

# Analisis Silika (SiO<sub>2</sub>) Hasil Kopresipitasi Berbasis Bahan Alam menggunakan Uji XRF dan XRD

Linda Silvia\* dan Mochamad Zainuri

Departemen Fisika, Fakultas Sains, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS),  
Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111

## Intisari

Proses sintesis silika (SiO<sub>2</sub>) berbasis bahan alam telah dilakukan dengan metode kopresipitasi menggunakan NaOH. Bahan dasar pasir alam yang digunakan berasal dari pasir pantai Bancar, Tuban, Jawa Timur, Indonesia. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui SiO<sub>2</sub> berbasis bahan alam menggunakan uji XRF dan XRD. Penelitian dilakukan dengan perlakuan yang berbeda. Kajian awal dari analisis *X-ray Fluorescence* (XRF) menunjukkan bahwa pasir alam pantai Bancar yang digunakan mengandung unsur Si 81,7 wt%. Berdasarkan pola *X-ray Diffraction* (XRD) mengindikasikan bahwa SiO<sub>2</sub> hasil sintesis yang terbentuk adalah silika kuarsa dengan *background* amorf. Kandungan SiO<sub>2</sub> yang didapatkan menunjukkan kesesuaian yang baik dilakukan dengan analisis menggunakan software *Rietica* diperoleh GoF < 4% dan menggunakan software MAUD diperoleh estimasi ukuran kristal silika hasil kopresipitasi  $\sim 52,7 \pm 21,9$  nm. Diharapkan kandungan SiO<sub>2</sub> yang diperoleh memiliki potensi yang menjanjikan sebagai aplikasi material teknologi tinggi.

## Abstract

The process of silica (SiO<sub>2</sub>) synthesis based on natural resources has been carried out by the coprecipitation method using NaOH. The basic ingredients of natural sand used are from Bancar beach sand, Tuban, East Java, Indonesia. This study aims to determine the content of SiO<sub>2</sub> based on natural resources using XRF and XRD. The study was conducted with different training. Based on X-ray fluorescence (XRF) analysis showed that the Bancar beach sand used contained Si element 81.7 wt%. X-ray Diffraction (XRD) pattern showed that the synthesized of SiO<sub>2</sub> produced is quartz silica with an amorphous background. The SiO<sub>2</sub> content obtained in accordance with the suitability carried out by analysis using *Rietica* obtained GoF 4% and using MAUD software obtained an estimate of the size of the silica crystals from coprecipitation  $\sim 52.7 \pm 21.9$  nm. It is expected that the SiO<sub>2</sub> reserves obtained have the potential expected to be the application of high technology materials.

Keywords: coprecipitation; NaOH; natural resources; silica

\*Corresponding author: linda@physics.its.ac.id; lindaa.silvia@gmail.com

<http://dx.doi.org/10.12962/j24604682.v16i1.5322>  
2460-4682 ©Departemen Fisika, FSAD-ITS

## I. PENDAHULUAN

Pasir silika merupakan salah satu bahan mineral yang keberadaannya di alam sangat melimpah dan dapat dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi, namun bahan tersebut masih bercampur dengan unsur mineral lain. Untuk dapat memaksimalkan penggunaan bahan tersebut dibutuhkan teknologi pemurnian hingga diperoleh bahan silika dengan kemurnian tinggi. Oleh sebab itu, diupayakan untuk memisahkannya dari unsur lain dan meningkatkan prosentase beratnya sehingga dapat dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi teknologi tinggi, salah satu contohnya yaitu dapat dimanfaatkan sebagai material anti korosi, material hidrofobik dan lain sebagainya.

Salah satu cara yang digunakan untuk memperoleh SiO<sub>2</sub> dengan kemurnian tinggi dapat diperoleh dengan sintesis SiO<sub>2</sub> berbasis pasir alam dengan kandungan unsur Si cukup tinggi menggunakan metode kopresipitasi. Metode ko-

presipitasi (pengendapan) merupakan salah satu jenis teknik fabrikasi dengan cara kimia yang membawa suatu zat terlarut ke bawah sehingga terbentuk endapan yang dikehendaki. 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. Sehingga dengan menggunakan proses ini memungkinkan untuk menghasilkan serbuk dengan ukuran kristal [1].

