

**OPTIMALISASI PARAMETER pH PADA SINTESIS
NANOSILIKA DARI PASIR BESI MERAPI DENGAN
EKSTRAKSI MAGNET PERMANEN
MENGGUNAKAN METODE KOPRESIPITASI**

SKRIPSI

Untuk memenuhi sebagian persyaratan
mencapai derajat Sarjana S-1

Program Studi Fisika



diajukan oleh :
Dwi Noor Jayanti
10620008

Kepada

**PROGRAM STUDI FISIKA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI SUNAN KALIJAGA
YOGYAKARTA
2014**

**PENGESAHAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR**

Nomor : UIN.02/D.ST/PP.01.1/1814/2014

Skripsi/Tugas Akhir dengan judul

: Optimalisasi Parameter pH Pada Sintesis Nanosilika Dari Pasir Besi Merapi Dengan Ekstraksi Magnet Permanen Menggunakan Metode Kopresipiasi

Yang dipersiapkan dan disusun oleh :

Nama : Dwi Noor Jayanti

NIM : 10620008

Telah dimunaqasyahkan pada : 12 Juni 2014

Nilai Munaqasyah : A

Dan dinyatakan telah diterima oleh Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga

TIM MUNAQASYAH :

Ketua Sidang

Retno Rahmawati, M.Si
NIP.19821116 200901 2 006

Penguji I

Karmanto, S.Si., M.Sc.
NIP.19820504 200912 1 005

Penguji II

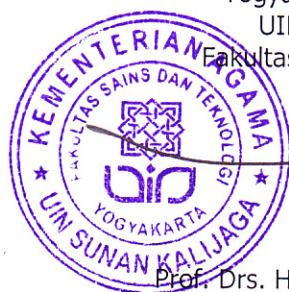
Asih Melati, S.Si.,M.Sc.
NIP. 19841110 201101 2 017

Yogyakarta, 23 Juni 2014

UIN Sunan Kalijaga

Fakultas Sains dan Teknologi

Dekan

Prof. Drs. H. Akh. Minhaji, M.A, Ph.D
NIP. 19580919 198603 1 002



SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR

Hal : Surat Persetujuan Skripsi

Lamp : -

Kepada

Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi

UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta

di Yogyakarta

Assalamu'alaikum wr. wb.

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami selaku pembimbing berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Dwi Noor Jayanti

NIM : 10620008

Judul Skripsi : Optimalisasi Parameter pH pada Sintesis Nanosilika dari Pasir Besi Merapi dengan Ekstraksi Magnet Permanen Menggunakan Metode Kopresipitasi

sudah dapat diajukan kembali kepada Program Studi FISIKA Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam Fisika Sains.

Dengan ini kami mengharap agar skripsi/tugas akhir Saudara tersebut di atas dapat segera dimunaqsyahkan. Atas perhatiannya kami ucapkan terima kasih.

Wassalamu'alaikum wr. wb.

Yogyakarta, 04 Juni 2014
Pembimbing I

Retno Rahmawati, M.Si.
NIP. 19821116 200901 2 006

PERNYATAAN BEBAS PLAGIARISME

Saya menyatakan bahwa skripsi yang saya susun, sebagai syarat memperoleh gelar sarjana merupakan hasil karya tulis saya sendiri. Adapun bagian-bagian tertentu dalam penulisan skripsi ini yang saya kutip dari hasil karya orang lain telah dituliskan sumbernya secara jelas sesuai dengan norma, kaidah dan etika penulisan ilmiah. Saya bersedia menerima sanksi pencabutan gelar akademik yang saya peroleh dan sanksi-sanksi lainnya sesuai dengan peraturan yang berlaku, apabila dikemudian hari ditemukan adanya plagiat dalam skripsi ini.

Yogyakarta, 05 Juni 2014



Dwi Noor Jayanti
NIM. 10620008

SURAT PERNYATAAN BERJILBAB

Dengan ini saya yang bertanda tangan di bawah ini menyatakan bahwa:

Nama : Dwi Noor Jayanti
NIM : 10620008
Prodi : Fisika
Fakultas : Sains dan Teknologi

menggunakan jilbab dalam ijazah atau akta. Oleh karena itu, saya tidak akan menuntut kepada Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga apabila di kemudian hari ada sesuatu hal yang berhubungan dengan hal tersebut.

Yogyakarta, 05 Juni 2014

Yang menyatakan,



Dwi Noor Jayanti
NIM. 10620008

MOTTO

Maju Terus Pantang Mundur

**Belajarlah dari kesalahan dimasa lalu, mencoba dengan cara yang
berbeda, dan selalu berharap untuk sebuah kesuksesan di masa
depan**

Do your best at any moment that you have

**Agar dapat membahagiakan seseorang, isilah tangannya dengan
kerja, hatinya dengan kasih sayang, pikirannya dengan tujuan,
ingatannya dengan ilmu yang bermanfaat, masa depannya dengan
harapan, dan perutnya dengan makanan (Frederick E. Crane)**

HALAMAN PERSEMBAHAN

Karya ini penulis persembahkan teruntuk :

-  *Almh. Mama dan Bapak tersayang, sebagai pahlawan hidupku dan jantung hidupku*
-  *Keluarga besar penulis mb Isti, mas Edi, dede Dzovic tercinta, ibu Marsudi dan keluarga, dan semua saudara yang telah mendukung dan senantiasa memberi senyuman dalam hidupku*
-  *Almamater tercinta Prodi Fisika Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga*

KATA PENGANTAR

السلام عليكم ورحمة الله وبركاته

Segala puji hanya bagi Allah SWT. yang telah memelihara seluruh alam semesta beserta isinya. Shalawat beserta salam atas junjungan Nabi Muhammad SAW., para sahabat, keluarga dan orang-prang yang senantiasa mengikuti sunah-sunahnya.

Dengan mengucapkan syukur alhamdulillah, penulis dapat menyelesaikan tugas akhir (skripsi) dengan judul "***Optimalisasi Parameter pH pada Sintesis Nanosilika dari Pasir Besi Merapi dengan Ekstraksi Magnet Permanen Menggunakan Metode Kkopresipitasi***" dengan baik. Penyusunan tugas akhir (skripsi) ini tidak lepas dari dukungan dan bantuan yang datang dari berbagai pihak yang sangat berarti, untuk itu dengan segenap kerendahan hati penulis mengucapkan terimakasih kepada :

1. Prof. Dr. H. Musa Asy'ari, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta.
2. Prof. Drs. H. Akhmad Minhaji, M.A., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.
3. Frida Agung Rahmadi, M.Sc, selaku Ketua Program Studi Fisika UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.
4. Retno Rahmawati, M.Si, selaku Penasehat Akademik Program Studi Fisika dan sekaligus selaku Dosen Pembimbing yang dengan sabar memberikan dorongan semangat serta memberikan bimbingan dengan penuh keikhlasan dan keterbukaan.

5. Karmanto, S.Si., M.Sc dan Asih Melati, S.Si., M.Sc selaku penguji yang telah banyak memberikan masukan dan dorongan untuk menjadi lebih baik.
6. Semua staf Tata Usaha dan karyawan dilingkungan Fakultas Sains dan Teknologi serta Laboratorium Terpadu UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.
7. Orang tua dan keluarga terutama Almh. mama, Bapak, mb Isti, mas Edi, dede Dzovic, ibu Marsudi dan keluarga, terimakasih untuk bantuan secara materil maupun moril, senyum mereka adalah kebahagian untuk penulis.
8. Sahabat tersayang Fisika 2010, Nur, Fuad, Herawati, Fiqih, Bang Alan, Kukuh, Lutfi, Bambang, Frisca, Irul, Ary, Yapie, Sidiq, Nana, Hanny, Fitri, Aya, Antik, Danny, Alaika. Terimakasih atas semua pengalaman terbaru bersama kalian.
9. Teman seperjuangan di fisika material, semangat kawan-kawan dan lanjutkan penelitian terbaru di fisika material.
10. Sahabat penulis Nida, Tika, Tresna, Vonna, terimakasih kerena telah berbagi asam manis kehidupan.

Penulis hanya dapat berdoa semoga mereka mendapatkan balasan kebaikan yang berlipat ganda dan penulis berharap semoga karya sederhana ini dapat bermanfaat. Amiin. Untuk menjadikan tulisan ini lebih baik, penulis mengharapkan saran dan kritik para pembaca.

وَالسَّلَامُ عَلَيْكُمْ وَرَحْمَةُ اللَّهِ وَبَرَكَاتُهُ

Yogyakarta, Juni 2014

Penulis

**OPTIMALISASI PARAMETER pH PADA SINTESIS NANOSILIKA DARI
PASIR BESI MERAPI DENGAN EKSTRAKSI MAGNET PERMANEN
MENGGUNAKAN METODE KOPRESIPITASI**

Dwi Noor Jayanti
10620008

INTISARI

Telah berhasil disintesis nanosilika dari pasir besi Merapi dengan ekstraksi magnet permanen menggunakan metode kopresipitasi dengan mengoptimalkan parameter pH. Pada penelitian ini, pasir 4 g direaksikan dengan NaOH 7M selama 1 jam (~70-80°C) untuk mendapatkan larutan *sodium silicate* (Na_2SiO_3). Larutan disaring kemudian dititrasi dengan HCl 2M hingga mencapai pH akhir larutan (pH 7, pH 4, dan pH 1) untuk mendapatkan silika gel. Hasil sintesis dikeringkan pada suhu ~85°C selama 3 jam hingga diperoleh serbuk SiO_2 . Karakterisasi hasil sintesis menggunakan XRD (*X-Ray Diffractions*) untuk mengetahui fasa dan ukuran kristal, FTIR (*Fourier Transformer Infrared Spectroscopy*) guna mengetahui gugus fungsi sampel, dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk mengetahui morfologi sampel. Berdasarkan analisis XRD menunjukkan bahwa ketiga sampel memiliki persentase fasa kristal silika berturut-turut sebesar 56,27% (pH 7), 31,66% (pH 4), dan 38,34% (pH 1), dengan terbentuknya fasa mendekati amorf. Penurunan pH akhir larutan menyebabkan menurunnya massa nanosilika yang dihasilkan dari 4 g massa awal, berturut-turut yaitu 0,3082 g (pH 7), 0,3022 g (pH 4), serta 0,3000 g (pH 1) serta meningkatnya ukuran partikel berturut-turut yaitu $89,55 \pm 5,23$ nm (pH 7), $63,55 \pm 30,68$ nm (pH 4), serta $132,26 \pm 19,26$ nm (pH 1). Secara umum pita serapan dari hasil FTIR pada ketiga sampel mirip dengan silika *Keiselgel 60* menunjukkan gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si). Berdasarkan hasil SEM tampak partikel-partikel kecil membentuk partikel besar (beraglomerasi).

Kata Kunci : ekstraksi magnet permanen, metode kopresipitasi, nanosilika, pasir Merapi.

