

**STUDI KOMPARASI REDUKSI SILIKA MELALUI METODE
MAGNESIOTERMIK DAN ALUMINOTERMIK UNTUK PEMBUATAN
SERBUK SILIKON**

(Skripsi)

Oleh

**ALISSA ANGGIS
2117041013**



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

ABSTRAK

STUDI KOMPARASI REDUKSI SILIKA MELALUI METODE MAGNESIOTERMIK DAN ALUMINOTERMIK UNTUK PEMBUATAN SERBUK SILIKON

Oleh

ALISSA ANGGIS

Pasir silika merupakan sumber daya alam yang melimpah dan berpotensi besar sebagai bahan baku silikon. Namun, proses ekstraksi silikon dari silika membutuhkan metode reduksi yang efisien agar diperoleh produk dengan kemurnian tinggi. Penelitian ini membandingkan efektivitas metode magnesiotermik dan alumnotermik dalam mereduksi silika menjadi silikon, dengan menggunakan pasir silika asal Desa Pasir Sakti, Kecamatan Labuhan Maringgai, Kabupaten Lampung Timur. Sampel diberi kode M2 (Mg/SiO₂ selama 2 jam), M8 (Mg/SiO₂ selama 8 jam), A2 (Al/SiO₂ selama 2 jam), dan A8 (Al/SiO₂ selama 8 jam). Proses reduksi dilakukan pada suhu 800°C dengan variasi waktu sintering selama 2 jam dan 8 jam. Sebelum reduksi, pasir silika dimurnikan melalui proses *leaching* hingga mencapai kemurnian 91,1%. Produk hasil reduksi kemudian dimurnikan kembali menggunakan dua tahap *leaching*, yaitu HCl 1 M dan HF 9 N, untuk mmenghilangkan fasa pengotor. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa metode magnesiotermik menghasilkan silikon lebih tinggi (M2 = 64,86 wt.% dan M8 = 92,28 wt.%) dibandingkan metode aluminotermik (A2 = 5,60 wt.%, dan A8 = 15,51 wt.%). Analisis SEM-EDX menunjukkan bahwa lama waktu sintering mempengaruhi ukuran serta distribusi partikel silikon. Selain itu, hasil Raman menunjukkan puncak karakteristik silikon pada 519 cm⁻¹ (M2), 518 cm⁻¹ (M8), 492 cm⁻¹ (A2), dan 507 cm⁻¹ (A8). Secara keseluruhan, metode magnesiotermik terbukti lebih efektif dalam menghasilkan silikon murni dari pasir silika dibandingkan metode aluminotermik.

Kata kunci: Pasir silika, silikon, magnesiotermik, aluminotermik, *leaching*.

ABSTRACT

COMPARATIVE STUDY OF SILICA REDUCTION USING MAGNESIOTHERMIK AND ALUMINOTHERMIC METHODS FOR SILICON POWDER PRODUCTION

By

ALISSA ANGGIS

Silica sand is an abundant natural resource with great potential as a raw material for silicon. However, the process of extracting silicon from silica requires an effectient reduction method in order to obtain a high purity product. This stuy compared the effectiveness of magnesiothermic dand aluminothermic methods in reducing silica to silicon, using silica sand from Pasir Sakti Village, Labuhan Maringgai District, East Lampung Regency. The samles were coded M2 (Mg/SiO₂ for 2 hours), M8 (Mg/SiO₂ for 8 hours), A2 (Al/SiO₂ for 2 hours), and A8 (Al/SiO₂ for 8 hours). The reduction process was carried out at 800°C with variations in sintering time for 2 hours and 8 hours. Before reduction, silica sand was purified through a leaching process to reach a purity of 91.1%. The reduction product was then purified again using two leaching stages, namely HCl 1 M and HF 9 N, to remov impurity phases. XRD analysis showed that the magnesiothermic method produced higher silicon (M2 = 64.86 wt.% and M8 = 92.28 wt%) than the aluminothermic method (A2 = 5.60 wt% and A8 = 15.51 wt.%). SEM-EDX nalysis showsthat the length of sintering time affects the size as well as the distribution of silicon particles. In addition, Raman results showed characteristic peaks of silicon at 519 cm⁻¹ (M2), 518 cm⁻¹(M8), 492 cm⁻¹(A2), and 507 cm⁻¹(A8). Overall, the magnesiothermic method proved to be more effective in producing pure silicon from silica sand than the aluminothermic method.

