagi berbagai pihak yaitu penulis, pembaca, laboratorium, institut, dan industri. Penelitian ini memberikan wawasan tentang pengolahan sumber daya alam Indonesia berupa pasir pantai untuk diolah menjadi bahan nanosilika untuk selanjutnya dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang.

1.6 Sistematika Laporan

Penulisan Tugas akhir ini terdiri dari abstrak yang berisi gambaran umum dari penelitian ini. Bab I pendahuluan yang memuat latar belakang, perumusan masalah, tujuan penelitian,

manfaat penelitian, serta sistematika penulisan. Bab II tinjauan pustaka berisi tentang dasar-dasar teori yang digunakan sebagai acuan dari penelitian, Bab III metodologi penelitian, Bab IV hasil penelitian dan pembahasannya, dan Bab V kesimpulan dan saran.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pasir Kuarsa

Pasir kuarsa adalah bahan galian yang terdiri atas kristal-kristal silika (SiO_2) dan mengandung senyawa pengotor yang terbawa selama proses pengendapan. Pasir kuarsa yang juga dikenal dengan nama pasir putih, merupakan hasil pelapukan batuan yang mengandung mineral utama kuarsa dan feldspar. Hasil pelapukan kemudian tercuci dan terbawa oleh air atau angin, dan mengendap di tepi-tepi sungai, danau atau laut. Pasir kuarsa mempunyai komposisi gabungan dari SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , TiO_2 , CaO , MgO , dan K_2O . Pasir kuarsa berwarna putih bening atau warna lain bergantung pada senyawa pengotornya, mempunyai kekerasan 7 pada skala Mohs, berat jenis 2,65, titik lebur $17.150\text{ }^\circ\text{C}$, bentuk kristal heksagonal, panas spesifik $0,185\text{ kJ}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, dan konduktivitas panas $12\text{--}1000\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Pasir kuarsa merupakan salah satu bahan galian yang melimpah di Indonesia. Hal ini dimungkinkan karena kondisi Indonesia yang hampir setengahnya berupa batuan beku asam sebagai sumber pembentuk. Pasir kuarsa banyak ditemukan pada daerah pesisir sungai, danau, pantai, dan sebagian lautan dangkal (Fairus, 2009).

Pasir kuarsa sangat melimpah keberadaannya dapat ditemui di daerah pantai timur dan utara Indonesia, sementara pemanfaatannya belum maksimal. Salah satu pantai penghasil pasir kuarsa yang berada di daerah Jawa Timur adalah Pantai Bancar. Pasir Pantai Bancar ini memiliki kemurnian silika yang cukup tinggi mencapai 81,7%. Semakin murni kadar SiO_2 semakin putih warna pasir silikanya, semakin berkurang kadar SiO_2 semakin berwarna merah atau coklat, disamping itu juga semakin mudah menggumpal karena kadar airnya yang tinggi (Anonim, 1980).

Dalam kegiatan industri, penggunaan pasir kuarsa sudah berkembang luas, baik langsung sebagai bahan baku utama maupun bahan ikutan. Sebagai bahan baku utama, pasir kuarsa

digunakan dalam industri gelas kaca, semen, tegel, mosaik keramik, bahan baku fero silikon, silikon carbide bahan abrasit (ampelas dan *sand blasting*). Sedangkan sebagai bahan ikutan, pasir kuarsa digunakan dalam pengecoran logam, industri perminyakan dan pertambangan, bata tahan api (refraktori), dan lainnya (Fairus, 2009).



Gambar 2.1 Pasir Kuarsa Pantai Bacar, Tuban

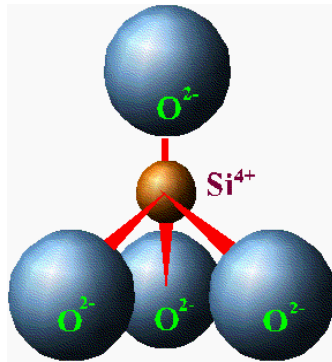
2.2 Silika

Silika merupakan salah satu material yang tersedia di alam dalam jumlah yang besar. Silika atau dikenal dengan silikon dioksida (SiO_2) merupakan senyawa yang banyak ditemui dalam bahan galian yang disebut pasir kuarsa, terdiri atas kristal-kristal silika (SiO_2) dan mengandung senyawa pengotor yang terbawa selama proses pengendapan. Senyawa pengotor tersebut terdiri dari oksida besi, oksida kalsium, oksida alkali, oksida magnesium, tanah liat, dan zat organik hasil sisa-sisa hewan serta tumbuhan. Proses untuk mendapatkan silika dengan kadar tinggi dilakukan dengan cara proses pencucian untuk menghilangkan pengotor yang kemudian dipisahkan dan dikeringkan kembali sehingga diperoleh pasir dengan kadar silika yang lebih besar bergantung dengan keadaan kuarsa dari tempat penambangan. Pada umumnya silika dibuat dalam bentuk gelas, gel, aerogel dan koloid silika (aerosil). Silika biasanya dimanfaatkan untuk berbagai keperluan dengan berbagai ukuran tergantung aplikasi

yang dibutuhkan seperti dalam industri ban, karet, gelas, semen, beton, keramik, tekstil, kertas, kosmetik, elektronik, cat, film, pasta gigi, dan lain-lain. Penggunaan material alam dalam aplikasi teknologi sangat sulit karena sifat material yang merupakan campuran heterogen sehingga sifatnya sulit diprediksi dan diatur. Hal ini menyebabkan penggunaan material alam dalam aplikasi teknologi menjadi lebih sulit dikontrol. Maka dari itu perlu adanya studi komposisi fasa pasir silika untuk mendapatkan sifat-sifat yang diinginkan (Gonzales, 2003).

Silika adalah bahan silikat paling sederhana yang mempunyai tiga bentuk kristal *polymorphic* yaitu *quartz*, *crystalite*, dan *tridymite*. Silika merupakan jenis logam oksida golongan IV yang memiliki ketahanan abrasi yang baik, isolator listrik dan stabilitas termal yang tinggi. Silika memiliki ikatan koordinasi tetrahedral dengan satu atom silika (Si) di tengah dan empat atom oksigen (O) disekelilingnya (Basu dkk, 2011). Sifat dari silika bergantung perilaku struktur selama reaksi sintesis. Silika dapat berupa kristal, amorf atau berwujud acak. Silika amorf adalah material yang dihasilkan dari reaksi alkali-silika. Boinski menunjukkan bahwa reaksi alkali-silika dimulai dengan pecahnya ikatan Si-O-Si dan hasilnya membentuk fasa amorf dan nanokristal (Boinski, 2010).

Proses penghalusan atau memperkecil ukuran dari pasir silika umumnya digunakan metode *milling* dengan *ball mill* untuk menghancurkan ukuran pasir silika yang besar-besar menjadi ukuran yang lebih kecil dan halus. Van-Hoek dan Winter yang mengadakan penelitian tentang perilaku struktur dari kristal silika setelah penggilingan mekanik (*ball milling*) dengan beberapa variasi suhu kalsinasi menunjukkan bahwa pola XRD yang terbentuk antara nanokristal dan amorf silika berbeda. Kedua struktur dibedakan oleh susunan atom-atomnya. Mekanisme terbentuknya silika amorf disebabkan oleh energi penggilingan yang tinggi dan waktu penggilingan yang lama. Ternyata, energi tinggi mampu mendegradasi kisi kristal diikuti dengan terbentuknya nanopartikel (Hoek dkk, 2002).

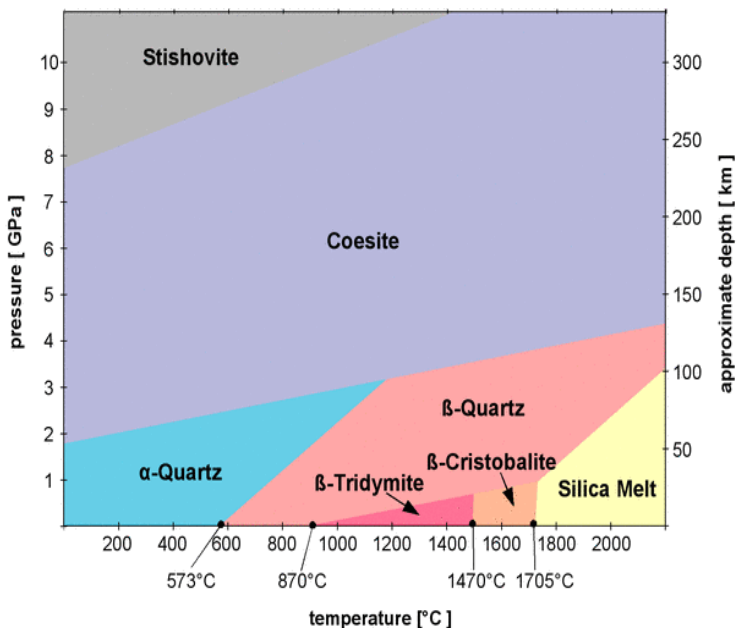


Gambar 2.2 Struktur atom SiO_2

Fasa-fasa yang dapat terbentuk dari silika dengan senyawa SiO_2 adalah *quartz*, *crystalit*, dan *tridymite*. *Quartz* adalah mineral utama dari silika, dengan struktur atom tetrahedral, dimana satu atom silikon dikelilingi empat atom oksigen. Pada temperatur kamar, satuan tetrahedral dari silika tersusun dalam suatu susunan heksagonal, tetapi pada temperatur 875°C kestabilan susunan tetrahedral silika berubah. Fasa temperatur rendah dari silika disebut *quartz*, sedangkan pada temperatur tinggi terbentuk fasa yang disebut *crystalit*. Di sisi lain, perubahan dari fasa kuarsa ke fasa *tridymite* memerlukan perubahan besar dalam susunan kristalnya. Sedangkan *crystalit* mengalami suatu perubahan struktur yang lebih baik tetapi bukan pematangan. Sedangkan *tridymite* mengalami dua perubahan pada jangkauan metastabilnya, yaitu yang pertama pada temperatur 1170°C dan temperatur 1630°C (Roy and Roy, 1964). Pada tekanan sangat tinggi 30-40 kbar, fasa coesit terbentuk, yang di alam ditemui sebagai hasil tumbukan meteorit (Suasmoro, 2000).

Transformasi fasa silika dapat terjadi dikarenakan pemberian temperatur pemanasan atau pemberian reaksi kimia. Salah satu teknik pemanasan adalah kalsinasi yaitu pemanasan serbuk dalam temperatur tinggi tetapi temperatur tersebut masih di bawah titik leleh (Rosenqvist, 1974). Transformasi *quartz* α – *quartz* β yang

terjadi pada temperatur 573°C terjadi cepat dan reversibel, sedangkan transformasi lainnya sangat lambat sehingga dibutuhkan waktu yang panjang untuk mencapai kesetimbangan. Oleh karena laju perubahan antara fasa-fasa SiO₂ sangat lambat, maka sering terjadi fasa metastabil. Misalnya selama pendinginan, *crystalit β* menjadi *crystalit α*, *tridymite β* menjadi *tridymite α* dibandingkan menjadi bentuk *quartz* yang seimbang (Suasmoro, 2000). Fasa tridimit tidak dapat dipelajari dalam satu komponen sistem SiO₂, karena pada kenyataannya modifikasi ini tidak pernah disintesis di laboratorium tanpa menggunakan “mineralizers” yang diperkenalkan sebagai ion asing pada sistem dan memerlukan pembelajaran yang lebih rumit (Floerke, 1955).



Gambar 2.3 Diagram Fasa SiO₂ (Akhavan, 2012)

2.3 Sintesis Silika

Proses sintesis silika yang berbeda-beda menghasilkan karakter yang beragam bergantung pada metode yang digunakan. Berbagai metode sintesis silika telah dilakukan oleh peneliti dengan berbagai sumber silika yang berbeda-beda. Metode *sol-gel* dapat digunakan untuk mensintesis silika, metode ini melibatkan reaksi hidrolisis dan kondensasi secara serempak. (Jal dkk,2003). Pada proses ini *sol* dari sodium silikat yang didapatkan dikonversi menjadi jaringan polimerik berupa gel. Sewaktu mensintesis dengan metode sol gel perlu diperhatikan batasan tertentu agar mendapatkan endapan silika yang dapat disaring. Akan tetapi mekanisme reaksi kimia dari metode ini sulit untuk diketahui karena kompleksnya proses sintesis (Jerzy dkk, 2003). Lee juga melaporkan metode *aero sol gel* untuk memproduksi serbuk silika menggunakan proses aerosol nonpirolitik (Lee dkk,1997).

Metode lain yang dapat digunakan untuk sintesis silika adalah metode alkali fusion. Prinsip metode alkali fusion adalah membongkar ikatan kimia dalam bahan dengan menggunakan senyawa alkali seperti KOH, NaOH, Na_2CO_3 dan kemudian mengikat silikon dioksida (SiO_2). Penelitian dengan metode alkali fusion telah dilakukan dan menghasilkan menghasilkan silika dengan kemurnian tinggi 99,9% dari serpihan gelas (Mori, 2003). Penelitian yang lain dilakukan dengan metode alkali fusion menggunakan KOH dan didapatkan silika amorf dengan kemurnian 99,2 % (Akbar, 2010). Telah dilakukan juga sintesis silika menggunakan metode presipitasi dan menghasilkan silika amorf (Nittaya dkk,2008).

Terdapat berbagai metode yang dapat digunakan dalam membentuk nanosilika. Material nanosilika yang didapatkan melalui proses presipitasi sangat bergantung pada kondisi sintesis yang meliputi temperatur sintesis, waktu presipitasi, pH, tambahan koagulan, metode pencucian, dan metode pengeringan (Musíć et al., 2011). Maka dari itu, berbagai parameter sintesis perlu diperhatikan agar bisa didapatkan nano- SiO_2 murni. Dalam

penelitian ini digunakan metode sintesis yang meliputi proses hidrotermal dan kopresipitasi.

Proses hidrotermal merupakan salah satu metode yang tidak konvensional untuk mendapatkan material anorganik nanokristal. Metode sintesis menggunakan kelarutan dalam air, dimana hampir semua kandungan anorganik pada temperatur dan tekanan tertentu terlarut dalam fluida. Air yang dipanaskan memiliki peran penting dalam transformasi prekursor yang digunakan. Terdapat beberapa parameter yang mempengaruhi proses hidrotermal, di antaranya adalah temperatur, tekanan dan waktu. Temperatur memiliki peran yang penting pada kinematika pembentukan produk dan stabilitas termodinamika pada fase produk. Tekanan memiliki peran yang penting dalam kelarutan material. Rentang supersaturasi mengarahkan proses kristalisasi sesuai dengan stabilitas termodinamika pada fase produk. Selain itu, parameter waktu juga mempengaruhi karena proses sintesis fase yang stabil secara kinetik terbentuk pada proses yang singkat, sedangkan fase yang stabil biasanya terbentuk pada proses yang panjang (Schäfer et al., 2004).

Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuhnya. Kopresipitasi merupakan metode yang menjanjikan karena prosesnya menggunakan suhu rendah dan mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat. Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat (Fernandez, 2011). Pada kopresipitasi, material-material dasar diendapkan bersama secara stoikiometri dengan reaktan tertentu. Suatu partikel bulat haruslah berdiameter lebih besar 10^{-6} m agar mengendap dalam larutan sebagai endapan. Metode yang dilakukan adalah dengan tahap pelarutan dengan aquades, pengeringan dan pencucian.

Penggunaan metode kopresipitasi memiliki keunggulan dibandingkan dengan metode konvensional yang lain, yaitu

tingkat kemurnian yang tinggi, proses pengendapannya sangat sederhana sehingga memudahkan dalam pemisahannya pada temperatur rendah, waktu yang dibutuhkan relatif cepat serta dengan peralatan yang sederhana dan membutuhkan biaya yang relatif murah. Kelarutan zat diharapkan dapat melewati masa larutan jenuh dimana konsentrasi zat terlarut lebih besar dibandingkan keadaan kesetimbangan sistem yang akan menghasilkan pembentuk inti kristal. Proses ini memungkinkan untuk menghasilkan serbuk dengan ukuran kristal (Kamariyah, 2007).

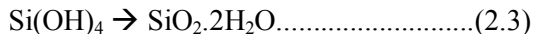
Terdapat tiga tahapan dalam proses ekstraksi silika dalam penelitian ini. Tahap pertama adalah preparasi natrium silikat (Na_2SiO_3) dari pasir yang mengandung silika dengan menggunakan NaOH. Selama proses ekstraksi, terjadi reaksi:



Dari reaksi diatas, terbentuk natrium silikat yang mudah larut dalam air. Kemudian natrium silikat dilarutkan dengan menambahkan air dan mengaduknya menggunakan stirer. Tahapan kedua adalah melakukan preparasi *silicic acid*, $\text{Si}(\text{OH})_4$. Pada tahapan ini, larutan natrium silikat direaksikan dengan asam kuat (HCl) hingga terbentuk endapan. Reaksi yang terjadi adalah:



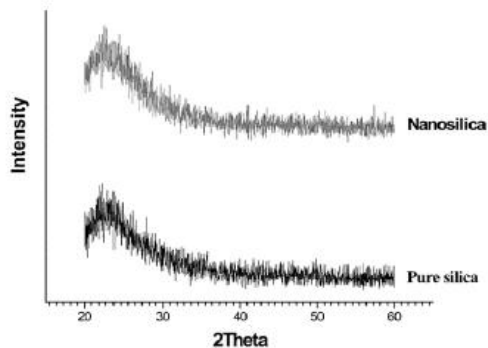
Karena $\text{Si}(\text{OH})_4$ tidak bisa larut dalam asam kuat seperti HCl, HNO_3 , H_2SO_4 . Maka endapan $\text{Si}(\text{OH})_4$ dapat dipisahkan dari larutannya (yang diperoleh dari reaksi 2.2) dengan melakukan penyaringan kemudian dicuci untuk menghilangkan kandungan NaCl. Tahap ketiga adalah preparasi SiO_2 dengan memanaskan $\text{Si}(\text{OH})_4$. Pada tahapan ini, reaksi yang terjadi:



(Mori, 2003)

2.4 Karakteristik Silika

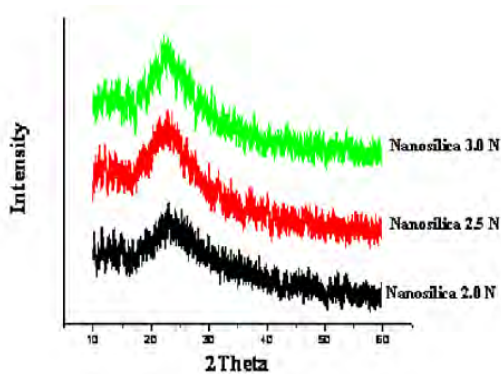
Proses sintesis silika yang berbeda-beda akan menghasilkan karakter yang beragam bergantung pada metode yang digunakan. Pengaruh tersebut dapat diamati pada struktur kristal yang dihasilkan, keamorfan dan ukuran partikel silika. Pola difraksi hasil XRD dapat digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristal yang terbentuk dari silika hasil sintesis. Silika memiliki puncak yang melebar pada sudut (2θ) tertentu. Penelitian telah dilakukan oleh Nittaya yaitu sintesis silika dari abu sekam padi dengan menggunakan metode presipitasi dan menghasilkan pola difraksi dari silika murni dan nanosilika seperti pada Gambar 2.3. Pola difraksi yang dihasilkan menunjukkan bahwa kedua hasil sintesis yang dihasilkan masih berupa silika amorf (Nittaya dkk, 2010). Puncak melebar dengan pusat antara 22° - 23° (2θ) merupakan karakteristik dari silika amorf (Byung dkk,2007).



Gambar 2.4 Pola Difraksi Silika Murni dan Nanosilika (Nittaya, 2008)

Kemudian Nittaya melakukan proses ekstraksi dengan memberikan variasi konsentrasi natrium hidroksida. Hasil yang didapatkan adalah pola difraksi seperti pada Gambar 2.5. Pola difraksi dari nanosilika menunjukkan bahwa puncak paling tinggi berada pada 2θ sekitar 23° - 24° dan merupakan karakteristik sebagai silika amorf (Nittaya dkk, 2008).

Gambar 2.6 merupakan hasil mikrografi TEM yang menunjukkan ukuran partikel dari nanosilika setelah diekstraksi menggunakan metode kopresipitasi. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa ukuran partikel yang dihasilkan berukuran nanometer namun masih membentuk aglomerasi (Nittaya, 2008).



Gambar 2.5 Pola Difraksi Sinar-X Nanosilika dengan Variasi Konsentrasi Natrium Hidroksida (Nittaya dkk, 2008)



Gambar 2.6 Hasil Mikrografi TEM

Penelitian lain dilakukan oleh Van-Hoek dan Winter tentang perilaku struktur dari kristal silika setelah penggilingan mekanik (*ball milling*) dengan beberapa variasi temperatur kalsinasi

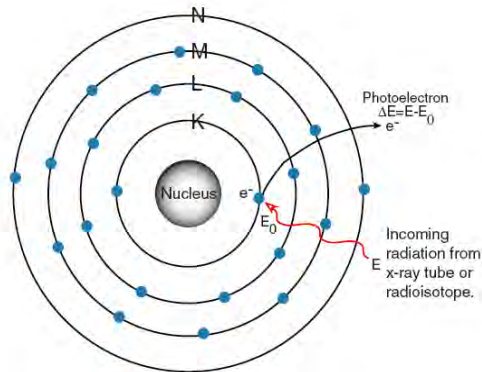
menunjukkan bahwa pola XRD yang terbentuk antara nanokristal dan amorf silika berbeda. Kedua struktur dibedakan oleh susunan atom-atomnya. Mekanisme terbentuknya silika amorf disebabkan oleh energi penggilingan yang tinggi dan waktu penggilingan yang lama. Ternyata, energi tinggi mampu mendegradasi kisi kristal diikuti dengan terbentuknya nanopartikel (Hoek dkk, 2002).

2.5 X-Ray Fluorescence (XRF)

X-ray fluorescence spectrometer (XRF) merupakan suatu perangkat yang digunakan untuk menganalisis unsur-unsur kimia dari spesimen yang terdeteksi oleh karakteristik sinar-X yang dipancarkan dari spesimen setelah penyinaran oleh sinar-X primer yang berenergi tinggi. Karakteristik sinar x dapat dianalisis baik dari panjang gelombang atau energinya. Dengan demikian, ada dua jenis dari XRF: *wavelength dispersive spectroscopy* (WDS) dan *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS). Instrumen XRF ini terdiri dari tiga bagian utama yaitu sumber sinar-X, sistem deteksi, pengumpulan data dan sistem pengolahan (Yang Leng, 2008).

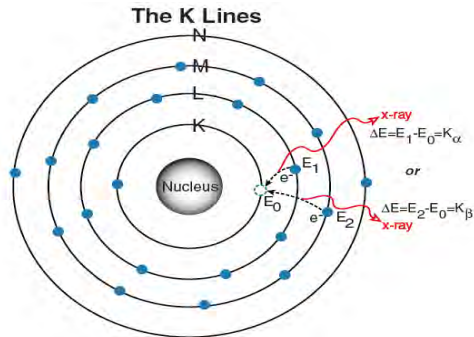
Analisis menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan *X-Ray* yang terjadi akibat peristiwa efek fotolistrik. Efek fotolistrik terjadi karena elektron dalam atom pada sampel terkena sinar berenergi tinggi (radiasi gamma, sinar-X). Berikut adalah penjelasan prinsip kerja XRF berdasarkan efek fotolistrik:

1. Sinar-X ditembakkan pada sampel, jika selama proses penembakan Sinar-X mempunyai energi yang lebih tinggi dari energi ikat elektron dalam orbit K, L, atau M atom target maka elektron atom target akan keluar dari kulit dan akan terlempar (terekstisasi) dari kulit yang lebih dalam yaitu kulit k dan menciptakan vakansi atau kekosongan pada kulitnya . Kekosongan elektron ini akan diisi oleh elektron dari kulit yang lebih luar dengan diikuti pelepasan energi yang berupa sinar-X, ditunjukkan pada Gambar 2.7 berikut:

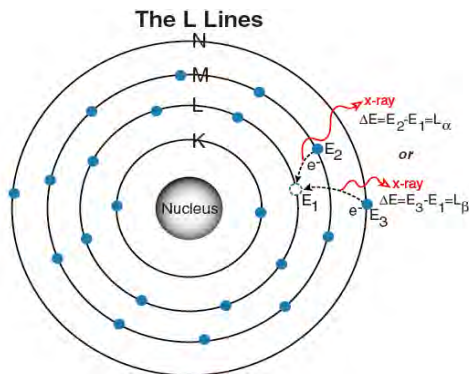


Gambar 2.7 Elektron dikulit K terpental keluar dari atom akibat dari radiasi sinar-X yang datang, akibatnya terjadi kekosongan atau vakansi elektron pada kulit

2. Kekosongan tersebut mengakibatkan kondisi yang tidak stabil pada atom. Untuk menstabilkan kondisi maka elektron dari dari tingkat energi yang lebih tinggi misalnya dari kulit L dan M akan berpindah menempati kekosongan tersebut, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.8. Pada proses perpindahan tersebut, energi dibebaskan karena adanya perpindahan dari kulit yang memiliki energi lebih tinggi (L/M) kedalam kulit yang memiliki energi paling rendah (K). Emisi yang dikeluarkan oleh setiap material memiliki karakteristik khusus.
3. Proses tersebut memberikan karakteristik dari sinar-X yang energinya berasal dari perbedaan energi ikatan antar kulit yang berhubungan. Sinar-X yang dihasilkan dari proses ini disebut sinar-X yang khas (Gambar 2.9).
4. Proses untuk mendeteksi dan menganalisa sinar-X yang dihasilkan disebut *X-Ray Fluorescence Analysis*.
5. Karena spektrum sinar-X maka pada saat penyinaran suatu material akan didapatkan multiple peak pada intensitas yang berbeda.



Gambar 2.8 Elektron dari kulit L atau M “turun” untuk mengisi kekosongan tersebut disertai oleh emisi sinar-X yang khas dan meninggalkan kekosongan yang lain di kulit L atau M



Gambar 2.9 Saat kekosongan terbentuk di kulit L, elektron dari kulit M atau N “turun” untuk mengisi kekosongan tersebut sambil melepaskan Sinar-X yang khas

6. Proses untuk mendeteksi dan menganalisa sinar-X yang dihasilkan disebut *X-Ray Fluorescence Analysis*.
7. Karena spektrum sinar-X maka pada saat penyinaran suatu material akan didapatkan *multiple peak* pada intensitas yang berbeda.

8. Karakterisasi sinar-X yang ditandai oleh K, L, M atau N untuk menunjukkan kulit asalnya. Model yang lain yaitu alfa, beta, atau gamma dibuat untuk menandai sinar-X yang berasal dari elektron transisi dari kulit yang lebih tinggi.

Sinar-X yang dihasilkan merupakan gabungan spektrum sinambung dan spektrum berenergi tertentu (*discreet*) yang berasal bahan sasaran yang tertumbuk elektron. Jenis spektrum *discreet* yang terjadi tergantung pada perpindahan elektron yang terjadi dalam atom bahan. Spektrum ini dikenal dengan spektrum sinar-X karakteristik. Spektrometri XRF memanfaatkan sinar-X yang dipancarkan oleh bahan yang selanjutnya ditangkap detektor untuk dianalisis kandungan unsur dalam bahan. Bahan yang dianalisis dapat berupa padat massif, pelet, maupun serbuk. Analisis unsur dilakukan secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif menganalisis jenis unsur yang terkandung dalam bahan dan analisis kuantitatif dilakukan untuk menentukan konsentrasi unsur dalam bahan. Sinar-X yang dihasilkan dari peristiwa seperti peristiwa tersebut diatas ditangkap oleh oleh detektor semi konduktor Silikon Litium (SiLi).

2.6 X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi adalah efek interferensi yang menyebabkan terjadinya hamburan dari berkas kuat radiasi pada arah tertentu dan mengikuti hukum Bragg. Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik dan akan menunjukkan gejala difraksi bila sinar tersebut jatuh pada benda yang jarak antar atomnya kira-kira sama dengan panjang gelombang tersebut. Difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi komposisi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel.

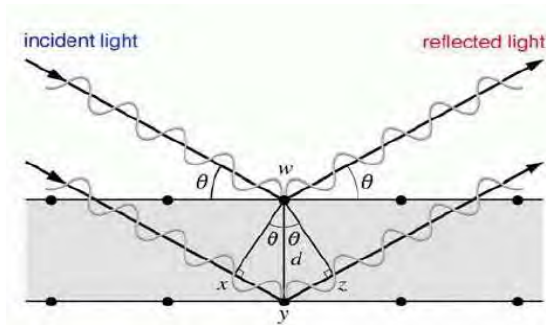
Difraksi sinar-X oleh sebuah material terjadi akibat dua fenomena: (1) hamburan oleh tiap atom dan (2) interferensi gelombang-gelombang yang dihamburkan oleh atom-atom tersebut (Pratapa, 2004). Hukum Bragg menyatakan bahwa jika berkas sinar-X ditembakkan pada permukaan kristal pada sudut θ ,

sebagian dihamburkan oleh lapisan atom-atom dipermukaan. Bagian yang tidak dihamburkan akan menembus menuju lapisan kedua atom-atom dan dihamburkan sebagian sehingga yang tidak terhambur selanjutnya akan lewat menuju lapisan ketiga dan seterusnya. Efek kumulatif dari hamburan yang berasal dari pusat kristal-pusat kristal yang berjarak teratur adalah terjadinya difraksi sinar (Callister, 2007).

Pola difraksi sinar-X yang didapatkan digunakan untuk mengetahui struktur material dengan mengukur besarnya intensitas yang dipancarkan. Perubahan lebar puncak atau posisi dapat digunakan menentukan ukuran kristal, kemurnian dan susunan kristal. Sinar-X merupakan radiasi gelombang elektromagnetik transversal dengan daerah panjang gelombang 0,1–1000 Å yang terdiri dari partikel tidak bermuatan. Pada saat berkas sinar-X diradiasikan pada sebuah atom, maka berkas tersebut akan diserap atau dihamburkan oleh atom, peristiwa inilah yang pada akhirnya dapat menginformasikan fasa-fasa yang ada pada sebuah material. Difraksi sinar-X merupakan metode karakterisasi bahan dengan preparasi sampel yang relatif mudah dan proses pengujian yang cepat (Latif, 2013).