SiO<sub>2</sub> berbasis bahan alam merupakan hal yang menarik untuk diteliti karena memanfaatkan bahan alam yang melimpah yang dapat dimanfaatkan sebagai material teknologi tinggi. Salah satu contoh yang pernah dilakukan pada penelitian yang lain yaitu pada sintesis nanosilika dari abu sekam padi diper-

oleh kemurnian 98% dengan menggunakan metode kopresipitasi [2] dan dengan menggunakan *high energy milling* [3]. Bahkan telah berhasil diperoleh silika dengan kadar kemurnian tinggi (> 99%) dari abu/limbah sampingan industri gula [4]. Sehingga dengan adanya berbagai macam pemurnian silika yang telah ada sebelumnya, maka pemurnian silika yang diperoleh dari bahan pasir alam pantai Bancar diharapkan berhasil disintesis menggunakan metode kopresipitasi menjadi SiO<sub>2</sub>. Penelitian ini ditekankan pada pengaruh runutan perlakuan pemberian HCl dan aquades, karena dalam eksperimen di laboratorium kadang terjadi perubahan runutan pemberian HCl dan aquades.

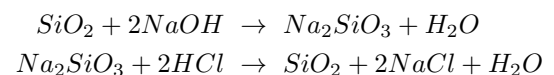
Dalam penelitian ini dilakukan juga bagaimana pengaruh runutan pemberian perlakuan HCl dan aquades terhadap hasil SiO<sub>2</sub> yang diperoleh yang kemudian akan diproses menggunakan metode kopresipitasi. Dalam penelitian ini karakteristik hasil sintesis menggunakan XRF untuk mengetahui kandungan unsur yang terdapat dalam suatu bahan dan pengujian XRD untuk mengidentifikasi fasa suatu bahan. Pada penelitian ini, pengujian XRD dilakukan pada jangkauan sudut  $2\theta$  pada sudut 15-65°. Identifikasi fasa didapatkan dari analisis pola difraksi sinar-x dari fasa yang terbentuk sehingga dapat diketahui ada atau tidaknya fasa kristal ataupun fasa amorf yang terbentuk. Proses identifikasi fasa dilakukan menggunakan software *Match!* dengan pencocokan data pola difraksi terukur dan terhitung. Pola difraksi terukur adalah puncak hasil difraksi material yang diuji, sedangkan data terhitung adalah data yang diperoleh dari database menggunakan *Powder Diffraction File* (PDF). Tahapan yang dilakukan dari software *Match!* terdiri dari *peak search* (menentukan posisi puncak) dan *search Match!* (pencarian posisi puncak dan pencocokan terhadap basis data [5]). Analisis selanjutnya yaitu secara kuantitatif menggunakan perangkat software *Rietica* untuk mengetahui komposisi fasa dan software *MAUD* yang digunakan untuk mengetahui estimasi ukuran kristal.

## II. METODOLOGI

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah pasir alam pantai Bancar, Tuban, Jawa Timur. Tahap pertama yang dilakukan adalah ekstraksi sampel pasir yang digunakan dengan melakukan pengeringan sampel. Sampel pasir yang sudah kering diseparasi menggunakan magnet permanen yang bertujuan untuk menghilangkan kandungan bahan magnetik yang terdapat pada pasir pantai kemudian dilakukan pencucian dengan aquades beberapa kali menggunakan *ultrasonic cleaner* untuk menghilangkan pengotor yang menempel pada pasir pantai. Tahap berikutnya yang dilakukan yaitu *drying* untuk menghilangkan kadar air yang terdapat pada sampel. Sampel yang sudah diperoleh melalui metode ekstraksi dilakukan pengujian *X-Ray Fluorescence* (XRF) dan *X-Ray Diffraction* (XRD).

Pada penelitian ini ditekankan pada pengaruh runutan perlakuan pemberian HCl dan aquades, karena dalam eksperimen di laboratorium kadang terdapat perubahan runutan pemberian HCl dan aquades. Dalam penelitian ini akan diteliti bagaimana pengaruh runutan pemberian perlakuan HCl dan