Keywords: silica, silicon, magnesiothermic, aluminothermic, leaching.

**STUDI KOMPARASI REDUKSI SILIKA MELALUI METODE
MAGNESIOTERMIK DAN ALUMINOTERMIK UNTUK PEMBUATAN
SERBUK SILIKON**

Oleh

ALISSA ANGGIS

Skripsi

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS**

Pada

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



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

Judul Skripsi

**Studi Komparasi Reduksi Silika Melalui
Metode Magnesiotermik dan Aluinotermik
untuk Pembuatan Serbuk Silikon**

Nama Mahasiswa

Alissa Anggis

Nomor Pokok Mahasiswa

2117041013

Program Studi

Fisika

Fakultas

Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



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

NIP. 1963122881986102001

Dr. Sigit Dwi Yudanto, S.T., M.Si.

NIP. 198205112008011004

2. Ketua Jurusan Fisika FMIPA

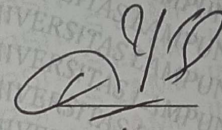
Arif Surtono, S.Si., M.Si., M.Eng.

NIP. 197109092000121001

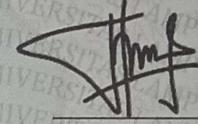
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

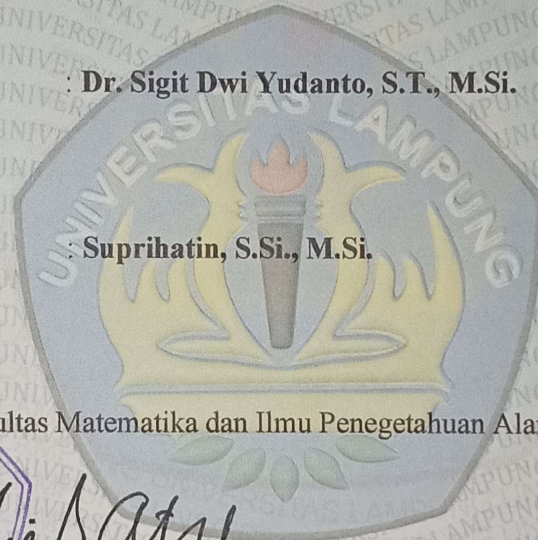
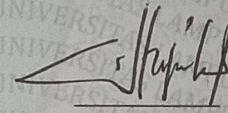
Ketua : **Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D.**



Sekretaris : **Dr. Sigit Dwi Yudanto, S.T., M.Si.**



Penguji Bukan
Pembimbing : **Suprihatin, S.Si., M.Si.**



Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Penegetahuan Alam

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

NIP. 197110012005011002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **15 Oktober 2025**

PERNYATAAN

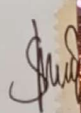
Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Alissa Anggis
Nomor Pokok Mahasiswa : 2117041013
Jurusan : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi saya dengan judul **“Studi Komparasi Reduksi Silika Melalui Metode Magnesiotermik dan Aluminotermik untuk Pembutan Serbuk Silikon”** adalah benar hasil karya saya sendiri, baik ide, hasil maupun analisisnya. Selanjutnya saya tidak keberatan jika sebagian atau keseluruhan data di dalam skripsi digunakan oleh dosen atau program studi dalam kepentingan publikasi atas persetujuan penulis dan sepanjang nama saya disebutkan sebelum dilakukan publikasi.

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

Bandar Lampung, 15 Oktober 2025


Alissa Anggis

NPM 2117041013



RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Alissa Anggis, dilahirkan pada 15 Juni 2003, di Merto. Penulis merupakan anak perempuan dari Ayah Sutrisno dan Ibu Nora Agriani Peronica.

Pendidikan yang telah ditempuh oleh penulis adalah Taman Kanak-Kanak (TK) diselesaikan pada tahun 2009 di TK Aisiyah Metro. Sekolah Dasar (SD) diselesaikan pada tahun 2015 di SDN 2 Metro Timur.