Setiap senyawa atau unsur yang berstruktur kristal tertentu akan memiliki pola difraksi tertentu juga, sehingga struktur suatu zat dapat diperkirakan berdasarkan pola difraksinya. Pola difraksi yang diperoleh memuat beberapa informasi di antaranya (Pratapa, 2004):

- Jumlah keadaan relatif dan prosentase fasa kristalin dalam sampel.
- Ukuran dan bentuk unit sel kristalin dari berbagai fasa. Simetri dalam susunan atomik dalam berbagai fasa (*space group*).
- Penempatan atom terutama dalam unit sel (termasuk substitusi parsial dalam larutan padat).
- Ketidakteraturan kristal seperti ukuran partikel dan cacat kisi (dislokasi dan kesalahan umum).



Gambar 3.0 Difraksi Sinar-X pada Bidang Kristal

Gambar (3.0) diatas merepresentasikan model matematis syarat terjadinya difraksi yang diberikan oleh hukum Bragg yaitu:

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \dots \dots \dots (2.4)$$

dengan d_{hkl} adalah jarak antar-bidang (*interplanar spacing*) untuk sebuah kristal, θ_B adalah sudut Bragg dan λ adalah panjang gelombang radiasi.

2.7 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar morfologi permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan berkas elektron berenergi tinggi pada permukaan benda. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Pantulan elektron-elektron sekunder, elektron-elektron terhambur dan radiasi sinar-X karakteristik akan memberikan informasi tentang keadaan sampel seperti bentuk permukaan (topografi) dan komposisi kimia yang terkandung dalam material (jika dihubungkan dengan alat EDX). Tetapi akan ada satu arah dimana berkas dipantulkan dengan intensitas tinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut

memberi informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan ke mana arah kemiringan (Rosyidah, 2014).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Peralatan dan Bahan

3.1.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam tugas akhir ini adalah bola zirkonia, *planetary ball mill*, gelas beker, spatula, aluminium foil, neraca digital, mortar, *magnetic stirrer*, *magnetic bar*, kertas saring, corong, gunting, pipet, buret, kertas pH, lampu untuk pengeringan, oven, *crucible*, *furnace*, *X-Ray Fluorescence* (XRF), *Particle Size Analyzer* (PSA), *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan *Differential Scanning Calorimetry–Thermogravimetric Analysis* (DSC-TGA)

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam tugas akhir ini adalah pasir pantai Bancar Tuban sebagai bahan utama penghasil silika, NaOH 99% digunakan untuk proses hidrotermal dengan silika sampai terbentuk prekursor natrium silikat, HCl 37% digunakan untuk membersihkan pengotor pada saat proses *leaching* dan digunakan untuk mentitrasi prekursor natrium silikat sehingga menjadi nanosilika, alkohol 96% digunakan untuk proses *wet milling* dan untuk membersihkan peralatan dan aquades.

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Sintesis Mikrosilika

3.2.1.1 Preparasi pasir alam

Pasir alam yang digunakan adalah pasir alam yang didapatkan dari Pantai Bancar. Pasir alam diuji menggunakan XRF untuk mengetahui unsur-unsur dicuci dengan menggunakan aquades untuk menghilangkan pengotor sehingga pasir tidak terkontaminasi oleh unsur-unsur yang tidak diinginkan. Kemudian pasir dikeringkan dengan menggunakan oven dengan temperatur 150 °C selama 8 jam untuk menghilangkan kandungan air. Setelah itu, dilakukan separasi magnet dengan menggunakan magnet permanen untuk membersihkan kandungan pasir besi.

3.2.1.2 Proses penggilingan (*milling*)

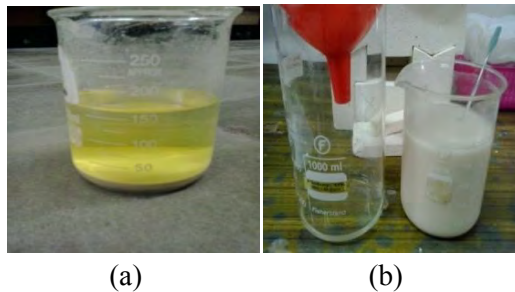
Pasir silika yang telah dikeringkan kemudian digiling dalam keadaan basah (*wet milling*) dengan menggunakan zirkonia *ball milling* dengan tujuan untuk memperkecil ukuran partikel pasir silika tersebut. Perbandingan massa pasir silika dengan bola zirkonia adalah 1:5. Proses *milling* dilakukan secara *wet milling* dengan medium alkohol sebagai pencampurnya dengan kecepatan 150 rpm selama 10 jam. Setelah itu, pasir dikeringkan dengan temperatur 80°C selama 1 jam. Bola *milling* yang digunakan dalam proses ini adalah bola zirkonia. Material zirkonia mempunyai kerapatan sebesar 5.68 g.cm⁻³ sedangkan material silika mempunyai kerapatan 2.648 g.cm⁻³. Oleh karena itu dipilih material zirkonia karena kerapatannya lebih besar daripada kerapatan silika, sehingga ketika bola zirkonia digunakan pada proses *milling*, bola tidak akan ikut tergerus (Hartiningsih, 2013). Prinsip dari proses *milling* ini adalah tereduksinya ukuran partikel ketika sampel diberi gaya eksternal. Gaya eksternal ini yang akan menyebabkan partikel besar mengalami patah menjadi partikel yang lebih kecil. Semakin lama pemberian gaya eksternal secara berulang oleh bola zirkonia, maka akan terjadi deformasi plastis dimana atom-atom pada sampel akan mengalami dislokasi dan terjadi slip (perubahan bentuk). Sehingga menjadikan partikel tereduksi menjadi lebih kecil.



Gambar 3.1 Hasil Penggilingan (*Milling*) Pasir Silika

3.2.1.3 Purifikasi dengan HCl (Leaching)

Pasir silika hasil *milling* kemudian dileaching yaitu dengan merendam pasir silika hasil *milling* dengan larutan HCl 2 M selama 12 jam. Perbandingan antara volume pasir dan HCl adalah 1:10. Perendaman pasir silika dengan HCl ini bertujuan untuk mereduksi impuritas-impuritas yang ada dalam pasir dan membersihkan pasir dari kandungan-kandungan unsur selain silika agar silika yang dihasilkan memiliki kemurnian lebih tinggi. Setelah pasir silika direndam dengan HCl, pasir dicuci dengan menggunakan aquades sebanyak 5 kali dan disaring dengan menggunakan kertas saring halus. Kemudian pasir dikeringkan dengan menggunakan panas lampu. Sampai tahap ini, pasir alam telah disintesis menjadi mikrosilika seperti pada Gambar 3.2 (c).



Gambar 3.2 Proses Purifikasi (a) Pasir Silika Rendaman HCl 2 M (b) Pencucian Pasir Silika Hasil Rendaman HCl

3.2.2 Sintesis Nanosilika

Serbuk pasir silika dilarutkan ke dalam larutan NaOH 7 M dengan menggunakan magnetic *stirrer* dengan kecepatan 7 mod, temperatur 225 °C kurang lebih 1 jam. Setelah di *stirer*, serbuk silika dan larutan NaOH yg mulai mengering dilarutkan kembali dengan aquades 200 ml dan disaring dengan menggunakan kertas saring halus sehingga didapatkan prekursor natrium silikat.



Gambar 3.3 *Stirrer* Serbuk Silika dan larutan NaOH

Prekursor sodium silikat kemudian dikopresipitasi dengan menggunakan medium larutan asam HCl. Prekursor natrium silikat diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* kecepatan 7 mod kemudian dititrasi dengan menggunakan larutan HCl 2 M hingga pH larutan menjadi 7. Setelah pH yang diinginkan tercapai, proses titrasi dihentikan dan *stirrer* dimatikan. Pada tahap ini, gel silika terbentuk. Larutan yang awalnya cair dan berwarna bening akan berubah menjadi putih keruh dan sedikit kental karena gel silika sudah terbentuk. Setelah proses kopresipitasi, dilanjutkan dengan proses pematangan gel yang terbentuk. Proses ini lebih dikenal dengan proses *aging*. Proses aging atau pengendapan dalam penelitian ini dilakukan selama 24 jam.

Kemudian gel silika yang dihasilkan dicuci dengan aquades sebanyak 15 kali dan disaring dengan menggunakan kertas saring halus. Proses ini dilakukan untuk menghilangkan kandungan NaCl yang dimungkinkan masih ada dalam produk yang dihasilkan. Setelah itu, gel silika dikeringkan dengan menggunakan panas lampu kemudian dihaluskan menggunakan mortar sampai menjadi pasir halus. Sampai tahap ini, serbuk nanosilika telah dihasilkan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4 Sampel Nanosilika Hasil Metode Kopresipitasi

3.2.3 Kalsinasi Nanosilika

Pada proses ini, serbuk nanosilika yang dihasilkan dikalsinasi dengan menggunakan variasi temperatur 900 °C dan 950 °C dengan waktu penahanan (*holding time*) selama 4 jam, 6 jam, dan 8 jam. Proses ini bertujuan untuk menghasilkan fasa kristal dari silika dalam orde nanometer.

3.3 Karakterisasi Material

Karakterisasi material pada tugas akhir ini dilakukan dengan menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA), *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan *Differential ScanningCalorimetry-Thermogravimetric Analysis* (DSC-TGA) .

3.3.1 X-Ray Fluorescence (XRF)

Pengujian XRF pada tugas akhir ini dilakukan untuk mengetahui komposisi unsur yang terkandung dalam material. Pengujian XRF dilakukan pada pasir silika hasil leaching dan hasil kopresipitasi. Hal ini dilakukan untuk mengetahui tingkat kemurnian silika sebelum dan sesudah sintesis. Perangkat XRF yang digunakan merupakan perangkat XRF yang berada di Laboratorium Sentral MIPA Universitas Negeri Malang. Gambar 3.5 merupakan instrumen XRF yang digunakan dalam pengujian komposisi unsur.



Gambar 3.5 Spektrometer *X-Ray Fluorescence* (XRF)

3.3.2 *Particle Size Analyzer* (PSA)

Pengujian PSA pada tugas akhir ini dilakukan untuk mengetahui distribusi ukuran partikel suatu material. Syarat utama pengujian PSA adalah sampel yang berbentuk serbuk harus dilarutkan terlebih dahulu dalam suatu media cair yaitu aquades hingga terbentuk koloid.



Gambar 3.6 Seperangkat Instrumen *Particle Size Analyser* (PSA)

3.3.3 *X-Ray Diffraction* (XRD)

Pengujian XRD pada tugas akhir ini dilakukan untuk mengetahui komposisi fasa yang terkandung dalam material. Pengujian difraksi sinar-X dilakukan menggunakan diffractometer Philips X'Pert MPD (Multi Purpose Diffractometer) Laboratorium Difraksi Sinar-X Research Center Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Sumber radiasi yang digunakan

adalah Cu-K α dengan panjang gelombang 1,54056 Å dioperasikan pada tegangan 40 Kv. Pengujian dilakukan dengan rentang sudut 10°-65° dan step size 0,04°.

Karakterisasi dilakukan untuk mendapatkan pola difraksi sinar-X, dimana pola difraksi sinar-X yang diperoleh akan dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan untuk mengidentifikasi fasa-fasa yang terdapat pada material dengan menggunakan perangkat lunak *Match!*. Berdasarkan hasil pola difraksi dapat dilihat puncak-puncak difraksi dari fasa yang terbentuk, sehingga dapat diperkirakan ada tidaknya fasa kristal ataupun fasa amorf. Proses identifikasi fase didasarkan pada pencocokan data dengan metode *Search Match* menggunakan *Match!*.



Gambar 3.7 Seperangkat Instrumen *X-Ray Diffractometer* (XRD)

3.3.4 *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

Pengujian SEM pada tugas akhir ini dilakukan untuk melihat morfologi partikel dan distribusi ukuran partikel pada material uji. Pengujian SEM-EDX dilakukan di laboratorium COE (*Center of Energy*) gedung robotika ITS Surabaya. Seperangkat peralatan SEM ditunjukkan pada Gambar 3.8.



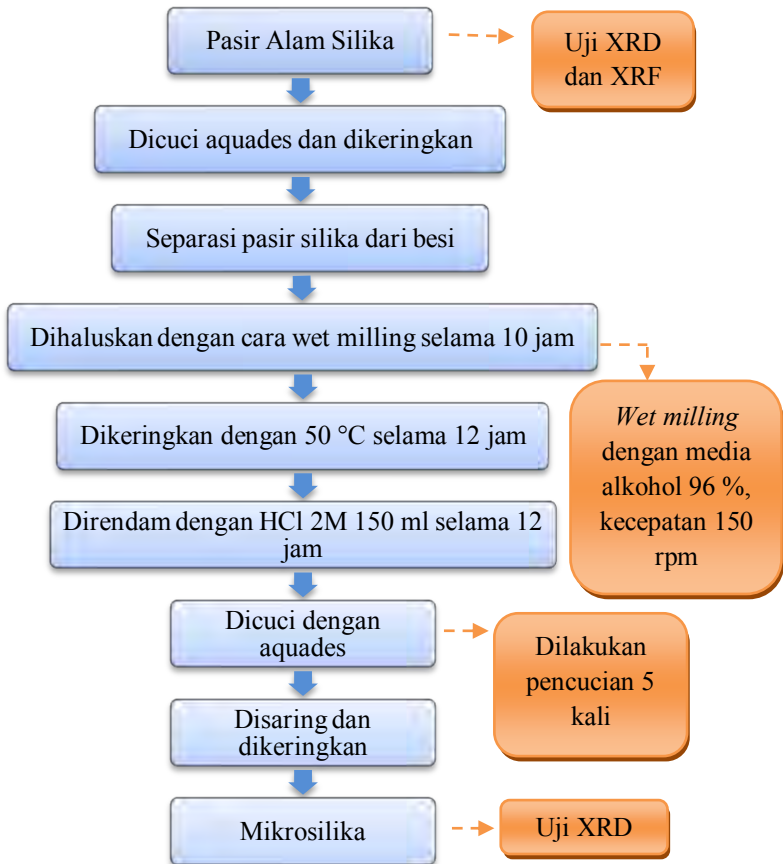
Gambar 3.8 Seperangkat peralatan SEM di laboratorium COE (*Center of Energy*) gedung robotika ITS Surabaya.