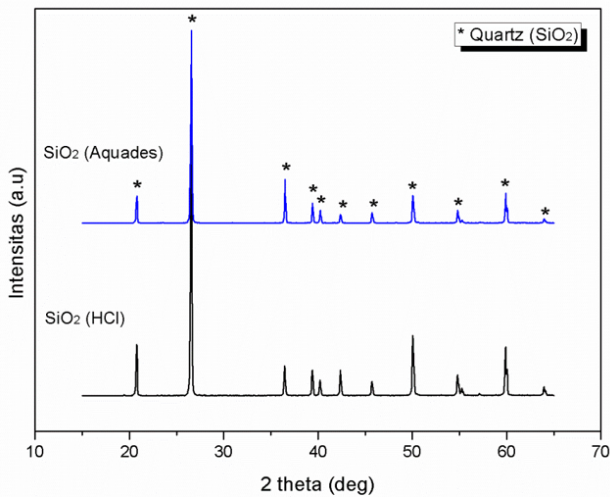
aquades terhadap hasil SiO<sub>2</sub> yang diperoleh yang kemudian akan dilanjutkan proses selanjutnya menggunakan metode kopresipitasi. Variasi perlakuan diberikan berupa: perlakuan pertama, pasir alam pantai Bancar direndam dalam HCl 2M selama 12 jam kemudian disaring dan *drying* pada temperatur 100°C selama 2 jam kemudian dilakukan pencucian dengan aquades sampai pH netral dan dikeringkan kembali yang disebut sebagai "SiO<sub>2</sub> (HCl)". Perlakuan kedua, pasir alam pantai Bancar direndam dalam HCl 2M selama 12 jam kemudian dilakukan pencucian dengan aquades sampai pH netral dan dikeringkan yang disebut sebagai "SiO<sub>2</sub> (Aquades)". Tahap selanjutnya setelah pemberian variasi perbedaan perlakuan awal yaitu menimbang sampel hasil perlakuan awal 4 gram dan direaksikan menggunakan NaOH 7M. Larutan lolos saring ditambah air kemudian ditambahkan HCl 2M dengan mengontrol sampai pH 7 (kondisi netral). Setelah terbentuk gel silika hentikan titrasi untuk kondisi pH 7 (kondisi netral). Dari proses titrasi dihasilkan gel jernih yang lembut. Gel tersebut kemudian dibiarkan pada temperatur kamar selama 24 jam, kemudian disaring dan dicuci dengan menggunakan aquades sampai pH 7 untuk menghilangkan garam yang terbentuk selama proses sintesis. Reaksi kimia yang terjadi dalam proses sintesis serbuk silika berbasis pasir alam sebagai berikut:



Ketika serbuk pasir alam hasil ekstraksi dicampur dengan natrium hidroksida, akan dihasilkan natrium silikat yang bercampur air. Natrium silikat direaksikan dengan asam klorida hingga terjadi endapan dari silika, natrium klorida, dan air. Kemudian dilakukan penyaringan dan pencucian endapan silika sampai pH 7 (kondisi netral) untuk menghilangkan garam yang terbentuk selama proses sintesis. Setelah itu sampel yang terbentuk *didrying* pada suhu  $\pm 100^\circ\text{C}$  untuk menghilangkan kadar air. Sampel yang sudah diperoleh dilakukan pengujian XRD.

## III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan hasil analisis menggunakan software *Match!* menunjukkan bahwa pola difraksi sinar-X pasir alam Bancar yang belum dilakukan perlakuan diketahui bahwa puncak-puncak yang teridentifikasi mempunyai fasa dominan berupa kuarsa (SiO<sub>2</sub>). Software *Match!* digunakan untuk mengetahui hasil XRD dengan data yang telah dimiliki oleh software dibandingkan dengan data yang diperoleh dari hasil penelitian, dimana dapat diketahui fasa yang terdapat dalam suatu bahan. Hal tersebut didukung juga dengan adanya data pengujian XRF dengan kandungan unsur Si yang mendominasi sampel pasir alam pantai Bancar dan beberapa unsur lain dengan prosentase cukup kecil. Pengujian XRF pada pasir alam berfungsi untuk mengetahui kandungan unsur yang terdapat pada sampel. Berdasarkan hasil pengujian XRF ditunjukkan bahwa kandungan terbanyak unsur pembentuk pasir alam adalah Si sebesar 81,7% dan beberapa unsure lain seperti kalsium (Ca) 14,8%, besi (Fe) 2,49%, dan unsur lainnya



Gambar 1: Pola Difraksi sinar-X pasir alam pantai Bancar setelah proses perbedaan perlakuan runutan perendaman HCl dan Aquades.

TABEL I: Hasil pengujian XRF sampel pasir alam Bancar.

Sampel	E l e m e n (wt%)			
	Si	Ca	Fe	Lainnya
Pasir Bancar	81,7	14,8	2,49	<1,00

dengan prosentase yang kecil <1% yang bisa disebut sebagai impuritas, seperti ditunjukkan pada Tabel I. Impuritas merupakan komposisi yang tidak diharapkan, sehingga untuk mendapatkan  $\text{SiO}_2$  dengan kemurnian tinggi membutuhkan metode yang sesuai untuk menghilangkan impuritas dari material tersebut, salah satunya yaitu dengan menggunakan metode kopresipitasi.