Sekolah Menengah Pertama (SMP) diselesaikan pada tahun 2018 di SMPN 4 Metro dan Sekolah Menengah Atas (SMA) diselesaikan pada tahun 2021 di SMAS Muhammadiyah 2 Metro.

Tahun 2021 penulis terdaftar sebagai mahasiswa Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung melalui jalur SNNMPTN. Selama menjadi mahasiswa penulis pernah menjadi Sekretaris Bidang Minat dan Bakat di Himpunan Mahasiswa Fisika (HIMAFI) FMIPA Unila dan Anggota UKM Koperasi Mahasiswa (KOPMA) Unila tahun 2023, penulis melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) dengan penelitian yang berjudul **“Analisis Pengaruh Waktu Pemanasan terhadap Pemisahan Silikon dari Silika Melalui Metode Magnesiotermik”** di Pusat Riset Metalurgi, Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) Serpong.

Pada tahun 2025, penulis kembali ke pusat Riset Metalurgi, BRIN Serpong untuk melakukan penelitian bidang paduan logam yang berjudul **“Studi Komparasi Reduksi Silika Melalui Metode Magnesiotermik dan Aluminotermik untuk Pembuatan Serbuk Silikon”** sebagai topik penelitian skripsi.

MOTTO

‘...Karena Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan...’

Q.S. Al-Insyirah: 5

“Selalu ada harga dalam sebuah proses, nikmati saja leha-leha ini. Lebarkan lagi rasa sabar itu. Semua yang kau investasikan untuk menjadikan dirimu serupa yang engkau impikan, mungkin tidak akan selalu berjalan lancar. Tapi, gelombang-gelombang itu yang nanti bisa kau ceritakan”

-Boy Candra-

“Nothing is Impossible”

PERSEMBAHAN

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

Kedua Orang Tuaku

Ayah Sutrisno & Ibu Nora Agriani Peronica

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

Keluarga Besar & Sahabat

Serta rekan-rekan seperjuangan "FISIKA 2021 FMIPA Unila"

Terima kasih atas segala dukungan yang telah diberikan sehingga dapat bertahan dalam keadaan suka maupun duka.

Almamater Tercinta

UNIVERSITAS LAMPUNG

SAWACANA

Puji syukur penulis ucapkan kehadirat Allah SWT., karena atas rahmat dan hidayah-Nya skripsi ini dapat diselesaikan. Skripsi dengan judul “Studi Komparasi Reduksi Silika Melalui Metode Magnesiotermik dan Aluminotermik untuk Pembuatan Serbuk Silikon” adalah salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains di Universitas Lampung.

Dalam kesempatan ini, penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Ibu Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D., selaku Pembimbing Utama atas kesediaannya memberikan motivasi, pengetahuan, dan saran dalam penulisan skripsi ini.
2. Bapak Dr. Sigit Dwi Yudanto, S.T., M.Si., selaku Pembimbing Kedua atas kesediannya, memberikan motivasi, pengetahuan, dan arahan dalam penulisan skripsi ini.
3. Ibu Suprihatin, S.Si., M.Si., selaku Penguji, terimakasih atas kritik dan saran yang telah diberikan selama penulisan skripsi ini.
4. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si., selaku Dekan FMIPA Universitas Lampung.
5. Bapak Arif Surtono, S.Si., M.Si., M.Eng., selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung.
6. Ibu Dr. Ika Kartika, S.T., M.T., selaku Kepala Pusat Riset Metalurgi BRIN Serpong.
7. Bapak Prof. Drs. Posman Manurung, M.Si., Ph.D., selaku Pembimbing Akademik penulis selama menjadi mahasiswa Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung.
8. Bapak/Ibu Dosen Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung.
9. Bapak/Ibu Staf Administrasi Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung.

