

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI WOLLASTONITE BERBASIS
PREKUSOR BIOGENIK SILIKA ABU SEKAM PADI**

Tesis

Oleh
AMILIA RASITIANI



**PROGRAM STUDI MAGISTER FISIKA
JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2021**

ABSTRAK

SINTESIS DAN KARAKTERISASI WOLLASTONITE BERBASIS PREKUSOR BIOGENIK SILIKA ABU SEKAM PADI

Oleh
AMILIA RASITIANI

Sintesis *wollastonite* telah dilakukan dengan bahan dasar silika sekam padi dan kalsium karbonat komersil. Perubahan reaksi kimia, fasa, gugus fungsi, dan morfologi *wollastonite* dipengaruhi oleh suhu kalsinasi 900 °C, 1000 °C, dan 1100 °C. Hasil DTA-TGA menunjukkan penyusutan massa karena terjadinya penguapan H₂O dan dekomposisi CaCO₃ menjadi CaO seiring meningkatnya suhu kalsinasi, selain itu, hasil DTA juga mengidentifikasi adanya pembentukan fasa β-CaSiO₃ dan fasa α-CaSiO₃. Berdasarkan hasil XRD, *wollastonite* yang didapatkan didominasi oleh fasa β-CaSiO₃ dan fasa minor adalah α-CaSiO₃ hal ini ditunjukkan oleh puncak intensitas fasa β-CaSiO₃ lebih tinggi dibandingkan puncak intensitas fasa α-CaSiO₃. Pembentukan kedua fasa tersebut dalam *wollastonite* juga diperkuat dari hasil FTIR melalui analisis gugus fungsi Si-O-Ca pada setiap sampel *wollastonite*. Selain itu, hasil analisa SEM menunjukkan bentuk partikel *spheroid* (bulat) dengan ukuran butir rata-rata 0,19 μm, 0,35 μm dan 0,68 μm untuk masing-masing suhu kalsinasi 900 °C, 1000 °C dan 1100 °C. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa pembuatan *wollastonite* dari bahan dasar silika sekam padi dan kalsium karbonat komersil mempunyai potensi sebagai bahan alternatif pembuatan *wollastonite*.

Kata kunci: sekam padi, kalsium karbonat, *wollastonite*, metode reaksi padatan.

ABSTRACT

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF WOLLASTONITE BASED ON BIOGENIC PRECUSOR OF SILICA RICE HUSK ASH

By

AMILIA RASITIANI

Wollastonite was synthesized with the basic ingredients of rice husk silica and commercial calcium carbonate. Changes in chemical reactions, phases, functional groups, and morphology of wollastonite are affected by calcination temperatures of 900 °C, 1000 °C, and 1100 °C. The results of DTA-TGA showed mass shrinkage due to the evaporation of H₂O and the decomposition of CaCO₃ into CaO as the calcination temperature increased. In addition, the results of DTA also identifies the formation of β-CaSiO₃ and α-CaSiO₃ phases. Based on the XRD results obtained wollastonite is dominated by the β-CaSiO₃ phase and the minor phase is α-CaSiO₃ this is indicated by the peak intensity of the β-CaSiO₃ phase which is higher than the peak intensity of the α-CaSiO₃ phase. The formation of these two phases in wollastonite is also confirmed from the FTIR results through the analysis of the Si-O-Ca functional group in each wollastonite sample. In addition, the results of the SEM analysis shows the shape of the spheroidal particles (spherical) with an average grain size of 0.19 μm, 0.35 μm and 0.68 μm for the calcination temperatures of 900 °C, 1000 °C and 1100 °C, respectively. The results of this study indicate that the manufacture of wollastonite from rice husk silica and commercial calcium carbonate has potential as an alternative material for the manufacture of wollastonite.

Keywords: rice husk, calcium carbonate, *wollastonite*, solid state reaction.

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI WOLLASTONITE BERBASIS
PREKUSOR BIOGENIK SILIKA ABU SEKAM PADI**

Oleh

**Amilia Rasitiani
1827041006**

Tesis

**Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Mencapai Gelar
MAGISTER SAINS
Pada
Program Studi Magister Fisika
Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**PROGRAM STUDI MAGISTER FISIKA
JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2021**



MENGESAHKAN

1. Tim Pengaji

Ketua

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

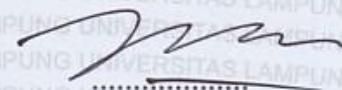


Sekretaris

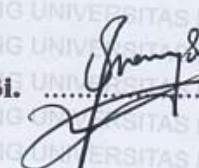
: **Prof. Moh. Badaruddin, S.T., M.T., Ph.D**



Pengaji Anggota : 1. **Prof. Posman Manurung, Ph.D.**



2. **Dr. rer. nat. Roniyus Marjunus, M.Si.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



3. Direktur Program Rascasarjana



Prof. Dr. Ahmad Soudi Samosir, S.T., M.T.

NIP. 19710415 199803 1 005

Tanggal Lulus Ujian Tesis : **26 Agustus 2021**

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam tesis ini yang berjudul “**Sintesis dan Karakterisasi Wollastonite Berbasis Prekusor Biogenik Silika Abu Sekam Padi**” tidak terdapat karya orang lain yang sama persis. Sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis, kecuali yang diacu dalam naskah ini disebutkan dalam daftar pustaka. Saya menyatakan pula bahwa tesis ini dibuat oleh saya sendiri.

Apabila pernyataan saya tidak benar maka saya bersedia dikenai sanksi sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, Agustus 2021



Amilia Rasitiani
NPM 1827041006

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Sukadana Baru, pada tanggal 19 Februari 1997 dari pasangan Bapak Abdul Rasyid dan Ibu Aminah Subing sebagai anak kedua dari dua bersaudara. Penulis telah menyelesaikan Sekolah Dasar di SD Negeri 6 Pakuan Aji pada tahun 2008, Sekolah Menengah Pertama

SMP Swasta PGRI 2 Sukadana pada tahun 2011, dan Sekolah Menengah Atas di MAN Negeri 1 Bandar Metro pada tahun 2014.

Pada tahun 2018 penulis menyelesaikan pendidikan Strata-1 di Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung. Tahun 2018 penulis melanjutkan Program Magister Fisika dengan penelitian berbasis *wollastonite* di Program Studi Magister Fisika, Universitas Lampung.

MOTTO

“Hanya ada dua pilihan untuk memenangkan kehidupan: keberanian atau keikhlasan. Jika tidak berani, ikhlas lah menerimanya, jika tidak ikhlas, beranilah mengubahnya.” Lenang Menggala.

“Memulai dengan penuh keyakinan, menjalankan dengan penuh keikhlasan, menyelesaikan dengan penuh kebahagiaan.”

“Karena sesungguhnya di dalam setiap kesulitan itu ada kemudahan. Sesungguhnya dalam setiap kesulitan itu ada kemudahan.”
“QS. Al. Insyirah: 5-6”

PERSEMBAHAN

Dengan ketulusan dan rasa syukur kepada Allah SWT kupersembahkan karya ini kepada:

KEDUA ORANG TUAKU TERCINTA

“ Motivator terhebat dalam hidupku dan kakak ku yang telah memberikan kasih sayang, dukungan, semangat serta mendo’akan kesuksesan dan keberhasilanku”

“Keluarga besar, sahabat dan rekan terbaik dalam hidup”

“Almamater Tercinta Universitas Lampung”

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahi rabbil'alamin. Segala puji hanya milik Allah SWT atas limpahan rahmat, kesehatan dan pertolongan-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis yang berjudul "**Sintesis dan Karakterisasi Wollastonite Berbasis Prekusor Biogenik Silika Abu Sekam Padi**". Adapun tujuan utama penulisan tesis ini adalah sebagai salah satu persyaratan untuk mendapatkan gelar Magister Sains dari Universitas Lampung.

Penulis menyadari dalam penulisan tesis ini masih banyak kekurangan dalam penulisan dan penyusunan, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun. Akhir kata, semoga tesis ini dapat bermanfaat bagi semua.

Bandar Lampung, Agustus 2021
Penulis,

Amilia Rasitiani

SANWACANA

Puji syukur kehadirat Allah SWT, Rabb semesta alam yang menciptakan langit dan bumi serta penguasa atas semua makhluk. Alhamdulillah penulis masih diberikan kesempatan untuk mengucapkan terimakasih kepada pihak yang telah banyak membantu dalam penyelesaian penelitian dan penulisan tesis ini, maka penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Orangtua penulis, Ayah dan Ibu tercinta (Bapak Abdul Rasyid dan Ibu Aminah Subing) yang selalu mendo'akan kebaikan bagi penulis.
2. Ibu Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D., sebagai Pembimbing I yang telah memberikan bimbingan selama penelitian, dan memberikan arahan dalam penyelesaian tesis penulis.
3. Bapak Prof. Moh. Badaruddin, S.T., M.T., Ph.D., sebagai Pembimbing II yang memberikan masukan serta nasehat dalam menyelesaikan tugas akhir.
4. Bapak Prof. Posman Manurung, M.Si., Ph.D., sebagai Penguji I yang telah memberi kritik dan saran kepada penulis selama penulisan tesis.
5. Bapak Dr. rer. nat. Roniyus Marjunus, M.Si., sebagai Penguji II yang telah memberi kritik dan saran kepada penulis selama penulisan tesis dan selama penulis menjadi mahasiswa.
6. Rektor Universitas Lampung Prof. Dr. Karomani M.Si.

7. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T.
8. Direktur Program Pascasarjana Prof. Dr. Ahmad Soudi Samosir, S.T., M.T..
9. Bapak Prof. Posman Manurung, M.Si., Ph.D., sebagai Pembimbing Akademik.
10. Bapak Gurum Ahmad Pauzi, M.T., selaku Ketua Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
11. Bapak Dr. Junaidi, S.Si., M.Sc., selaku Ketua Program Studi Magister Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
12. Kakak ku Aris Kurniawan dan Kakak Iparku Denti yang telah mendo'akan dan memberi semangat.
13. Teman seperjuangan penelitian Dian Mardina yang sampai saat ini selalu memberi masukan maupun sebagai tempat diskusi dan Angkatan 2018 Program Pascasarjana Fisika: Renita, Dita, Ferina dan Trismahargyono yang membantu dan memberikan semangat penulis.
14. Sahabat-sahabatku Adeliya Ayu A, Liyana Mardova dan Titan Nurahman yang telah meluangkan waktunya untuk memberikan dukungan, bantuan dan menjadi pendengar yang baik.

Semoga Allah SWT senantiasa memberi rahmat dan karunia-Nya kepada kita semua. Aamiin.

Bandar Lampung, Agustus 2021

Penulis,

Amilia Rasitiani

DAFTAR ISI

ABSTRAK	ii
ABSTRACT	iii
HALAMAN JUDUL	iv
HALAMAN PERSETUJUAN	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
HALAMAN PERNYATAAN	vii
RIWAYAT HIDUP	viii
MOTTO	ix
HALAMAN PERSEMAHAN	x
KATA PENGANTAR	xi
SANWACANA	xii
DAFTAR ISI.....	xiv
DAFTAR GAMBAR.....	xvi
DAFTAR TABEL	xviii
 I. PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah.....	4
C. Tujuan Penelitian.....	4
D. Batasan Masalah.....	4
E. Manfaat Penelitian	5
 II. TINJAUAN PUSTAKA	
A. Silika (SiO_2).....	6
B. <i>Wollastonite</i>	10
C. Kalsium Karbonat (CaCO_3).....	12
D. Metode Reaksi Padatan	13
E. Karakterisasi Material.....	14

III. METODE PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian	22
B. Alat dan Bahan	22
C. Prosedur Penelitian	23
D. Diagram Alir.....	26

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Karakterisasi DTA-TGA	30
B. Hasil Karakterisasi FTIR	33
C. Hasil Karakterisasi XRD	40
D. Hasil Karakterisasi SEM	45

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan.....	47
B. Saran	48

DAFTAR PUSTAKA**LAMPIRAN**

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Skema SEM	17
Gambar 2.2. Skema analisis FTIR.....	19
Gambar 3.1. Proses pembakaran abu sekam padi	24
Gambar 3.2. Diagram alir preparasi sekam padi	26
Gambar 3.3. Diagram alir preparasi abu sekam padi menggunakan metode <i>leaching</i>	27
Gambar 3.4. Diagram alir sintesis silika sekam padi dengan metode pengendapan	28
Gambar 3.5. Sintesis <i>wollastonite</i> dengan metode reaksi padatan	29
Gambar 4.1. Hasil DTA <i>wollastonite</i>	31
Gambar 4.2. Hasil TGA <i>wollastonite</i>	32
Gambar 4.3. Grafik DTA dan TGA <i>wollastonite</i>	33
Gambar 4.4. Spektrum FTIR <i>wollastonite</i> pada suhu kalsinasi 900 °C	34
Gambar 4.5. Spektrum FTIR <i>wollastonite</i> pada suhu kalsinasi 1000 °C	36
Gambar 4.6. Spektrum FTIR <i>wollastonite</i> pada suhu kalsinasi 1100 °C	38
Gambar 4.7. Spektrum FTIR <i>wollastonite</i> pada suhu kalsinasi 900, 1000, dan 1100 °C	39
Gambar 4.8. Difaktogram XRD <i>wollastonite</i> pada suhu kalsinasi 900 °C ($\beta = \beta\text{-CaSiO}_3$ dan $\alpha = \alpha\text{-CaSiO}_3$).....	41
Gambar 4.9. Difaktogram XRD <i>wollastonite</i> pada suhu kalsinasi 1000 °C ($B = \beta\text{-CaSiO}_3$ dan $A = \alpha\text{-CaSiO}_3$)	42