OPTIMIZATION OF pH PARAMETER ON NANOSILICA SYHNTESIS FROM SAND OF MERAPI WITH MAGNET PERMANENT EXTRACTION BY USING COPRECIPITATION METHODS

Dwi Noor Jayanti
10620008

ABSTRACT

The optimization of pH parameter on nanosilica syhnthesis from sand of Merapi with magnet permanent extraction by using coprecipitation metods has been done. In this research, the syhnthesis was carried out by mixing and stirring 4 g of sand and NaOH 7M for 1 hour (~70-80°C) to get sodium silicate solution (Na_2SiO_3). The solution was filter and then HCl 2M solution is added in order to titration up to the last pH of solution (pH 7, pH 4, and pH 1). The result of syhnthesis is dried at ~85°C for 3 hour till gotten SiO_2 powder. Characterization of silica was carried out by using XRD (*X-Ray Diffractions*) to determine the phase formation and the size of the crystal formed, FTIR (*Fourier Transformer Infrared Spectroscopy*) for functional groups, and SEM (*Scanning Electron Microscopy*) to determine the morphology of the sample. Based on the analysis of XRD indicate that third sample have phase are 56,27% (pH 7), 31,66% (pH 4), dan 38,34% (pH 1) with formed was near amorphous form. The decrease of the last pH of solution caused decrease of mass nanosilica from 4 g, is 0,3082 g (pH 7), 0,3022 g (pH 4), and 0,3000 (pH 1), and also increase of size particle is $89,55 \pm 5,23$ nm (pH 7), $63,55 \pm 30,68$ nm (pH 4), and $132,26 \pm 19,26$ nm (pH 1). In general FTIR showed that third sample are similar pattern with the comparator silica *Keiselgel 60* indicate of silanol (Si-OH) groups dan siloxane groups (Si-O-Si). Based on the result of morphology SEM of visible small particles form big particles (aglomerasi).

Key Words : coprecipitation method, extraction of magnet permanen, nanosilica, sand of Merapi.

DAFTAR ISI

Judul Isi	Halaman
COVER	i
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR	iv
HALAMAN PERNYATAAN BEBAS PLAGIARISMЕ	v
HALAMAN MOTTO	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
INTISARI	x
ABSTRACT	xi
DAFTAR ISI	xii
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR GAMBAR	xvi
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Penelitian	5
1.5 Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Studi Pustaka	7
2.2 Landasan Teori	8
2.2.1 Nanosilika	8
2.2.2 Silikon Dioksida (SiO ₂)	9
2.2.2.1 Silika Gel	13
2.2.3 Metode Kopresipitasi	15
2.2.4 Metode XRD	16

2.2.5 Metode XRF	18
2.2.6 Metode SEM	20
2.2.7 Metode FTIR	21
BAB III METODE PENELITIAN	24
3.1 Alokasi Waktu Penelitian.....	24
3.1.1 Waktu Penelitian	24
3.1.2 Tempat Penelitian	24
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	24
3.3 Prosedur Penelitian	25
3.3.1 Persiapan alat dan bahan	25
3.3.2 Karakterisasi pasir Merapi	26
3.3.3 Proses sintesis nanosilika	26
3.3.4 Pengolahan hasil sintesis nanosilika	27
3.4 Metode Analisa	27
3.4.1 Karakterisasi fasa silika	27
3.4.1.1 Persentase fasa kristal nanosilika	27
3.4.1.2 Penentuan ukuran partikel	28
3.4.2 Karakterisasi kandungan unsur	28
3.4.3 Karakterisasi gugus fungsi	28
3.4.4 Karakterisasi morfologi silika	29
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	30
4.1 Hasil Penelitian.....	30
4.1.1 Kandungan Senyawa Silika Penyusun Pasir Merapi	30
4.1.2 Hasil Sintesis Nanosilika	31
4.1.3 Pola Difraksi Sinar-X Silikon Dioksida Hasil Sintesis	31
4.1.4 Hasil Uji FTIR	34
4.1.5 Morfologi Silika Hasil Sintesis	36
4.2 Pembahasan	36
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	44
5.1 Kesimpulan	44
5.2 Saran	45

DAFTAR PUSTAKA	46
LAMPIRAN	50

DAFTAR TABEL

Judul Tabel	Halaman
Tabel 3.1 Alat-alat penelitian	24
Tabel 3.2 Bahan-bahan penelitian	25
Tabel 4.1 Hasil XRF sampel pasir Merapi	30
Tabel 4.2 Interpretasi spektra silika hasil sintesis dan silika <i>Keiselgel 60</i>	35

DAFTAR GAMBAR

Judul Gambar	Halaman
Gambar 2.1 Skema dua dimensi susunan atom dalam (a) kristal SiO ₂ dan (b) amorf SiO ₂	9
Gambar 2.2 Struktur lokal silikon dioksida (SiO ₂)	11
Gambar 2.3 Sudut ikatan Si-O-Si	11
Gambar 2.4 Beberapa bentuk unit kristal SiO ₂	13
Gambar 2.5 Susunan tetrahedral SiO ₄ pada silika gel	13
Gambar 2.6 Difraksi bidang atom	17
Gambar 2.7 Skema SEM	20
Gambar 3.1 Prosedur Penelitian	25
Gambar 3.2 Tahap karakterisasi kandungan pasir Merapi	26
Gambar 3.3 Proses sintesis nanosilika	26
Gambar 4.1 Hasil sintesis nanosilika	31
Gambar 4.2 Pola difraksi silika hasil sintesis pH 7	31
Gambar 4.3 Pola difraksi silika hasil sintesis pH 4	32
Gambar 4.4 Pola difraksi silika hasil sintesis pH 1	32
Gambar 4.5 Perbandingan pola difraksi silika hasil sintesis ketiga sampel	33
Gambar 4.6 Grafik FTIR silika hasil sintesis pH 7	34
Gambar 4.7 Grafik FTIR silika hasil sintesis pH 4	34
Gambar 4.8 Grafik FTIR silika hasil sintesis pH 1	35
Gambar 4.9 Morfologi SEM nanosilika pH 4	36

DAFTAR LAMPIRAN

Judul Lampiran	Halaman
Lampiran 1. Perhitungan rasio larutan	50
Lampiran 2. Perhitungan % Fraksi Volume SiO ₂	51
Lampiran 3. Perhitungan ukuran partikel dengan metode <i>Debye-Scherrer</i>	53
Lampiran 4. Data kandungan senyawa silika pasir Merapi sebelum diekstraksi magnet permanen	56
Lampiran 5. Spektra FTIR silika <i>Keiselgel 60</i>	57
Lampiran 6. Dokumentasi penelitian	58
Lampiran 7. Hasil karakterisasi XRD ketiga sampel	59
Lampiran 8. Hasil karakterisasi FTIR ketiga sampel	68

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara dengan kekayaan alam yang melimpah. Salah satu kekayaan alam tersebut adalah silika (SiO_2). Silika adalah unsur kedua terbanyak penyusun kerak bumi setelah oksigen. Hal ini merupakan salah satu rahmat yang diberikan Allah SWT. seperti di dalam Q.S Al-Jaatsiyah (45): 13 :

وَسَخَّرَ لَكُمْ مَا فِي السَّمَاوَاتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ جَمِيعاً مِنْهُ إِنَّ فِي ذَلِكَ
لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ



Artinya: *Dan Dia telah menundukkan untukmu apa yang di langit dan apa yang di bumi semuanya, (sebagai rahmat) daripada-Nya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berfikir.* Q.S Al-Jaatsiyah (45): 13. (Alquran-Indonesia.com)

Ayat di atas menjelaskan bahwa penciptaan alam semesta diantaranya berupa langit dan bumi beserta isinya adalah semata-mata untuk manusia. Oleh sebab itu, manusia bertanggung jawab untuk memelihara dan memanfaatkan sebaik-baiknya terutama kekayaan alam seperti silika. Kaum yang berfikir yang dimaksud adalah kaum intelektual seperti halnya penulis yang menjadikan silika sebagai objek kajian riset.

Silika terdapat dalam beberapa bentuk deposit yang tersebar luas hampir di seluruh pulau di Indonesia, salah satunya berada di kawasan Gunung Merapi yang terletak di bagian tengah Pulau Jawa yaitu perbatasan Provinsi Daerah Istimewa Yogyakarta dan Provinsi Jawa Tengah. Pemanfaatan pasir dari erupsi Gunung Merapi, kebanyakan hanya dapat dimanfaatkan oleh penambang pasir. Hal berbeda yang dilakukan para peneliti, mereka banyak melakukan penelitian untuk membuat material baru yang bermanfaat dan mempunyai nilai ekonomis tinggi dari pasir hasil erupsi Gunung Merapi.

Silika termasuk dalam golongan bahan oksida yang mempunyai potensi untuk pemanfaatan aplikasi teknologi tinggi. Berkembangnya teknologi saat ini, aplikasi penggunaan silika pada industri semakin meningkat terutama penggunaan silika yang memiliki ukuran partikel kecil sampai dengan skala nano. Ukuran partikel bahan baku yang diperkecil membuat produk memiliki sifat yang berbeda dibanding ketika ukurannya besar. Salah satu pemanfaatan dari silika dengan ukuran nano (nanosilika) adalah produk ban dan karet secara umum. Manfaat dari penambahan nanosilika pada ban akan membuat ban memiliki daya lekat yang lebih baik terlebih pada jalan salju dan usia ban lebih panjang daripada produk ban tanpa penambahan nanosilika.

Ukuran silika sampai skala nano memerlukan perlakuan khusus dengan beberapa metode seperti *sol-gel process*, *gas phase process*, metode kopresipitasi, *emulsion techniques*, dan *plasma spraying & foging process* (polimerisasi silika terlarut menjadi organo silika). Dari sekian banyak metode yang ada, maka metode kopresipitasi yang akan digunakan pada penelitian ini, karena metode

kopresipitasi merupakan metode paling sederhana dan mudah dilakukan. Salah satu penelitian sintesis silika yang dilakukan Hadi *et al.*, (2011) yaitu menggunakan metode kopresipitasi dengan penghematan waktu pembuatan *sodium silicate* yang cukup singkat kurang dari 2 jam dibandingkan dengan *alkali fusion* yang memerlukan waktu cukup lama. Selain itu, proses kopresipitasi menggunakan alat dan bahan yang mudah diperoleh sehingga proses sintesis dapat dilakukan secara fleksibel.

Pada penelitian ini, akan dilakukan perlakuan dengan ekstraksi magnet permanen yang bertujuan untuk memisahkan pengotor selain silika yang terdapat dalam pasir Merapi serta dapat mengoptimalkan kandungan silika. Asumsi perlakuan dengan ekstraksi magnet permanen yaitu pasir yang tidak tertarik oleh magnet permanen dapat dikatakan memiliki kandungan silika yang optimal, mengingat silika bukan termasuk bahan logam sehingga daya tarik oleh magnet permanen sangat lemah. Pada bulan Juni 2013, penulis telah melakukan penelitian awal dengan mengkarakterisasi kandungan silika pada perendaman dengan HCl 2M selama 12 jam dengan ekstraksi dan tanpa ekstraksi magnet permanen.