10. Bapak/Ibu Peneliti di Pusat Riset Metalurgi BRIN Serpong, yang senantiasa memberikan bantuan dalam pelaksanaan penelitian skripsi ini.
11. Kedua orang tua penulis Ayah Sutrisno dan Ibu Nora Agriani Peronica, dua orang yang sangat berjasa dalam hidup penulis, dua orang yang selalu mengusahakan anak pertamanya ini menempuh pendidikan setinggi-tingginya. Kepada ayah penulis, terima kasih atas setiap keringat dan kerja keras untuk anakmu bisa sampai tahap ini. Untuk ibu penulis, terimakasih atas segala motivasi, pesan, doa, dan harapan yang selalu mendampingi setiap langkah dan ikhtiar, terima kasih atas kasih sayang tanpa batas yang tak pernah lekang oleh waktu, atas kesabaran dan pengorbanan yang selalu mengiringi perjalanan hidup penulis, terima kasih telah menjadi sumber kekuatan dan inspirasi serta telah menjadi contoh untuk menjadi perempuan kuat dan bertahan hingga saat ini.
12. Adik perempuanku, Noviska Sawsan yang membuat penulis termotivasi untuk bisa terus belajar menjadi sosok kakak yang dapat memberikan contoh yang baik untuk kedepannya.
13. Teman-teman seperjuangan di bangku perkuliahan Sabrina Adinda, Yesha Argeta, Siti Nina Karnia, dan seluruh teman Pimpinan Himafi 2023 yang tidak dapat diseutkan satu per satu, atas semangat serta dukungan yang selalu diberikan kepada penulis.
14. Teman-teman penelitian Etyka Dwi Mayang Sari, Eli Ratna Wati, Winda Rulia Safitri, Nai'mah Khoiriyah, dan Viona Rosmiati.
15. *Last but not least*, penulis juga ingin menyampaikan terima kasih kepada sosok perempuan Alissa Anggis atas segala perjuangan, keyakinan, dan kesabaran selama ini serta mampu mengendalikan diri dari berbagai tekanan diluar keadaan dan tak pernah menyerah sesulit apapun proses penyusunan skripsi ini dan menyelesaikan sebaik dan semaksimal mungkin.

Penulis berdoa semoga Allah SWT. membalas segala kebaikan dengan pahala yang berlipat ganda serta memudahkan setiap langkah kita, khususnya keyakinan dan kesabaran selama ini, serta bantuan yang telah diberikan dalam penyelesaian skripsi ini. Aamiin.

Bandar Lampung, 15 Oktober 2025

Alissa Anggis

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR GAMBAR.....	vii
DAFTAR TABEL	x
 I. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
 II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Silika	5
2.2 Magnesium	6
2.3 Aluminium	8
2.4 Silikon.....	9
2.5 Metalotermik.....	10
2.6 Metode Reduksi	12
2.6.1 Metode Magnesiotermik	12
2.6.2 Metode Aluminotermik.....	12
2.7 Karakterisasi	13
2.7.1 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	13
2.7.2 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	15
2.7.3 <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray</i> (SM-EDX)	18
2.7.4 <i>Raman Spectroscopy</i>	20
2.8 Metode <i>Rietveld</i>	22
 III. METODE PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	23
3.2 Alat dan Bahan.....	23
3.3 Prosedur Penelitian	24
3.3.1 Preparasi pasir Silika.....	24
3.3.2 Proses Reduksi	25
3.3.2.1 Reduksi Magnesiotermik.....	25
3.3.2.2 Reduksi Aluminotermik	25
3.3.3 Pemurnian Dua Langkah (<i>Leaching</i>)	26

3.4	Karakterisasi Reduksi Silika	27
3.4.1	Karakterisasi <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	27
3.4.2	Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	28
3.4.3	Karakterisasi <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive</i> (SEM-EDX)	29
3.4.4	Karakterisasi <i>Raman Spectroscopy</i>	29
3.5	Proses Pengambilan Data	30
3.5.1	Analisis Kuantitatif dengan <i>Match!</i>	30
3.5.2	Analisis Kuantitatif dengan GSAS-EXPGUI	31
3.5.3	Proses Penggunaan <i>Veusz</i>	32
3.6	Diagram Alir Penelitian	33