Gambar 4.10. Difaktogram XRD *wollastonite* pada suhu kalsinasi 1100 °C
($\beta = \beta\text{-CaSiO}_3$ dan $\alpha = \alpha\text{-CaSiO}_3$) 43

Gambar 4.11. Difaktogram XRD *wollastonite* pada suhu kalsinasi 900 °C ,
1000 °C, dan 1100 °C (B = $\beta\text{-CaSiO}_3$ dan A = $\alpha\text{-CaSiO}_3$) 44

Gambar 4.12. Morfologi sampel *wollastonite* pada suhu kalsinasi (a) 900 °C ,
(b) 1000 °C, dan (c) 1100 °C..... 46

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Karakteristik silika	7
Tabel 2.2 Kristal utama silika dengan rentang stabilitas, struktur dan densitas	8

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Wollastonite merupakan senyawa yang diperoleh dengan mereaksikan kalsium karbonat dan silika dengan rumus kimia CaSiO₃ (Nizami, 2003; Ismail *et al.*, 2016). *Wollastonite* merupakan mineral alami yang berwarna putih kekuningan, mengandung unsur kalsium (Ca), silikon (Si) dan oksigen (O₂) (Newport *et al.*, 2006). Beberapa sifat *wollastonite* yaitu memiliki penyerapan kelembaban rendah, ekspansi termal rendah, penyusutan rendah, dan stabilitas termal *wollastonite* berguna dalam bahan kimia, metallurgi, konstruksi dan polimer (Palakhurty *et al.*, 2019). *Wollastonite* dapat juga digunakan pada bidang industri sebagai bahan baku plastik, karet, dan semen (Martelo *et al.*, 2015), sebagai bahan pembuatan dinding dalam bidang industri termasuk keramik (Yun *et al.*, 2006).

Dalam bidang medis, *wollastonite* dapat digunakan sebagai tulang buatan (Chen *et al.*, 2010), bahan pensubstitusi tulang (Meiszterics and Sinko, 2011), akar gigi (Saadaldin and Rizkalla, 2014), dan penumbuhan sel (Zhang *et al.*, 2013) karena *wollastonite* memiliki porositas serupa tulang (*similar porosity to bone*), kekuatan mekanik yang baik (*good mechanical strength*), dan tingkat kelarutan rendah (*low solubility*) yang baik dipakai dalam tubuh (Adams *et al.*, 2018).

Wollastonite dapat dibuat dengan menggunakan bahan dasar CaCO₃ dan SiO₂ komersial maupun bahan dasar berbasis limbah. Bahan dasar CaCO₃ berbasis limbah, diantaranya cangkang bekicot (Fernianti, 2008; Asmi *et al.*, 2016), cangkang telur (Puntharod *et al.*, 2013; Istiyati dan Asmi, 2013), kerang tahu (Suci, 2016), kerang kijing dan kerang darah (Islam *et al.*, 2011; Hariharan *et al.*, 2014). Beberapa bahan dasar non komersil yang dapat digunakan sebagai sumber SiO₂ yakni tongkol jagung (Mohanraj *et al.*, 2012; Velmurungan *et al.*, 2015), rumput gajah (Matchi *et al.*, 2016), daun bambu (Aminullah *et al.*, 2015), dan sekam padi (Kalapathy *et al.*, 2002; Sriyanti *et al.*, 2005; dan Ismail *et al.*, 2016). Sekam padi merupakan limbah yang diperoleh melalui proses produksi padi menjadi beras yaitu sekitar 20 -22% dari berat padi (Mansha *e al.*, 2011). Sekam padi mengandung 17-25% silika (Sarangi *et al.*, 2009; Soltani *et al.*, 2015, Bakar *et al.*, 2016). Abu sekam padi mengandung silika (SiO₂) sebesar 85-95% (Phuttwawong *et al.*, 2015; Hossain *et al.*, 2018). Karena kelebihannya yang aplikatif dan mudah didapatkan, beberapa peneliti berupaya untuk menghasilkan silika dari sekam padi.

Mensintesis *wollastonite* dapat menggunakan beberapa metode seperti, metode reaksi padatan (Rashid *et al.*, 2014; Vakalova *et al.*, 2016) , sol gel (Wang *et al.*, 2008; Udduttula *et al.*, 2013), metode pembakaran (Huang and Chang, 2006; Morsy *et al.*, 2016), metode kopresipitasi (Gallini *et al.*, 2005), dan sintesis gelombang mikro (Vichaphund *et al.*, 2011). Berdasarkan metode-metode tersebut, metode reaksi padatan merupakan metode yang sederhana dan mudah namun mampu menghasilkan *wollastonite* murni dengan kristalinitas yang baik (Shukur *et al.*, 2014). Selain itu, metode reaksi padatan memiliki kelebihan yaitu,

ramah lingkungan, murah dalam biaya pembuatannya, dan tidak beracun (Phuttwawong *et al.*, 2015; Hossain *et al.*, 2018).

Sintesis *wollastonite* telah banyak dilakukan oleh peneliti, diantaranya seperti dilakukan oleh Ismail *et al.* (2016) menggunakan bahan baku sekam padi sebagai sumber SiO₂ dan batu kapur sebagai sumber CaO dengan metode reaksi padatan. Berdasarkan penelitian, di dapatkan fasa β -CaSiO₃ dengan suhu kalsinasi 950 °C. Penelitian sejenis juga pernah dilakukan oleh Hossain *et al.* (2018) dengan bahan silika sekam padi dan cangkang telur menggunakan metode reaksi padatan. Berdasarkan penelitian, didapatkan fasa β -CaSiO₃ pada suhu kalsinasi 1100 °C dan bertransformasi menjadi fasa α -CaSiO₃ pada suhu kalsinasi 1200 °C. Kemudian Sultana *et al.* (2020) melakukan penelitian menggunakan cangkang telur dan silika dari abu sekam padi menggunakan metode reaksi padatan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa fase *wollastonite* terbentuk pada suhu kalsinasi 1000 °C dengan perbandingan molar 10 : 2.6.

Berdasarkan penjelasan di atas mendorong penulis untuk melakukan penelitian mengenai sintesis dan karakterisasi *wollastonite* berbahan dasar abu sekam padi dan kalsium karbonat komersil pada suhu kalsinasi 900, 1000 dan 1100 °C menggunakan metode reaksi padatan. Karakterisasi yang dilakukan yakni *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui komposisi unsur, menggunakan *Differential Thermal Analysis-Thermogravimetric Analysis* (DTA- TGA) untuk mengetahui sifat termal, *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui fasa yang terbentuk, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui struktur

permukaan sampel, dan *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi.

B. Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Bagaimana cara mensintesis *wollastonite* berbahan dasar abu silika sekam padi dan kalsium karbonat komersil menggunakan metode reaksi padatan?
2. Bagaimana sifat termal, fasa yang terbentuk, karakterisasi morfologi, dan gugus fungsi pada *wollastonite* berbahan dasar abu sekam padi dan kalsium karbonat komersil menggunakan metode reaksi padatan?

C. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dalam penelitian ini yaitu:

1. Mengetahui cara mensisntesis *wollastonite* berbahan dasar silika abu sekam padi dan kalsium karbonat komersil menggunakan metode reaksi padatan.
2. Mengetahui sifat termal, fasa yang terbentuk, karakterisasi morfologi, gugus fungsi pada *wollastonite* berbahan dasar sekam padi dan kalsium karbonat komersil menggunakan metode reaksi padatan.

D. Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Sintesis *wollastonite* menggunakan bahan dasar abu sekam padi dan kalsium karbonat komersil.
2. Sintesis *wollastonite* menggunakan metode reaksi padatan.
3. Karakterisasi sampel dengan menggunakan DTA-TGA, XRD, SEM dan FTIR.

E. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Dapat mensisntesis dan mengetahui sifat termal, fasa yang terbentuk, struktur mikro, dan gugus fungsi pada *wollastonite* berbahan dasar abu sekam padi dan kalsium karbonat komersil menggunakan reaksi padatan.
2. Menjadi bahan acuan bagi penelitian berikutnya yang ingin meneruskan pembuatan *wollastonite* berbahan dasar abu sekam padi dan kalsium karbonat komersil.
3. Hasil penelitian ini dapat digunakan sebagai alternatif dalam pemilihan metode dalam pembuatan *wollastonite* berbahan dasar abu sekam padi dan kalsium karbonat komersil.

II. TINJAUAN PUSTAKA

Bab II ini menjelaskan beberapa konsep dasar teori yang mendukung topik penelitian. Pembahasan dimulai dengan penjelasan mengenai silika (SiO_2) secara umum, karakteristik silika, struktur kristal silika, aplikasi silika, serta silika sekam padi. Selanjutnya penjelasan mengenai *wollastonite* (CaSiO_3), karakteristik *wollastonite*, aplikasi *wollastonite*. Kemudian dilanjutkan pembahasan mengenai bahan penyusun *wollastonite* yakni kalsium karbonat (CaCO_3). Serta membahas metode reaksi padatan dan karakterisasi yang digunakan dalam penelitian ini.

A. Silika (SiO_2)

Silikon dioksida atau yang biasa dikenal dengan silika, memiliki rumus kimia SiO_2 (Hidayati *et al.*, 2009). Silika dapat berbentuk gel, kristal dan amorf (Todkar *et al.*, 2016). Beberapa bahan non komersil yang dapat digunakan sebagai sumber SiO_2 yakni daun bambu (Amu and Adetuberu, 2010; Aminullah *et al.*, 2015), tongkol jagung (Mohanraj *et al.*, 2012; Velmurugan *et al.*, 2015), dan yang paling banyak digunakan adalah sekam padi (Chandrasekhar *et al.*, 2002; Kalapathy *et al.*, 2002).

Kemurnian lebih tinggi dari sekam padi dapat diperoleh dengan proses *leaching* menggunakan zat asam serta sekam padi dibakar pada suhu 800 °C selama 30 menit yang akan menghasilkan kemurnian silika dari sekam padi

sebesar 99,77% (Umeda and Kondoh, 2010). Dilanjutkan pemurnian abu sekam padi dengan metode pengendapan pernah dilakukan oleh Yuvakkumar *et al* (2012), hasilnya menunjukkan bahwa kemurnian tertinggi silika dari abu sekam padi 99,9% diperoleh pada perlakuan menggunakan NaOH 2,5 N.

1. Karakteristik Silika (SiO_2)

Silika memiliki sifat hidrofobik (tidak dapat menyerap air), transparan (Sriyanti *et al.*, 2005), dan bersifat non konduktor (Hidayati *et al.*, 2009). Secara teoritis, unsur silika mempunyai sifat menambah kekuatan lentur adonan keramik dan kekuatan produk keramik (Astuti *et al.*, 2012). Karakteristik silika ditunjukkan pada **Tabel 2.1**.

Tabel 2.1 Karakteristik silika (Maeda *et al.*, 2001).

Kategori	Silika
Rumus kimia	SiO_2
Massa jenis (g/cm^3)	2,6
Bentuk	Padat
Daya larut dalam air	Tidak larut
Titik didih ($^\circ\text{C}$)	1610
Titik cair ($^\circ\text{C}$)	2230
Kekerasan (kg/mm^2)	650
Kekuatan tekuk (MPa)	70
Kekuatan tarik (MPa)	110
Modulus elastisitas (GPa)	73 – 75

2. Struktur Kristal Silika

Perubahan silika amorf menjadi fase kristal terjadi pada saat suhu pemanasan sekitar 800 $^\circ\text{C}$ dan optimal pada saat suhu mencapai 900 $^\circ\text{C}$ (Mohamed *et al.*,

2015). Silika mempunyai tiga bentuk kristal yaitu kuarsa (*quartz*), *cristobalite*, dan *tridymite*. Masing-masing kristal ini memiliki stabilitas dan kerapatan yang berbeda (Dera *et al.*, 2011) yang ditunjukkan pada **Tabel 2.2**.

Tabel 2.2 Kristal utama silika dengan rentang stabilitas, struktur dan densitas (Smallman dan Bishop, 2000).