Hasil dari penggunaan alat XRD (*X-Ray Diffractions*) mengindikasikan bahwa kadar fasa pada perlakuan ekstraksi magnet permanen dan tanpa ekstraksi magnet permanen memiliki selisih persentase sebesar 0,08%. Fakta dari hasil tersebut mengindikasikan bahwa kandungan silika pada perendaman HCl 2M dengan ekstraksi magnet permanen lebih optimal dibanding tanpa ekstraksi magnet permanen. Oleh sebab itu, pada penelitian ini dilakukan dengan ekstraksi magnet permanen dengan tambahan waktu perendaman selama 24 jam.

Penambahan waktu perendaman bertujuan untuk lebih mengoptimalkan kandungan silika pada sampel dan membuang senyawa pengotor selain silika pada pasir Merapi.

Pada penelitian ini, akan dilakukan pula optimalisasi parameter pH yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh pH akhir larutan pada sintesis nanosilika dari pasir besi Merapi dengan metode kopresipitasi. Oleh sebab itu, dilakukan optimalisasi parameter pH untuk mendapatkan kemurnian nanosilika yang tinggi dan hasil nanosilika yang optimal dengan variasi pH antara lain pH 7, pH 4, dan pH 1.

Berdasarkan pemikiran diatas, maka perlu dilakukan penelitian tentang Optimalisasi Parameter pH Pada Sintesis Nano Silika Dari Pasir Besi Merapi Dengan Ekstraksi Magnet Permanen Menggunakan Metode Kopresipitasi.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dibuatlah rumusan masalah sebagai berikut :

1. Bagaimana pengaruh pH terhadap ukuran partikel, massa, serta fasa kristal yang terbentuk pada sintesis nanosilika dari pasir besi Merapi dengan ekstraksi magnet permanen menggunakan metode kopresipitasi?
2. Berapakah persentase fasa kristal dan ukuran partikel nanosilika dari hasil optimalisasi parameter pH pada sintesis nanosilika dengan ekstraksi magnet permanen menggunakan metode kopresipitasi?

3. Bagaimana struktur kristal dari hasil optimalisasi parameter pH pada sintesis nanosilika dengan menggunakan metode kopresipitasi?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui pengaruh pH terhadap ukuran partikel, massa, serta fasa kristal yang terbentuk pada sintesis nanosilika dari pasir besi Merapi dengan ekstraksi magnet permanen menggunakan metode kopresipitasi.
2. Mengetahui persentase fasa kristal dan menghitung ukuran kristal nanosilika dari hasil optimalisasi parameter pH pada sintesis nanosilika dengan ekstraksi magnet permanen menggunakan metode kopresipitasi.
3. Mengetahui struktur kristal dari hasil optimalisasi parameter pH pada sintesis nanosilika dengan menggunakan metode kopresipitasi.

1.4 Batasan Penelitian

Untuk menghindari meluasnya objek kajian dalam penelitian ini, maka diberikan batasan penelitian sebagai berikut :

1. Optimalisasi parameter pH yang dilakukan adalah pH 7, pH 4, dan pH 1.
2. Sintesis nanosilika menggunakan metode kopresipitasi dengan pelarut HCl dan NaOH.
3. Sampel penelitian ini menggunakan bahan dasar pasir Merapi dari Kali Putih Magelang.

4. Pada penelitian ini, akan dilakukan uji XRF (*X-Ray Flourescence*) untuk mengetahui kemurnian silika, FTIR (*Fourier Transformer Infrared Spectroscopy*) untuk mengetahui gugus fungsi dari silika, SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk mengetahui morfologi dari nanosilika serta XRD (*X-Ray Diffractioins*) untuk karakteristik fasa kristal serta ukuran partikel silika.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh dari hasil penelitian ini antara lain :

1. Memberikan gambaran pemanfaatan sumber daya alam berupa silika khususnya pemanfaatan pasir besi Merapi dengan memaparkan metode pemisahan (ekstraksi) dengan magnet permanen.
2. Memperkaya penelitian sintesis material dan menambah wacana dalam bidang nanosains dan nanoteknologi berbasis bahan alam.
3. Menambah pembuatan bahan yang berbasis nanosilika yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan untuk aplikasi teknologi tinggi.
4. Mengurangi “*underestimate*” masyarakat tentang bencana gunung berapi dengan mengambil manfaat materialnya.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil karakterisasi dan pembahasan, maka dapat diambil kesimpulan diantaranya :

1. Penurunan pH akhir larutan menyebabkan meningkatnya fasa kristal silika yaitu *silicon oxide* (pH 7), *crystobalite* (pH 4), serta *quartz* (pH 1), dan penurunan pH akhir menyebabkan bertambahnya ukuran partikel yang dihasilkan yaitu 89,55 nm (pH 7), 63,55 nm (pH 4), serta 132,26 nm (pH 1), tetapi sebaliknya penurunan pH akhir larutan menyebabkan berkurangnya massa nanosilika hasil sintesis berturut-turut sebagai berikut 0,3082 g (pH 7), 0,3022 g (pH 4), serta 0,3000 g (pH 1).
2. Hasil uji XRD silika yang disintesis dari pasir Merapi menunjukkan bahwa persentase fasa kristal silika ketiga sampel berturut-turut sebesar 56,27% (pH 7), 31,66% (pH 4), dan 38,34% (pH 1), dan ukuran partikel masing-masing sampel yaitu $89,55 \pm 5,23$ nm (pH 7), $63,55 \pm 30,68$ nm (pH 4), serta $132,26 \pm 19,26$ nm (pH 1).
3. Berdasarkan analisis XRD menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk merupakan fasa mendekati amorf, dengan struktur kristalin pada sampel adalah tetragonal (pH 7 dan pH 4), serta *hexagonal* (pH 1).

5.2 Saran

Terkait dengan optimalisasi parameter pH pada sintesis nanosilika dari pasir Merapi dengan ekstraksi magnet permanen menggunakan metode kopresipitasi, ada beberapa hal yang disarankan oleh peneliti :

1. Sampel bahan alam yang akan diuji hendaknya dilakukan proses dengan ekstraksi magnet permanen hingga berkali-kali, agar kandungan silika lebih optimal dan mengurangi kandungan selain silika.
2. Pencucian pasir dalam larutan HCl 2M harus dilakukan sampai bersih untuk mendapatkan pasir yang bebas dari kandungan asam.
3. Perlu mengontrol dalam penggunaan pH akhir larutan untuk menghasilkan silika gel, agar pembentukan gel dapat optimal.

DAFTAR PUSTAKA

- , 2013. “**Bentuk unit kristal SiO₂**”. (Di akses tanggal 26 Maret 2013, pukul 10:00 WIB) <<http://cst-www.nrl.navy.mil/lattice/struk/KSiO2.html>>
- , 2013. “**Silikon Dioksida (SiO₂) dan Sudut ikatan Si-O-Si**”. (Di akses tanggal 26 Maret 2013, pukul 10:00 WIB) <http://www.enigmatic-consulting.com/semiconductor_processing/CVD_fundamentals/filmsTOC.htm>
- , 2014. “**Skema SEM**”. (Di akses tanggal 29 Desember 2013, pukul 10:07 WIB) <iastate.edu>
- Adam *et al.*, 2011. A simple template-free sol-gel synthesis of spherical nanosilica from agricultural biomass. *J Sol-Gel Sci Technol* (2011), **59**:580-583.
- Alquran-Indonesia.com
- Bachrie, S. 2000. Variasi asam organik pada metode sol-gel. *Laporan penelitian Universitas Andalas, Sumatra Barat*.
- Brinker, C.J dan Scherer, W.J. 1990. Sol-gel science : The physics and chemistry of sol-gel, *processing*, Academic press, San Diego.
- Callister William D. Jr. 2001. *Fundamentals of materials science and engineering*. Fifth edition, Departement of Metallurgi Engineering, The University of Utah, John Wiley & Sons, Inc.
- Canham, G. R., Overton, T., 2002. *Descriptive Inorganic Chemistry* (3rd ed), W. H Freeman and Company, New York, 302.
- Fairus *et al.*, 2009. Proses pembuatan *waterglass* dari pasir silika dengan pelebur natrium hidroksida. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*, **Vol.8 No.2** Agustus 2009 : 56-62.
- Ginting *et al.*, 2005. Pembuatan perangkat lunak analisis kualitatif difraksi sinar-x dengan metode *Hanawalt*. *Prosiding seminar nasional sains dan teknik nuklir*. Bandung: P3TkN-BATAN 14-15 Juni 2005.
- Hadi *et al.*, 2011. Sintesis silika berbasis pasir alam Bancar menggunakan metode kopresipitasi. *Jurnal Fisika dan Aplikasinya*, **Vol.7 No.2** Juni 2011.

- Hadi *et al.*, 2013. Sintesis silika gel dari abu sekam padi dan abu limbah pembakaran batu-bata dengan metode presipitasi. *Jurnal Kimia*, **7 (1)**, Januari 2013 : 31-38.
- Hariyanto *et al.*, 2012. Efek doping Ni dalam sintesis material multiferroik BiFeO₃ berbasis pasir besi dengan metode kopresipitasi. *Jurnal Teknik POMITS*, **Vol.1, No.1**, (2012), 1-4.
- Hidryawati, Noor dan Alimuddin. 2010. Sintesis dan karakterisasi silika gel dari abu sekam padi dengan menggunakan natrium hidroksida (NaOH). *Jurnal Kimia Mulawarman*, **Vol.7 No.2**, Mei 2010.
- Izzati Hanna Nur *et al.*, 2013. Sintesis dan karakterisasi kekristalan nanosilika berbasis pasir Bancar. *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia*, **Vol.02 No.03** Tahun 2013: 19-22.
- Januar *et al.*, 2013. Pengaruh pH akhir larutan pada sintesis nanosilika dari bahan Lusi dengan metode kopresipitasi. *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia*, **Vol.02 No.03 Tahun 2013: 7-10**.
- Kalapathy, U., Proctor, A., and Shultz, J., 2000. *Bioresource Technology*, 73, 257-262.
- Kirk, Othmer. 1982. *Encyclopedia of Chemical Technology*, edisi 3, **Vol.20 hal 749-765**, John Wiley and Sons, inc, Taiwan, RRC.
- Klug, Harald P and Brasted, Robnert C. 1958. *Text book of the elements and compound of group IV A; in comprehensive inorganic chemistry*, **Vol.07**, De Van Nostrand Company, inc, New York.
- Kurniati, Ely. 2009. *Ekstraksi silika white powder dari limbah padat pembangkit listrik tenaga panas bumi dieng*. UPN Press: Surabaya.
- Munasir, dkk. 2012. Uji XRD dan XRF pada bahan mineral (batuan dan pasir) sebagai sumber material cerdas (CaCO₃ dan SiO₂), **Vol.2, No.1**, *Jurnal Penelitian Fisika dan Aplikasinya (JPFA)*.
- Nuryono dan Narsito. 2005. Effect of acid concentartion on characters of silica synthesized from sodium silicate. *Indo. J. Chem.*, 2005, **5 (1)**, 23-30.
- Nuryono *et al.*, Pengaruh perlakuan dengan asam klorida terhadap karakter abu sekam padi. Kemajuan terkini penelitian klaster Sains-Teknologi.