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1	Identifikasi Karakterisasi Bahan Baku.....	36
4.2	Metode Reduksi Magnesiotermik dan Aluminotermik.....	40
4.2.1	Reduksi Magnesiotermik	40
4.2.1.1	Hasil Karakterisasi XRD.....	40
4.2.1.2	Hasil Karakterisasi SEM-EDX	45
4.2.1.3	Hasil <i>Raman Spectroscopy</i>	49
4.2.2	Reduksi Aluminotermik.....	51
4.2.2.1	Hasil Karakterisasi XRD.....	51
4.2.2.2	Hasil Karakterisasi SEM-EDX	55
4.2.2.3	Hasil <i>Raman Spectroscopy</i>	59
4.3	Pemurnian Dua Langkah (<i>Leaching</i>).	60
4.3.1	<i>Leaching</i> pada Magnesiotermik	60
4.3.1.1	Hasil Karakterisasi XRD.....	60
4.3.1.2	Hasil Karakterisasi SEM-EDX	64
4.3.1.3	Hasil <i>Raman Spectroscopy</i>	67
4.3.2	<i>Leaching</i> pada Aluminotermik.....	69
4.3.2.1	Hasil Karakterisasi XRD.....	69
4.3.2.2	Hasil Karakterisasi SEM-EDX	73
4.3.2.3	Hasil <i>Raman Spectroscopy</i>	77

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1	Kesimpulan	80
5.2	Saran	81

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur kristal SiO ₂ digambar kembali dengan program VESTA (Momma and Izumi, 2019)	6
2. Struktur kristal Mg digambar kembali dengan program VESTA (Momma and Izumi, 2019)	7
3. Struktur kristal Al digambar kembali dengan program VESTA (Momma and Izumi, 2019)	9
4. Struktur kristal Si digambar kembali dengan program VESTA (Momma and Izumi, 2019)	10
5. Diagram Ellingham (Gaskell and Laughlin, 2018).....	11
6. Prinsip XRF (Kalnicky dan Singhvi, 2001).....	14
7. Skema Hukum <i>Bragg</i> (Callister & Rethwisch, 2007).....	15
8. Spektrum difraksi sampel reduksi silika (Yudanto <i>et al.</i> , 2025).....	17
9. Skema SEM (Karolina <i>et al.</i> , 2022).....	19
10. Silikon yang dihasilkan setelah reduksi silika (Darghouth <i>et al.</i> , 2021).	19
11. Spektrum Raman terhadap silika tereduksi selum dan sesudah <i>leaching</i> dua langkah (Darghouth <i>et al.</i> , 2021)	21
12. Alat XRF S2 PUMA	28
13. Alat XRD Bruker D8 Advance 3kW	28
14. Alat SEM-EDX JEOL JSM-IT200	29
15. Alat spektroskopi Raman Hariba Modular iHR320.....	30
16. Diagram alir preparasi pasir silika	33
17. Diagram alir reduksi magnesiotermik dan aluminotermik	34
18. Diagram alir <i>leaching</i> dua langkah HCl dan HF	35
19. Spektrum difraksi pada pasir silika (a) sebelum (b) sesudah <i>leaching</i> dengan simbol ♦ sebagai SiO ₂	38
20. Spektrum difraksi bahan baku pada magnesium dan aluminium dengan (a) simbol ▼ sebagai Mg dan (b) simbol × sebagai Al..	39