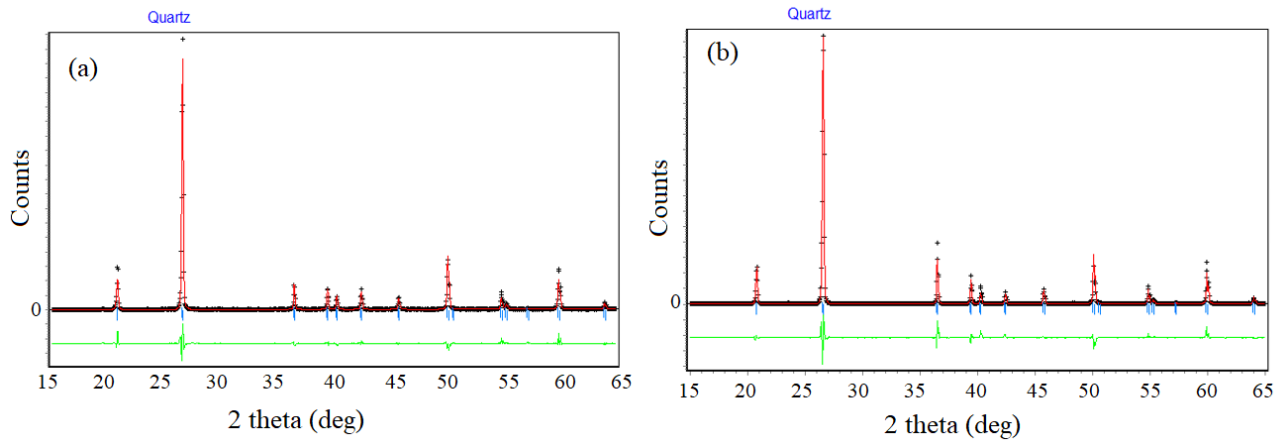
Pada penelitian ini, sintesis dilakukan dengan perlakuan yang berbeda dan ditekankan pada pengaruh runutan perlakuan pemberian HCl dan aquades, karena dalam eksperimen di laboratorium kadang terdapat perubahan runutan pemberian HCl dan aquades. Juga diteliti bagaimana pengaruh runutan pemberian perlakuan HCl dan aquades terhadap hasil  $\text{SiO}_2$  yang diperoleh sebelum dilanjutkan ke proses selanjutnya. Variasi perlakuan diberikan berupa: perlakuan pertama, pasir alam pantai Bancar direndam dalam HCl 2M selama 12 jam kemudian disaring dan *drying* pada temperatur  $100^\circ\text{C}$  selama 2 jam kemudian dilakukan pencucian dengan aquades sampai pH netral dan dikeringkan kembali yang disebut sebagai "silika HCl". Perlakuan kedua, pasir alam pantai Bancar direndam dalam HCl 2M selama 12 jam kemudian dilakukan pencucian dengan aquades sampai pH netral dan dikeringkan yang disebut sebagai "silika aquades". Setelah itu dilanjutkan ke dalam proses kopresipitasi, sehingga yang membedakan perlakuan adalah ketika proses awal ekstraksi. Pasir alam pantai Bancar yang direndam ke dalam HCl 2M selama 12 jam bertujuan untuk mengurangi impuritas yang terdapat dalam pasir dimana akan terlarut dalam HCl. Pola difraksi sinar-X (target Cu,  $\lambda K\alpha = 1.5418 \text{ \AA}$ ) yang diperoleh dari serbuk

$\text{SiO}_2$  setelah proses perendaman pasir alam pantai Bancar ke dalam HCl 2M dengan perlakuan yang berbeda ditunjukkan pada Gambar 1.