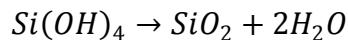
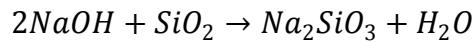
- Oscik, J. 1982. *Adsorption*, New York. John Wiley & Sons.
- Penyusun, Tim. 2012. *Pedoman penulisan skripsi untuk program studi fisika*, Program studi fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri (UIN) Sunan Kalijaga Yogyakarta.
- Rafiee *et al.*, 2012. Optimization of synthesis and characterization of nanosilica produced from rice husk (a common waste material). *International Nano Letters* 2012, 2:29.
- Rahmawati, R. 2013. *Sintesis nanosilika dengan metode kopresipitasi berbahan dasar pasir alam lokal Daerah Istimewa Yogyakarta (DIY) sebagai upaya peningkatan ekonomi masyarakat penambang pasir*. Laporan Penelitian, UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.
- Schott, R.P.W. 1993. *Silica gel and bonded phases*, John Wiley & Sons Ltd., Chichester.
- Shiver and Atkins. 1999. *Inorganic Chemistry* (3rd ed), W. H. Freeman and Company, New York, 365-366.
- Shriver, D. F. 1990. *Inorganic Chemistry*, Oxford University Press, Oxford.
- Silverstein, R.M., Basslerr, G.C., and Morrill, T.C. 1981. *Spectrometric identification of organic compounds*, 4th edition, John Wiley and Sons, New York.
- Smallman, R. E. 1991. *Metalurgi fisik modern*. Jakarta: Gramedia.
- Sriyanti *et al.*, 2005. Adsorpsi kadmium (II) pada bahan hibrida tiol-silika dari abu sekam padi. *JSKA*. Vol.VIII.No.2.Tahun.2005.
- Sudaryo dan Sutjipto. 2009. *Identifikasi dan penentuan logam pada tanah vulkanik di daerah Cangkringan Kabupaten Sleman dengan metode analisis aktivasi neutron cepat*, Sekolah Tinggi Teknologi Nuklir Batan, Yogyakarta.
- Turner, F. M. 1956. *The condensed chemical dictionary*, edisi 5, Reinhold Publishing Corporation, New York.
- Ulfah dan Dwi Asmi. 2013. Gugus fungsional, mikrostruktur dan struktur keramik kalsium silikat berbasis silika sekam padi pada suhu 1100°C dengan teknik

reaksi padatan. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*, **Vol. 01. No. 01**, Januari 2013.

LAMPIRAN 1

PERHITUNGAN RASIO LARUTAN

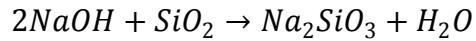
Tahap Reaksi



1. NaOH 7M

1 gram sampel mengandung 57,33 % SiO₂ (Hasil XRF)

- Mr NaOH = 22,99+16+1=39,99 g/mol
- Mr SiO₂ = 28,09+(2x16)=60,09 g/mol



$$0,5733 \text{ gr } SiO_2 \times \frac{1 \text{ mol } SiO_2}{60,09 \text{ gr/mol } SiO_2} = 9,54 \cdot 10^{-3} \text{ mol } SiO_2$$

$$9,54 \cdot 10^{-3} \text{ mol } SiO_2 \times \frac{2 \text{ mol } NaOH}{1 \text{ mol } SiO_2} = 0,01908 \text{ mol } NaOH$$

$$0,01908 \text{ mol } NaOH \times \frac{1000 \text{ ml larutan}}{7 \text{ mol } NaOH} = 2,73 \text{ ml larutan}$$

- ❖ Untuk 1 gram sampel dibutuhkan 2,73 ml NaOH

LAMPIRAN 2

PERHITUNGAN % FRAKSI VOLUME SiO₂

1. Silika pH 1

Tabel hasil pencocokan puncak difraksi sinar-x SiO₂ sampel silika pH 1 dengan ICDD No. 01-080-2147

2Theta (deg)	d (Å)	Intensitas (%)
24,5141	3,63139	100,00
34,3173	2,61318	11,71
36,8501	2,43918	17,66
50,8422	1,79593	9,12
51,2740	1,78182	7,50
Jumlah Intensitas SiO ₂		145,99

Intensitas fasa yang terdeteksi = 380,8 %

$$\% \text{ Fraksi Volume } SiO_2 = \frac{145,99}{380,8} \times 100\% = 38,34 \%$$

2. Silika pH 4

Tabel hasil pencocokan puncak difraksi sinar-x SiO₂ sampel silika pH 4 dengan ICDD No. 01-082-0512

2Theta (deg)	d (Å)	Intensitas (%)
21,5319	4,12713	46,08
28,9245	3,08693	33,83
30,7141	2,91103	30,77
35,7235	2,51348	30,80
51,7896	1,76529	33,15
Jumlah Intensitas SiO ₂		174,63

Intensitas fasa yang terdeteksi = 551,58 %

$$\% \text{ Fraksi Volume } SiO_2 = \frac{174,63}{551,58} \times 100\% = 31,66 \%$$

3. Silika pH 7

Tabel hasil pencocokan puncak difraksi sinar-x SiO₂ sampel silika pH 7 dengan ICDD No. 01-075-3163

2Theta (deg)	d (Å)	Intensitas (%)
23,0102	3,86521	100,00
28,0363	3,18268	21,89
44,2375	2,04749	29,06
54,9833	1,67007	18,15
57,2198	1,60866	39,33
59,1439	1,56213	19,47
65,5066	1,42378	25,59
66,5984	1,40423	27,46
Jumlah Intensitas SiO ₂		280,95

Intensitas fasa yang terdeteksi = 499,33 %

$$\% \text{ Fraksi Volume } SiO_2 = \frac{280,95}{499,33} \times 100\% = 56,27 \%$$

LAMPIRAN 3

PERHITUNGAN UKURAN PARTIKEL DENGAN METODE DEBYE-SCHERRER

Diketahui : $\lambda_{\text{Cu}} = 1,54060 \text{ \AA} = 0,15406 \text{ nm}$

$$1 \text{ rad} = 57,3^\circ$$

$$D = \frac{0,9 \lambda}{B \cos \theta}$$

Tabel data XRD silikon dioksida (SiO_2) hasil sintesis

1. Silika pH 1

No.	2θ (deg)	θ (deg)	d (Å)	FWHM		Intensity (%)
				(deg)	(rad)	
1.	14,8607	7,4304	5,96141	0,0836	$1,46 \cdot 10^{-3}$	42,79
2.	24,5141	12,2571	3,63139	0,0502	$8,76 \cdot 10^{-4}$	100,00
3.	44,1536	22,0768	2,04949	0,0612	$1,07 \cdot 10^{-3}$	44,47

$$D_1 = \frac{0,9 (0,15406)}{1,46 \cdot 10^{-3} \cos 7,4304} = \frac{0,138654}{1,46 \cdot 10^{-3} (0,99)}$$

$$D_1 = \frac{0,138654}{1,45 \cdot 10^{-3}} = 95,93 \text{ nm}$$

$$D_2 = \frac{0,9 (0,15406)}{8,76 \cdot 10^{-4} \cos 12,2571} = \frac{0,138654}{8,76 \cdot 10^{-4} (0,98)}$$

$$D_2 = \frac{0,138654}{8,58 \cdot 10^{-4}} = 161,51 \text{ nm}$$

$$D_3 = \frac{0,9 (0,15406)}{1,07 \cdot 10^{-3} \cos 22,0768} = \frac{0,138654}{1,07 \cdot 10^{-3} (0,93)}$$

$$D_3 = \frac{0,138654}{9,95 \cdot 10^{-4}} = 139,34 \text{ nm}$$

$$D \text{ rata-rata} = \frac{95,93 + 161,51 + 139,34}{3} = \frac{396,78}{3} = 132,26 \text{ nm}$$

$$\Delta D = \sqrt{\frac{(95,93 - 132,26)^2 + (161,51 - 132,26)^2 + (139,34 - 132,26)^2}{3(3-1)}}$$

$$\Delta D = \sqrt{\frac{1319,87 + 855,56 + 50,13}{6}} = \sqrt{370,93} = 19,26 \text{ nm}$$

$$D \pm \Delta D = (132,26 \pm 19,26) \text{ nm}$$

2. Silika pH 4

No.	2θ (deg)	θ (deg)	d (Å)	FWHM		Intensity (%)
				(deg)	(rad)	
1.	10,2877	5,1439	8,59880	0,4015	7,01.10 ⁻³	100,00
2.	11,6468	5,8234	7,59827	0,1673	2,92.10 ⁻³	69,42
3.	29,3860	14,693	3,03950	0,0669	1,17.10 ⁻³	56,67

$$D_1 = \frac{0,9 (0,15406)}{7,01 \cdot 10^{-3} \cos 5,1439} = \frac{0,138654}{7,01 \cdot 10^{-3} (0,99)}$$

$$D_1 = \frac{0,138654}{6,94 \cdot 10^{-3}} = 19,98 \text{ nm}$$

$$D_2 = \frac{0,9 (0,15406)}{2,92 \cdot 10^{-3} \cos 5,8234} = \frac{0,138654}{2,92 \cdot 10^{-3} (0,99)}$$

$$D_2 = \frac{0,138654}{2,89 \cdot 10^{-3}} = 47,98 \text{ nm}$$

$$D_3 = \frac{0,9 (0,15406)}{1,17 \cdot 10^{-3} \cos 14,693} = \frac{0,138654}{1,17 \cdot 10^{-3} (0,97)}$$

$$D_3 = \frac{0,138654}{1,13 \cdot 10^{-3}} = 122,70 \text{ nm}$$

$$D \text{ rata-rata} = \frac{19,98 + 47,98 + 122,70}{3} = \frac{190,66}{3} = 63,55 \text{ nm}$$

$$\Delta D = \sqrt{\frac{(19,98 - 63,55)^2 + (47,98 - 63,55)^2 + (122,70 - 63,55)^2}{3(3-1)}}$$

$$\Delta D = \sqrt{\frac{1898,34 + 242,42 + 3507,01}{6}} = \sqrt{941,30} = 30,68 \text{ nm}$$

$$D \pm \Delta D = (63,55 \pm 30,68) \text{ nm}$$

3. Silika pH 7

No.	2θ (deg)	θ	d (Å)	FWHM		Intensity (%)
				(deg)	(rad)	
1.	23,0102	11,5051	3,86521	0,1004	$1,75 \cdot 10^{-3}$	100,00
2.	33,6250	16,8125	2,66539	0,0836	$1,46 \cdot 10^{-3}$	53,03
3.	54,2026	27,1013	1,69226	0,1004	$1,75 \cdot 10^{-3}$	52,15

$$D_1 = \frac{0,9 (0,15406)}{1,75 \cdot 10^{-3} \cos 11,5051} = \frac{0,138654}{1,75 \cdot 10^{-3} (0,98)}$$

$$D_1 = \frac{0,138654}{1,72 \cdot 10^{-3}} = 80,85 \text{ nm}$$

$$D_2 = \frac{0,9 (0,15406)}{1,46 \cdot 10^{-3} \cos 16,8125} = \frac{0,138654}{1,46 \cdot 10^{-3} (0,96)}$$