21. Spektrum difraksi reduksi Mg/SiO ₂ sampel (a) M2 dan (b) M8 dengan simbol ■ sebagai Si, simbol ♦ sebagai SiO ₂ , simbol ▲ sebagai MgO, simbol * sebagai Mg ₂ Si dan simbol ● sebagai Mg ₂ SiO ₄	40
22. Hasil <i>refinement</i> sampel M2 setelah reduksi menggunakan GSAS-EXPGUI dengan nilai wRp 0,11%, Rp 0,07%, dan χ^2 4,40.....	42
23. Morfologi SEM hasil reduksi Mg/SiO ₂ dengan (a) persebaran 2500x sampel M2 (b) perbesaran 1500x sampel M8.....	46
24. Pemetaan EDX hasil reduksi Mg/SiO ₂ persebaran 2500x sampel M2 dengan (a) Morfologi M2, (b) Mg, (c) O, dan (d) Si	47
25. Pemetaan EDX hasil reduksi Mg/SiO ₂ perbesaran 1500x sampel M8 dengan (a) Morfologi M8, (b) Mg, (c) O, dan (d) Si	48
26. Spektrum Raman hasil reduksi Mg/SiO ₂ sampel (a) M2 dan (b) M8.....	50
27. Spektrum difraksi hasil reduksi Al/SiO ₂ sampel (a) A2 (b) A8 dengan simbol ■ sebagai Si, ♦ SiO ₂ , Δ sebagai Al ₂ O ₃ , dan + sebagai Corondum	51
28. Morfologi SEM hasil reduksi silika pada Al/SiO ₂ dengan perbesaran 1500x sampel (a) A2 dan (b) A8	55
29. Pemetaan EDX hasil reduksi Al/SiO ₂ perbesaran 1500x sampel A2 dengan (a) Morfologi A2, (b) Mg, (c) O, dan (d) Si	56
30. Pemetaan EDX hasil reduksi Al/SiO ₂ perbesaran 1500x sampel A8 dengan (a) Morfologi A8, (b) Mg, (c) O, dan (d) Si	58
31. Spektrum Raman hasil reduksi Al/SiO ₂ sampel (a) A2 dan (b) A8.....	59
32. Spektrum difraksi hasil <i>leaching</i> pada Mg/SiO ₂ sampel (a) M2 (b) M8 dengan simbol ■ sebagai Si dan simbol ♦ sebagai SiO ₂	61
33. Morfologi SEM hasil <i>leaching</i> pada Mg/SiO ₂ dengan perbesaran 1500x sampel (a) M2 dan (b) M8	64
34. Pemetaan EDX hasil <i>leaching</i> Mg/SiO ₂ perbesaran 1500x sampel M2 dengan (a) Morfologi M2, (b) Si dan (b) O.....	65
35. Pemetaan EDX hasil <i>leaching</i> Mg/SiO ₂ perbesaran 1500x sampel M8 dengan (a) Morfologi M2, (b) Si dan (b) O.....	66
36. Spektrum Raman hasil <i>leaching</i> pada Mg/SiO ₂ sampel (a) M2 dan (b) M8)	68
37. Spektrum difraksi hasil <i>leaching</i> pada Al/SiO ₂ sampel (a) A2 (b) A8 dengan simbol ■ sebagai Si, simbol ♦ SiO ₂ , simbol Δ sebagai Al ₂ O ₃ , dan simbol + sebagai Corondum.....	69
38. Morfologi SEM hasil <i>leaching</i> pada Al/SiO ₂ dengan perbesaran 1500x sampel (a) A2 dan (b) A8.....	73
39. Pemetaan EDX hasil <i>leaching</i> Al/SiO ₂ perbesaran 1500x sampel A2 dengan (a) Morfologi A2, (b) Al, (c) O, dan (d) Si.....	74

40.	Pemetaan EDX hasil <i>leaching</i> Al/SiO ₂ perbesaran 1500x sampel A8 dengan (a) Morfologi A8, (b) Al, (c) O, dan (d) Si.....	76
41.	Spektrum Raman hasil <i>leaching</i> pada Al/SiO ₂ sampel A2 dan (b) A8...	77
42.	Silikon hasil <i>leaching</i>	78

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Alat Penelitian.....	23
2. Bahan Penelitian	24
3. Variasi sampel Mg/SiO ₂ dan Al/SiO ₂	26
4. Hasil karakterisasi XRF bahan baku pasir silika sebelum dan sesudah <i>leaching</i>	37
5. Data fasa dominan pada reduksi silika Mg/SiO ₂	41
6. Data parameter kristalografi reduksi Mg/SiO ₂ sampel M2 dan M8.....	43
7. Data ukuran kristal hasil reduksi Mg/SiO ₂	45
8. Komposisi unsur hasil reduksi sampel M2 menggunakan EDX.....	48
9. Komposisi unsur hasil reduksi sampel M8 menggunakan EDX.....	49
10. Data fasa dominan pada reduksi Al/SiO ₂	52
11. Data parameter kristalografi reduksi Al/SiO ₂ sampel A2 dan A8	53
12. Data ukuran kristal hasil reduksi Al/SiO ₂	55
13. Komposisi unsur hasil reduksi sampel A2 menggunakan EDX	57
14. Komposisi unsur hasil reduksi sampel A8 menggunakan EDX	59
15. Data fasa dominan pada <i>leaching</i> Mg/SiO ₂	62
16. Data parameter kristalografi pada <i>leaching</i> Mg/SiO ₂ sampel A1 dan A2	62
17. Data ukuran kristal sampel <i>leaching</i> Mg/SiO ₂	63
18. Komposisi unsur hasil reduksi sampel M2 menggunakan EDX.....	66
19. Komposisi unsur hasil reduksi sampel M8 menggunakan EDX.....	67
20. Data fasa dominan pada <i>leaching</i> Al/SiO ₂	70
21. Data parameter kristalografi pada sampel <i>leaching</i> Al/SiO ₂ sampel A2 dan A8	71
22. Data ukuran ristal sampel <i>leaching</i> Al/SiO ₂	72
23. Komposisi unsur hasil reduksi sampel A2 menggunakan EDX	75
24. Komposisi unsur hasil reduksi sampel A8 menggunakan EDX	76