Kristal	Rentang (°C)	Struktur	Densitas (kg/m ³)
Kuarsa	< 570-870	β – (heksagonal)	2270
		α – (trigonal)	2650
Kristobalit	> 1470-1723	β – (kubik)	2210
		α – (tetragonal)	2330
Tridimit	870-1470	β – (heksagonal)	2330
		α – (ortorombik)	2300

3. Aplikasi Silika (SiO₂)

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, silika dapat dimanfaatkan untuk pembuatan keramik (Adam *et al.*, 2008; Kurama dan Kurama, 2008), zeolit sintesis, katalis, berbagai jenis kompositorganik dan anorganik (Suka *et al.*, 2008; Kordatos *et al.*, 2008), serta bahan penunjang industri (Prastikharisma *et al.*, 2010). Selain dalam produk olahan, silika juga telah dimanfaatkan secara langsung untuk pemurnian minyak sayur, sebagai aditif dalam produk farmasi dan deterjen, sebagai fase diam dalam kolom kromatografi, bahan pengisi (*filler*) polimer, dan sebagai adsorben (Sriyanti *et al.*, 2005; Jang *et al.*, 2009). Silika digunakan sebagai adsorben dan material pendukung katalis karena memiliki kestabilan tinggi terhadap pengaruh mekanik, suhu, dan kondisi keasaman. Selain itu silika juga merupakan material pembawa yang menjanjikan dan cocok untuk pengembangan bahan antibakteri yang baik (Sisman *et al.*, 2011).

4. Silika Sekam Padi

Sekam padi adalah penutup luar dari gabah yang merupakan produk sampingan dari proses penggilingan padi. Sebagian besar sekam padi biasanya dibuang atau dibakar di tempat terbuka, sehingga menyebabkan kerusakan tanah dan pencemaran lingkungan. Upaya menghemat kebutuhan energi dan sumber daya telah dilakukan dengan membakar sekam dalam kondisi yang sesuai dan memanfaatkan abu yang dihasilkan sebagai bahan bangunan (Nayak *et al.*, 2010), semikonduktor, komposit (Siqueira *et al.*, 2009), dan bahan abrasif (Key *et al.*, 2000). Selain itu, sekam padi dapat dimanfaatkan sebagai pupuk organik untuk meningkatkan produktivitas dan efisiensi penggunaan air di ladang (Badar and Qureshi, 2014).

Sekam padi mengandung beberapa unsur, seperti hemiselulosa 24,3%, selulosa 34,4%, lignin 19,2%, abu 18,85%, dan unsur lain 3,25% (Sarang *et al.*, 2009). Abu sekam padi adalah salah satu bahan baku yang mengandung banyak silika yaitu 83-98% (Phutawong *et al.*, 2015; Pode, 2016; Hossain *et al.*, 2018). Berbagai metode telah dilakukan untuk memperoleh silika, diantaranya menggunakan metode pengabuan (Singh *et al.*, 2011), metode *sol-gel* (Du *et al.*, 2009), metode *leaching* (Umeda and Kondoh, 2010; Kalapathy *et al.*, 2002), pengendapan (*precipitation*) (Yuvakkumar *et al.*, 2012).

Proses *leaching* digunakan untuk menghilangkan senyawa pengotor sehingga dapat meningkatkan kemurnian sampel (Gupta, 2003). Kemurnian lebih tinggi dari sekam padi dapat diperoleh dengan proses *leaching* menggunakan zat asam serta sekam padi dibakar pada suhu 800 °C selama 30 menit yang akan

menghasilkan kemurnian silika dari sekam padi sebesar 99,77% (Umeda *and* Kondoh, 2010). Dilanjutkan pemurnian abu sekam padi dengan metode pengendapan telah dilakukan oleh Yuvakkumar *et al* (2012), hasilnya menunjukkan bahwa kemurnian tertinggi silika dari abu sekam padi 99,9% diperoleh pada perlakuan menggunakan NaOH 2,5 N. Metode ini sederhana, hemat biaya, serta mampu menghasilkan kemurnian yang tinggi. Dengan kemurnian yang tinggi, sekam padi dapat digunakan sebagai bahan penelitian untuk pencampuran suatu bahan seperti *hydroxyapatite* (Balgies *et al.*, 2011) atau *wollastonite* (CaSiO_3) (Yazdani *et al.*, 2010).

Kemudian penelitian terbaru telah dilakukan oleh Abidin *et al.* (2019) melakukan sintesis silika dari sekam padi dengan metode *leaching* dan dilanjutkan pemurnian abu sekam padi dengan metode pengendapan, hasilnya menunjukkan bahwa silika yang diperoleh bersifat amorf dan diperoleh kemurnian silika sebesar 96,448 %.

B. *Wollastonite* (CaSiO_3)

Wollastonite atau kalsium silikat (CaSiO_3) merupakan hasil reaksi kalsium karbonat (CaCO_3) dan silika (SiO_2) (Borodina and Kozik, 2005; Ismail *et al.*, 2016; Sultana *et al.*, 2020). Pembentukan *wollastonite* diperoleh seperti pada reaksi **Persamaan 1**.



Terlihat pada reaksi **Persamaan 1** bahwa CO_2 terdekomposisi setelah suhu 600 °C sehingga akan membentuk *wollastonite* (Gabbot, 2008). Kandungan kalsium silikat terdiri atas kalsium (Ca), silikon (Si), dan oksigen (O_2) (Nizami, 2003;

Newport *et al.*, 2006). *Wollastonite* memiliki komposisi massa teoretis yaitu CaO 48,28% dan SiO sebesar 51,72% (Nizami, 2003; Yazdani *et al.*, 2010).

1. Karakteristik *Wollastonite*

Pada umumnya sifat fisis *wollastonite* berwarna putih dengan bentuk padat (Thenmuhil *et al.*, 2014) serta mempunyai ukuran butir yang seragam (Istiyati dan Asmi, 2012). *Wollastonite* membutuhkan perlakuan suhu yang tinggi untuk mengubah fasa bahan menjadi kristal pada suhu 1120 °C dan akan melebur pada suhu 1540 °C (Virta, 2001). *Wollastonite* memiliki densitas sebesar 2,91 g/cm³, serta kekerasan sebesar 4,8 GPa (Yazdani *et al.*, 2010), porositas yang mirip dengan tulang manusia (Meiszterics and Sinko, 2011). *Wollastonite* memiliki struktur polimorf yang terdiri dari *pseudowollastonite* (α -CaSiO₃) dan *parawollastonite* (β -CaSiO₃) (Teixeria *et al.*, 2014). *Wollastonite* berubah menjadi β -CaSiO₃ pada kisaran suhu 1100 °C (Zhang *et al.*, 2010). Sementara α -CaSiO₃ terbentuk pada suhu tinggi yaitu pada rentang 1200 °C hingga 1450 °C (Shukur *et al.*, 2014).

2. Aplikasi *Wollastonite*

Wollastonite memiliki banyak kegunaan di berbagai cabang ekonomi nasional di seluruh dunia (Chakradhar *et al.*, 2006). Tahun 1980-an, *wollastonite* telah dikembangkan dalam produk asbestos termasuk isolasi papan dan panel-panel, cat, plastik, atap genteng, dan pada perangkat gesekan seperti rem (Bauer *et al.*, 1994). Selain itu, *wollastonite* juga digunakan sebagai bahan dasar semen (Crooks, 1999; Ashraf and Olek, 2016), pupuk, pembuatan kayu lapis, keramik (Crooks, 1999; Puntharod *et al.*, 2013), dan elektronik (Yazdani *et al.*, 2010).

Dalam industri semen dan keramik, *wollastonite* digunakan dalam campuran semen dan keramik karena mempunyai kekerasan yang tinggi (Yun *et al.*, 2006).

Selain itu, *wollastonite* juga digunakan dalam bidang medis yakni untuk bahan tulang buatan (Ding *et al.*, 2009; Chen *et al.*, 2010), akar gigi (Saadaldin and Rizkalla, 2014) dan penumbuhan sel (Zhang *et al.*, 2010; Zhong *et al.*, 2011). Dalam bidang medis, *wollastonite* digunakan sebagai bahan baku karena mempunyai bioaktivitas yang baik. Hal ini ditunjukkan dengan besarnya nilai kekuatan lentur *wollastonite* yang dekat dengan kekuatan lentur korteks tulang manusia yakni mencapai 95,03 MPa (Lin *et al.*, 2007). Selain itu, *wollastonite* juga digunakan pada beberapa bahan antibakteri untuk mencegah pertumbuhan bakteri (Wu *et al.*, 2014).

C. Kalsium Karbonat (CaCO_3)

Kalsium karbonat dikenal sebagai *calcite*, *aragonite*, dan *veterite*. *Calcite* merupakan fasa kristal yang paling stabil dan mulai terbentuk setelah *aragonite* (Declet *et al.*, 2016), *aragonite* diperoleh dari bahan alam atau organik (Islam *et al.*, 2011). *Veterite* diperoleh dari bahan inorganik yang memiliki kemurnian tinggi tetapi memiliki fasa kurang stabil dibandingkan *aragonite* dan *calcite* (Wang and Becker, 2009). *Calcite* terurai pada suhu pemanasan 825 °C, sedangkan *aragonite* meleleh pada suhu 1339 °C di bawah tekanan 102,5 atm. *Calcite* mempunyai densitas sebesar 2,71 g/cm³, sedangkan *aragonite* mempunyai densitas sebesar 2,83 g/cm³.

Kalsium karbonat memiliki sifat fisis berwarna putih, berbentuk serbuk, tidak berbau, memiliki kelarutan dalam air 0.0013 g/100 ml pada suhu (25 °C),

memiliki berat molekul 100.09 g/mol (Zelenople, 2016) dan memiliki ukuran partikel berkisar 50-90 nm. Dari karakteristik tersebut kalsium karbonat dapat diaplikasikan dalam biomaterial (Shimpi *et al.*, 2015), terutama pada bidang medis (Kamba *et al.*, 2013) sebagai bahan dasar kalsium karbonat untuk pengganti tulang (Bharatham *et al.*, 2014), substitusi tulang, dan gigi palsu (Dijaz *et al.*, 2015).

D. Metode Reaksi Padatan

Metode ini merupakan metode yang paling banyak digunakan untuk sintesis bahan anorganik serta merupakan metode konvensional yang tidak beracun, ramah lingkungan, murah dan bebas sampah sintetik tidak seperti metode kimia lain (Phuttawong *et al.*, 2015). Metode reaksi padatan merupakan metode yang dilakukan dengan mereaksikan padatan dengan padatan tertentu menggunakan suhu yang tinggi bahkan mencapai 1000 sampai 1500 °C. Adapun langkah-langkah dalam sintesis pada reaksi padatan yaitu dengan memilih pereaksi yang tepat dengan ciri-ciri serbuk yang berbutir kecil untuk memaksimalkan luas permukaan untuk menghasilkan bahan yang reaktif agar mempercepat reaksi serta dapat mengukur komposisi yang akan digunakan secara akurat menggunakan neraca analitis. Kemudian mencampurkan berbagai pereaksi dengan menggunakan *mortar* dan *pestle* (pelarut organik sebagai pembasah) ataupun menggunakan *ball mill* (khusus untuk preparasi dalam jumlah besar dalam proses pencampuran bahan yang dapat membuat ukuran butir semakin kecil) (Ismunandar, 2006).

Beberapa penelitian yang menggunakan metode reaksi padatan ini pernah dilakukan oleh Istiyati dan Asmi (2012) melalukan sintesis *wollastonite* dengan pencampuran cangkang telur dan silika komersil dan dilakukan penggerusan selama 1 jam, kemudian di-*sintering* pada suhu 1300 °C. Didapatkan hasil bahwa pada sampel *wollastonite* yang di-*sintering* pada suhu 1300 °C memiliki ukuran butir yang seragam, penyatuhan yang tampak jelas, batas butir yang sedikit, dan terdapat *micro cracking* pada sampel. Selain itu Shukur *et al.* (2014) melakukan penelitian dengan menggunakan bahan dasar batu kapur dan silika dari pasir. Proses penggabungan bahan tersebut dilakukan menggunakan *ball mill* selama 15 jam dengan 300 putaran/menit, lalu bahan di-*sintering* pada rentang suhu 1050-1300 °C. Berdasarkan penelitiannya, pada suhu 1050 °C menunjukkan adanya fase β -CaSiO₃, kemudian saat suhu mencapai 1150 °C menunjukkan adanya fase α -CaSiO₃. Penelitian sejenis juga pernah dilakukan oleh Phuttawong *et al* (2015), dengan mensintesis kalsium oksida (CaO) dari cangkang siput (*Pomacea canaliculata*) dan silika (SiO₂) dari abu sekam padi menggunakan metode reaksi padatan dengan waktu penggilingan yakni 5-8 jam. Hasil penelitian Phuttawong *et al.* (2015) terbentuk fase *wollastonite* (CaSiO₃) pada penggilingan selama 7 jam suhu kalsinasi 1000 °C.

E. Karakterisasi Material

Karakterisasi yang dilakukan dalam penelitian ini meliputi XRD, SEM, FTIR, DTA/TGA.

1. X-Ray Diffraction (XRD)

Sinar-X pertama kali ditemukan oleh Wilhelm Röntgen pada tahun 1895, di Universitas Wurtzburg, Jerman. Röntgen mendapat hadiah nobel pada tahun 1901, yang merupakan hadiah nobel pertama di bidang fisika. Satuan panjang gelombang sinar-X adalah Å, sama dengan 10^{-8} cm. XRD merupakan metode analisis yang digunakan untuk mengidentifikasi material kristalit maupun non kristalit dalam suatu bahan dengan memanfaatkan gelombang elektromagnetik dari sinar-X dan struktur kisi sebagai parameternya.