Pada Gambar 1 menunjukkan bahwa perlakuan yang berbeda pada runutan perendaman pasir alam pantai Bancar ke dalam HCl 2M menghasilkan puncak yang sama, dimana terlihat bahwa pola puncak difraksi tidak ada perubahan secara signifikan antara kedua perlakuan tersebut, dimana terlihat karakteristik puncak kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ) terdapat pada  $2\theta = 20,81; 26,59; 36,51; 39,42; 40,33; \text{ dan } 42,40^\circ$  sesuai dengan Cif 1011159. Namun jika dibandingkan dengan pasir alam pantai Bancar tanpa perlakuan, terlihat perubahan secara signifikan berupa perubahan pola puncak difraksi yang menunjukkan bahwa proses perendaman HCl dapat mengurangi impuritas yang terdapat dalam pasir alam pantai Bancar, seperti Ca, Fe, Ti, Cu, dapat terlarut dalam larutan asam kuat (HCl). Pola difraksi sinar-X serbuk  $\text{SiO}_2$  yang sama menunjukkan fasa yang terkandung dalam material akan sama sesuai dengan analisis menggunakan software *Match!* bahwa setelah perendaman HCl 2M menunjukkan dominan fasa tunggal berupa kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ).

Selanjutnya, analisis menggunakan software *Rietica* menunjukkan bahwa fasa yang diperoleh dominan fasa tunggal berupa kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ), seperti ditunjukkan pada Gambar 2. *Rietica* merupakan salah satu metode *Rietveld* yang merupakan sebuah metode pencocokan tak-linier kurva pola difraksi terhitung (model) dengan pola difraksi terukur (eksperimen) yang didasarkan pada data struktur kristal dengan metode kuadrat terkecil (*least squares*) [6]. Apabila telah dicapai keadaan dengan harga simpangan terkecil, berarti telah dicapai kesesuaian antara data difraksi pengukuran dan perhitungan. Tahapan analisis *Rietveld* yang dilakukan yaitu pengumpulan data difraksi sampel, identifikasi fasa dalam sampel dari data pola difraksi terukur dan terhitung (data ICSD/PDF/Cif) yang sesuai dengan sampel, penyusunan model (pola terhitung), dan penghalusan parameter-parameter hingga diperoleh selisih kuadrat terkecil antara pola difraksi terukur dengan terhitung. Indeks keberhasilan atau nilai-nilai R banyak digunakan dalam kristalografi untuk menilai keberhasilan penghalusan dengan metode *Rietveld*. Hasil refinement dapat diterima apabila telah memenuhi nilai-nilai dari indeks reabilitas (R) yang terdiri dari *Figures of Merits* (FoM) yaitu *R-profile* (Rp), *R-weighted profile* (Rwp), *R-expected* (Rexp), *Goodness of Fit* (GoF). Parameter-parameter tersebut adalah tolak ukur kesesuaian antara pola difraksi terukur dan terhitung. Nilai FoM akan berubah selama penghalusan, semakin kecil harga indeks yang diperoleh maka semakin tinggi tingkat kesesuaian antara model penghitungan dan pengukuran [7].

Pada penelitian ini dibuat model fasa kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ) dari Cif 1011159 yang selanjutnya dilakukan pencocokan pola difraksi terhitung dan terukur yang disebut sebagai proses *refinement*. Hasil *refinement* yang dilakukan dapat dikatakan *acceptable* atau diterima apabila nilai-nilai kesesuaian parameter (FoM) yaitu nilai Rwp < 20% dan nilai kesesuaian antara pola difraksi terhitung dan pola difraksi terukur GoF < 4% [8,9]. Selain itu tingkat kesesuaian antara pola difraksi terukur dan pola difraksi terhitung dikatakan cukup baik apabila tidak



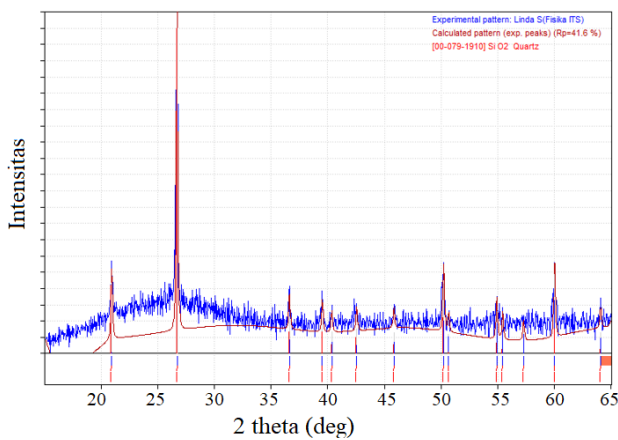
Gambar 2: Hasil penghalusan data difraksi sampel dengan software *Rietica* (a) SiO<sub>2</sub> (HCl) dan (b) SiO<sub>2</sub> (Aquades). Pola difraksi terukur tanda (+) tercetak **tebal**, pola difraksi terhitung garis lurus **merah**, kurva **hijau** adalah plot selisih antara pola difraksi terukur dengan pola difraksi terhitung, garis-garis tegak **biru** menunjukkan posisi puncak Bragg pada fase tersebut.