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pasir silika atau dikenal sebagai pasir kuarsa adalah salah satu mineral alami yang sangat melimpah di Indonesia telah banyak dimanfaatkan dalam berbagai bidang industri. Kandungan utamanya adalah silika (SiO_2) yang menjadi bahan baku penting dalam pembuatan silika murni maupun silikon. Silika dapat diperoleh melalui proses ekstraksi dari pasir silika (Januarty dan Yuniarti, 2015). Sementara itu, silikon melalui proses reduksi senyawa oksida menjadi unsur silikon murni (Amin *et al.*, 2021; Itaka *et al.*, 2015).

Seiring dengan perkembangan teknologi material, berbagai metode reduksi silika telah dikembangkan. Salah satu pendekatan yang banyak diteliti adalah metode metalotermik, yaitu proses reduksi menggunakan logam reaktif sebagai agen pereduksi (Fatmawati *et al.*, 2020). Dua metode yang umum digunakan yaitu magnesiotermik dan aluminotermik, yang menggunakan magnesium dan aluminium sebagai pereduksi (Darghouth *et al.*, 2021; Lai *et al.*, 2018).

Magnesium dan aluminium merupakan logam yang sangat reaktif dan telah banyak digunakan untuk mereduksi silika menjadi silikon (Zhang *et al.*, 2017). Pada proses magnesiotermik, magnesium bereaksi dengan silika untuk menghasilkan silikon, sementara produk samping berupa magnesium oksida (MgO) terbentuk (Cho *et al.*, 2016). Proses ini umumnya dilakukan pada suhu 500°C hingga 900°C . Dalam metode aluminotermik, aluminium berfungsi mengikat oksigen dari silika sehingga terbentuk silikon dan alumina (Al_2O_3). Namun, efektivitas reaksi aluminotermik sangat dipengaruhi oleh suhu, dimana suhu yang lebih tinggi dari titik lebur aluminium diperlukan agar reduksi berlangsung secara optimal (Lai *et al.*, 2018).

Metode magnesiotermik sudah dikenal sejak lebih dari dua abad yang lalu dan digunakan untuk menggabungkan logam melalui proses reduksi. Dalam metode ini, reaksi reduksi menghasilkan panas yang cukup tinggi sehingga suhu dapat meningkat secara signifikan. Magnesium dan aluminium diketahui berperan sebagai agen pereduksi silika (SiO_2) pada suhu tinggi (Fatmawati *et al.*, 2020; Tang *et al.*, 2023). Kedua logam ini digunakan dalam metode reduksi magnesiotermik dan aluminotermik, yang umumnya dilakukan pada suhu 700°C hingga 900°C . Setelah proses pemanasan selesai, hasil reduksi kemudian didinginkan hingga mencapai suhu ruang (Choi and Sohn, 2019).

Beberapa penelitian sebelumnya, menunjukkan efektivitas metode dalam menghasilkan silikon dari silika. Penelitian yang dilakukan oleh Sumarno *et al.* (2015) misalnya, berfokus pada pemurnian silika dengan menggunakan media sonikasi dan *leaching* berupa aquades. Pemurnian silika bertujuan untuk membersihkan pasir silika dari kotoran agar kandungan silika meningkat. Setelah proses *leaching* selama 120 menit, pasir silika memiliki kadar SiO_2 yang sangat tinggi yaitu sebesar 99,46%.