Alat difraksi ini memiliki tiga komponen utama, yakni sumber sinar-X, material uji dan detektor sinar-X. Komponen pertama, yaitu sumber sinar-X terdapat dalam tabung sinar-X dimana di dalamnya akan terjadi tumbukan antara tegangan tinggi untuk mempercepat elektron dengan logam target sehingga menghasilkan sinar-X dengan panjang gelombang $0,1-1 \times 10^{-8}$ m. Sedangkan untuk komponen kedua, yaitu material yang akan diujikan, dalam bentuk padatan halus (bubuk) dengan berat yang biasa digunakan yaitu 1 mg dan untuk komponen ketiga, yaitu detektor sinar-X sebagai pendekksi sudut sinar-X yang direfleksikan pada material uji (Cullity, 1956).

Prinsip kerja difraksi sinar-X dihasilkan disuatu tabung sinar-X dengan pemanasan kawat pijar atau filamen untuk menghasilkan elektron-elektron, kemudian elektron-elektron yang berupa sinar-X tersebut dipercepat terhadap suatu sampel dengan memberikan suatu voltase, dan menembak sampel dengan elektron. Elektron-elektron yang berupa sinar-X akan melewati celah agar berkas sinar yang sampai ke sampel berbentuk pararel dan memiliki tingkat divergensi yang kecil, serta elektron-elektron tersebut dapat menyebar merata pada sampel. Ketika elektron-elektron mempunyai energi yang cukup untuk mengeluarkan

elektron-elektron dalam sampel, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. (Cullity, 1978).

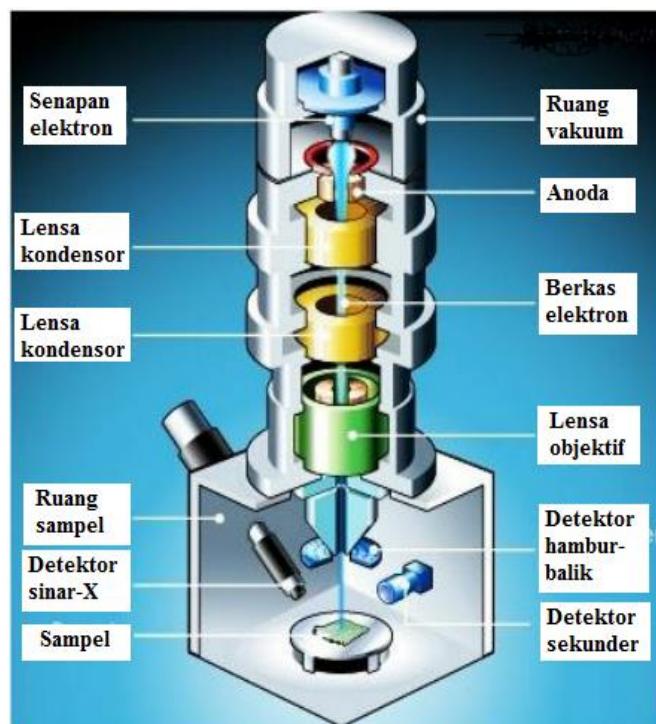
Sinar yang dibiaskan dari sampel juga melewati celah (*slit*) sebelum ditangkap oleh detektor sinar X, sehingga sinar yang dibiaskan tidak menyebar dan kemudian melewati celah *soller* (*soller slit*). Celah ini berfungsi untuk mengarahkan sinar X yang akan dicatat oleh detektor dan akan mengeliminasi hamburan yang tidak berguna dalam difraksi. Sinar tersebut akan melewati penyaringan monokromator sekunder yang berfungsi sebagai penghasil sinar X monokromatik yang diperlukan untuk difraksi (Cullity, 1978).

2. Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM terdiri dari komponen seperti sumber elektron yang berupa filamen dari bahan kawat tungsten. Filamen tersebut dapat menyediakan berkas elektron yang secara teoretis memiliki energi tunggal (monokromatik). Komponen kedua yakni dua lensa elektromagnetik yang berfungsi memfokuskan berkas elektron menjadi sebuah titik kecil dan dua pasang kumparan pemindai berfungsi mengarahkan elektron ketika memindai permukaan sampel. Komponen ketiga yaitu *image detector* yang berfungsi mengubah sinyal elektron menjadi gambar. Sesuai dengan jenis elektronnya, terdapat dua jenis detektor dalam SEM yaitu detektor Secondary Electron (SE) dan Backscattered Electrons (BSE) (Stokes, 2008).

Prinsip kerja SEM yaitu dengan menggunakan berkas sinar elektron yang dihasilkan dari filamen yang dipanaskan (senapan elektron) dan memerlukan sebuah ruang vakum untuk preparasi sampel (Gedde, 1995). Setelah sampel

selesai dipreparasi, sampel dimasukkan ke dalam ruang sampel yang telah divakumkan sebelumnya dan diatur tegangan dan skala perbesarannya. Mula-mula elektron keluar dari sumber elektron dengan energi yang sangat besar kemudian melewati anode. Anode berfungsi menyearahkan elektron menuju titik fokus, membatasi, dan mengeliminasi penceran elektron yang memiliki sudut hambur terlalu besar. Setelah melewati anode berkas elektron diteruskan menuju lensa kondensor, agar elektron terfokuskan dan menuju kumparan pemindai hingga sampai ke sampel. Gambar terbentuk berdasarkan deteksi elektron sekunder yang muncul akibat interaksi elektron primer dengan elektron-elektron sampel. Elektron sekunder yang terdeteksi akan diperkuat sinyalnya, kemudian besar amplitudonya ditampilkan dalam gradasi gelap-terang pada layar monitor *Cathode Ray Tube* (CRT) seperti ditunjukkan pada **Gambar 2.1**.



Gambar 2.1. Skema SEM (Amin, 2012).

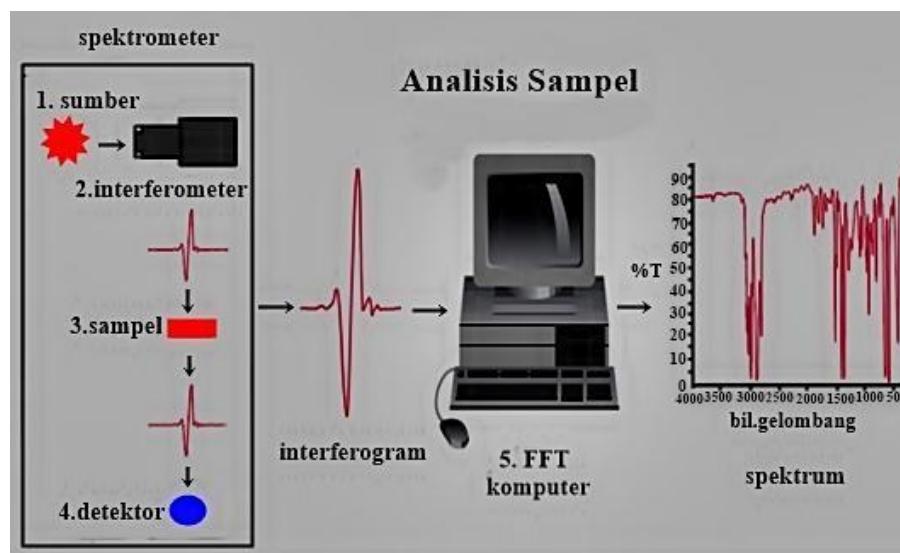
Berkas sinar elektron yang mengenai sampel menghasilkan elektron sekunder dan kemudian dikumpulkan oleh detektor sekunder atau detektor hambur-balik. Detektor elektron sekunder atau *secondary electron* (SE) menunjukkan gambar sampel yang jelas dan topografi terfokus tetapi hanya bisa menampilkan bentuk permukaannya saja. Sedangkan, detektor elektron hambur-balik atau *back scatter electron* (BSE) menunjukkan tiap unsur dalam sampel. Itulah sebabnya gambar SEM dengan detektor BSE sangat berguna pada penentuan komposisi suatu unsur sampel. Setelah proses selesai, maka hasil gambar siap untuk dicetak. Dari proses tersebut dihasilkan pula identifikasi unsur-unsur dari sampel uji menggunakan EDX yang terdapat pada SEM (Choudhary and Priyanka, 2017).

3. Fourier Transform Infra-Red (FTIR)

Prinsip kerja FTIR adalah mengenali gugus fungsi suatu senyawa dari absorbansi inframerah yang dilakukan terhadap senyawa tersebut. Pola absorbansi yang diserap oleh tiap-tiap senyawa berbeda-beda, sehingga senyawa-senyawa dapat dibedakan dan dikuantifikasikan (Sankari *et al.*, 2010). Keuntungan utama dari teknik FTIR atas metode spektroskopi lainnya adalah bahwa hampir semua senyawa menunjukkan absorpsi/emisi karakteristik di wilayah spektral IR dan berdasarkan pada sifat ini mereka dapat dianalisis secara kuantitatif dan kualitatif (Bacsik and Mink, 2004).

Prinsip kerja FTIR yaitu energi inframerah diemisikan dari sumber bergerak melalui celah untuk mengontrol jumlah energi yang akan diberikan ke sampel. Berkas sampel kemudian memasuki ruang sampel dan diteruskan atau dipantulkan oleh permukaan sampel tergantung dari energinya yang merupakan karakteristik

dari sampel. Kemudian berkas sampai ke detektor dan signal yang dihasilkan dari detektor direkam sebagai spektrum inframerah yang berbentuk puncak-puncak absorpsi. Spektrum inframerah ini menunjukkan hubungan antara absorpsi dan frekuensi atau bilangan gelombang atau panjang gelombang. Sebagai absis adalah bilangan gelombang (cm^{-1}) dan sebagai ordinat adalah transmitans (%) atau absorbans (Giwangkara, 2006).



Gambar 2.2. Skema analisis FTIR (Griffiths, 1975).

4. Differential Thermal Analysis/Thermogravimetric Analysis (DTA/TGA)

Teknik analisis termal yang biasa digunakan adalah TGA dan DTA. Teknik analisis termal TGA secara otomatis merekam perubahan berat sampel sebagai fungsi dari suhu maupun waktu dibawah kondisi terkendali (Hammer, 2013). Kegunaan utamanya meliputi pengukuran stabilitas termal dan untuk mengetahui komposisi bahan. Analisis TG juga berguna untuk dehidrasi, dekomposisi, desorpsi, dan proses oksidasi (Shriver dan Atkins, 2006). Sedangkan teknik analisis DTA mengukur dan membandingkan perbedaan suhu (ΔT) antara sampel dengan material referensi sebagai fungsi dari suhu (Hammer, 2013). Teknik

analisis DTA ini yang paling banyak digunakan. Material yang digunakan sebagai referensi ideal adalah sebuah substansi dengan massa termal yang sama sebagai sampel. Pada DTA, biasanya digunakan bubuk alumina (Al_2O_3) dan magnesium oksida (MgO) sebagai material referensi untuk analisis komponen anorganik (Shriver dan Atkins, 2006).

Adapun komponen peralatan utama dari DTA yaitu: pemegang sampel yang dilengkapi dengan termokopel, wadah sampel, *furnace*, program temperatur dan sistem perekam. Pada setiap pemegang sampel yaitu sampel uji dan sampel pembanding terdiri dari sebuah termokopel untuk menjamin sebuah distribusi panas yang rata. Termokopel ini tidak dapat ditempatkan secara langsung dengan sampel, hal ini digunakan untuk menghindari terjadinya kontaminasi dan degradasi (Bhadesia, 2002).

Untuk memperoleh data, sampel (berdiameter 2 mm, kapasitas massa 0,1-10 mg) dimasukkan sebuah termokopel sangat tipis, begitu juga selanjutnya, hal yang sama juga dilakukan pada tabung atau wadah yang berisi sampel pembanding. Untuk pemanasan atau pendinginan sampel dilakukan dengan laju seragam. Untuk memperoleh hasil data yang produksibel maka sampel harus halus yaitu dengan ukuran 100 *mesh* (Khopkar, 1990). Sedangkan hasil pengukuran antara T sebagai fungsi T merupakan suatu petunjuk perolehan ataupun kehilangan energi dari sampel yang diuji. Bila dalam pengamatan ternyata suhu bahan acuan lebih tinggi daripada suhu sampel maka diperoleh T negatif atau terjadi perubahan endotermik dan sebaliknya jika suhu bahan acuan lebih rendah daripada suhu sampel maka diperoleh T positif atau terjadi

perubahan eksotermik. Bila suhu sampel dengan suhu acuan sama berarti tidak terjadi perubahan, dalam hal ini hanya ditunjukkan berupa garis lurus (*base line*) (Robert, 1994).

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan pada bulan Februari sampai Juli 2021 di Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung. Penelitian ini meliputi peparasi silika dari sekam padi menggunakan metode *leaching* dan CaCO_3 komersil. Proses pencampuran silika CaCO_3 komersil menggunakan metode reaksi padatan. Proses kalsinasi dilakukan di Laboratorium Material Teknik Mesin Universitas Lampung dan karakterisasi DTA/TGA dan FTIR dilakukan di UPT Laboratorium dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung. Selain itu karakterisasi XRF dan XRD dilakukan di Laboratorium Universitas Negeri Padang.

B. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu: neraca analitik, *beaker glass*; 50, 250 dan 500 ml, termometer, kertas saring, kompor, *blender*, *magnetic stirrer*, pH meter, pipet tetes, cawan, gelas ukur, labu ukur, *erlenmeyer*, corong, penjepit, spatula, botol sampel, *mortar* dan *pestle*, oven, *alumunium foil*, *furnace*. Peralatan karakterisasi yaitu: XRF PANalytical Epsilon 3, DTA/TGA EXTAR

SII 7300, XRD XPERT PRO, SEM AMETEK, dan FTIR SHIMUDZU.

2. Bahan

Bahan yang digunakan adalah sekam padi, kalsium karbonat komersil (Merck), aquades, C₆H₈O₇, HCl, NaOH dan H₂SO₄.

C. Prosedur Penelitian

Tahapan-tahapan proses pembuatan *wollastonite* dijelaskan sebagai berikut:

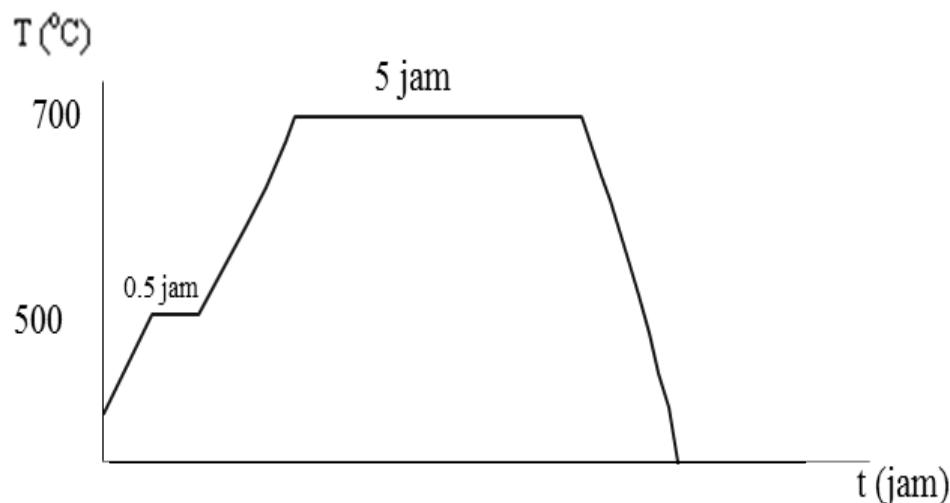
1. Preparasi Sekam Padi

Sekam padi yang digunakan berasal dari Desa Putra Aji 1, Lampung Timur. Sekam padi dibersihkan dengan air untuk menghilangkan kotoran-kotoran pada sekam padi. Kemudian sekam padi direndam selama 1 jam. Membuang sekam padi yang mengapung di permukaan. Sekam padi yang tenggelam diambil dan direndam dengan menggunakan air panas selama 15 menit untuk membersihkan kotoran yang masih tersisa. Sekam padi dikeringkan di bawah sinar matahari sampai sekam padi menjadi kecoklatan. Setelah itu, sekam padi dikeringkan kembali dalam oven pada suhu 100 °C selama 2 jam. Selanjutnya sekam padi yang sudah kering, dihaluskan menggunakan *blender* selama 10 menit dan diayak.

2. Preparasi Abu Sekam Padi

Proses preparasi abu daun bambu menggunakan metode *leaching* menggunakan asam sitrat dilakukan berdasarkan penelitian Umeda and Kondoh (2010). Sekam padi yang digunakan sebanyak 30 g dan asam sitrat 25,25 g. Langkah pertama, larutan asam sitrat dibuat menggunakan aquades 500 ml. Sekam padi dimasukkan ke dalam larutan asam sitrat dan dipanaskan di atas kompor listrik dengan suhu

konstan 80 °C selama 2 jam. Kemudian sekam padi disaring dengan menggunakan kertas saring dan dicuci 5 kali dengan aquades masing-masing 300 ml selama 15 menit dengan pengadukan konstan pada suhu ruang untuk menghilangkan kandungan asam sitrat pada sekam padi. Sekam padi hasil cucian disaring menggunakan kertas saring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C selama 3 jam. Selanjutnya sekam padi dibakar dalam *furnace* pada suhu 700 °C selama 5 jam dengan laju pembakaran 5 °C/menit.



Gambar 3.1. Proses pembakaran abu sekam padi

3. Sintesis Silika dari Abu Sekam Padi

Sintesis silika abu sekam padi menggunakan metode pengendapan, berdasarkan penelitian oleh Kalapathy *et al* (2000) dengan langkah-langkah yaitu: abu sekam padi sebanyak 7,51 g ditimbang dan dicuci dalam aquades 50 ml dan sebanyak 5 kali untuk menetralkan pH dan membuang pengotor. Proses *leaching* dilakukan dalam larutan 6 N HCl selama 1,5 jam pada suhu konstan 100 °C dan abu hasil proses *leaching* disaring menggunakan kertas saring. Kemudian abu sekam padi dibilas menggunakan 50 ml aquades panas dengan pengulangan sebanyak 5 kali.

Selanjutnya abu sekam padi diekstrak dalam larutan 2,5 N NaOH dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 80 °C selama 1,5 jam untuk menghilangkan kandungan karbon. Selanjutnya abu daun bambu disaring kembali dan endapan abu yang diperoleh dicuci dalam 20 ml aquades panas sebanyak untuk memurnikan proses ekstraksi sodium silikat. Proses selanjutnya menambahkan beberapa tetes asam sulfat secara bertahap ke dalam larutan sodium silikat hingga PH menjadi 2 dengan pengadukan konstan dan suhu ruang untuk memperoleh endapan. Endapan disaring dan dicuci dengan 50 ml aquades panas sebanyak 10 kali. Hasil endapan dipanaskan dalam oven pada suhu 100 °C selama 24 jam agar membentuk serbuk silika. Serbuk silika yang diperoleh digerus selama 3 jam menggunakan *mortar* dan *pestle* untuk menghasilkan ukuran serbuk yang lebih halus. Kemudian serbuk dikalsinasi pada suhu 700 °C selama 5 jam dengan laju pembakaran 5 °C/menit. Setelah proses kalsinasi, *furnace* dimatikan hingga suhu *furnace* mencapai suhu ruang dan sampel dikeluarkan.

4. Sintesis *Wollastonite*

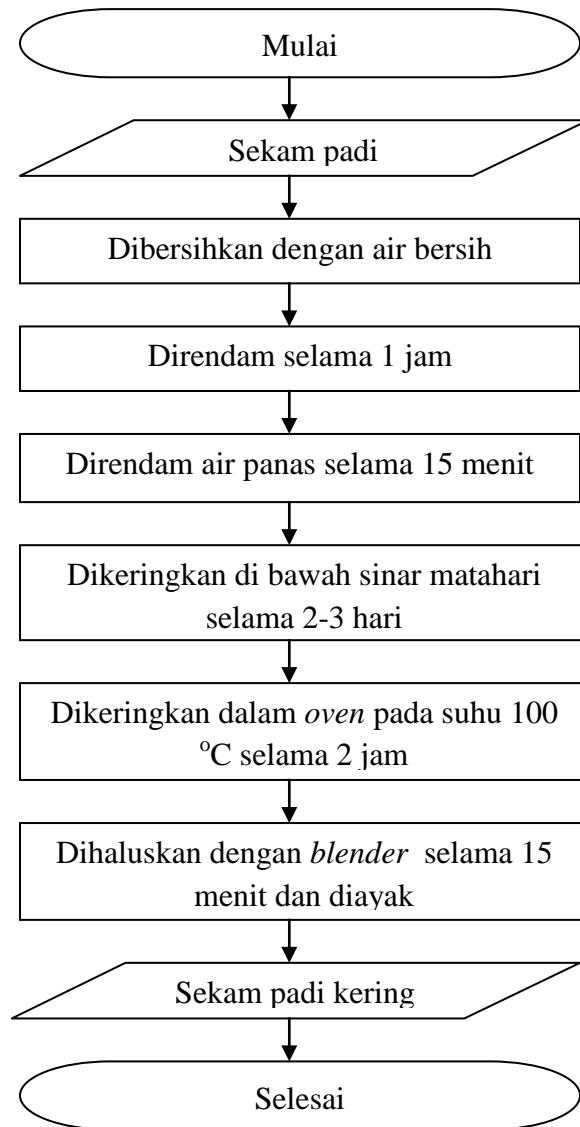
Sintesis *wollastonite* dilakukan dengan metode reaksi padatan (*solid state reaction*) dengan langkah-langkah sebagai berikut: silika sekam padi dan kalsium karbonat komersil dicampur dengan perbandingan molar 1 : 1. Larutan etanol dibuat 150 ml dan melarutkan bahan dalam larutan etanol menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 jam. Sampel di dalam oven dikeringkan pada suhu 100 °C selama 24 jam untuk menghasilkan *wollastonite* kemudian digerus selama 3 jam. Sampel disiapkan untuk dikarakterisasi dengan DTA-TGA. Pembuatan sampel dalam bentuk pelet dengan cara *dipress* menggunakan *pressing hidrolic* dengan

tekanan 100 g/cm^3 . Sampel yang sudah berbentuk pelet dikalsinasi dengan suhu 900°C , 1000°C , dan 1100°C dengan laju suhu $5^\circ\text{C}/\text{menit}$ selama 6 jam 50 menit, sampel dibiarkan dingin di dalam *furnace*. Sampel dikarakterisasi dengan DTA-TGA, XRD, SEM dan FTIR.

D. Diagram Alir

1. Preparasi sekam padi

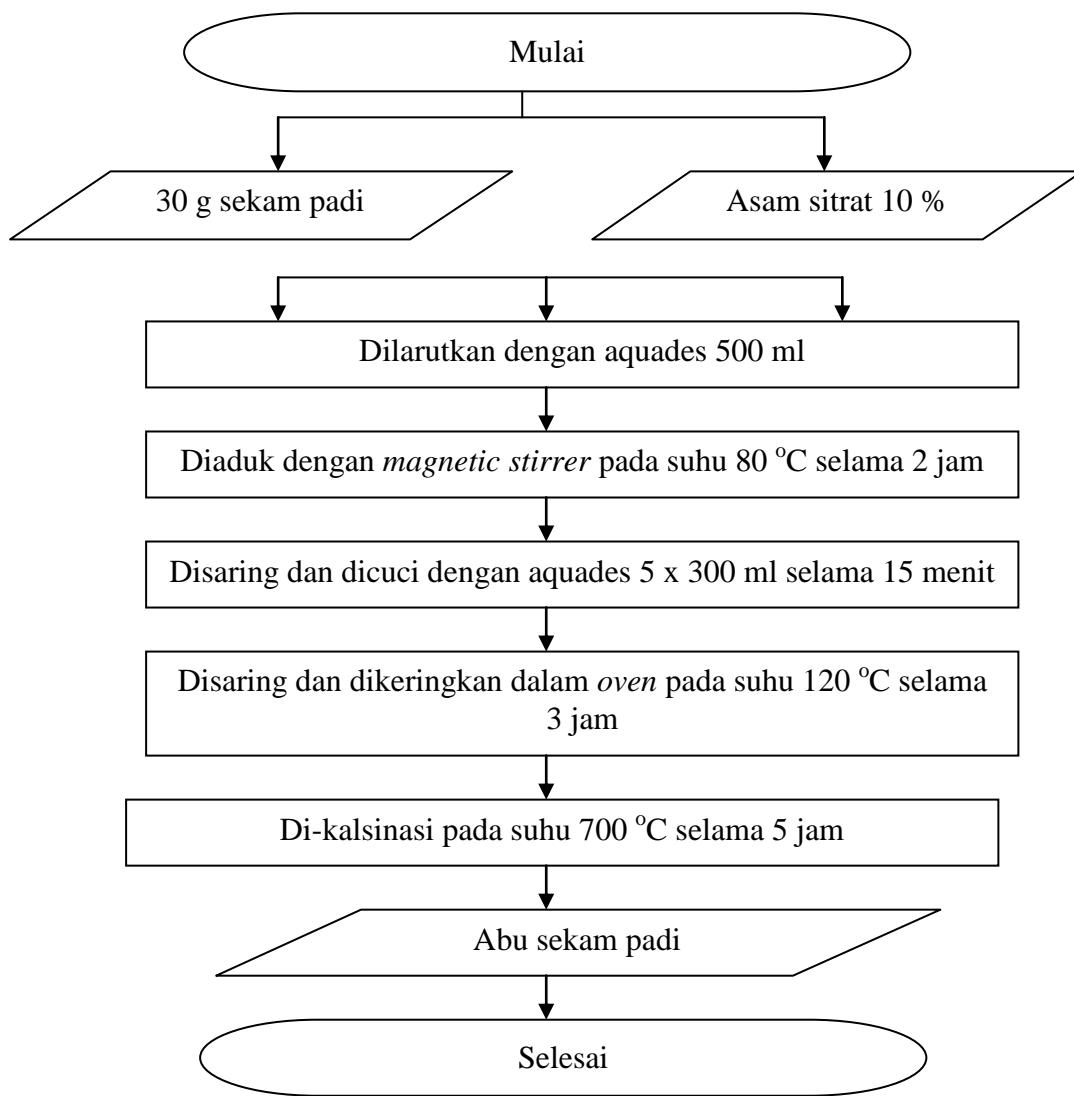
Proses preparasi sekam padi pada penelitian ini ditunjukkan pada **Gambar 3.2**.