$$D_2 = \frac{0,138654}{1,40 \cdot 10^{-3}} = 98,93 \text{ nm}$$

$$D_3 = \frac{0,9 (0,15406)}{1,75 \cdot 10^{-3} \cos 27,1013} = \frac{0,138654}{1,75 \cdot 10^{-3} (0,89)}$$

$$D_3 = \frac{0,138654}{1,56 \cdot 10^{-3}} = 88,88 \text{ nm}$$

$$D \text{ rata-rata} = \frac{80,85 + 98,93 + 88,88}{3} = \frac{268,66}{3} = 89,55 \text{ nm}$$

$$\Delta D = \sqrt{\frac{(80,85 - 89,55)^2 + (98,93 - 89,55)^2 + (88,88 - 89,55)^2}{3(3-1)}}$$

$$\Delta D = \sqrt{\frac{75,69 + 87,98 + 0,45}{6}} = \sqrt{27,35} = 5,23 \text{ nm}$$

$$D \pm \Delta D = (89,55 \pm 5,23) \text{ nm}$$

LAMPIRAN 4

DATA KANDUNGAN SENYAWA SILIKA PASIR MERAPI SEBELUM DIEKSTRAKSI MAGNET PERMANEN

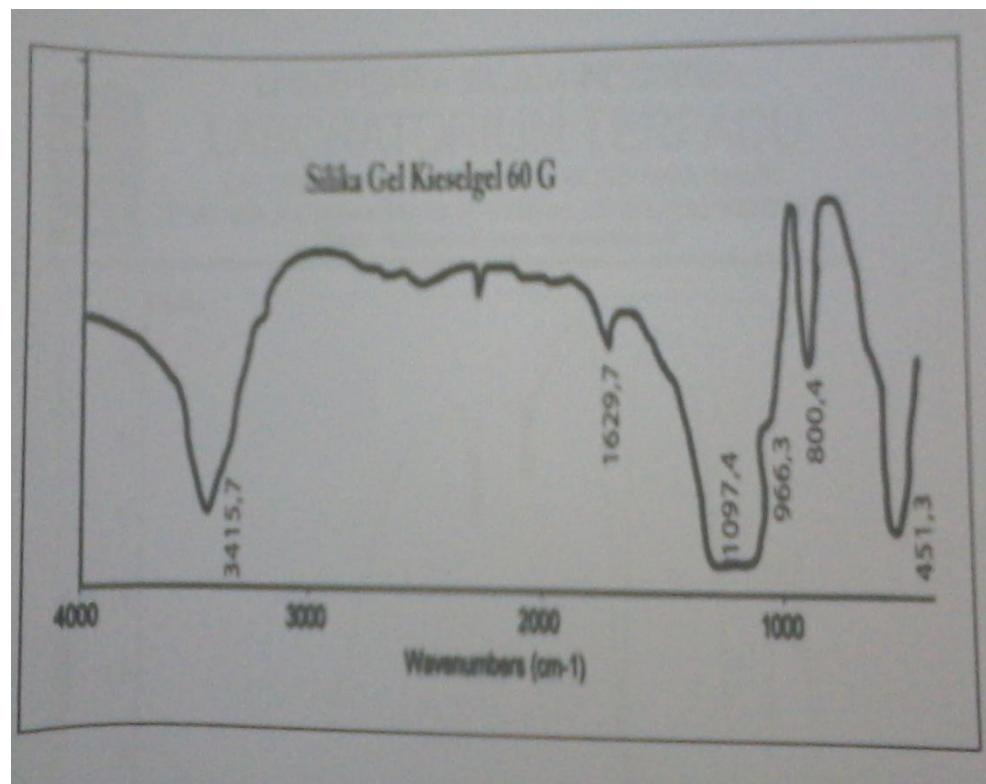
Data sekunder kandungan senyawa silika pasir Merapi sebelum diekstraksi magnet permanen disajikan pada Tabel.1 di bawah ini :

Tabel.1 Kandungan senyawa silika pasir Merapi sebelum diekstraksi magnet permanen
(Rahmawati, 2013)

Formula	Z	Concentration
SiO ₂	14	49,44 %
Al ₂ O ₃	13	17,30 %
CaO	20	9,32%
Fe ₂ O ₃	26	8,90 %
Na ₂ O	11	6,50 %
K ₂ O	19	2,87 %
MgO	12	2,50 %
TiO ₂	22	0,94 %
P ₂ O ₅	15	0,81 %
Cl	17	0,38 %
SO ₃	16	0,37 %
MnO	25	0,27 %
SrO	38	0,12 %
BaO	56	0,06 %
Nd ₂ O ₃	60	0,04 %
V ₂ O ₅	23	0,04 %
ZrO ₂	40	0,03 %
SnO ₂	50	0,02 %
ZnO	30	0,01 %
Rb ₂ O	37	0,01 %
CuO	29	0,01 %

LAMPIRAN 5**SPEKTRA FTIR SILIKA KEISELGEL 60**

Spektra FTIR silika Keiselgel 60 sebagai spektra pembanding dari hasil FTIR pada sampel silika, disajikan pada Gambar 1 di bawah ini :



LAMPIRAN 6**DOKUMEN|TASI PENELITIAN**

Gb.1 Proses larutan Na_2SiO_3 dan HCl 2M dengan dipanaskan dan distirir



Gb.2 $\text{Si}(\text{OH})_4 + 2\text{NaCl}$ didiamkan selama 24 jam



Gb.3 Proses pencucian dengan aquades, endapan putih merupakan silika



Gb.4 Oven Buatan



Gb.5 Hasil sintesis nanosilika pH 1



Gb.6 Hasil sintesis nanosilika pH 4



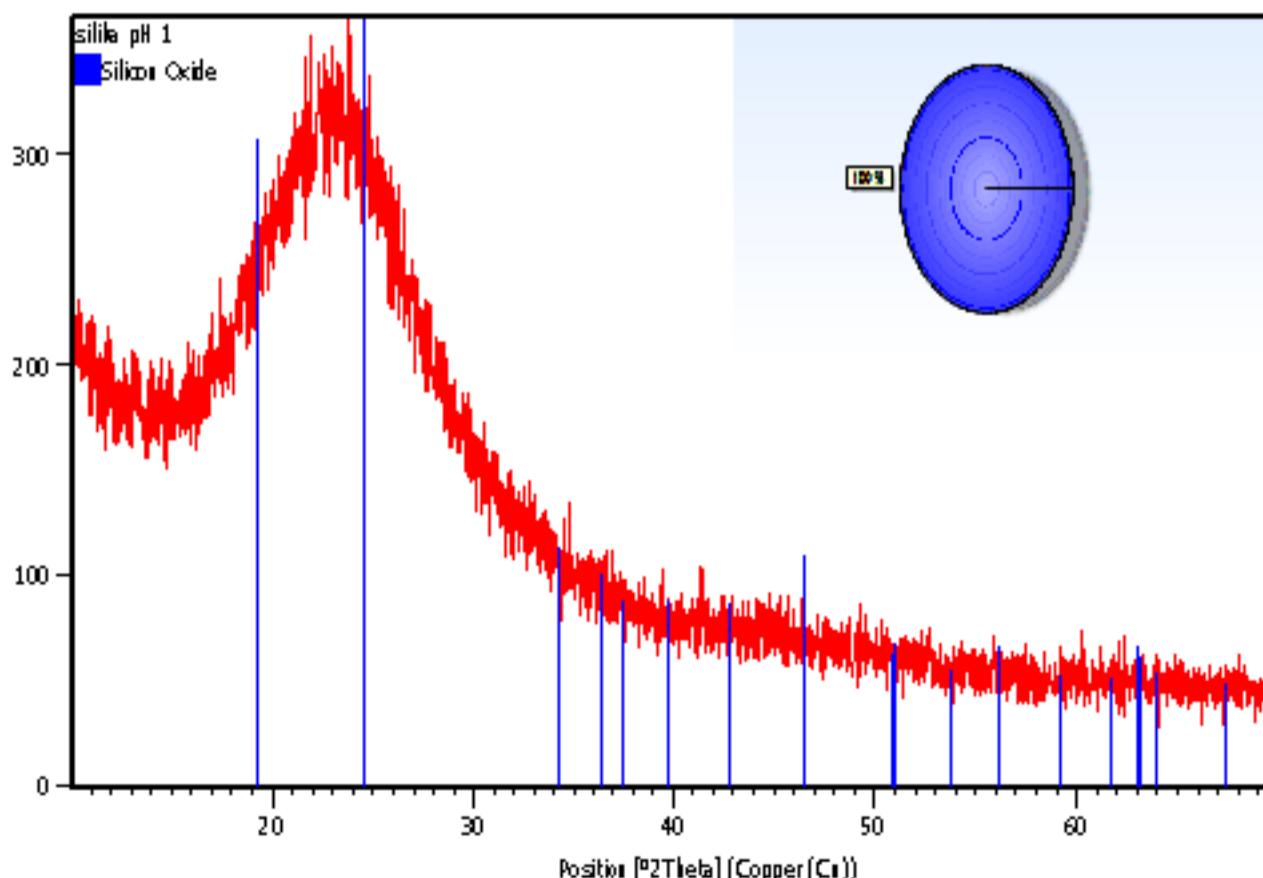
Gb.7 Hasil sintesis nanosilika pH 7

Anchor Scan Parameters

Dataset Name: silika pH 1
 File name: E:\DATA PENGUJIAN\Analisa\DWI\silika pH 1\silika pH 1.xrdml
 Comment: Configuration=Reflection-Transmission Spinner, Owner=User-1, Creation date=12/2/2011 8:19:55 AM
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001
 Sample stage=Reflection-Transmission Spinner PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1
 Diffractometer system=XPERT-PRO
 Measurement program=C:\PANalytical\Data Collector\Programs\Scan 10-60 (29 April).xrdmp,
 Identifier={DF09F883-1E4B-4D75-9111-7F311F675ECC}
 Measurement Date / Time: 5/2/2014 4:19:46 PM
 Operator: Institut Teknologi
 Raw Data Origin: XRD measurement (*.XRDML)
 Scan Axis: Gonio
 Start Position [°2Th.]: 10.0084
 End Position [°2Th.]: 69.9844
 Step Size [°2Th.]: 0.0170
 Scan Step Time [s]: 10.1600
 Scan Type: Continuous
 PSD Mode: Scanning
 PSD Length [°2Th.]: 2.12
 Offset [°2Th.]: 0.0000
 Divergence Slit Type: Fixed
 Divergence Slit Size [°]: 0.2177
 Specimen Length [mm]: 10.00
 Measurement Temperature [°C]: 25.00
 Anode Material: Cu
 K-Alpha1 [Å]: 1.54060
 K-Alpha2 [Å]: 1.54443
 K-Beta [Å]: 1.39225
 K-A2 / K-A1 Ratio: 0.50000
 Generator Settings: 30 mA, 40 kV
 Diffractometer Type: 0000000011119014
 Diffractometer Number: 0
 Goniometer Radius [mm]: 240.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]: 100.00
 Incident Beam Monochromator: No
 Spinning: No

Graphics

Counts

**Peak List**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHMLeft [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
--------------	--------------	------------------	---------------	---------------