TABEL II: Tingkat kesesuaian (FoM) dari penghalusan *Rietveld* sampel kuarsa (SiO<sub>2</sub>) sebelum proses kopresipitasi dengan software *Rietica*.

SiO <sub>2</sub> (Kuarsa)	FoM (%)			
	GoF	Rp	Rwp	Rexp
HCl	2,9	14,11	19,15	11,16
Aquades	3,8	16,72	22,34	11,34

TABEL III: Tingkat kesesuaian (FoM) dari penghalusan *Rietveld* sampel kuarsa (SiO<sub>2</sub>) setelah proses kopresipitasi dengan software *Rietica*.

SiO <sub>2</sub> (Kuarsa)	FoM (%)			
	GoF	Rp	Rwp	Rexp
	1,54	11,84	14,76	10,57



Gambar 3: Hasil *Search Match* pola difraksi SiO<sub>2</sub> setelah proses kopresipitasi.

terjadi fluktuasi yang signifikan pada plot selisih antara pola difraksi data terukur dan terhitung. Nilai FoM dan rendahnya fluktuasi plot menandakan bahwa proses penghalusan selesai dan parameter yang dihasilkan dapat digunakan untuk analisis lebih lanjut. Berdasarkan sampel yang telah dikarakterisasi menggunakan XRD secara umum diketahui bahwa fasa yang terbentuk adalah fasa tunggal padatan kuarsa (SiO<sub>2</sub>) dengan bentuk kristal trigonal grup ruang "P 32 2 1 S", seperti

ditunjukkan pada Gambar 2. dengan output penghalusan *Rietveld* untuk pola data difraksi ditunjukkan pada Tabel II. Tabel II menunjukkan bahwa terpenuhinya kriteria kecocokan yang dapat diterima, sehingga parameter yang dianalisis menunjukkan bahwa setelah proses ekstraksi fasa yang terbentuk dominan fasa tunggal. Selain itu tingkat kesesuaian antara pola difraksi terukur dan pola difraksi terhitung dikatakan cukup baik karena tidak terjadi fluktuasi yang signifikan pada plot selisih antara pola difraksi data terukur dan terhitung.

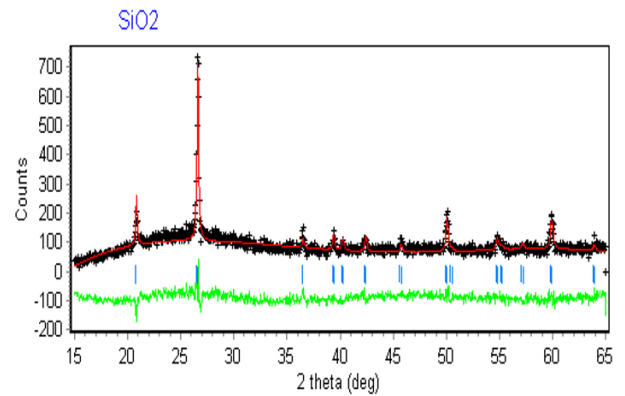
Berdasarkan analisis pola difraksi sinar-X setelah proses kopresipitasi menggunakan software *Match2!* menunjukkan terbentuknya dominan fasa tunggal berupa kuarsa (SiO<sub>2</sub>) dengan *background* amorphous, seperti ditunjukkan pada Gambar 3. Analisis selanjutnya menggunakan software *Rietica* menunjukkan tingkat kemurnian yang tinggi dengan ditunjukkannya tingkat kesesuaian yang cukup baik dan dapat diterima. Namun, penentuan prosentase (fraksi berat) tidak dapat dilakukan pada sampel fasa tunggal. Apabila sudah memenuhi kriteria tersebut dapat disimpulkan bahwa sampel mempunyai kandungan SiO<sub>2</sub> yang dominan dengan kemurnian tinggi mencapai 100%. Sehingga dapat disimpulkan bahwa kemurnian sampel pasir alam pantai Bancar meningkat setelah mengalami proses kopresipitasi, seperti ditunjukkan pada Tabel III. Hal ini menunjukkan pengotor-pengotor selain SiO<sub>2</sub> telah larut ke dalam larutan HCl. Tampak bahwa tingkat kesesuaian antara data terhitung dan terukur cukup baik, yang ditunjukkan oleh kesesuaian antara model terhitung dengan model terukur.