Gambar 3.2. Diagram alir preparasi sekam padi

2. Preparasi Abu Sekam padi menggunakan Metode *Leaching*

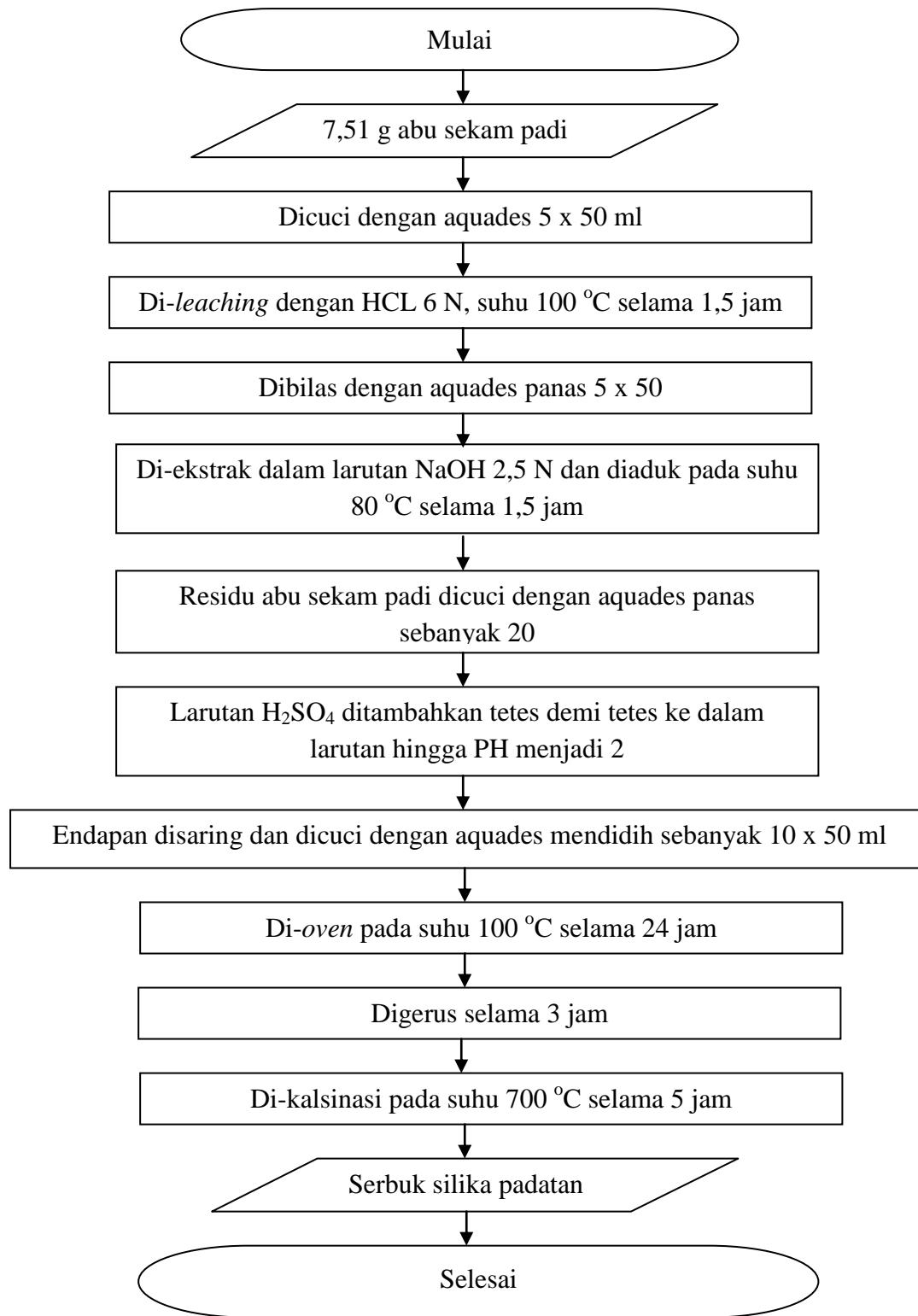
Adapun diagram alir preparasi abu sekam padi menggunakan metode *leaching* dengan asam sitrat ditunjukkan pada **Gambar 3.3**.



Gambar 3.3. Diagram alir preparasi abu sekam padi menggunakan metode *leaching*.

3. Sintesis Silika Sekam padi Menggunakan Metode Pengendapan

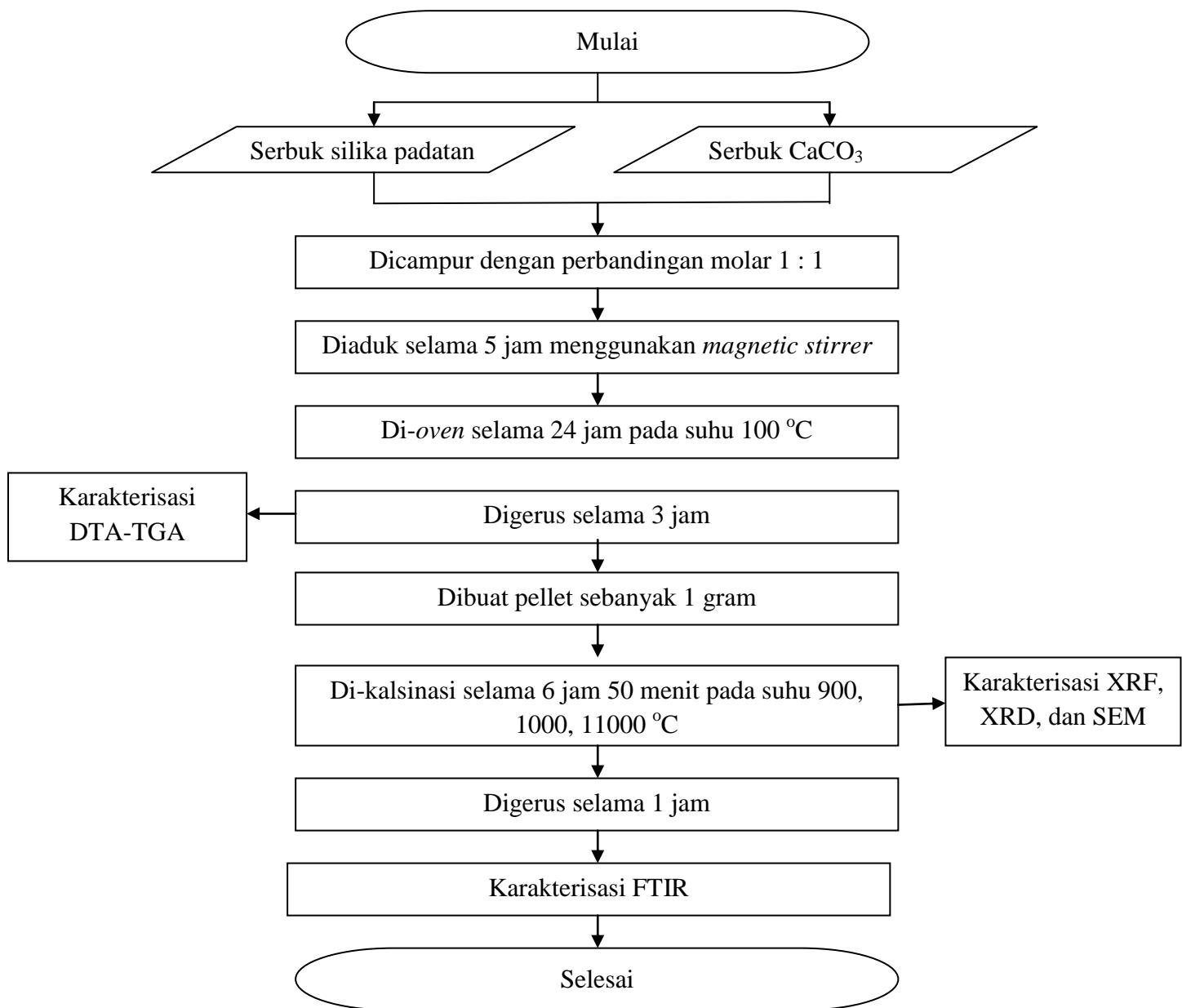
Proses sintesis silika sekam padi dengan menggunakan metode pengendapan ditunjukkan pada **Gambar 3.4**.



Gambar 3.4. Diagram alir sintesis silika sekam padi dengan metode pengendapan.

4. Sintesis *Wollastonite* dengan Metode Reaksi Padatan

Adapun diagram alir sintesis *wollastonite* dengan metode reaksi padatan ditunjukkan pada **Gambar 3.5.**



Gambar 3.5. Sintesis *wollastonite* dengan metode reaksi padatan

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Sintesis *wollastonite* telah dilakukan dengan berbahan dasar limbah sekam padi dan kalsium karbonat komersil menggunakan metode reaksi padatan. Berdasarkan hasil karakterisasi menunjukkan adanya perubahan reaksi kimia, fasa kristal, dan morfologi sampel yang diakibatkan oleh kenaikan suhu kalsinasi. Dalam penelitian hasil DTA-TGA, diperoleh penyusutan massa akibat penguapan H₂O dan dekomposisi CaCO₃ menjadi CaO. Hasil XRD menunjukkan fasa β-CaSiO₃ merupakan fasa dominan dan fasa α-CaSiO₃ merupakan fasa minor yang dikonfirmasi pada hasil TGA bahwa adanya pertumbuhan fasa β-CaSiO₃ dan α-CaSiO₃. Kemudian hasil FTIR juga menunjukkan adanya gugus Si-O-Ca pada ketiga sampel *wollastonite*. Morfologi sampel *wollastonite* memiliki permukaan yang terlihat menggumpal dan berbentuk *spheroid* (bulat) dengan ukuran butir rata-rata 0,19 μm, 0,35 μm dan 0,68 μm pada sampel *wollastonite* suhu kalsinasi 900 °C, 1000 °C dan 1100 °C. Sehingga berdasarkan hasil karakterisasi yang telah diperoleh silika sekam padi dan kalsium karbonat komersil berpotensi digunakan sebagai bahan baku alternatif untuk menghasilkan *wollastonite* yang sederhana.

B. Saran

Diperlukan penelitian dan uji karakterisasi fisis lebih lanjut seperti densitas, porositas tentang sintesis *wollastonite* berbahan dasar silika sekam padi dan kalsium karbonat komersil.

DAFTAR PUSTAKA

- Abidin, A. I. 2019. Sintesis dan Karakterisasi Silika Sekam Padi dengan Menggunakan Metode Pengendapan. *Skripsi*. Universitas Lampung. Lampung.
- Adam, F., Ahmed, A. E., and Min, S. L. 2008. Silver Modified Porous Silica from Rice Husk and its Catalytic Potential. *Journal Porous Material*. Vol. 15. No. 4. Pp. 433-444.
- Adams, L. A., Essien, E. R., and Kaufmann, E.E. 2018. A New Route to Sol-Gel Crystalline Wollastonite Bioceramic. *Journal of Asian Ceramic Societies*. Vol. 6.No. 2. Pp. 132-138.
- Akca, A. H.,s and Özyurt, N. 2018. Effects of Re-Curing on Microstructure of Concrete After High Temperature Exposure. *Construction and Building Materials*. Vol. 168. Pp. 431 – 441.
- Almasri, K. A., A. Aziz., Matori., and K. A. Zaid. 2017. Effect of Sintering Temperature on Physical, Structural and Optical Properties of Wollastonite Based Glass-Ceramic Derived from Waste Soda Lime Silica Glasses. *Results in Physics*. Vol. 7. Pp. 2242-2247.
- Aminullah, Rohaeti, E., and Irzaman. 2015. Reduction of High Purity Silicon from Bamboo Leaf as Basic Material in Development of Sensors Manufacture in Satellite Technology. *Journal Procedia Environmental Sciences*. Vol. 24. Pp. 308-316.
- Amu, O., and Adetuberu, A. 2010. Characteristics of Bamboo Leaf Ash Stabilization on Lateritic Soil in Highway Construction. *International Journal of Engineering and Technolog*. Vol. 2. No. 4. Pp. 212-219.
- Asmi, D., Neniati D. W., Nurdiana A., dan Maulina H. 2016. Pembuatan kalsium karbonat (CaCO_3) berbasis cangkang kerang bekicot (*Achatina fulica*) dengan teknik kalsinasi sebagai bahan baku biokeramik. *Jurnal Ilmu Fisika (SIMETRI)*. Vol. 2. Pp. 97-100.