13.3275	11.80	0.3346	6.64359	31.42
14.8607	16.07	0.0836	5.96141	42.79
23.4514	10.08	0.2676	3.79348	26.82
24.5141	37.57	0.0502	3.63139	100.00
29.6265	12.11	0.0836	3.01537	32.23
34.3173	4.40	0.1004	2.61318	11.71
36.8501	6.63	0.1673	2.43918	17.66
41.4450	13.12	0.1338	2.17876	34.94
44.1536	16.71	0.0612	2.04949	44.47
50.8422	3.43	0.2676	1.79593	9.12
51.2740	2.82	0.1673	1.78182	7.50
52.6647	5.61	0.2676	1.73800	14.94
61.2036	2.70	0.1338	1.51441	7.20

Pattern List

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displ. [°2Th]	Scale Fac.	Chem.
Formula	*	01-080-2147	16 Silicon Oxide	-0.614	0.744	Si O2

Document History

Insert Measurement:

- File name = "silika pH 1 .xrdml"
- Modification time = "5/5/2014 1:17:08 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Default properties:

- Measurement step axis = "None"
- Internal wavelengths used from anode material: Copper (Cu)
- Original K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Used K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Original K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Used K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Original K-Beta wavelength = "1.39225"
- Used K-Beta wavelength = "1.39225"
- Irradiated length = "10.00000"
- Spinner used = "No"
- Receiving slit size = "0.10000"
- Step axis value = "0.00000"
- Offset = "0.00000"
- Sample length = "10.00000"
- Modification time = "5/5/2014 1:17:08 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Interpolate Step Size:

- Derived = "Yes"
- Step Size = "0.01"
- Modification time = "5/5/2014 1:17:08 PM"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "1"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "1/29/2014 11:56:44 AM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Search & Match:

- Data Source = Profile
- Auto residue = "Yes"
- Data source = "Peak list"
- Demote unmatched strong = "No"
- Multi phase = "Yes"
- Restriction set = "Untitled"
- Restriction = "Restriction set"
- Subset name = ""
- Match intensity = "Yes"
- Two theta shift = "0"
- Identify = "Yes"

- Max. no. of accepted patterns = "10"
- Minimum score = "50"
- Min. new lines / total lines = "60"
- Search depth = "10"
- Minimum new lines = "5"
- Minimum scale factor = "0.1"
- Intensity threshold = "0"
- Use line clustering = "Yes"
- Line cluster range = "1.5"
- Search sensitivity = "1.8"
- Use adaptive smoothing = "Yes"
- Smoothing range = "1.5"
- Threshold factor = "3"
- Modification time = "5/5/2014 1:17:27 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Search Peaks:

- Minimum significance = "0.5"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "5/5/2014 1:17:47 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Search & Match:

- Allow pattern shift = "Yes"
- Auto residue = "Yes"
- Data source = "Peak list"
- Demote unmatched strong = "No"
- Multi phase = "Yes"
- Restriction set = "Untitled"
- Restriction = "Restriction set"
- Subset name = ""
- Match intensity = "Yes"
- Two theta shift = "0"
- Identify = "Yes"
- Max. no. of accepted patterns = "10"
- Minimum score = "50"
- Min. new lines / total lines = "60"
- Search depth = "10"
- Minimum new lines = "5"
- Minimum scale factor = "0.1"
- Intensity threshold = "0"
- Use line clustering = "Yes"
- Line cluster range = "1.5"
- Search sensitivity = "1.8"
- Use adaptive smoothing = "Yes"
- Smoothing range = "1.5"
- Threshold factor = "3"
- Modification time = "5/5/2014 1:18:02 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

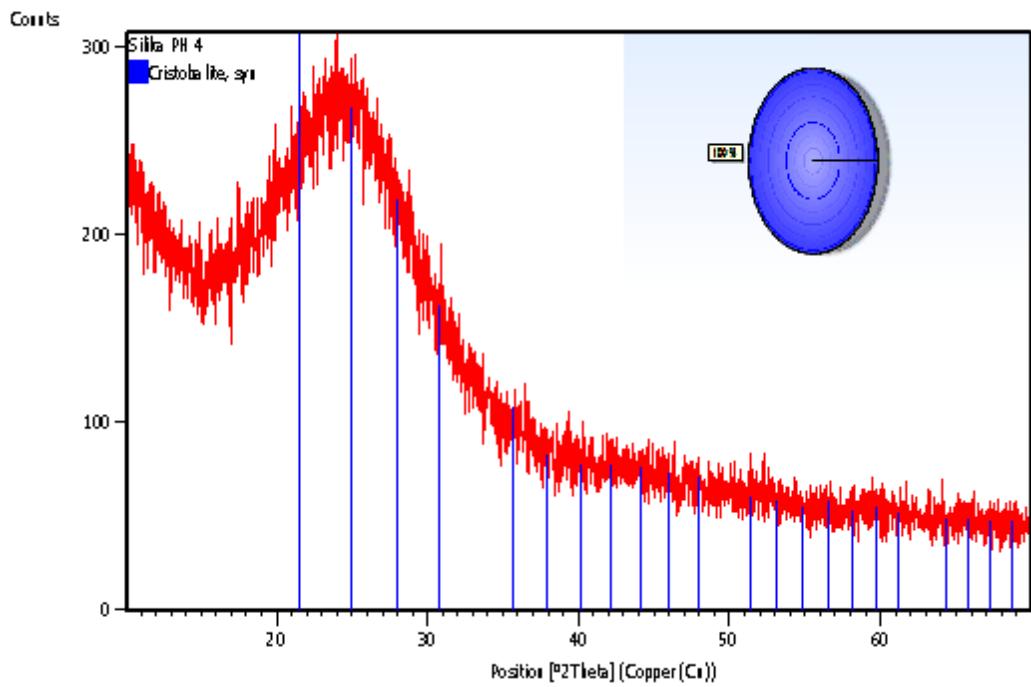
Convert Ref. Pattern to Phase:

- Modification time = "5/5/2014 1:18:50 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Anchor Scan Parameters

Dataset Name: Silika PH 4
File name: E:\DATA PENGUJIAN\Analisa\DWI\Silika PH 4\Silika PH 4.xrdml
Comment: Configuration=Reflection-Transmission Spinner, Owner=User-1, Creation date=12/2/2011 8:19:55 AM
Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001
Sample stage=Reflection-Transmission Spinner PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1
Diffractometer system=XPERT-PRO
Measurement program=C:\PANalytical\Data Collector\Programs\Scan 10-60 (29 April).xrdmp, Identifier={DF09F883-1E4B-4D75-9111-7F311F675ECC}
Measurement Date / Time: 5/2/2014 4:42:39 PM
Operator: Institut Teknologi
Raw Data Origin: XRD measurement (*.XRDML)
Scan Axis: Gonio
Start Position [°2Th.]: 10.0084
End Position [°2Th.]: 69.9844
Step Size [°2Th.]: 0.0170
Scan Step Time [s]: 10.1600
Scan Type: Continuous
PSD Mode: Scanning
PSD Length [°2Th.]: 2.12
Offset [°2Th.]: 0.0000
Divergence Slit Type: Fixed
Divergence Slit Size [°]: 0.2177
Specimen Length [mm]: 10.00
Measurement Temperature [°C]: 25.00
Anode Material: Cu
K-Alpha1 [\AA]: 1.54060
K-Alpha2 [\AA]: 1.54443
K-Beta [\AA]: 1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio: 0.50000
Generator Settings: 30 mA, 40 kV
Diffractometer Type: 0000000011119014
Diffractometer Number: 0
Goniometer Radius [mm]: 240.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]: 100.00
Incident Beam Monochromator: No
Spinning: No

Graphics



Peak List

Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHMLeft [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.2877	42.21	0.4015	8.59880	100.00
11.6468	29.30	0.1673	7.59827	69.42
15.4038	6.99	0.1004	5.75243	16.57
17.5175	15.38	0.1004	5.06281	36.44
21.5319	19.45	0.1004	4.12713	46.08
28.9245	14.28	0.1673	3.08693	33.83
29.3860	23.92	0.0669	3.03950	56.67
30.7141	12.99	0.1004	2.91103	30.77
35.7235	13.00	0.1673	2.51348	30.80
36.6978	22.12	0.0408	2.44693	52.41
39.1984	12.56	0.0836	2.29830	29.75
51.7896	13.99	0.0836	1.76529	33.15
52.7553	6.62	0.3346	1.73523	15.69

Pattern List

Visible Chem.	Ref. Code	Score	Compound Name	Displ. [$^{\circ}$ 2Th]	Scale Fac.
* Si O ₂	01-082-0512	32	Silicon Oxide	-0.229	0.269

Document History

Insert Measurement:

- File name = "Silika PH 4.xrdml"
- Modification time = "5/5/2014 1:19:35 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Default properties:

- Measurement step axis = "None"
- Internal wavelengths used from anode material: Copper (Cu)
- Original K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Used K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Original K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Used K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Original K-Beta wavelength = "1.39225"
- Used K-Beta wavelength = "1.39225"
- Irradiated length = "10.00000"
- Spinner used = "No"
- Receiving slit size = "0.10000"
- Step axis value = "0.00000"
- Offset = "0.00000"
- Sample length = "10.00000"
- Modification time = "5/5/2014 1:19:35 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Interpolate Step Size:

- Derived = "Yes"
- Step Size = "0.01"
- Modification time = "5/5/2014 1:19:35 PM"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "0.5"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "5/5/2014 1:17:47 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Search & Match:

- Allow pattern shift = "Yes"
- Auto residue = "Yes"
- Data source = "Peak list"
- Demote unmatched strong = "No"
- Multi phase = "Yes"
- Restriction set = "Untitled"
- Restriction = "Restriction set"
- Subset name = ""
- Match intensity = "Yes"
- Two theta shift = "0"
- Identify = "Yes"
- Max. no. of accepted patterns = "10"
- Minimum score = "50"
- Min. new lines / total lines = "60"
- Search depth = "10"
- Minimum new lines = "5"
- Minimum scale factor = "0.1"
- Intensity threshold = "0"
- Use line clustering = "Yes"
- Line cluster range = "1.5"
- Search sensitivity = "1.8"
- Use adaptive smoothing = "Yes"
- Smoothing range = "1.5"
- Threshold factor = "3"
- Modification time = "5/5/2014 1:18:02 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Convert Ref. Pattern to Phase:

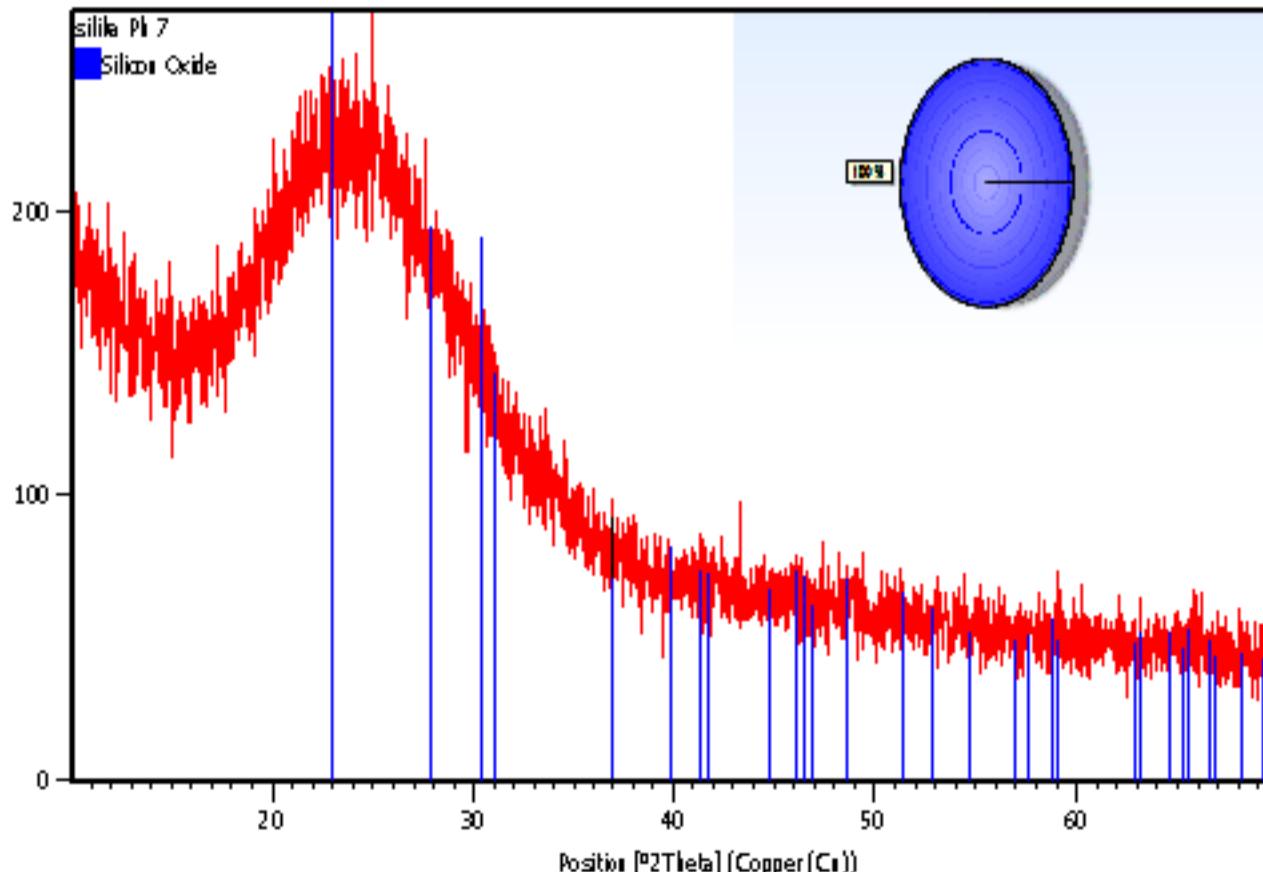
- Modification time = "5/5/2014 1:20:01 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Anchor Scan Parameters

Dataset Name: silika Ph 7
 File name: E:\DATA PENGUJIAN\Analisa\DWI\silika Ph 7\silika Ph 7.xrdml
 Comment: Configuration=Reflection-Transmission Spinner, Owner=User-1, Creation date=12/2/2011 8:19:55 AM
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001
 Sample stage=Reflection-Transmission Spinner PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1
 Diffractometer system=XPERT-PRO
 Measurement program=C:\PANalytical\Data Collector\Programs\Scan 10-60 (29 April).xrdmp,
 Identifier={DF09F883-1E4B-4D75-9111-7F311F675ECC}
 Measurement Date / Time: 5/2/2014 5:02:34 PM
 Operator: Institut Teknologi
 Raw Data Origin: XRD measurement (*.XRDML)
 Scan Axis: Gonio
 Start Position [°2Th.]: 10.0084
 End Position [°2Th.]: 69.9844
 Step Size [°2Th.]: 0.0170
 Scan Step Time [s]: 10.1600
 Scan Type: Continuous
 PSD Mode: Scanning
 PSD Length [°2Th.]: 2.12
 Offset [°2Th.]: 0.0000
 Divergence Slit Type: Fixed
 Divergence Slit Size [°]: 0.2177
 Specimen Length [mm]: 10.00
 Measurement Temperature [°C]: 25.00
 Anode Material: Cu
 K-Alpha1 [Å]: 1.54060
 K-Alpha2 [Å]: 1.54443
 K-Beta [Å]: 1.39225
 K-A2 / K-A1 Ratio: 0.50000
 Generator Settings: 30 mA, 40 kV
 Diffractometer Type: 0000000011119014
 Diffractometer Number: 0
 Goniometer Radius [mm]: 240.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]: 100.00
 Incident Beam Monochromator: No
 Spinning: No

Graphics

Counts

**Peak List**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHMLeft [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
--------------	--------------	------------------	---------------	---------------

13.7069	13.70	0.1004	6.46051	46.91
23.0102	29.19	0.1004	3.86521	100.00
28.0363	6.39	0.4015	3.18268	21.89
33.6250	15.48	0.0836	2.66539	53.03
44.2375	8.48	0.1171	2.04749	29.06
54.2026	15.23	0.1004	1.69226	52.15
54.9833	5.30	0.2007	1.67007	18.15
56.1250	3.93	0.1004	1.63878	13.46
57.2198	11.48	0.0612	1.60866	39.33
59.1439	5.68	0.2676	1.56213	19.47
65.5066	7.47	0.1020	1.42378	25.59
65.8693	15.42	0.1004	1.41799	52.83
66.5984	8.02	0.1004	1.40423	27.46

Pattern List

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displ. [°2Th]	Scale Fac.	Chem.
Formula	*	01-075-3163	23 Silicon Oxide	0.036	0.611	Si O2

Document History

Insert Measurement:

- File name = "silika Ph 7.xrdml"
- Modification time = "5/5/2014 1:20:40 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Default properties:

- Measurement step axis = "None"
- Internal wavelengths used from anode material: Copper (Cu)
- Original K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Used K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Original K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Used K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Original K-Beta wavelength = "1.39225"
- Used K-Beta wavelength = "1.39225"
- Irradiated length = "10.00000"
- Spinner used = "No"
- Receiving slit size = "0.10000"
- Step axis value = "0.00000"
- Offset = "0.00000"
- Sample length = "10.00000"
- Modification time = "5/5/2014 1:20:40 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Interpolate Step Size:

- Derived = "Yes"
- Step Size = "0.01"
- Modification time = "5/5/2014 1:20:40 PM"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "0.5"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "5/5/2014 1:17:47 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

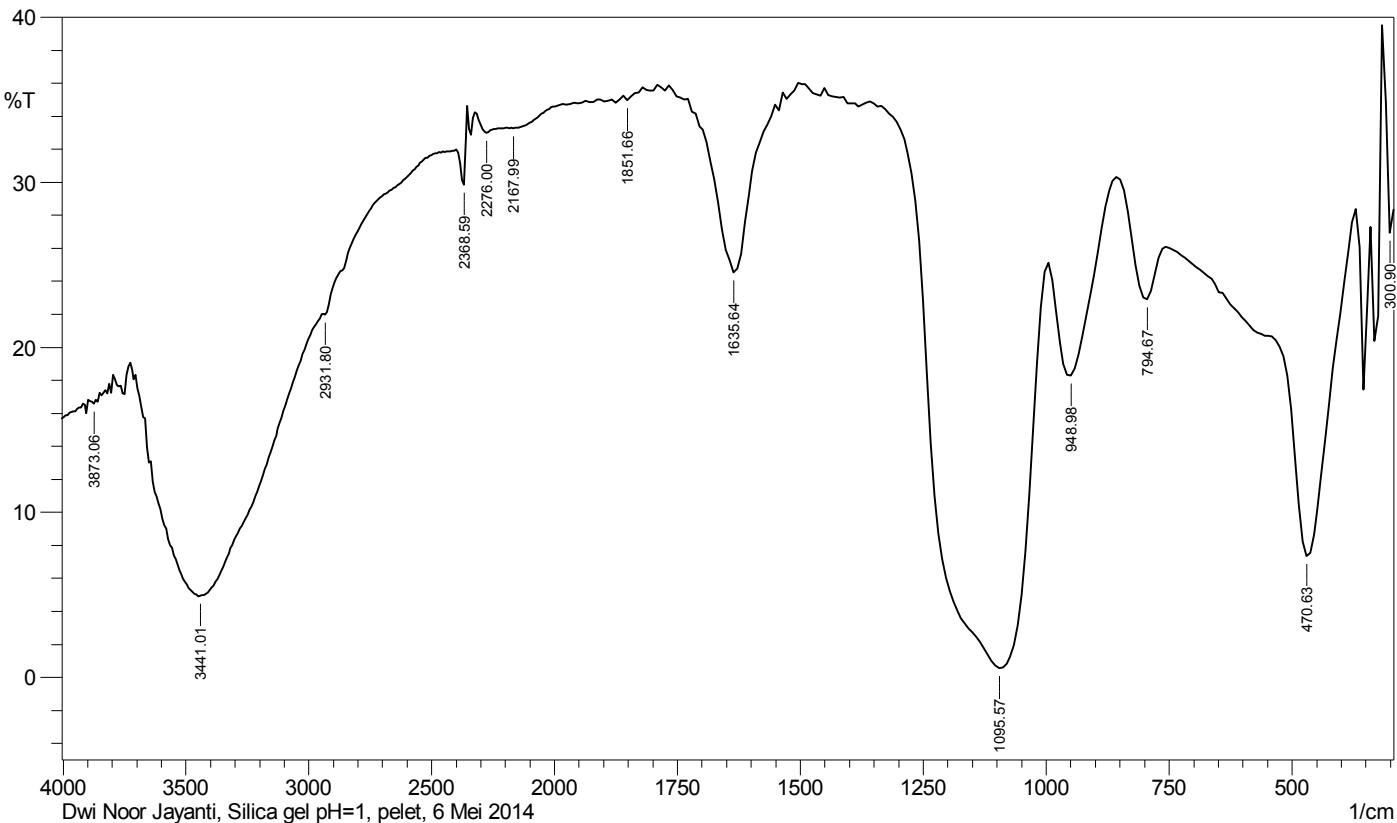
Search & Match:

- Allow pattern shift = "Yes"
- Auto residue = "Yes"
- Data source = "Peak list"
- Demote unmatched strong = "No"
- Multi phase = "Yes"
- Restriction set = "Untitled"
- Restriction = "Restriction set"
- Subset name = ""
- Match intensity = "Yes"
- Two theta shift = "0"
- Identify = "Yes"

- Max. no. of accepted patterns = "10"
- Minimum score = "50"
- Min. new lines / total lines = "60"
- Search depth = "10"
- Minimum new lines = "5"
- Minimum scale factor = "0.1"
- Intensity threshold = "0"
- Use line clustering = "Yes"
- Line cluster range = "1.5"
- Search sensitivity = "1.8"
- Use adaptive smoothing = "Yes"
- Smoothing range = "1.5"
- Threshold factor = "3"
- Modification time = "5/5/2014 1:18:02 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Convert Ref. Pattern to Phase:

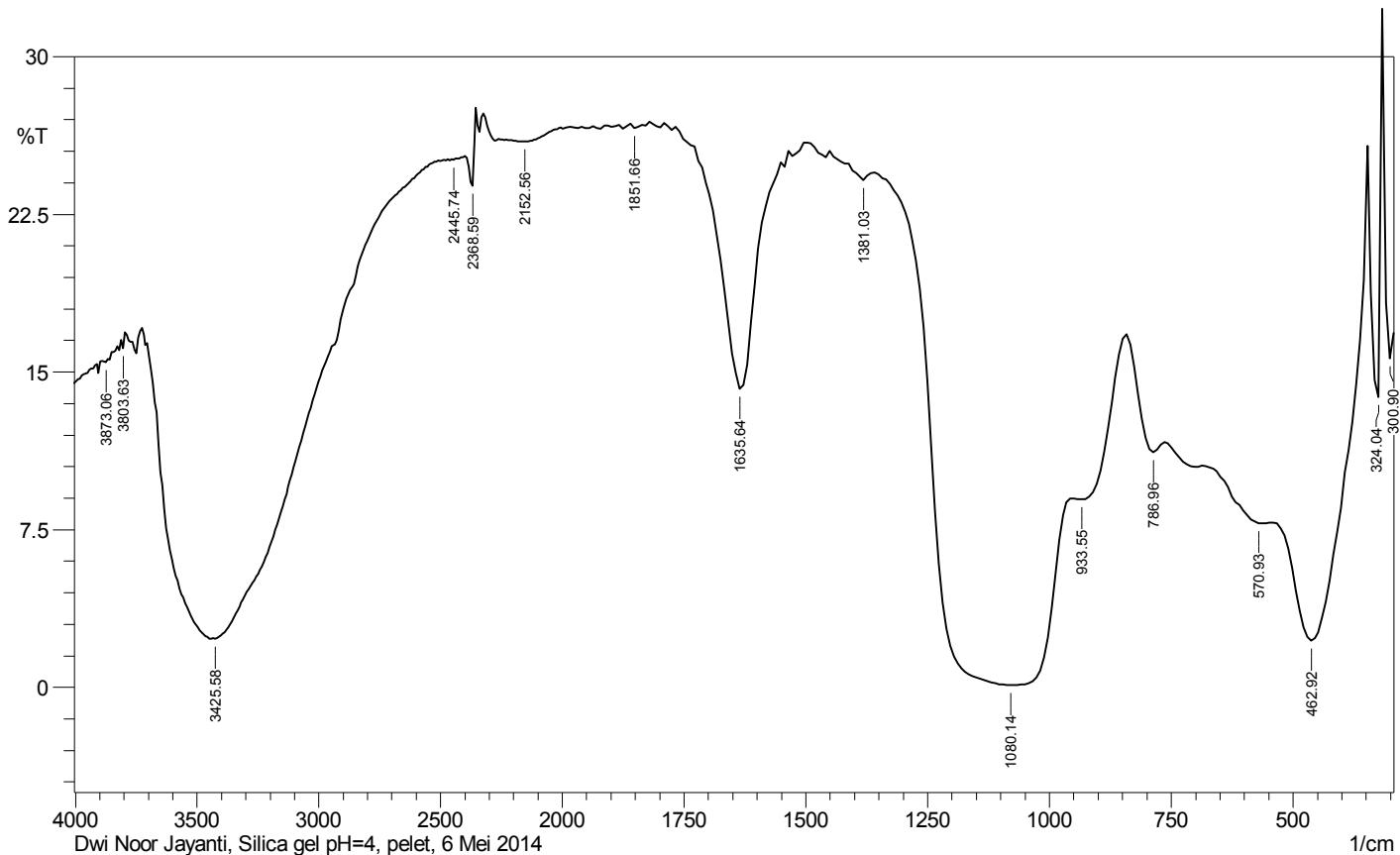
- Modification time = "5/5/2014 1:21:00 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	300.9	26.912	4.667	308.61	293.18	8.627	0.518
2	470.63	7.317	19.873	756.1	378.05	270.367	54.249
3	794.67	22.9	4.587	848.68	763.81	50.813	3.615
4	948.98	18.269	8.568	995.27	856.39	88.454	11.094
5	1095.57	0.542	26.695	1357.89	1002.98	401.144	211.47
6	1635.64	24.536	10.682	1728.22	1535.34	99.519	12.133
7	1851.66	34.973	0.346	1859.38	1820.8	17.428	0.09
8	2167.99	33.26	0.178	2191.13	1982.82	98.011	0.485
9	2276	32.988	0.875	2314.58	2198.85	55.363	0.671
10	2368.59	29.849	3.866	2399.45	2353.16	23.14	1.135
11	2931.8	21.963	0.362	2947.23	2453.45	271.393	0.112
12	3441.01	4.945	15.199	3726.47	2947.23	761.52	225.214
13	3873.06	16.576	0.356	3888.49	3849.92	29.896	0.237

Comment;

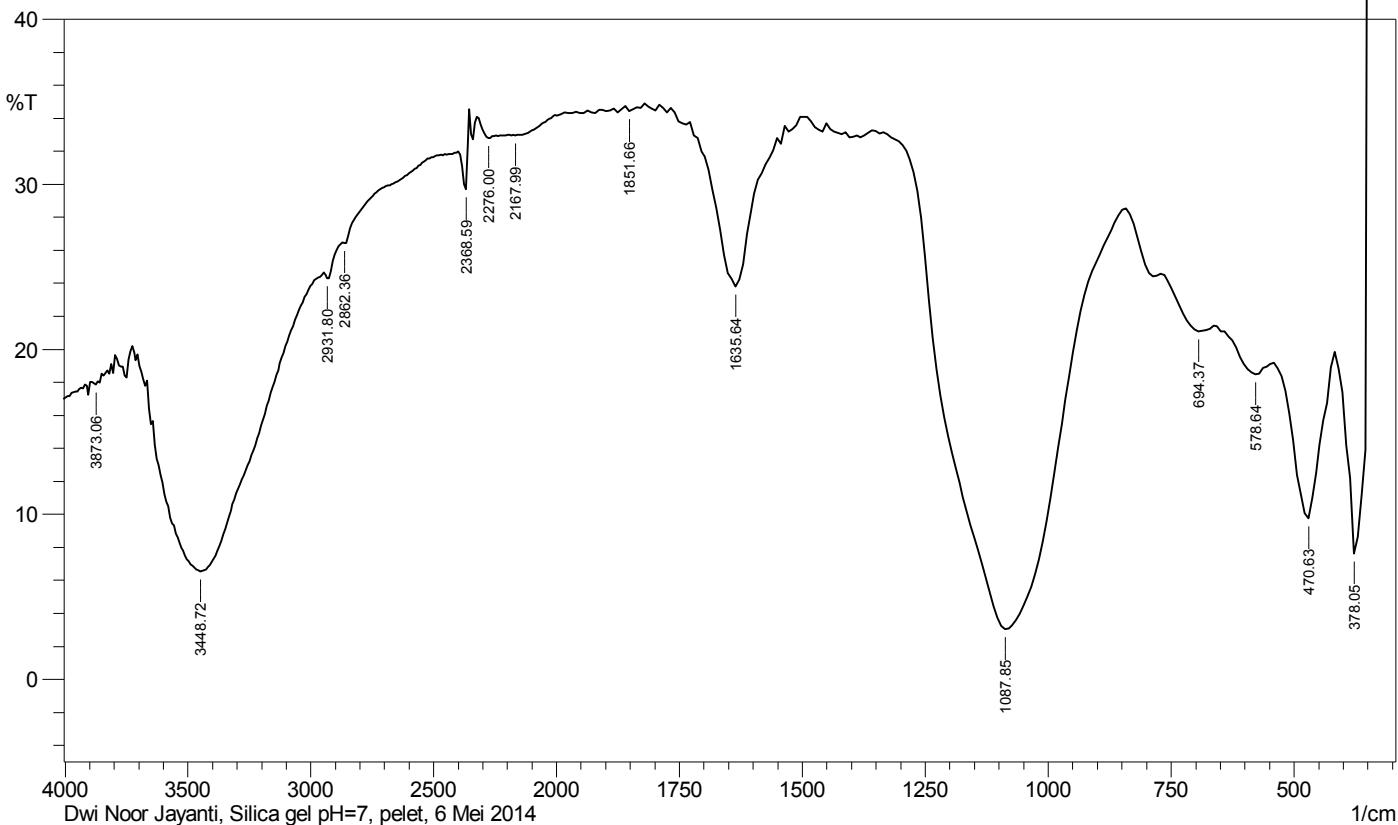
Dwi Noor Jayanti, Silica gel pH=1, pelet, 6 Mei 2014



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	300.9	15.644	1.931	308.61	293.18	12.184	0.387
2	324.04	13.807	16.822	347.19	316.33	22.477	6.181
3	462.92	2.211	10.425	540.07	354.9	226.595	59.68
4	570.93	7.784	0.643	678.94	540.07	146.954	2.013
5	786.96	11.161	2.031	840.96	763.81	69.413	2.91
6	933.55	8.928	1.22	948.98	848.68	95.38	4.784
7	1080.14	0.096	13.649	1357.89	956.69	684.541	352.136
8	1381.03	24.109	0.494	1442.75	1365.6	46.98	0.26
9	1635.64	14.19	11.745	1759.08	1535.34	150.781	19.744
10	1851.66	26.59	0.244	1859.38	1820.8	22.115	0.098
11	2152.56	25.944	0.326	2245.14	2013.68	134.872	0.733
12	2368.59	23.859	2.734	2391.73	2353.16	23.098	0.891
13	2445.74	25.097	0.047	2453.45	2399.45	32.357	0.038
14	3425.58	2.307	16.751	3726.47	2507.46	1225.698	392.402
15	3803.63	16.007	0.693	3834.49	3795.91	30.341	0.181
16	3873.06	15.446	0.243	3888.49	3849.92	31.121	0.178

Comment;

Dwi Noor Jayanti, Silica gel pH=4, pelet, 6 Mei 2014



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	378.05	7.6	55.86	416.62	347.19	55.94	33.97
2	470.63	9.74	9.26	540.07	424.34	98.26	14.84
3	578.64	18.46	1.29	655.8	547.78	76.68	1.49
4	694.37	21.05	1.32	763.81	663.51	65.98	1.56
5	1087.85	3.03	27.71	1327.03	848.68	420.63	174.74
6	1635.64	23.78	9.86	1728.22	1535.34	103.32	12.05
7	1851.66	34.42	0.35	1859.38	1820.8	17.77	0.1
8	2167.99	32.95	0.07	2175.7	1982.82	91.58	0.39
9	2276	32.77	0.88	2314.58	2198.85	55.76	0.7
10	2368.59	29.69	3.98	2399.45	2353.16	23.2	1.17
11	2862.36	26.42	0.14	2870.08	2453.45	218.48	0.04
12	2931.8	24.28	0.43	2939.52	2870.08	41.24	0.2
13	3448.72	6.51	13.54	3664.75	2947.23	641.42	157.12
14	3873.06	17.84	0.35	3888.49	3849.92	28.68	0.22

Comment;

Dwi Noor Jayanti, Silica gel pH=7, pelet, 6 Mei 2014