3.3.5 *Differential Scanning Calorimetry-Thermogravimetric Analysis (DSC-TGA)*

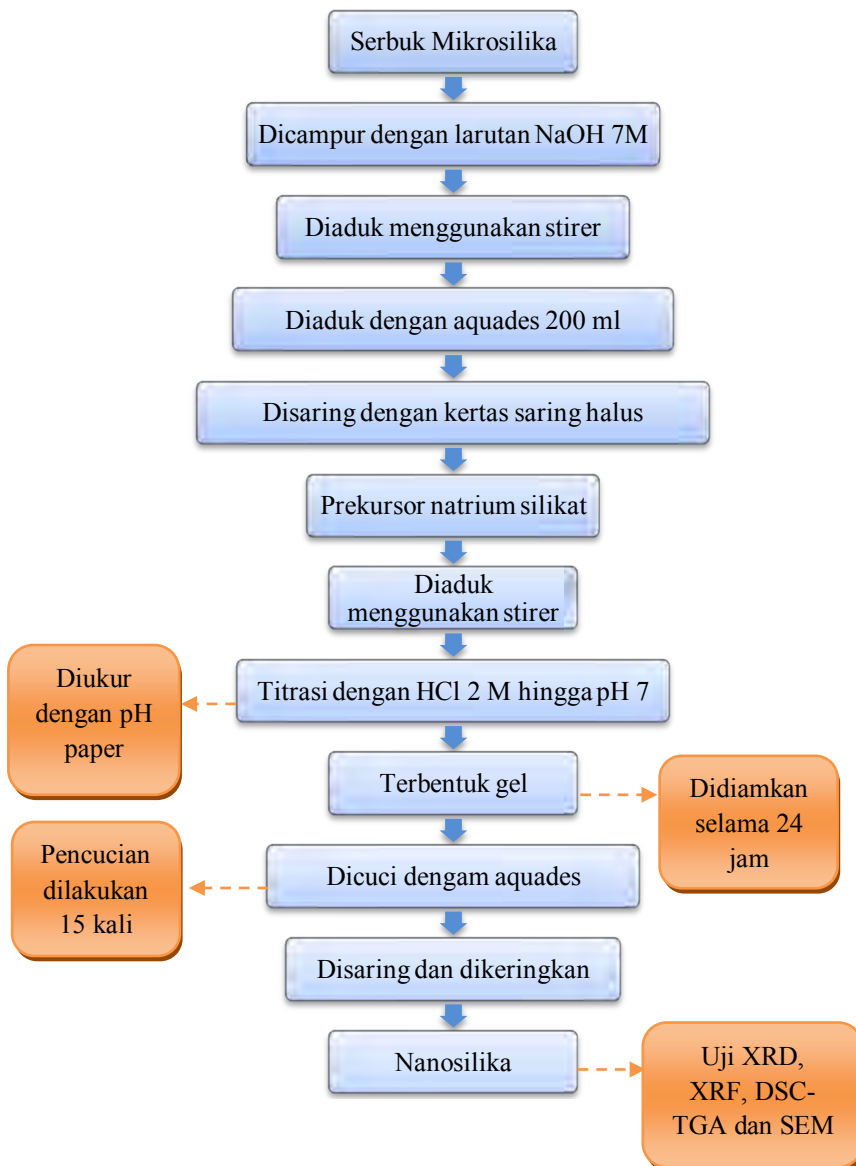
Pengujian DSC-TGA pada tugas akhir ini dilakukan untuk mengetahui ketepatan perlakuan pemanasan pada sampel ketika sampel dikalsinasi. Kurva DSC-TGA dapat memberikan informasi berupa *heat flow* dan *weight loss* dari sampel tersebut. *Differential Scanning Calorimetry* adalah teknik yang digunakan untuk mengetahui peristiwa termal seperti dekomposisi atau perubahan struktur kristal dari sampel. Sedangkan *Thermogravimetric* adalah teknik yang digunakan untuk mengukur perubahan berat dari sampel sebagai fungsi temperatur atau waktu pada temperatur tertentu.

3.4 Diagram Alir penelitian

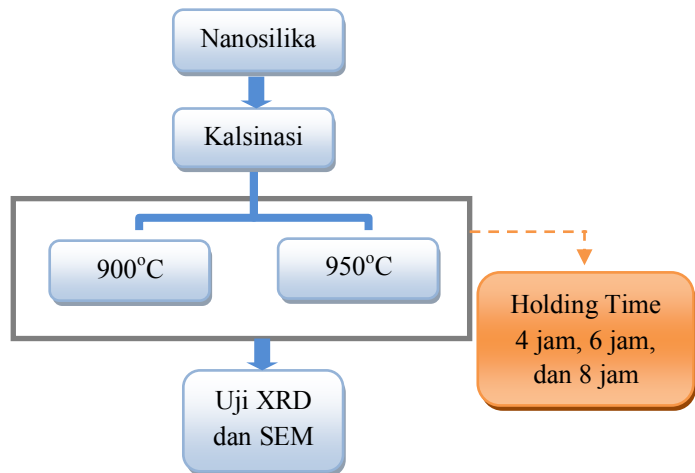
3.4.1 Sintesis Mikrosilika



3.4.2 Sintesis Nanosilika



3.4.3 Kalsinasi Nanosilika



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Purifikasi Silika

Bahan dasar yang digunakan adalah pasir silika yang berasal dari pasir alam pantai Bancar, Tuban yang mengandung silika dengan kemurnian tinggi. Dengan menggunakan langkah seperti pada bab 3, material diuji dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui komposisi unsur yang terkandung dalam material. Tabel 4.1 merupakan hasil pengujian *X-Ray Fluorescence* (XRF) pasir silika awal sebelum dimurnikan yang menunjukkan data kualitatif dan data kuantitatif. Data kualitatif yaitu berupa unsur yang terkandung dalam pasir silika dan data kuantitatif menunjukkan besarnya prosentase berat (wt%) dari masing-masing unsur. Dari data XRF dapat diketahui bahwa pasir silika awal memiliki kandungan silika yang cukup tinggi yaitu 71.5 %. Karena pasir tersebut merupakan bahan dari alam, prosentase tersebut cukup tinggi. Dalam tugas akhir ini, pasir silika disintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi untuk meningkatkan kadar kemurnian dari silika.

Tabel 4.1 Hasil XRF Pasir Silika Pantai Bancar sebelum dimurnikan

No	Unsur	Komposisi (%)
1.	Si	71,5
2.	K	0,77
3.	Ca	22,8
4.	Mn	0,14
5.	Fe	3,57

Setelah itu, pasir silika disintesis dengan metode kopresipitasi sampai terbentuk nanosilika. Nanosilika yang telah terbentuk di uji dengan menggunakan *X-Ray Flourescene* (XRF) untuk mengetahui komposisi unsur pasir alam setelah disintesis. Tabel 4.2 merupakan hasil pengujian *X-Ray Flourescene* (XRF) pasir alam yang telah disintesis. Berdasarkan data XRF dapat diketahui bahwa dengan proses kopresipitasi didapatkan kemurnian silika yang lebih tinggi yaitu 92,2 %. Penelitian yang sama juga telah dilakukan dengan menggunakan metode kopresipitasi pada pasir Bancar dan menghasilkan silika dengan kemurnian 95,98 % (Chaironi, 2013). Dari penelitian Hadi, disintesis silika amorf dengan metode kopresipitasi dan didapatkan silika dengan kemurnian mencapai 95,73 % (Hadi, 2011). Selain itu, juga berhasil disintesis silika dari abu sekam padi dengan tingkat kemurnian 98 % menggunakan metode kopresipitasi (Nittaya, 2008). Dari beberapa penelitian tersebut, terbukti bahwa dengan metode kopresipitasi tingkat kemurnian material menjadi lebih tinggi. Perbedaan prosentase kemurnian silika mungkin bisa disebabkan karena proses pencucian silika. Selain perendaman dengan HCl, proses pencucian silika ini juga bertujuan untuk menghilangkan kandungan unsur selain silika yang terbentuk ketika sintesis. Semakin lama pencucian dan semakin banyak aquades yang digunakan maka akan semakin tinggi kemurnian silika yang didapatkan.

Tabel 4.2 Hasil XRF Serbuk Silika setelah dimurnikan dengan Metode Kopresipitasi NaOH 7 M pH 7

No	Unsur	Kandungan (%)
1.	Si	92,2
2.	K	-

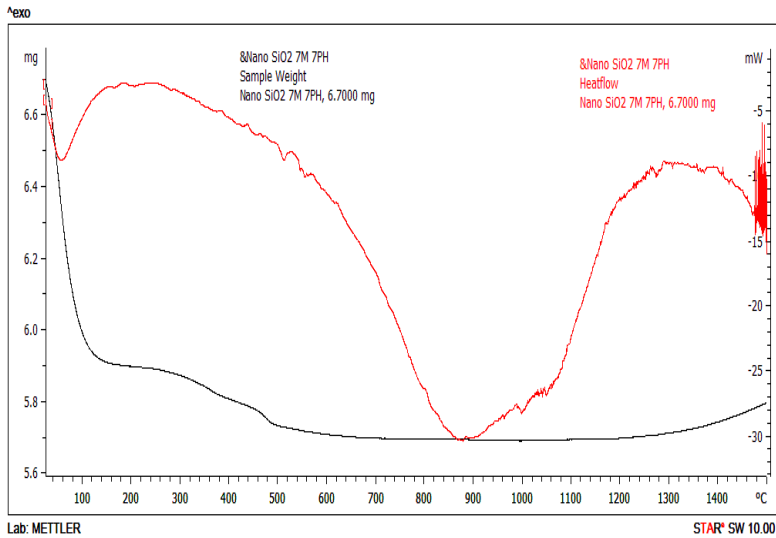
3.	Ca	1,68
4.	Mn	0,076
5.	Fe	1,54

4.2 Analisis Termal

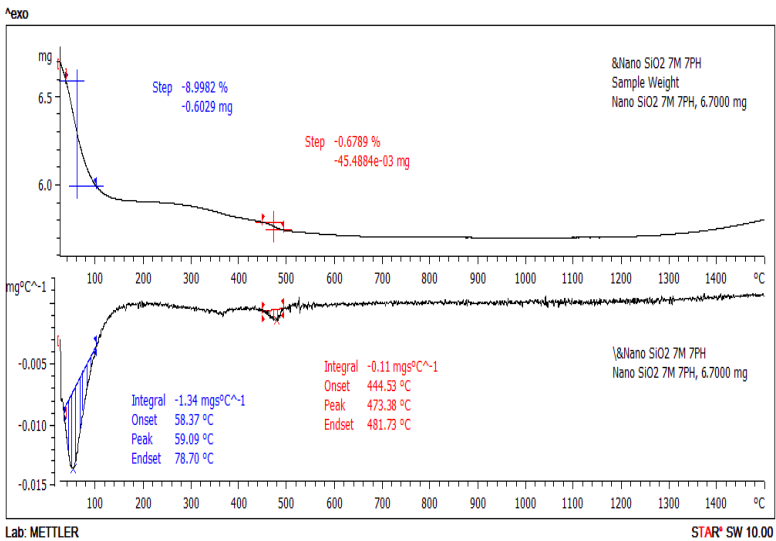
4.2.1 DSC-TGA

Analisis termal dalam tugas akhir ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik termal yaitu pengaruh perubahan temperatur dari suatu sampel terhadap sifat termodinamika seperti reaksi endotermik, reaksi eksotermik maupun pengurangan massa (*weight loss*) yang terjadi. Analisis termal dilakukan sebagai acuan dalam perlakuan panas yang akan diberikan untuk proses pembentukan kristal pada sampel silika. Pengujian termal ini dilakukan dengan menggunakan instrumen DSC-TGA (*Differential Scanning Calorimetry-Thermogravimetric Analysis*) dan dilakukan pada sampel serbuk pasir silika yang telah disintesis. Dalam pengujian DSC-TGA ini, laju pemanasan yang diberikan pada sampel adalah 10°C/menit dengan temperatur 5°C hingga 1400°C dan dengan massa awal sampel adalah 6.7 mg.

Analisis DSC menunjukkan bahwa terjadi peristiwa termal seperti dekomposisi atau perubahan struktur kristal pada sampel ketika temperatur meningkat, sedangkan TGA menunjukkan bahwa terjadi pengurangan massa (*weight loss*) pada sampel terhadap perubahan temperatur yang diberikan pada rentang tertentu. Hasil pengujian DSC-TGA pada sampel silika dapat dilihat pada Gambar 4.1 dengan kurva warna merah merupakan kurva DSC, dan warna hitam merupakan kurva TGA.



Gambar 4.1 Kurva DSC-TGA Sampel Serbuk Silika



Gambar 4.2 Kurva TGA Sampel Serbuk Silika

Tabel 4.3 Data Penurunan Massa Sampel Serbuk Silika dari Kurva TGA

T_{onset} (°C)	T_{peak} (°C)	T_{endset} (°C)	Δm (mg)
58,37	59,09	78,70	0,6029
444,53	473,38	481,73	0,0454

Melalui hasil pengujian DSC-TGA, dapat diketahui nilai temperatur *Onset* dan *Endset*. Temperatur *Onset* merupakan peristiwa terjadinya reaksi penguraian pada temperatur tertentu. Sedangkan temperatur *Endset* merupakan peristiwa berakhirnya reaksi penguraian. *Peak* adalah puncak terjadinya reaksi tertentu. Tabel 4.3 merupakan hasil analisis termal TGA yang menunjukkan temperatur *Onset*, *Endset*, *Peak*, dan pengurangan massa yang terjadi. Berdasarkan pada Gambar 4.1 dan 4.2, kurva DSC menunjukkan bahwa terbentuk puncak endoterm disekitar temperatur 59°C, 473°C, dan 900°C. Sedangkan dari kurva TGA menunjukkan terdapat dua kali penurunan massa pada pemanasan dengan temperatur sekitar 50-500°C dan stabil pada temperatur mulai 700 °C.

Pada temperatur sekitar 50-78,70°C, kurva DSC menunjukkan bahwa terbentuk puncak endotermik dan kurva TGA menunjukkan penurunan massa sebesar 8,99 % yaitu 0,6029 mg. Peristiwa seperti ini menunjukkan adanya dekomposisi termal dari silika, dan dimungkinkan karena terjadinya penguapan air ketika sampel dipanaskan. Temperatur yang naik ini memberikan cukup energi pada molekul-molekul air sehingga bergetar lebih cepat dan memiliki jarak yang lebih besar terhadap molekul sekitar, yang memungkinkan molekul air menguap. Pada temperatur sekitar 400-481,73°C, kurva DSC menunjukkan bahwa terbentuk puncak endotermik dan kurva TGA

menunjukkan penurunan massa sebesar 0,6789 % yaitu 0,0454 mg. Peristiwa seperti ini dimungkinkan karena hilangnya Cl.

Pada temperatur diatas 481,73°C tidak terjadi pengurangan massa yang signifikan, ini ditunjukkan dengan stabilnya kurva TGA. Namun demikian, pada temperatur sekitar 900°C, 1280°C kurva DSC menunjukkan adanya fenomena termal yang terjadi yaitu adanya puncak endotermik yang mengindikasikan bahwa terjadinya proses kristalisasi dan dekomposisi fasa. Hal ini menunjukkan bahwa pada temperatur tersebut dimungkinkan terjadi transformasi fasa.