- Ashraf, W., and Olek, J. 2016. Carbonation Behavior of Hydraulic and Non Hydraulic Calcium Silicates: Potential Of Utilizing Low-Lime Calcium Silicates in Cement Based Materials. *Journal Material Science*. Vol. 51. Pp. 6173-6191.
- Astuti, M. D., Radna, N., and Dwi, R. M. 2012. Immobilization of Silica Gel Onto 1-8-Dihydroxyanthraquinone Through Sol-Ggel Process. *Journal of Sains and Chemical*. Vol. 6. No.1. Pp. 25-34.
- Badar, R., dan Qureshi, S. A. 2014. Composted Rice Husk Improves the Growth and Biochemical Parameters of Sunflower Plants. *Journal of Botany*. Vol. 2014. Hal. 1-6.
- Bakar, B. H. A., Putrajaya, R., and Abdulaziz, H. 2010. Malaysian Rice Husk Ash Improving the Durability and Corrosion Resistance of Concrete: Pre-review. *Journal Concrete Research Letter*. Vol. 1. No. 1. Pp. 6-13.
- Bakar, R. A., Yahya, R., and Gan, S. N. 2016. Production of High Puruty of Amorphous Silica from Rice Husk. *Procedia Chemistry*. Vol. 19. Pp. 189 – 195.
- Balgies, S. U. D., dan Kiagus. D. 2011. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit Menggunakan Analisis X-Ray Diffraction. *Prosiding Seminar Nasional Hamburan Neutron dan Sinar-X ke 8*. Vol. 03. Pp. 23-29.
- Bauer, R. R., Copeland, J. R., and Santini, Ken. 1994. Wollastonite, Minerals, and Rocks. *Journal Industrial Mineral and Rocks*. Vol 6. Pp. 1119-1128.
- Bendary, I. M., Isadora M. G., Fabrício M. C., Antonio T., Susana M. W. S., and Vicente C. B. L. 2020. Wollastonite as Filler of an Experimental Dental Adhesive. *Journal of Dentistry*. No. 102. Pp. 1-9.
- Bhadeshia, H.K. 2002. *Thermal Analysis Techniques: Material Science and Metallurgy*. University of Cambridge. Cambridge.
- Borodina, I. A., and Kozik, V. V. 2005. *Composite Materials Based on Wollastonitefor Automobile Construction*. Tomsk State University. Russia.
- Bharatham, H., Zakaria, Md. Z. A. B., Perimal, E. K., Yusof, L. M., and Hamid, M. 2014. Mineral and Physiochemical Evaluation of Cockle Shell (*Anadara granosa*) and Other Selected Molluscan Shell as Potential Biomaterials. *Sains Malaysiana*. Vol. 43. Pp.1023-1029.
- Chakradar, R. P. S., Nagabhushana, B. M., Chandrappa, G. T., Ramesh, K. P., and Rao, J. L. 2006. Solution Combustion Derived Nanocrystalline Macroporous Wollastonite Ceramics. *Journal Material Chemistry and Physics*. Vol. 95. Pp. 169-175.

- Chandrasekhar, S., Pramada, P. N., Raghavan, P., and Satyanarayana, K. G. 2002. Microsilica from Rice Husk as a Possible Substitute for Condensed Fume for High Performance concrete. *Journal of Materials Science Letters*. Vol. 21. Pp. 1245-1247.
- Chen, C. C., Lai, M. H., Wang, W. C., and Ding, S. J. 2010 . Properties of Anti Washout Type Calcium Silicate Bone Cements Containing Gelatin. *Journal Materials Science: Materials Medic*. Vol. 21. Pp. 1057-1068.
- Choudhary, O. P., and Priyanka. 2017. Scanning Electron Microscope: Advantages and Disadvantages in Imaging Components. *Int.J.Curr.Microbiol.App.Sci*. Vol. 6. No. 5. Pp. 1877-1882.
- Crooks, A.F. 1999. Wollastonite in South Australia. *Primary Industries and Resource*. Vol. 2. Pp. 1-16.
- Cullity, B. D. 1956. *Elements of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley. USA.
- Cullity, B.D. 1978. Element of X-Ray Diffraction Second Edition. *Addition-Wesley Publishing Company*. Inc. Philippines.
- Declet, A., Reyes E., and Suarez M. 2016. Calcium Carbonate Preparation: A Review of the Carbonate Crystallization Process and Application in Bioinspired Composites. *Review Advance Material*. Vol. 44. Pp. 87-107.
- Dera, P., Lazarz, J. D., Prakapenka, V. B., Barkley, M., and Downs, R. T. 2011. New Insights into the High Pressure Polymorphism of SiO₂ Critobalite. *Journal Physics and Chemistry of Minerals*. Vol. 38. No. 7. Pp. 517-529.
- Dijaz, S. M., Mohammad B. J., Mohammad H. Z., Khosro A., and Farzaneh L. 2015. Calcium Carbonate Nanoparticles; Potential in Bone and Tooth Disorders. *Pharmaceutical Science*. Vol. 20. Pp. 175-182.
- Ding, S. J., Shie, M. Y., and Wang, C. Y. 2009. Novel Fast Setting Calcium Silicate Bone Cement With High Bioactivity And Enhanced Osteogenesis In Vitro. *Journal Material Chemistry*. Vol. 19. No. 8. Pp. 1180-1190.
- Du, H., Hamilton, P. D., Reilly, M. A., Biswas, P., and Ravi, N. 2009. A Facile Synthesis of Highly Water-soluble, Core-shell Organo Silica Nano with Controllable Size via Sol-gel Process. *Journal Colloid Interface Science*. Vol. 340. Pp. 202-208.
- Fernianti, D. 2008. Cangkang Bekicot Sebagai Bahan Baku Proses Pembentukan Kalsium Bikarbonat Ca(HCO₃)₂. *Jurnal Teknik Kimia*. Vol 15. No 1. Pp. 1-4.

Gabbot, P. 2008. *Principles and Applications of Thermal Analysis*. United Kingsom: Blackwell Publish Ltd.

Gallini, S., Jurado, J.R.R., Colomer, M.T.T. 2005. Synthesis And Characterization Of Mon-Azite-Type Sr:Lapo Prepared Through Coprecipitation. *Journal of the European Ceramic Society*. Vol. 25. Pp. 2003–2007.

Gedde, U. W. 1995. *Polymer Physics*. Chapman and Hall. London.

Ghoddousi, P., and Saadabadi, L. A. 2017. Study on Hydration Products by Electrical Resistivity for Self-Compacting Concrete with Silica Fume and Metakaolin. *Construction and Building Materials*. Vol. 154. Pp. 219-228.

Griffiths, P. R. 1975. *Chemical Infrared Fourier Transform*. John Willey & SMS. Toronto.

Gupta, C. K. 2003. *Chemical Metallurgy: Principles and Practice*. Wiley-VCH. India.

Hammer, A. 2013. *Thermal Analysis of Polymers*. Mettler Toledo. Switzerland.

Hariharan, M., Varghese, N., Cherian, A. B., Sreenivasan, P. V., Paul, J., and Antony, A. 2014. Synthesis And Characterization Of CaCO₃ (Calcite) Nano Particles From Cockle Shells Using Chitosan As Precursor. *International Journal of Scientific and Research Publications*. Vol. 4. No. 10. Pp. 1-5.

Hidayati, Triwikantoro, Faisal, H., and Sudirman. 2009. Sintesis dan Karakterisasi Bahan Komposit Karet Alam Silika. *Seminar Nasional Pasca Sarjana IX*. Departemen Fisika MIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya.

Hossain, S.K. S., Mathur, Lakshya., and Roy, P.K. 2018. Rice Husk/rRce Husk Ash as an Alternative Source of Silica in Ceramics: A Review. *Journal of Asian Ceramic Societies*. Vol. 6. No.4. Pp. 1-34.

Hossain, S. K. S., and P. K. Roy. 2018. Study of Physical and Dielectric Properties of Bio Waste Derived Synthetic Wollastonite. *Journal of Asian Ceramic Societies*. Vol. 6. No. 3. Pp. 289-298.

Hossain, S. K. S., Sushma Y., Shreyasi M., Krishnamurthyb., Ram P., and Roya. 2020. A Comparative Study of Physico-Mechanical, Bioactivity and Hemolysis Properties of Pseudo-Wollastonite and Wollastonite Glass-Ceramic Synthesized From Solid Wastes. *Ceramics International* Vol. 46. Pp. 833–843.

- Ibrahim, M. H., El-Naas, M. H., Zevenhoven, R., and Al-Sobhi, S. 2019. Enhanced CO₂ Capture Through Reaction With Steel-Making Dust in High Salinity Water. *International Journal of Greenhouse Gas Control.* Vol 91. Pp. 1 – 9.
- Islam, K. N., Zuki B. A. B., Mustapha M. N., Zubir B. H., Norshazlirah S. B. A. R., and Eaqub A. 2011. Characterisation of Calcium Carbonate and its Polymorphs from Cockle Shell. *Powder Technology.* Vol. 213. Pp. 188-191.
- Ismail, H., Shamsudin, R., Hamid, M.M.A., and Awang, R. 2016. Characteristics of Wollastonite Derived from Rice Straw Ash and Limestone. *Journal of The Australian Ceramic Society.* Vol. 52. No. 2. Pp. 163 – 174.
- Ismunandar, 2006. *Padatan oksida logam : struktur, sintesis, dan sifat-sifatnya.* Bandung: ITB.
- Istiyati dan Asmi D. 2013. Fabrikasi Dan Karakterisasi Keramik Kalsium Silikat Dari Komposisi Cangkang Kerang Telur Dan Silika Komersil Dengan Reaksi Padatan Pada Suhu 1300 °C. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika.* Vol. 01. Pp. 37-42.
- Jang, H. T., Park, Y., Ko, Y. S., Lee, J. Y., and Margandan, B. 2009. Highly siliceous mcm-48 from rice husk ash for CO₂ adsorption. *International Journal Greenhouse Gas Control.* Vol. 3. No. 5. Pp. 545-549.
- Kalapathy, U., Proctor, A., and Shultz, J. 2002. An Improved Method for Production of Silica from Rice Hull Ash. *Bioresource Technology.* Vo. 85. No. 3. Pp. 285-289.
- Kamba, A. S., Maznah I., Tengku A. T. I., and Zuki A. B. Z. 2013. Synthesis and Characterisation of Calcium Carbonate Aragonite Nanocrystals from Cockle Shell Powder (Anadara Granosa). *Journal of Nanomaterials.* Vol. 2013. Pp.1-9.
- Key, P. H., Sands, D., Schlaf, M., Walton, C. D., Anthony, C. J., Brunson, K. M., and Uren, M. J. 2000. Infra-red Reflectivity of Ion-implanted an Pulsed Excimer Laser Irradiated 4H-SiC. *Thin Solid Films.* Vol. 364, No. 1-2. Pp. 200-203.
- Khopkar, S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik.* Universitas Indonesia. Jakarta. Pp. 216-217.
- Kordatos, K., Gavela, S., Ntziouni, A., Pistolas, K. N., Kyritsi, A., and Rigopoulou, V. K. 2008. Synthesis Of Highly Siliceous Zsm-5 Zeolite Using Silica From Rice Husk Ash. *Journal Microporous Mesoporous Materials.* Vol. 115. No. 1-2. Pp. 189-196.

- Kurama, S. and Kurama, H. 2008. The Reaction Kinetics Of Rice Husk Based Corderite Ceramics. *Journal Ceramic International*. Vol. 34. No. 2. Pp. 269-272.
- Lin, K., Chang, J., Chen, G., Ruan, M., and Ning, C. 2007. A Simple Method To Synthesize Single-Crystalline β -wollastonite Nanowires. *Journal of Crystal Growth*. Vol. 300. No. 2. Pp. 267-271.
- Luis, A. N. R., Romero, M. A. E., Alvarez, A. G., Garcia, J. I. V., Munive, G. C. T. 2018. Evaluation of Bioactive Properties of α and β Wollastonite Bioceramics Soaked in a Simulated Body Fluid. *Journal of Biomaterials and Nanobiotechnology*. Vol. 9. Pp. 263 – 276.
- Mansha, M., Javed, S. H., Kazmi, M., and Feroze, N. 2011. Study Of Rice Husk Ash As Potential Source Of Acid Resistance Calcium Silicate. *Journal advanced chemical enggineer and science*. Vol. 1. Pp. 147-153.
- Martelo, R. B., Juliane M. G., Requei V., Fabio L. C. V. B., Maria I. B. B., and Mario T. F. 2015. Calcium Silicate-Based Cement Associated with Micro- and Nanoparticle Radiopacifiers: Physicochemical Properties and Bioactivity. *International Scholarly Research Motices*. Vol. 10. Pp. 1-7.
- Matchi, I. I., Barboni, D., Meunier, J. D., Saadou, M., Dussouillez, P., Contoux, C., and Guede, N. Z. 2016. Intraspecific Biogenic Silica Variations in the Grass Species Along An Evapotranspiration Gradient in South Niger. *Journal Flora*. Vol. 220. Pp. 84-93.
- Meiszterics. A and K. Sinko. 2011. Study Of Bioactive Calcium Silicate Ceramic Systems For Biomedical Applications. *5th European IFMBE Conference*. Vol. 37. Pp. 1098-1101.
- Mohanraj, K., Kannan, S., Barathan, S., and Sivakumar, G. 2012. Preparation And Characterization Of Nano SiO_2 From Corn Cob Ash By Precipitation Method. *Journal Optoelectronics And Advanced Materials – Rapid Communications*. Vol. 6. No. 3-4. Pp. 394-397.
- Mohamed, R. M., Mkhald, I. A., and Barakat, M. A. 2015. Rice Husk Ash as a Renewable Source for the Production of Zeolite Nay and Its Characterization. *Arabian Journal of Chemistry*. Vol.8. No1. Pp. 48-53.
- Nayak, J. P., Kumar S., Bera J. 2010. Sol-Gel Synthesis of Bioglass-Ceramics using Rice Husk Ash as a Source for Silica and its Characterization. *Journal of Non-Crystalline Solids*. Vol. 356. Pp. 1447-1451.
- Newport, R. J., Skipper, L. J., Carta, D., Pickup, D. M., Sowrey, F. E., Smith, M. E., Saravanapavan, P., and Hench, L. L. 2006. The Use Of Advanced Diffraction Methods In The Study Of The Structure Of A Bioactive Calcia:

- Silica Sol Gel Glass. *Journal Materials Science: Material Medic.* Vol. 17. Pp. 1003-1010.
- Nizami, M. 2003. Characterization Of A Mineral Synthesized By Availing Silica From Plant Source. *Journal Material Science Technology.* Vol. 19. No. 6. Pp. 599-603.
- Phuttwawong, R., Napat, C., Pusit, P., and Ratchadaporn, P. 2015. Synthesis and Characterization of Calcium Silicate from Rice Husk Ash and Shell of Snail Pomacea Canaliculata by Solid State Reaction. *Advanced Materials Research.* Vol. 1103. Pp. 1-7.
- Pode, R., 2016. Potential Applications of Rice Husk ash Waste from Rice Husk Biomass Power Plant. *Renewable and Sustainable Energy Reviews.* Vol. 53. Pp. 1468-148
- Prastikharisma, Meida, I., and Setiawan, H. 2010. Sintesis Hibrida Silika Karbon dengan Metode Sol Gel untuk Aplikasi Adsorbent. *Seminar Rekayasa Kimia dan Proses.* Pp. 1411-4216.
- Puntharod, R., Sankram, C., Chantaramee, N., Pookmanee, P., and Kenneth, H. 2013. Synthesis and Characterization of Wollastonite From Egg Shell and Diatomite by The Hydrothermal Method. *Journal of Ceramic Processing Research.* Vol. 14. No. 2. Pp. 198-201.
- Rashid, R. A., Shamsudin, R., Hamid, M. A. A., and Jalar, A. 2014. Low Temperature of Wollastonite from Limestone and Silica Sand Through Solid State Reaction. *Journal of Asian Ceramic Societies.* Vol. 2. Hal. 77-81.
- Saadaldin, A. A. and Rizkalla, A. S. 2014. Synthesis And Characterization Of Wollastonite Glass Ceramics For Dental Implant Applications. *Journal Dental Materials.* Vol. 30. Pp. 364-371.
- Sang, J. L., Choong, H. J., and Man, J. L. 2005. Synthesis and sintering behavior of wollastonite fabricated by a polymer solution technique. *Journal of Ceramic Processing Research.* Vol 6. Pp. 298-301.
- Sarang, M., Bhattacharyya, S., and Behera, RC. 2009. Effect of Temperature on Morphology and Phase Transformations of Nano Crystalline Silica Obtained from Rice Husk. *Phase Transitions.* Vol.82. No. 5. Pp. 377-386.
- Setiabudi, A., Hardian, R., dan Mudzakir, A. 2012. *Karakterisasi Material: Prinsip dan Aplikasinya dalam Penelitian Kimia.* UPI Press. Bandung.

- Shamsudin, R., Farah 'A. A., Muhammad A. A. H., and Hamisah I. 2017. Bioactivity and Cell Compatibility of β -Wollastonite Derived from Rice Husk Ash and Limestone. *Materials* Vol. 10. No. 1188. Pp. 1-15.
- Sharafabadi, A. K., Majid A., Amirhossein K., Amirsalar K., and Neriman O. 2017. A Novel and Economical Route for Synthesizing Akermanite ($\text{Ca}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7$) Nano-Bioceramic. *Materials Science and Engineering*. Vol. 71. Pp. 1072–1078.
- Shimpi, N., Ananda M. Honsara D.P., and Setyendra M. 2015. Synthesis and Surface Modification of Calcium Carbonate Nanoparticles Using Ultrasound Cavitation Technique. *Nanoscience and Nanoengineering*. Vol. 3. Pp. 8-12.
- Shriver, D. F. and Atkins, P. W. 2006. *Inorganic Chemistry, 4th Edition*. Oxford University Press. Oxford. Pp. 189-190.
- Shukur, M. M., Al-Majeed, E. A., and Obeid, M. M. 2014. Characteristic Of Wollastonite Synthesized From Local Raw Material. *International Journal of Enggineering and Technology*. Vol. 4. No. 7. Pp. 426-429.
- Singh, S. P., and Charmakar, B. 2011. Nano Calsium Silicate Particles At Room Temperature. *New Journal of Glass and Ceramics*. Vol. 1. Pp. 49-52.
- Sisman, C. B., Gezer, E., and Kocaman, I. 2011. Effect Of Organic Waste (Rice Husk) On The Concrete Properties For Farm Buildings. *Bulgarian Journal of Agricultural Science*. Vol. 17, No.1. Pp. 40-48.
- Siquera, E. J., Yoshida, I. V. P., Pardini, L. C., and Schiavon, M. A. 2009. Preparation and Characterization of Ceramic Composites Derived from Rice Husk Ash and Polysiloxane. *Ceramics International*. Vol. 35, No. 1. Pp. 213-220.
- Smallman, R. E. and Bishop, R. J. 2000. *Metalurgi Fisika Modern dan Rekayasa Material*. Erlangga. Jakarta.
- Soltani, N., Bahrami, A., and Pech-Canul, MI. 2015. Review on the Physicochemical Treatments of Rice Husk for Production of Advanced Materials. *Chemical Engineering Journal*. Vol. 264. Pp. 899–935.
- Srinath, P., Reddy, V, G., Samudrala, R, K., Azeem, A, P. 2019. *In Vitro* Bioactivity and Degradation Behaviour of β -Wollastonite Derived from Natural Waste. *Material Sciences and Engineering*. Vol. 98. Pp. 109-117.

- Sriyanti, T., Nuryono, dan Narsito. 2005. Sintesis Bahan Hibrida Amino-silika dari Abu Sekam Padi melalui Proses Sol-gel. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. Vol. 8, No. 1. Pp. 1-8.
- Stokes, D. J. 2008. *Principles and Practice of Variable Pressure Environmental Scanning Electron Microscopy (VP-ESEM)*. John Wiley & Sons. Chichester.
- Suci, I. A. 2016. Sintesis Hidroksiapatit Berbasis Cangkang Kerang Ale-Ale (*Meretrix meretrix*) dan Pelapisannya pada Paduan Logam CoCrMo. Thesis. Institut Pertanian Bogor. Bogor. Pp. 3-4.
- Suka, I.G., Simanjuntak, W., dan Sembiring, S. 2008. Karakterisasi Silika Sekam Padi Dari Provinsi Lampung Yang Diperoleh Dengan Metode Ekstraksi. *Jurnal MIPA Unila*. Vol.37. No. 1. Pp. 47-52.
- Sultana, S., Rahman, Md, M., Yeasmin, Z., Ahmed, S., and Rony, F.K. 2020. Effect of the Ratio of Eggshell and Rice Husk as Starting Materials on the Direct Synthesis of Bioactive Wollastonite by Solid State Thermal Method. *Journal of Ceramic Processing Research*.Vol. 21.No. 3. Pp. 285 – 289.
- Syafri, R., Hasmalina N., and Antonius M. 2019. Utilization of Blood Cockle Shell (Anadara Granosa) Waste and Silica Sand in Manufacturing Calcium Silicate as Fillers in Paper Making Industry. *Advances in Engineering Research*. V. 190. Pp. 80-85.
- Teixeria, S. R., Souza, A. E., Carvalho, C. L., Reynoso, V. C. S., Romero, M., and Ma, J. 2014. Characterization of a wollastonite glass ceramic material prepared using sugar cane bagasse ash (SCBA) as one of the raw materials. *Journal Material Characteristic*. Vol. 98. Pp. 209-214.
- Thenmuhil, D., Vignaswaran., Shultana R. Y., and Pavithra T. 2014. Preparation of Wollastonite from Used Plaster of Paris and Quartz through Solid-State Reaction. *International Conference on Multidisciplinary Reaserch and Practice*. Vol. 8. Pp. 540-543.
- Todkar, B. J., Deorukhkar O. A., and Deshmukh, S. M. 2016. Extraction of Silica from Rice Husk. *International Journal of Engineering Research and Development*. Vol. 12, No. 3. Pp. 69-74.
- Udduttula, A., Koppala, S., and Swamiappan, S. 2013. Sol-Gel Combustion Synthesis Of Nanocrystalline Wollastonite By Using Glycine As A Fuel And Its In Vitro Bioactivity Studies. *Transactions of the Indian Ceramic Society*. Vol. 72, No. 4, Pp. 257–260.

- Umeda, J. and Kondoh, K., 2010. High-purification of Amorphous Silica Originated from Rice Husk by Combination of Polysaccharide Hydrolysis and Metallic Impurities Removal. *Industrial Crops and Products*. Vol. 32, No. 3. Pp. 539-544.
- Vakalova T.V., Pogrebenkov, V.M., and Karionova, N.P. 2016. Solid-Phase Synthesis Of Wollastonite In Natural And Technogenic Siliceous Stock Mixtures With Varying Levels Of Calcium Carbonate Component. *Ceramic International*. Vol. 42. Pp. 16453–16462.
- Velmurugan, P., Jaehong, S., Kui-Jae., Min, C., Sung-Sik, L., Sang-Ki, S., Kwang-Min, C., Keuk-Soo, B., and Byung-Taek, O. 2015. Extraction, Characterization, And Catalytic Potential Of Amorphous Silica From Corn Cobs By Sol Gel Method. *Journal Of Industrial And Engineering Chemistry*. Vol. 29. Pp. 298-303.
- Vichaphund, H., Kitiwan, M., Atong, D., and Thavorniti, P. 2011. Microwave Synthesis Of Wollastonite Powder From Eggshells. *Journal of the European Ceramic Society*. Vol. 31. Pp. 2435–2440.
- Virta, R., L. 2001. *Wollastonite-A Versatile Industrial Mineral*. USA: U.S Geological Survey.
- Wang, H., Zhang, Q., Yang, H., and Sun., H. 2008. Synthesis And Microwave Dielectric Properties Of Casio Nanopowder By The Sol-Gel Process. *Ceramic International*. Vol. 34. Pp. 1405–1408.
- Wang, J., and Becker U. 2009. Structure and Carbonate Orientation of Vaterite (CaCO_3). *American Mineralogist*. Vol. 94. Pp. 380-386.
- Wu, B. C., Wei, C. K., Hsueh, N. S., and Ding, S. J. 2014. Comparative Cell Attachment, Cytotoxicity, And Antibacterial Activity Of Radiopaque Dicalcium Silicate Cement And White Coloured Mineral Trioxide Aggregate. *International Endodontic Journal*. Vol. 48. No. 3. Pp. 268-276.
- Yazdani, A., H. R. Razie, and H. Ghassai. 2010. Investigation Of Hydrothermal Synthesis Of Wollastonite Using Silica And Nano Silica At Different Pressures. *Journal Ceamics Process*. Pp. 348-353.
- Yun, Y. H., Kim, S. B., Kang, B. A., Lee, Y. W., Oh, J. S., and Hwang, K. S. 2006. β -Wollastonite Reinforced Glass Ceramics Prepared from Waste Fluorescent Glass and Calcium Carbonate. *Journal Material Processing Technology*. Vol. 178. No 1-3. Pp. 61-66.

- Yuvakkumar, R., Elango, V., Rajendran, V., and Kannan, N. 2012. High-purity Nano Silica Powder from Rice Husk Using a Simple Chemical Method. *Journal of Experimental Nanoscience*. Vol. 9, No. 3. Pp. 272-281.
- Zelenople. 2016. Calcium Carbonate Safety Data Sheet. *Peformance through chemistry*. Vol 77. Pp. 1-6.
- Zhang, W. and Zhao, M. 2010. Fluidisation Behavior of Silica Nanoparticles Under Horizontal Vibration. *Journal of Experimental Nanoscience.*, Vol. 5, No. 1. Pp. 69-82.
- Zhang, N., Molenda, J. A., Mankoci, S., Zhou, X., Murphy, W. L., and Sahai, N. 2013. Crystal Structures Of Casio₃ Polymorphs Control Growth And Osteogenic Differentiation Of Human Mesenchymal Stem Cell On Bioceramic Surfacest. *Journal Biomaterials Science*. Vol. 1. Pp. 1101-1110.
- Zhong, H., Wang, L., Fan,, He, Y. L., Lin, K., Jiang, W., Chang, J., and Chen, L. 2011. Mechanical Properties And Bioactivity of β -Ca₂SiO₄ Ceramics Synthesized By Spark Plasma Sintering. *Journal Ceramic International*. Vol. 37. No. 7. Pp. 2459-2465.