TABEL IV: Nilai *Figured-of-Merit* (FoM) hasil penghalusan menggunakan software *MAUD* sampel kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ).

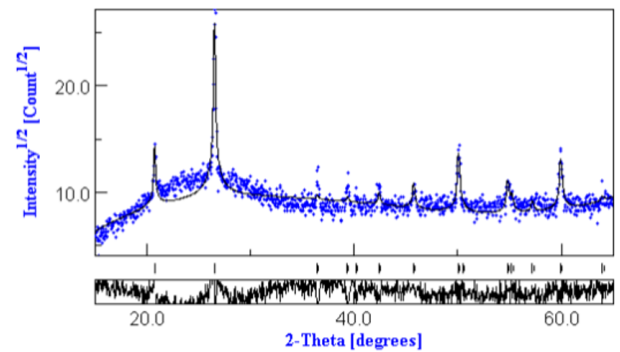
$\text{SiO}_2$ (Kuarsa)	FoM (%)				
	Sig	Rw	Rwnb	Rb	Rexp
	1,6	16,9	23	13,5	10,5

Fluktuasi selisih (*difference plot*) yang ditunjukkan pada garis di bawah kedua model pada Gambar 4 juga kecil, sehingga menunjukkan bahwa proses penghalusan berhasil cukup baik. Karakteristik puncak kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ) terdapat pada  $2\theta = 20,84; 26,61; 36,51; 39,40; 40,24; \text{ dan } 42,43^\circ$ . Untuk menghasilkan kemurnian yang tinggi tersebut sintesis dilakukan dengan metode kopresipitasi dengan menggunakan NaOH. Molaritas NaOH berperan besar dalam proses pembentukan sodium silikat untuk menghasilkan  $\text{SiO}_2$ . Apabila sodium silikat sudah terbentuk maka bisa dilanjutkan pada proses titrasi untuk mendapatkan  $\text{SiO}_2$ . Molaritas dan pH berfungsi sebagai *driving force* dalam pembentukan kristal. Sampel yang dihasilkan berupa silika kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ) dengan *background* amorphous, dimana fasa yang teridentifikasi menggunakan software *Match2!* yaitu silika kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ) disertai karakteristik pelebaran puncak difraksi sebagai *background* amorphous pada sudut  $2\theta = 26^\circ$ . Menurut Pratapa dkk [10], lebar puncak dan tinggi puncak dapat mengindikasikan ukuran kristal nanometrik dan kristalinitas suatu material. Penelitian yang lain juga telah dilakukan (Surahmat Hadi, 2011) [11] terbentuk polikristal pada molaritas 7 dengan pH akhir 7. Penelitian juga dilakukan oleh Dubey dkk [12] mengenai sintesis dan karakterisasi nanopartikel  $\text{SiO}_2$  melalui metode sol-gel untuk aplikasi industri diperoleh  $\text{SiO}_2$  amorphous dengan kemurnian tinggi yang ditunjukkan tidak adanya puncak pola difraksi selain  $\text{SiO}_2$  amorphous dengan ukuran diameter partikel rata-rata  $\sim 25$  nm. Munasir dkk [13], membuat komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  dari bahan alami yang disintesis dengan metode kopresipitasi menghasilkan lebar puncak  $2\theta$  pada  $24^\circ$  yang menunjukkan keberadaan  $\text{SiO}_2$  dalam bentuk amorphous.

Analisis data difraksi selanjutnya dapat digunakan untuk estimasi ukuran kristal menggunakan software *MAUD* menunjukkan bahwa ukuran kristal kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ) hasil kopresipitasi adalah  $\sim 52,7 \pm 21,9$  nm. Angka di belakang adalah kiraan standar deviasi angka di depannya. Software *MAUD* digunakan untuk menentukan estimasi ukuran kristal dari suatu sampel, seperti ditunjukkan pada Gambar 5. Seperti software *Rietica*, pada software *MAUD* juga dilakukan *refinement* berupa perubahan parameter-parameter untuk pencocokan pola difraksi terhitung dan terukur. Berdasarkan hasil analisis menggunakan software *MAUD*, menunjukkan tingkat kesesuaian (FoM) dari penghalusan *Rietveld* sampel serbuk  $\text{SiO}_2$  ditunjukkan pada Tabel IV. Menurut Lutterotti [14], penghalusan *Rietveld* dapat diterima menurut kriteria yang disyaratkan yaitu *sig* (*sigma values*)  $< 2\%$ . Puncak difraksi yang semakin tinggi menandakan kristalinitas yang



Gambar 4: Hasil penghalusan data difraksi sampel hasil kopresipitasi dengan software *Rietica* pada jangkauan sudut ( $2\theta = 15-65^\circ$ ). Pola difraksi terukur tanda (+) tercetak **tebal**, pola difraksi terhitung garis warna **merah**, warna **hijau** adalah plot selisih antara pola difraksi terukur dengan terhitung, garis tegak **biru** menunjukkan posisi puncak Bragg pada fase tersebut.