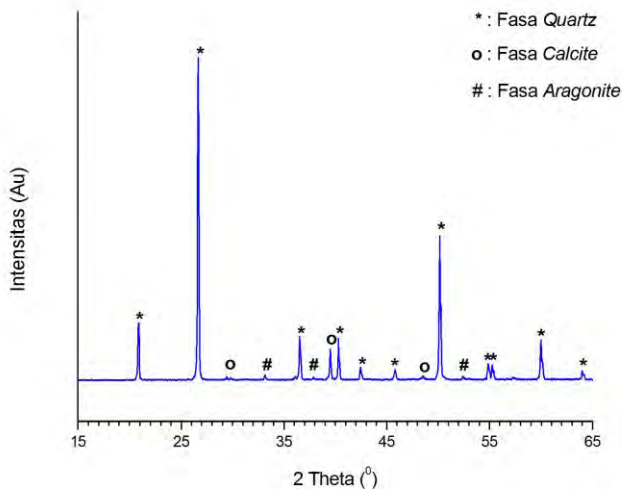
Penelitian sebelumnya telah dilakukan oleh Chaironi yaitu pemanasan silika pada temperatur 800°C, 1000°C, 1200°C dan diketahui bahwa pada temperatur 800°C fasa yang terbentuk adalah amorf, sedangkan pada temperatur 1000°C, 1200°C terjadi transformasi fasa dari amorf ke kristal dengan fasa kristal *tridymite* dan *crystobalite*. Pada temperatur diantara 800°C dan 1000°C diperkirakan terjadi transformasi fasa dari amorf ke kristal. Oleh karena itu, pada tugas akhir ini dipilih beberapa temperatur untuk mengkaji peristiwa termal yang terjadi berdasarkan hasil pengujian DSC yaitu 900°C dan 950°C.

4.3 Analisis Difraksi Sinar-X (XRD)

Pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui komposisi fasa yang terbentuk pada sampel pasir silika Pantai Bancar sebelum diekstraksi, sesudah diekstraksi, dan sampel yang dikalsinasi dengan temperatur tertentu hasil pengujian DSC-TGA. Pengujian XRD dilakukan pada rentang sudut 15°-65° berdasarkan hasil penelitian sebelumnya (Chaironi, 2013) dimana didapatkan fasa-fasa dari silika pada rentang sudut tersebut. Setelah dilakukan pengujian XRD ini, didapatkan hasil berupa pola difraksi sinar-X. Hasil pola difraksi menunjukkan bahwa fasa kristalin ditunjukkan

dengan adanya puncak dari pola difraksi sedangkan fasa amorf ditunjukkan dengan adanya punuk dari pola difraksi. Selanjutnya, pola difraksi tersebut dianalisis secara kualitatif dengan menggunakan software *Match!* untuk mengidentifikasi fasa yang terbentuk pada sampel. Identifikasi fasa dilakukan dengan mencocokkan hasil dari data terukur dengan database yang sudah ada pada *Powder Diffraction File (PDF)* (Pratapa, 2009).

4.3.1. Pola Difraksi Sinar-X Pasir Silika sebelum dan sesudah Proses *Leaching*

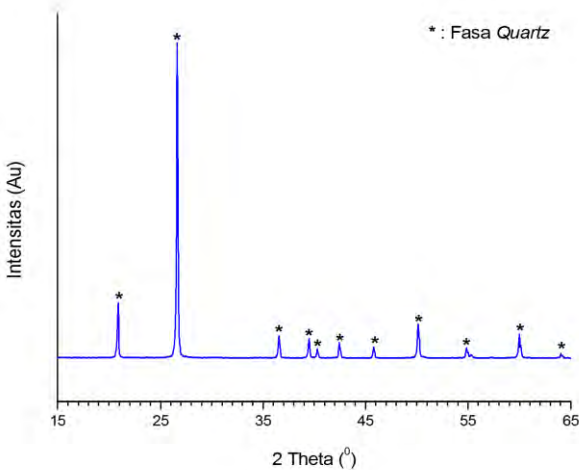


Gambar 4.3 Pola Difraksi Sinar-X Pasir Silika sebelum Proses *Leaching*

Hasil Pola difraksi sinar-X pasir silika sebelum dilakukan *leaching* dapat dilihat pada Gambar 4.3 di bawah. Pola difraksi ini didapatkan dari hasil pengujian dengan menggunakan

difraktometer sinar-X. Kemudian hasil pola difraksi pasir silika dianalisis dengan menggunakan software *Match!*. Berdasarkan analisis dengan *match* dapat diketahui bahwa serbuk silika sebelum di *leaching* mempunyai 3 komposisi fasa pada rentang sudut $15^\circ - 65^\circ$ yaitu fasa *quartz* SiO_2 (PDF 00-085-0797), $\text{Ca}(\text{CO}_3)$ *calcite* (PDF 00-083-1762), dan $\text{Ca}(\text{CO}_3)$ *aragonite* (PDF 00-071-2396) dengan prosentase masing-masing yaitu *quartz* 75,1%, *calcite* 0,6%, dan *aragonite* 24,4 %. Hal ini menunjukkan bahwa adanya pengotor CaCO_3 yang terdapat pada pasir silika sebelum diberi perlakuan.

Dari pengujian terhadap pasir silika hasil *leaching*, didapatkan hasil pola difraksi seperti pada Gambar 4.4. Kemudian dilakukan analisis dengan menggunakan software *Match!* untuk mengidentifikasi fasa.



Gambar 4.4 Pola Difraksi Sinar-X Pasir Silika setelah Proses *Leaching*

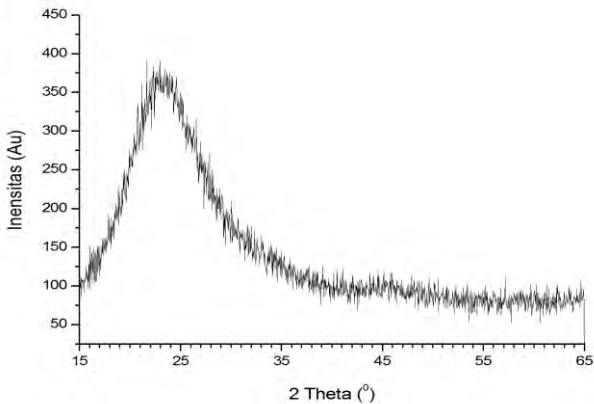
Hasil *search Match* dari pola difraksi diatas menunjukkan bahwa setelah proses *leaching* fasa yang terbentuk adalah 100 % *quartz* dengan nomor PDF 00-085-0797. Terjadi perubahan pola difraksi pada sampel sebelum dan sesudah di *leaching* yaitu hilangnya beberapa puncak pada sudut sekitar $2\theta = 29,47^\circ$, $33,17^\circ$, $37,91^\circ$, $39,53^\circ$, $48,57^\circ$, $52,45^\circ$ yaitu puncak dari $\text{Ca}(\text{CO}_3)$ *calcite* (PDF 00-083-1762) dan CaCO_3 *aragonite* (PDF 00-071-2396). Hal ini menunjukkan bahwa perendaman HCl 2 M terhadap sampel mampu melarutkan pengotor-pengotor selain silika, terbukti dengan hilangnya kedua puncak dari fasa tersebut.

4.3.2. Pola Difraksi Sinar-X Serbuk Nanosilika Hasil Sintesis

Pada metode penelitian disebutkan bahwa sintesis dilakukan dengan metode kopresipitasi menggunakan NaOH 7M. Gambar 4.5 merupakan hasil pola difraksi sinar-X dari sampel serbuk nanosilika hasil sintesis. Pola difraksi sinar-X yang dihasilkan menunjukkan bahwa pada sampel nanosilika terbentuk struktur amorf pada puncak sekitar $2\theta=23^\circ-26^\circ$. Puncak yang landai dan melebar ini yang menunjukkan bahwa nanosilika tanpa perlakuan kalsinasi memiliki struktur amorf. Adapun pola difraksi sinar-X yang ditunjukkan pada Gambar 4.5 memiliki kecenderungan yang sama dengan penelitian yang dilakukan oleh Nittaya yaitu terbentuknya struktur amorf berada pada puncak sekitar $2\theta=23^\circ-24^\circ$ dari hasil sintesis silika dari abu sekam padi menggunakan metode kopresipitasi. Terjadi perubahan struktur dari sampel hasil *leaching* (Gambar 4.4) dengan sampel tanpa perlakuan kalsinasi (Gambar 4.5) yaitu adanya transformasi fasa dari kristalin *quartz* menjadi amorf. Hal ini dimungkinkan karena adanya ion Na^+ dan OH^- yang menyebabkan adanya pemutusan ikatan antar atom dalam struktur silika tersebut (Xiao dan Lasaga,

1996). Ketika dilarutkan dan direaksikan dalam larutan natrium hidroksida (NaOH), nanosilika dengan struktur kristal yang mempunyai susunan atom beraturan akan terputus ikatan antar atomnya sehingga membentuk susunan atom baru yang acak atau dengan kata lain membentuk struktur amorf.

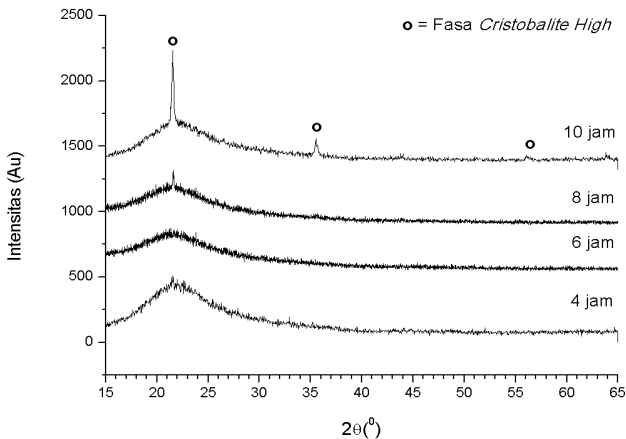
Setelah itu, nanosilika amorf dikalsinasi dengan variasi temperatur 900 °C dan 950 °C dengan waktu penahanan selama 4, 6, 8, dan 10 jam. Gambar 4.6 dan Gambar 4.7 merupakan hasil pola difraksi sinar-X sampel nanosilika amorf setelah dikalsinasi.



Gambar 4.5 Pola Difraksi Sinar-X Serbuk Nanosilika Amorf Hasil Sintesis tanpa Perlakuan Kalsinasi

Berdasarkan hasil pola difraksi pada Gambar 4.6, dapat dilihat bahwa ketika sampel dikalsinasi temperatur 900 °C dengan waktu penahanan 4 dan 6 jam menunjukkan bahwa terbentuk struktur amorf. Namun demikian, pada waktu penahanan 8 dan 10 jam mulai terjadi perubahan yaitu munculnya puncak kristal. Hal ini menunjukkan bahwa seiring dengan penambahan waktu penahanan, struktur amorf mulai mengalami transformasi menjadi

struktur kristal meskipun pertumbuhan kristal belum sempurna. Dengan pengaruh pemanasan, atom-atom dalam struktur awal silika akan menyusun kembali menjadi struktur yang baru. Hal ini dibuktikan pada pola difraksi yang menunjukkan bahwa struktur dari fasa yang terbentuk adalah gabungan dari fasa amorf dan fasa kristal. Posisi puncak $2\theta = 21,5^\circ, 35,56^\circ, 56,23^\circ$ ditengarai sebagai puncak dari fasa *crystalite high* dengan nomor PDF 00-076-0934. Semakin lama waktu penahanan, intensitas puncak tertinggi difraksi dari fasa *crystalite high* mengalami kenaikan yaitu pada sudut $2\theta = 21,5^\circ$ dengan intensitas 149,44 *counts* menjadi 871,9 *counts*.

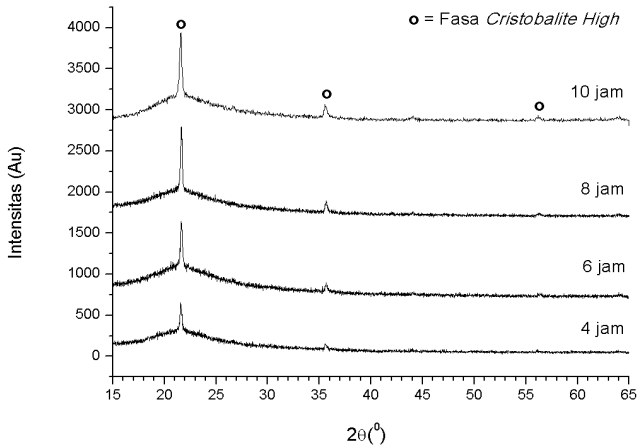


Gambar 4.6 Pola Difraksi Sinar-X Serbuk Nanosilika Amorf dengan Kalsinasi Temperatur 900 °C selama 4, 6, 8, dan 10 jam.

Ketika temperatur kalsinasi dinaikkan yaitu 950 °C selama 10 jam, pola difraksi menunjukkan bahwa tidak terjadi perubahan yang signifikan dengan hasil kalsinasi temperatur 900 °C selama

10 jam. Menurut teori bahwa pertumbuhan kristal akan naik dengan peningkatan temperatur sampai terbentuk kristal dengan sempurna. Hal ini berkaitan dengan difusi atom-atom penyusun kristal, dimana ketika sampel dipanaskan dengan temperatur yang lebih tinggi yaitu 950 °C selama 10 jam, temperatur yang naik ini masih belum memberikan cukup energi pada sampel untuk menyusun atom-atomnya menjadi kristal dengan sempurna. Hal ini mungkin terjadi karena temperatur yang digunakan tidak terlampaui jauh sehingga hasil yang didapatkan menunjukkan kenaikan intensitas puncak kristal yang tidak signifikan. Namun demikian, pada kalsinasi temperatur 950 °C dapat dilihat pada Gambar 4.7 bahwa semakin lama waktu penahanan, intensitas puncak difraksi mengalami kenaikan. Hal ini membuktikan bahwa dibutuhkan waktu yang lebih lama agar atom-atom pada sampel menyusun dirinya menjadi kristal. Dengan menggunakan PDF diffraction pattern database, mengindikasikan bahwa struktur yang terbentuk pada kalsinasi temperatur 950 °C adalah fasa *crystalite high* dengan nomor PDF 00-076-1390 dan PDF 00-076-0934. Dengan bertambahnya temperatur kalsinasi akan menyebabkan kristalinitas fasa meningkat seperti pada Tabel 4.4. Dalam pola difraksi, peristiwa seperti ini dapat dilihat pada intensitas yang meningkat. pada sampel dengan kalsinasi 900 °C dan 950 °C selama 10 jam pada sudut $2\theta = 21,58^\circ$ yaitu 869,4 *counts* dan 871,9 *counts*. Hal ini dikarenakan keteraturan bidang kristal yang memiliki orientasi sama dapat meningkat akibat pemberian temperatur kalsinasi yang semakin tinggi selama beberapa waktu tertentu sehingga jumlah cacahan yang terdeteksi oleh detektor pada peralatan XRD semakin bertambah pada sudut tertentu sehingga menyebabkan intensitas yang dihasilkan semakin tinggi. Dalam penelitian sebelumnya, nanosilika dikalsinasi dengan temperatur yang lebih tinggi yaitu 1000 °C dan

menghasilkan puncak dari fasa *trydimitte* dan *crystalite low* dengan intensitas dari fasa *crystalite low* yang cukup tinggi pada sudut $2\theta = 22,01$ yakni 2597 *counts*.



Gambar 4.7 Pola Difraksi Sinar-X Serbuk Nanosilika Amorf dengan Kalsinasi Temperatur 950 °C selama 4, 6, 8, dan 10 jam.

Tabel 4.4 Derajat Kristalinitas Serbuk Nanosilika Amorf

Temperatur (°C)	Kristalinitas Nanosilika Amorf (%)
Tanpa Kalsinasi	0,0
900 10 jam	17,11
950 4 jam	13,82
950 6 jam	14,70
950 8 jam	17,62
950 10 jam	19,14

Menurut teori, apabila temperatur dirubah maka akan didapati keseimbangan baru, akan tetapi untuk mencapai keseimbangan baru tersebut diperlukan waktu karena dibatasi oleh mobilitas atom. Ketika diberi pemanasan fasa baru mulai terbentuk dan pembentukan fasa ini akan dimulai dengan terbentuknya fasa baru yang sangat kecil kemudian membesar seiring dengan naiknya temperatur selama beberapa waktu tertentu (Suasmoro, 2013). Transformasi fasa pada penelitian ini dapat terjadi dikarenakan adanya perlakuan panas yaitu kalsinasi, dimana dengan pemberian variasi temperatur kalsinasi dan lamanya waktu penahanan ini sama halnya dengan memberikan energi aktivasi pada atom-atom penyusun sampel yang dapat menyebabkan atom-atom ini akan menyusun dirinya membentuk struktur yang baru. Sehingga semakin tinggi suhu kalsinasi maka semakin banyak atom-atom yang mempunyai energi yang sama atau melebihi energi aktivasi untuk dapat tersebar dari posisinya membentuk struktur yang baru yang lebih teratur dan bergerak menuju ke tempat-tempat kekosongan atau disebut substitusi.

4.4 Analisis Ukuran Partikel Silika

Pengujian untuk mengetahui distribusi ukuran partikel silika dapat dilakukan dengan menggunakan PSA (*Particle Size Analyzer*). Pengukuran ukuran partikel dengan menggunakan PSA ini dilakukan dengan menggunakan metode basah yaitu sampel yang berbentuk serbuk dilarutkan terlebih dahulu dalam suatu media cair yaitu aquades hingga terbentuk koloid. Dengan menggunakan metode basah diharapkan partikel dapat didispersikan ke suatu media sehingga partikel tidak saling menggumpal (aglomerasi). Namun demikian, hasil pengukuran menunjukkan bahwa ada kemungkinan partikel-partikel kecil dari nanosilika membentuk partikel-partikel besar. Sehingga hasil

yang didapatkan dari pengujian ini masih dalam orde ratusan nanometer. Hal ini mungkin disebabkan karena dispersan yang diberikan ketika pengujian tidak sesuai sehingga partikel nanosilika beraglomerasi. Berdasarkan data yang didapatkan, diketahui diameter dari partikel silika tanpa kalsinasi sebesar 390,3 nm dan setelah kalsinasi berkisar antara 307,9-709,3 nm seperti pada Tabel 4.6. Hasil tersebut menunjukkan bahwa ukuran partikel masih beragam dan memiliki diameter yang cukup besar, sehingga dilakukan pengujian SEM sebagai data pendukung.

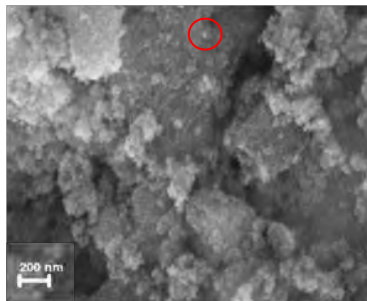
Tabel 4.5 Distribusi Ukuran Partikel Silika

Temperatur Kalsinasi (°C)	Diameter (nm)			
	4 jam	6 jam	8 jam	10 jam
900	478,1	479	307,9	372,6
950	709,3	389,2	419,8	509,0

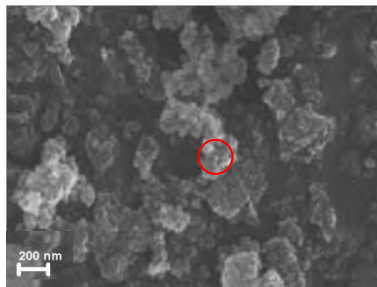
4.5 Analisis Morfologi Nanosilika (SEM)

Pengujian *Scanning Electron Microscope* (SEM) dilakukan untuk mengetahui morfologi dan homogenitas partikel silika sebelum dan sesudah kalsinasi. Hasil analisis morfologi dengan SEM pada sampel silika sebelum dan sesudah kalsinasi masing-masing ditunjukkan pada Gambar 4.8 (a) dan (b). Dalam pengambilan data SEM pada Gambar 4.8 (a) dan (b), perbesaran yang diberikan adalah 80.000 kali. Ketika dilakukan perbesaran 80.000 kali, gambar morfologi dari nanosilika ini tampak tidak fokus sehingga kesulitan dalam pengambilan gambar. Hal ini dimungkinkan karena ukuran partikelnya terlalu kecil. Berdasarkan hasil analisis SEM pada sampel tanpa kalsinasi

menunjukkan bahwa pada permukaan sampel terlihat tidak merata dengan ukuran yang beragam. Hal ini menunjukkan bahwa partikel silika tidak tersebar homogen, ada yang membentuk partikel-partikel kecil dan ada juga yang membentuk seperti gumpalan yang tidak merata (aglomerasi). Hal yang sama juga terjadi ketika pengambilan data sampel silika yang telah dikalsinasi. Namun demikian, ukuran partikel silika tanpa kalsinasi dan setelah kalsinasi dalam orde nanometer dapat diketahui yaitu secara berturut yaitu 32,83 nm dan 33,03 nm.



(a)



(b)

Gambar 4.8 Analisis *Scanning Electron Microscope* Hasil Sintesis Nanosilika (a) Tanpa Kalsinasi (b) Kalsinasi 900 °C

BAB V

KESIMPULAN

5.1. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan:

- a. Pada kalsinasi 900°C selama kurang dari 8 jam masih berbentuk silika amorf. Sedangkan pada kalsinasi 950°C selama 4, 6, 8, 10 jam berbentuk gabungan dari silika amorf dan kristal
- b. Pemanasan serbuk prekursor SiO₂ pada temperatur 900°C selama 8 jam, 10 jam dan temperatur 950°C selama 4, 6, 8, 10 jam menghasilkan fasa *crystalite high*.
- c. Partikel serbuk silika tunggal berukuran antara 32,83-33,03 nm, tetapi pada umumnya silika membentuk aglomerat dengan ukuran sekitar 0,307-0,709 μm.

5.2. Saran

Dari hasil penulisan tugas akhir ini disarankan dilakukan pengujian TEM untuk mengetahui morfologi dan ukuran kristal nanosilika, mencari dispersan dari silika dan pemberian PEG (*Poly Ethylene Glycol*) pada larutan prekursor dengan harapan ukuran partikel bisa dikontrol dengan bertambahnya temperatur kalsinasi.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Akbar, S., 2010. **Sintesis Silika Amorf Berbasis Pasir Alam Slopeng Menggunakan Metode Alkalifusion**. Jurusan Fisika ITS, Surabaya.
- Anonim. 1980. **Handout Kuliah Teknologi Semen**. Jurusan Teknik Kimia, FTI-ITS.
- Basu, B., & Kantesh Balani. (2011). **Advanced Structural Ceramics**. Canada: Wiley-American Ceramic Society.
- Bhandari, H., Anoop, S., K., S., 2012. **Conducting Polymer Nanocomposites for Anticorrosive and Antistatic Applications**. in: Ebrahimi, F. (Ed.), *Nanocomposites - New Trends and Developments*. InTech.
- Boinski, F. 2010. **Study of the mechanisms involved in reactive silica**. *Materials Chemistry and Physics* 122: 311-315.
- Fairus, Sirin., Haryono., Sugita, H., M., Sudrajat, Agus. 2009. **Proses Pembuatan Waterglass dari Pasir Silika dengan Pelebur Natrium Hidroksida**
- Floerke, O.W., 1955. **Structural Anomalies of Tridymite and Cristobalite**.
- Fernandez, R.B., 2012. **Sintesis Nanopartikel SiO₂ menggunakan Metoda Sol-Gel dan Aplikasinya terhadap Aktifitas Sitotoksik Sel**. Jurusan Kimia Universitas Andalas : Padang.
- Gonzalez, R.M., Edwards, T.E., Lorbiecke, T.D., Winburn, R.S., Webster, J.R., 2003. **Analysis of Geologic Materials Using Rietveld Quantitative X-Ray Diffraction**. *International Centre of Diffraction Data 2003, Advances in X-Ray Analysis* 46, 204–209.
- Hadi, S., 2011. **Sintesis Silika Berbasis Pasir Alam Bancar Menggunakan Metode Kopresipitasi**. Surabaya : ITS
- Hartiningsih, T. (2013). **Pengaruh variasi temperatur kalsinasi pasir silika sebagai bahan komposit anti korosi**. Surabaya : ITS.

- Jal, P., K., Sudarshan, M., Saba, A., Sabita, et. all. 2004. **Synthesis and Characterization of Nanosilica Prepared by Precipitation Method**. Coloids and Surfaces A. 240 : 173-178.
- Jerzy, C., Ludomir, S. 2003. **Synthesis of Nanosilica by The Sol-Gel Method and Its Activity Toward Polymer**. Materials Science Vol 21(4): 462-466.
- Kementrian Riset dan Teknologi Republik Indonesia. (2009, November). *Ristek*. Retrieved January 2014, from <http://www.ristek.go.id/?module=News+News&id=4749>
- Kamariyah, El Indah Nia. 2007. **Sintesis Serbuk Nanokristalin Al₂O₃, MgO dan MgAl₂O₄ dengan Metode Kopresipitasi**. Tugas Akhir, Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Latif, Chaironi. 2013. **Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi pada Struktur dalam Sintesis Silika**. Fisika ITS : Surabaya
- Leng, Yang. 2008. **Materials Characterization**. John Wiley and Sons (Asia) Pte Ltd
- Mori, Hidetsugu. 2003. **Extraction of Silicon Dioxide From Waste Colored Glasses by Alkalifusion using Sodium Hydroxide**. Journal of Ceramic Society of Japan 111 : 376-381.
- Musić, S., Filipović-Vinceković, N., Sekovanić, L., 2011. **Precipitation of amorphous SiO₂ particles and their properties**. Brazilian Journal of Chemical Engineering 28, 89–94.
- Nabeshi, H., Yoshikawa, T., Arimori, A., Yoshida, T., Tochigi, S., Hirai, T., Akase, T., Nagano, K., Abe, Y., Kamada, H., Tsunoda, Shin-ichi., Itoh, N., Yoshioka, Y., Tsutsumi, Y., 2011. **Effect of Surface Properties of Silica Nanoparticles on their Cytotoxicity and Cellular Distribution in Murine Macrophages**. Nanoscale Research Letters, vol.6, No. 23, 2011

- Nittaya, T. A. 2008. **Preparation of Nanosilica Powder from Rice Husk Ash by Precipitation Method**. Chiang Mai J. Sci, 206-211.
- Pratapa, S. 2004. **Bahan Kuliah Difraksi Sinar-X**. Surabaya: Jurusan FMIPA ITS.
- Rosenqvist, T. 1974. **Principles of Extractive Metallurgy**. Norwegia: Univerty of Trondheim.
- Rosyidah, Nurul. 2013. **Sintesis Nnaopartikel ZnO dengan Metode Kopresipitasi**. Surabaya : ITS.
- Roy, D.M., Roy, R., 1964. **Tridymite-Cristobalite Relations and Stable Solid Solutions**. The American Mineralogist 49, 952–962.
- Schäf, O., Ghobarkar, H., Knauth, P., 2004. **Hydrothermal Synthesis of Nanomaterials**. in: Knauth, P., Schoonman, J. (Eds.), Nanostructured Materials, Electronic Materials: Science & Technology. pringer US, pp. 23–41.
- Suasmoro, 2000. **Fisika Keramik. Institut Teknologi Sepuluh Nopember**, Surabaya.
- Van, Hoek., Winter, R., 2002. **Amorphous silica and the intergranular structure of nanocrystalline silica**. Phys Chem Glass 43C 80.
- Yuan, H., Gao, F., Zhang, Z., Miao, L., Yu, R., Zhao, H., Lan, M., 2010. **Study of Controllable Preparation of Silica Nanoparticles with Multi-sized anf Their Size-dependent Cytotoxicity in Pheochromocytoma Cells and Human Embryonic Kidney Cells**. Journal of Health Science, vol. 56, No. 6, 2010, pp.632-640
- Zawrah, M. F., El-Kheshen, A. A., Abd-El-All, H., 2009. **Facile and Economic Synthesis of Silica Nanoparticle**. Journal of Ovonic Reasearch, vol.5, No.5, 2009, pp.129-133

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS



Penulis berasal dari kota Pasuruan dan dilahirkan di kota yang sama pada 7 April 1994 dari pasangan Fatoni dan Satiani. Penulis merupakan anak kedua dari tiga bersaudara dan telah menempuh pendidikan formal di SDN Tawangrejo 02, MTs Unggulan Amanatul Ummah, MA Unggulan Amanatul Ummah. Penulis diterima di Jurusan FMIPA-ITS pada tahun 2010 melalui jalur PMDK dan terdaftar dengan NRP 1110100014. Selama masa perkuliahan, penulis

aktif dalam berbagai kegiatan dan organisasi mahasiswa. Beberapa organisasi yang sempat ditekuni penulis yaitu sebagai Staff Kasrat HIMASIKA ITS 2011, Staff Keuangan KOPMA-ITS (Koperasi Mahasiswa) 2011, Staff Sosma BEM FMIPA ITS 2011, dan Danus FOSIF ITS 2011. Selama kuliah, penulis pernah menjadi asisten Laboratorium Fisika Dasar I dan II. Penulis juga aktif mengikuti berbagai kegiatan ilmiah seperti Program Kreativitas Mahasiswa, workshop, dan seminar tingkat nasional. Waktu luang penulis sering diisi dengan kegiatan ngelab bersama teman-teman, wisata kuliner, dan jalan-jalan. Akhir kata bila ada kritik dan saran kirim ke : anggriskrezzt@gmail.com.