Gambar 5: Plot hasil refinement software *MAUD* sampel kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ). Pola difraksi terukur digambarkan dengan warna **biru** dan pola difraksi terhitung dengan garis **hitam**. Kurva paling bawah adalah plot selisih antara pola difraksi terhitung dan terukur.

meningkat. Gambar 5 menunjukkan keberhasilan refinement dengan diperolehnya nilai *sig*  $< 2\%$ . Selain nilai *sig* hasil penghalusan juga ditandai dengan tidak adanya nilai fluktuatif pada plot selisih yang signifikan antara pola difraksi terhitung dengan pola difraksi terukur.

#### IV. SIMPULAN

Berdasarkan pembahasan di atas dapat disimpulkan bahwa:

1. Perlakuan perubahan runutan pemberian HCl dan aquades pada tahap awal sebelum sintesis tidak memberikan pengaruh signifikan terhadap pola difraksi sinar-X yang dihasilkan.

2. Sintesis kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ) berbasis pasir alam pantai Bancar dengan metode kopresipitasi menggunakan NaOH telah berhasil dilakukan dan menghasilkan fase tunggal berupa kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ) dengan *background* amorphous dan hasil estimasi perhitungan ukuran kristal kuarsa

( $\text{SiO}_2$ )  $\sim 52,7 \pm 21,9$  nm.

3. Fasa kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ) terbentuk dengan kemurnian tertinggi hingga 100%.

- 
- [1] K. El Indah Nia, "Sintesis Serbuk Nanokristalin  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$  dan  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  dengan Metode Kopresipitasi", Tugas Akhir, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, 2007.
- [2] T. Nittaya and N. Apinon, "Preparation of Nanosilica Powder from Rice Husk Ash by Precipitation Method", Chiang Mai J. Sci., vol. 35, pp. 206211, Jan. 2008.
- [3] E. van Hoek and R. Winter, "Amorphous silica and the intergranular structure of nanocrystalline silica", Phys Chem Glass, vol. 43C, pp. 80, 2002.
- [4] A. Samsudin, S. Heru, W. Sugeng, P. Agus, and B. Ratna, "A facile method for production of high-purity silica xerogel from bagasse ash", Adv Pow Tech, vol. 20, pp. 468-472, 2009.
- [5] P. Suminar, "Analisis Data Difraksi Menggunakan Rietveld", ITS Surabaya, 2009.
- [6] H. Rietveld, "A profile refinement method for nuclear and magnetic structures", Journal of Applied Crystallography, vol. 2, pp. 65-71., 1969.
- [7] D. Rosma, "Sintesis Magnesium Oksida Menggunakan Metode Logam - Terlarut Asam", Tugas Akhir, Fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, 2015.
- [8] E.H. Kisi, "Rietveld Analysis of powder diffraction patterns", Materials Forum, vol. 18, pp. 135-153, 1994.
- [9] W. Smith, "Principles of Material and Sciences Engineering", Third Edition, Mc Graw-Hill Inc USA, pp. 581, 1996.
- [10] S. Pratapa, "Bahan Kuliah Difraksi Sinar-X", Jur. FMIPA ITS Surabaya, 2004.
- [11] S. Hadi, Munasir, and Triwikantoro, "Sintesis Silika Berbasis Pasir Alam Bancar Menggunakan Metode Kopresipitasi", Tesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, 2011.
- [12] R.S. Dubey, Y.B.R.D. Rajesh, and M.A. More, "Synthesis and Characterization of  $\text{SiO}_2$  Nanoparticles via Sol-gel Method for Industrial Applications", Elsevier Enhanced Reader, pp. 3575-3579, 2015.
- [13] Munasir, *et al.*, "Composites of  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  from Natural Material Synthesized by Co-Precipitation Method", in IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng., vol. 202, 2017.
- [14] S. Lutterotti, "MAUD: Material Analysis using Diffraction", Natl. Res. Counc. Can. Ott. 1999, pp. 1599-1604, 1999.