“Bukan yang paling cerdas, atau yang paling pandai, tetapi yang paling terakhir menyerah-lah, yang akan berhasil”

LAMPIRAN A

Hasil XRF Serbuk Awal Pasir Pantai Bancar dan Serbuk Nanosilika

A. Hasil XRF Pasir Pantai Bancar

01-Jul-2013 08:55:13

Sample results - Averages

Page 1

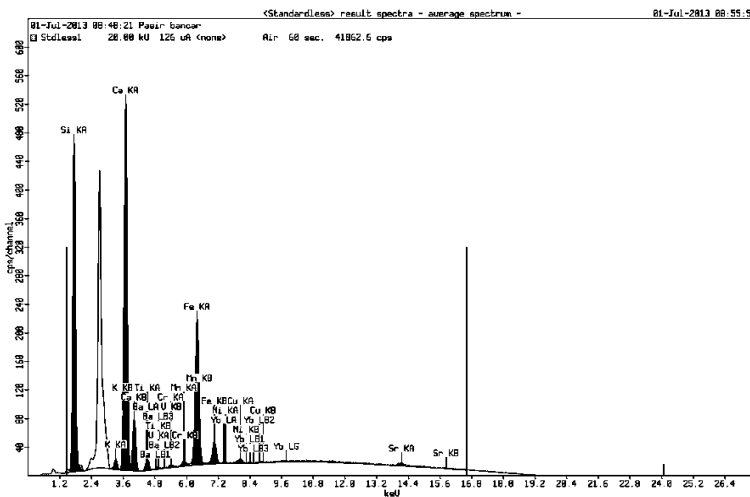
Sample ident
Pasir bancar

Application	<Standardless>
Sequence	Average of 3
Measurement period - start	01-Jul-2013 08:36:21
Measurement period - end	01-Jul-2013 08:48:21
Position	3

Compound	Si	K	Ca	Ti	V	Cr
Conc	71.5 +/- 0.3	0.77 +/- 0.01	22.8 +/- 0.2	0.53 +/- 0.0098	0.01 +/- 0.005	0.074 +/- 0.012
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	Mn	Fe	Ni	Cu	Sr	Ba
Conc	0.14 +/- 0.006	3.57 +/- 0.03	0.03 +/- 0.009	0.068 +/- 0.005	0.45 +/- 0.02	0.1 +/- 0.03
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	Yb
Conc	0.09 +/- 0.01
Unit	%



B. Hasil XRF Serbuk Nanosilika

21-Mar-2014 08:43:04

Sample results - Averages

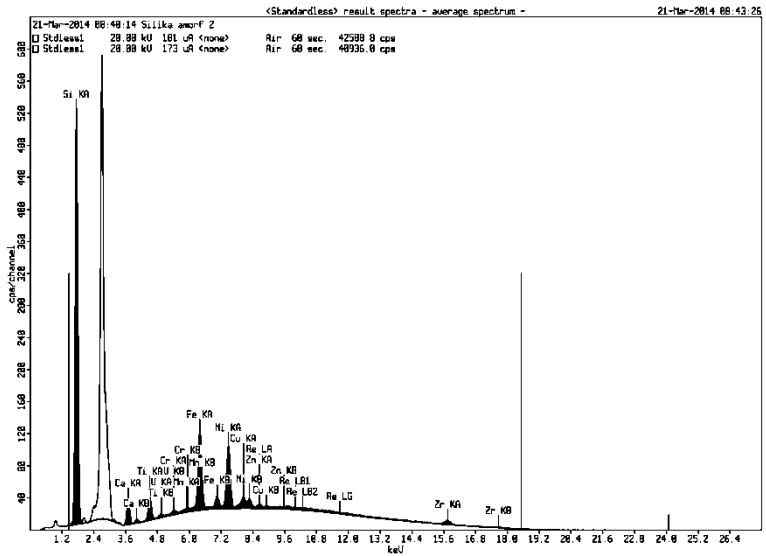
Page 1

Sample ident	
Silika amorf 2	

Application	<Standardless>
Sequence	Average of 3
Measurement period - start	21-Mar-2014 08:26:48
Measurement period - end	21-Mar-2014 08:40:14
Position	2

Compound	Si	Ca	Ti	V	Cr	Fe
Conc	92.2 +/- 0.04	1.68 +/- 0.03	0.79 +/- 0.02	0.02 +/- 0.004	0.005 +/- 0.0009	1.54 +/- 0.008
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	Mn	Ni	Cu	Zn	Zr	Re
Conc	0.076 +/- 0.001	1.07 +/- 0.009	0.19 +/- 0.003	0.01 +/- 0.0008	2.1 +/- 0.01	0.2 +/- 0.008
Unit	%	%	%	%	%	%



LAMPIRAN B
DATA ICSD Analisis Kualitatif Data Difraksi Sinar-X

A. Data ICSD untuk SiO₂ (Quartz)

COL ICSD Collection Code 63532

DATE Recorded Dec 19, 1988; updated Dec 19, 1999

NAME Silicon oxide

MINR Quartz

FORM Si O2

= O2 Si

TITL Crystal structures of quartz and magnesium germanate by profile

analysis of synchrotron-radiation high-resolution powder data

REF Journal of Applied Crystallography

JACGA 21 (1988) 182-191-930

AUT Will G, BellottoyM, ParrishyW, HartyM

CELL a=4.912 (0) b=4.912 c=5.404 (0) à=90.0 á=90.0 ç=120.0

V=112.9 Z= 3

SGR P 32 2 1 (154) - Trigonal

CLAS 32 (Hermann-Mauguin) – D3 (Schoenflies)

PRS hp9

ANX AX2

PARM Atom No OxStat Wyck -----X-----Y-----Z----- -

SOF-

Si 1 4.000 3a 0.4704 (4) 0. 2/3

O 1 -2.000 6c 0.4136 (4) 0.2676 0.7857

WYCK c a

ÿ

TF Atom á(1,1) á(2,2) á(3,3) á(1,2) á(1,3) á(2,3)

Si 1 0.0059 0.0034 0.0043 0.0017 -0.0010 -0.0020

(7) (10) (8) (5)

O 1 0.0080 0.0090 0.0090 0.0120 -0.0020 0.0000

(20) (30) (20) (30) (30) (20)

REM SNP (synchrotron radiation, powder diffraction)

REM M PDF 46-1045

RVAL 0.016

B. Data ICSD untuk CaCO₃ (Calcite)**COL ICSD Collection Code 40107**

DATE Recorded Jun 26, 1998

NAME Calcium carbonate

MINR Calcite - from Guam (cement infilling in a mollusc shell)

FORM Ca (C O3)

= C Ca O3

FORM (Ca.998 Mg.002) (C O3)

TITL High-temperature structure refinements of calcite and magnesite

REF American Mineralogist

AMMIA 70 (1985) 590-600

REF American Mineralogist

AMMIA 75 (1990) 1151-1158

AUT Markgraf S A, Reeder R J

CELL a=4.988(1) b=4.988(1) c=17.061(1) $\alpha=90.0$ $\beta=90.0$
 $\gamma=120.0$

V=367.6 D=2.71 Z=6

SGR R -3 c H (167) - trigonal

CLAS -3m (Hermann-Mauguin) - D3d (Schoenflies)

PRS hR30

ANX ABX3

PARM Atom__No OxStat Wyck ----X---- ----Y---- ----Z----

-SOF-

Ca	1	2.000	6b	0.	0.	0.
C	1	4.000	6a	0.	0.	1/4

O 1 -2.000 18e 0.2567(2) 0. 1/4
 WYCK e b a
 ŷ
 TF Atom á(1,1) á(2,2) á(3,3) á(1,2) á(1,3) á(2,3)
 Ca 1 0.0122 0.0122 0.0016 0.0061 0.0000 0.0000
 (5) (5) (0) (3)
 C 1 0.0120 0.0120 0.0008 0.0060 0.0000 0.0000
 (10) (10) (1) (5)
 O 1 0.0142 0.0256 0.0016 0.0128 -0.0011 -0.0022
 (7) (8) (0) (4) (1) (1)

REM TEM 297

REM M PDF 47-1743, also rigid body refinem. of CO₃-group
 (R=0.022)

REM M Thermal expansion coeff.*10⁶/C: for a: -2.8, for c: 32.3

RVAL 0.022

TEST Calculated density unusual but tolerable. (Code 23)

C. Data ICSD untuk CaCO₃ (*Aragonite*)

COL ICSD Collection Code 015198

NAME Calcium carbonate

MINR Aragonite - from Guam (cement infilling in a mollusc shell)

FORM Ca (C O₃)

= C Ca O₃

TITL Crystal structure of aragonite, strontianite, and witherite

REF American Mineralogist

AMMIA 70 (1985) 590-600

REF American Mineralogist

CELL a=4.9614 b=7.9671 c=5.7404 à=90.0 á=90.0 ç=90.0

V=226.906

SGR P m c n (62) - orthorombic

PARM Wyck ----X-----Y-----Z----- -SOF-
 Ca 0.25000 0.41500 0.75970
 C 0.25000 0.76220 -0.08620
 O1 0.25000 0.92250 -0.09620
 O2 0.47360 0.68100 -0.08620

D. Data ICSD untuk SiO₂ (*Cristobalite High*)

COL ICSD Collection Code 035536

NAME Silicon oxide

MINR Cristobalite high

FORM Si O2

= O2 Si

TITL The crystal structures of the high temperature form of cristobalite (Si O2)

REF American Journal of Science

AJSC5L 9 (1925) 448-459

CELL a=7.12(1) b=7.12(1) c=7.12(1) $\alpha=90.0$ $\beta=90.0$ $\gamma=90.0$

V=360.9 Z=8

SGR F 41 3 2 (210) - cubic

CLAS 41 (Hermann-Mauguin) – D4 (Schoenflies)

PRS hP9

ANX AX2

PARM Atom No OxStat Wyck ----X-----Y-----Z----- -

SOF-

Si 1 4.000 8a 0. 0. 0.

O 1 -2.000 16c 0.125 0.125 0.125

WYCK c a

ÿ

E. Data ICSD untuk SiO₂ (*Cristobalite High*)**COL ICSD Collection Code 9008230**

NAME Silicon oxide

MINR Cristobalite High

FORM Si O2

= O2 Si

TITL High-temperature single-crystal study of the cristobalite inversion

REF Zeitschrift fur Kristallographie 138 (1973) 274-298

CELL a=7.16(1) b=7.16(1) c=7.16(1) $\alpha=90.0$ $\beta=90.0$ $\gamma=90.0$

V=367.985

SGR F d 3 m (227) - cubic

symmetry_equiv_pos_as_xyz

Si 0.04224 0.04224 0.04224 0.00000 0.00000 0.00000

O 0.03819 0.04713 0.04713 0.00343 0.00343 -0.00280

loop_

_atom_site_label

_atom_site_fract_x

_atom_site_fract_y

_atom_site_fract_z

_atom_site_occupancy

Si 0.12500 0.12500 0.12500 1.00000

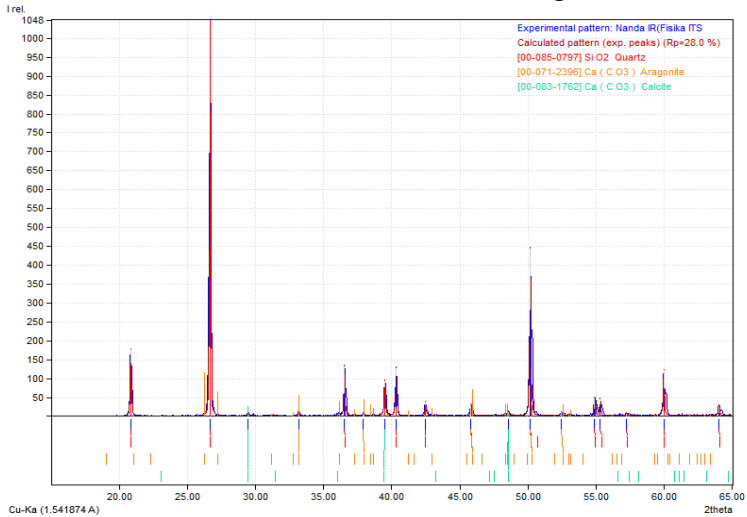
O 0.00000 0.04435 -0.04435 0.16667

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

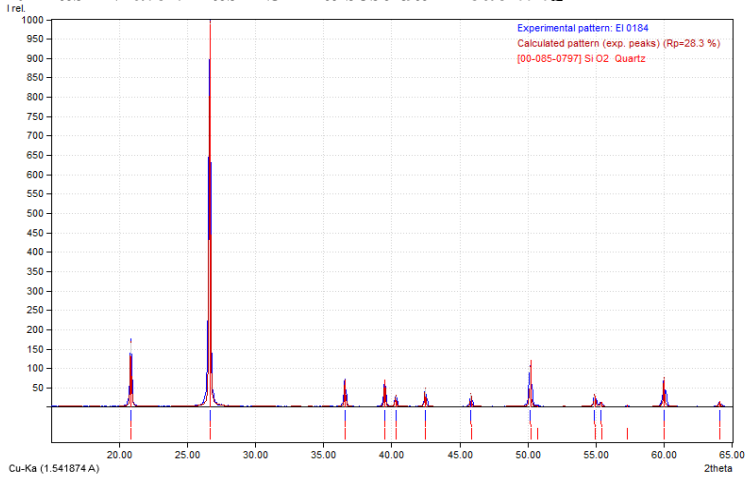
LAMPIRAN C

Hasil Match Pola Difraksi Sinar-X

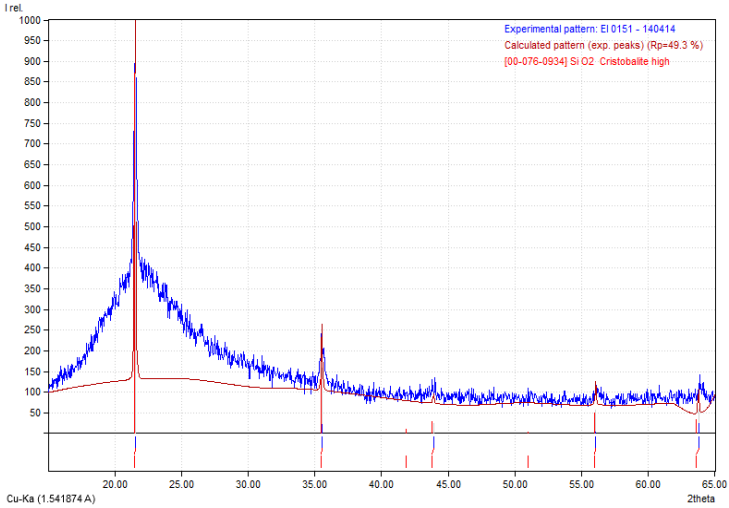
A. Hasil Match Pasir Silika sebelum *Leaching*



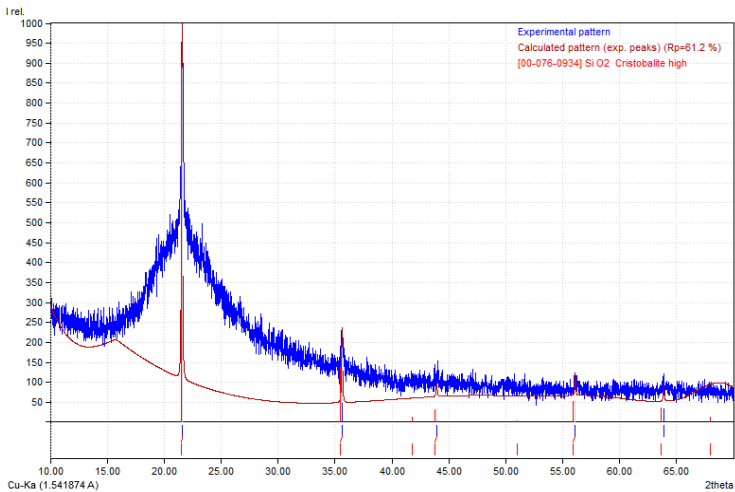
B. Hasil Match Pasir Silika sesudah *Leaching*



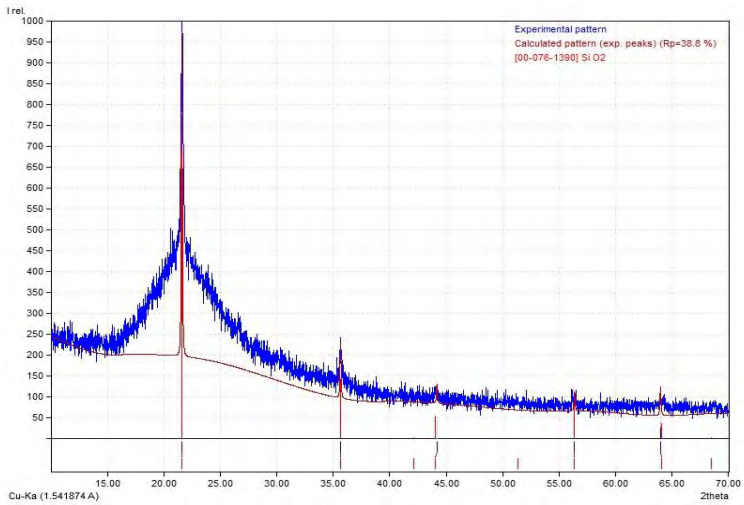
C. Hasil *Match* Nanosilika Kalsinasi Temperatur 900 °C 10 jam



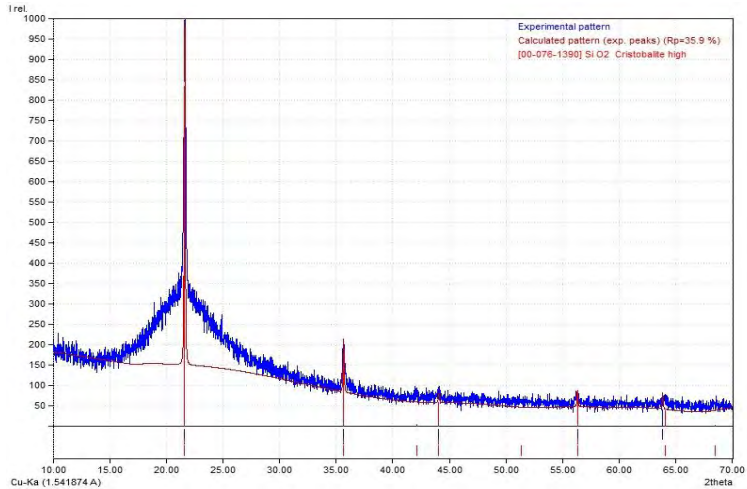
D. Hasil *Match* Nanosilika Kalsinasi Temperatur 950 °C 4 jam



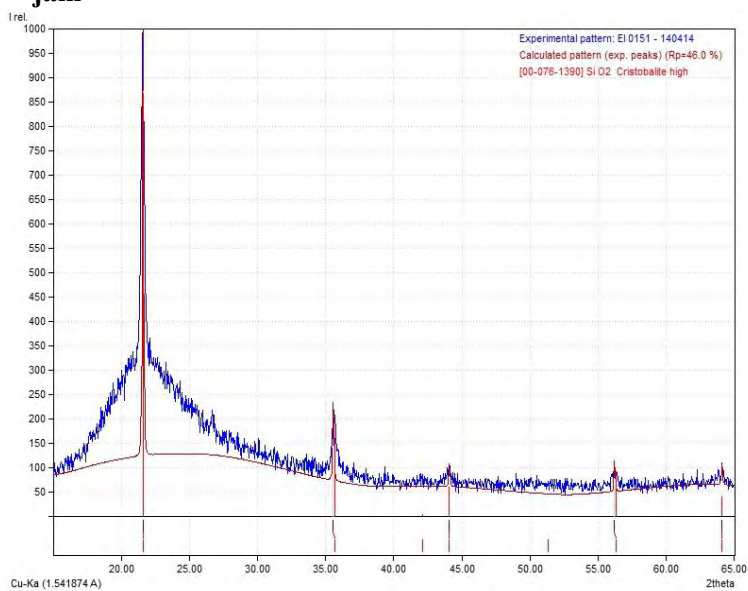
E. Hasil *Match* Nanosilika Kalsinasi Temperatur 950 °C 6 jam



F. Hasil *Match* Nanosilika Kalsinasi Temperatur 950 °C 8 jam



G. Hasil *Match* Nanosilika Kalsinasi Temperatur 950 °C 10 jam



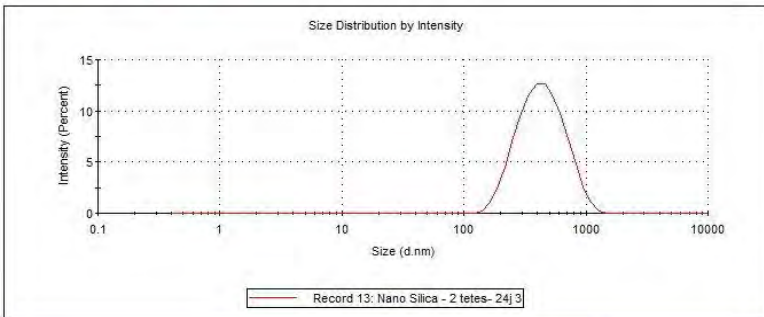
LAMPIRAN D

Hasil Pengujian PSA (*Particle Size Analyzer*)

A. Hasil Pengujian PSA Serbuk Nanosilika Tanpa Kalsinasi

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 390,3	Peak 1: 464,6	100,0	199,1
PdI: 0,173	Peak 2: 0,000	0,0	0,000
Intercept: 0,949	Peak 3: 0,000	0,0	0,000

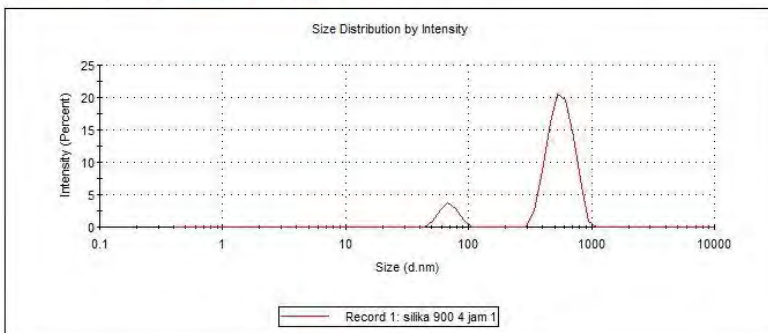
Result quality : Good



B. Hasil Pengujian PSA Serbuk Nanosilika 900 °C 4 Jam

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 478,1	Peak 1: 571,8	88,8	129,6
PdI: 0,637	Peak 2: 69,24	11,2	11,04
Intercept: 0,947	Peak 3: 0,000	0,0	0,000

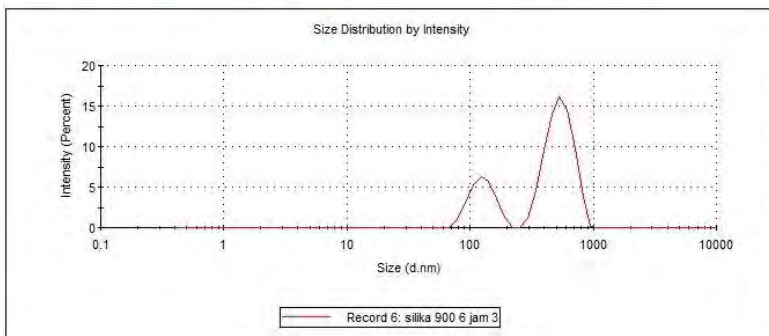
Result quality : Refer to quality report



C. Hasil Pengujian PSA Serbuk Nanosilika 900 °C 6 Jam

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 479,0	Peak 1: 541,3	73,8	130,3
Pd: 0,586	Peak 2: 127,3	26,2	27,76
Intercept: 0,915	Peak 3: 0,000	0,0	0,000

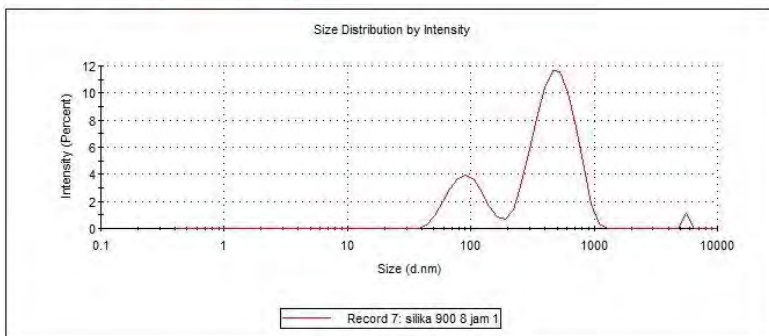
Result quality : Refer to quality report



E. Hasil Pengujian PSA Serbuk Nanosilika 900 °C 8 Jam

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 307,9	Peak 1: 502,8	75,9	175,8
Pd: 0,583	Peak 2: 96,30	23,0	32,34
Intercept: 0,947	Peak 3: 5560	1,1	6,104e-5

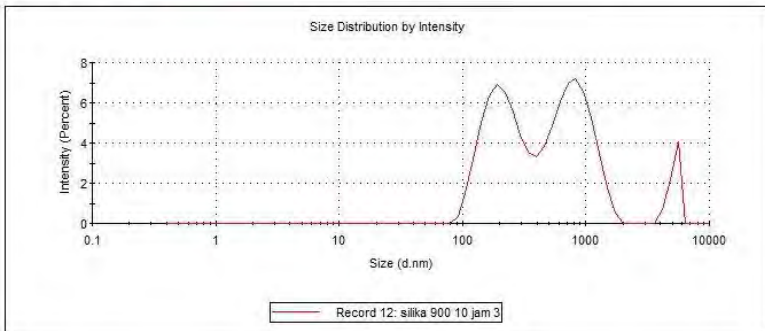
Result quality : Refer to quality report



F. Hasil Pengujian PSA Serbuk Nanosilika 900 °C 10 Jam

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 372,6	Peak 1: 809,9	48,2	294,5
PdI: 0,683	Peak 2: 221,4	45,1	80,11
Intercept: 0,930	Peak 3: 5181	6,7	485,2

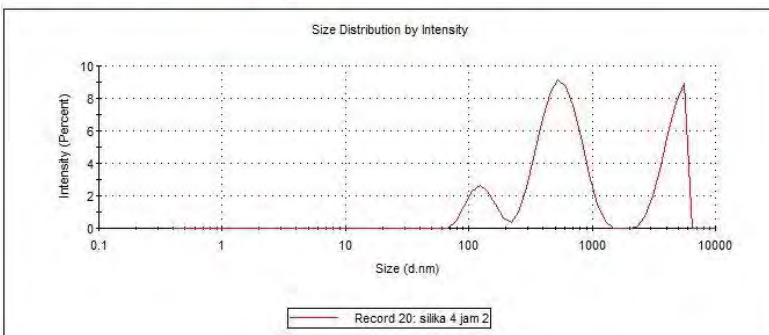
Result quality : Good



G. Hasil Pengujian PSA Serbuk Nanosilika 950 °C 4 Jam

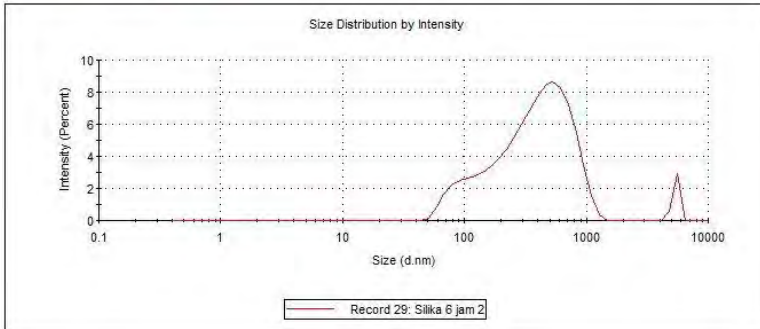
	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 614,5	Peak 1: 578,0	59,4	206,3
PdI: 0,877	Peak 2: 4564	29,1	855,0
Intercept: 0,926	Peak 3: 129,9	11,5	32,41

Result quality : Refer to quality report



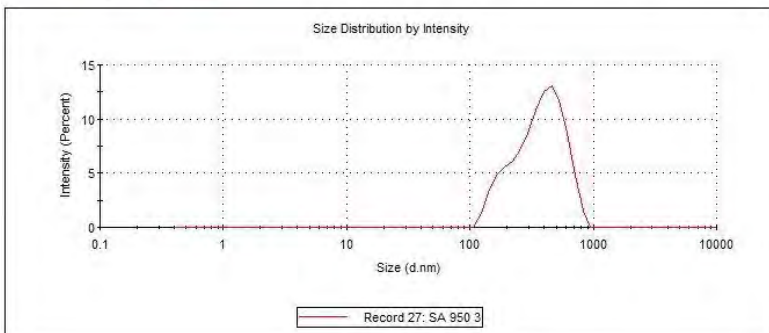
H. Hasil Pengujian PSA Serbuk Nanosilika 950 °C 6 Jam

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 389,2	Peak 1: 425,7	96,5	258,2
Pdl: 0,587	Peak 2: 5429	3,5	286,6
Intercept: 0,921	Peak 3: 0,000	0,0	0,000
Result quality : Good			



I. Hasil Pengujian PSA Serbuk Nanosilika 950 °C 8 Jam

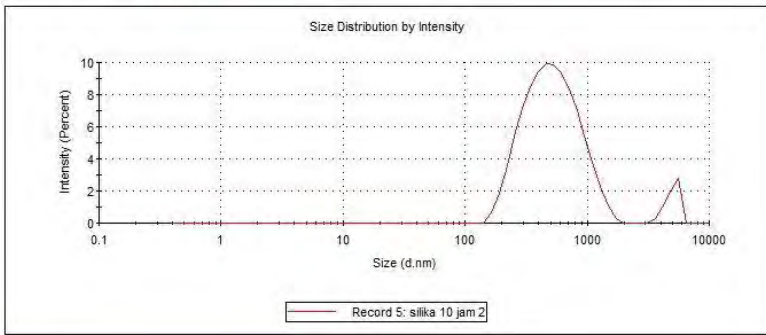
	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 419,8	Peak 1: 391,6	100,0	164,2
Pdl: 0,426	Peak 2: 0,000	0,0	0,000
Intercept: 0,955	Peak 3: 0,000	0,0	0,000
Result quality : Good			



J. Hasil Pengujian PSA Serbuk Nanosilika 950 °C 10 Jam

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 509,0	Peak 1: 565,2	94,0	287,4
Pdl: 0,355	Peak 2: 4975	6,0	626,0
Intercept: 0,951	Peak 3: 0,000	0,0	0,000

Result quality : **Good**



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A	Hasil XRF Serbuk Awal Pasir Pantai Bancar dan Serbuk Nanosilika.....	57
Lampiran B	DATA ICSD Analisis Kualitatif Data Difraksi Sinar-X	59
Lampiran C	Hasil <i>Match</i> Pola Difraksi Sinar-X	65
Lampiran D	Hasil Pengujian PSA (<i>Particle Size Analyzer</i>).....	69