Penelitian sebelumnya telah dilakukan untuk mereduksi silika menjadi silikon. Salah satunya oleh Darghouth *et al.* (2021) menunjukkan bahwa silika direduksi menggunakan metode magnesiotermik dengan magnesium (Mg) sebagai agen pereduksi. Proses reduksi dilakukan antara suhu 500°C hingga 800°C dengan perbandingan rasio molar SiO_2 :Mg sebesar 1:2. Hasil dari reaksi ini menunjukkan terbentuknya silikon, namun muncul juga senyawa lain seperti magnesium oksida (MgO), magnesium silisida (Mg_2Si), dan magnesium silikat (Mg_2SiO_4). Meskipun proses ini berhasil memperoleh silikon, penelitian ini memiliki beberapa kekurangan. Kekurangan seperti tidak menjelaskan bagaimana bentuk kristal dari silikon yang dihasilkan, serta belum dilakukan upaya pemisahan atau pembersihan terhadap senyawa-senyawa pengotor yang terbentuk selama proses reduksi.

Lai *et al.* (2018) yang membandingkan tiga jenis reduktor yaitu magnesium (Mg), aluminium (Al), dan campuran Mg/Al dengan perbandingan 70:30 untuk mereduksi silika menjadi silikon berpori. Prosesnya dilakukan pada suhu antara 450°C hingga 800°C . Hasil penelitian menunjukkan bahwa magnesium dapat

menghasilkan silikon dengan permukaan yang tinggi, namun pada suhu 650°C hingga 800°C, struktur silikon mengalami kerusakan karena reaksi yang sangat panas menyebabkan partikel pecah dan menyatu (sintering). Sementara itu, aluminium hanya efektif digunakan pada suhu diatas titik leburnya, dan hasil silikon yang dihasilkan memiliki luas permukaan yang kecil dan tidak terlalu berpori. Pengaruh waktu pemanasan terhadap kualitas silikon juga tidak dijelaskan secara rinci, dan tidak ada pembahasan mengenai cara menghilangkan sisa logam atau senyawa pengotor dari hasil reduksi.

Berdasarkan penelitian yang sudah dilakukan sebelumnya, masih terdapat beberapa kekurangan yang perlu dikaji lebih lanjut. Oleh karena itu, dilakukan penelitian lanjutan dengan endekatan yang berbeda, yaitu menggunakan metode reduksi magnesiotermik dan aluminotermik untuk mengubah silika menjadi silikon. Tujuannya untuk memperoleh silikon dari silika murni yang digunakan sebagai bahan dasar. Dalam penelitian ini, dilakukan beberapa tahapan karakterisasi untuk menganalisis hasil reduksi. Karakterisasi *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui komposisi kimia dari pasir silika sebagai bahan baku pasir silika, *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal, *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) untuk mengetahui morfologi permukaan dari reduksi silika yang dihasilkan, dan Spektroskopi Raman untuk mengetahui kemurnian silikon hasil reduksi.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh variasi waktu terhadap pembuatan serbuk silikon dari pasir silika melalui metode magnesiotermik dan aluminotermik?
2. Bagaimana pengaruh variasi waktu terhadap morfologi hasil reduksi silika dengan metode magnesiotermik dan aluminotermik?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh variasi waktu terhadap pembuatan serbuk silikon dari pasir silika melalui metode magnesiotermik dan aluminotermik.
2. Mengetahui pengaruh variasi waktu terhadap morfologi hasil reduksi silika dengan metode magnesiotermik dan aluminotermik.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bahan yang digunakan yaitu pasir silika, magnesium dan aluminium.
2. Penelitian ini berfokus pada reduksi pasir silika.
3. Penelitian ini menggunakan metode reduksi magnesiotermik dan aluminotermik.
4. Menggunakan suhu 800°C dengan variasi waktu 2 jam dan 8 jam.
5. Karakterisasi yang digunakan yaitu *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX), dan *Raman Spectroscopy*.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian yang diperoleh dari penelitian yang dilakukan sebagai berikut:

1. Dapat mengetahui proses *leaching* pasir silika dan pembuatan silikon.
2. Dapat mengetahui rasio molar pada reduksi magnesiotermik dan aluminotermik.
3. Dapat mengetahui komposisi kimia, struktur kristal, bentuk morfologi dan komposisi kimia dari silikon yang dihasilkan.
4. Sebagai sarana acuan untuk penelitian selanjutnya.

II. TINJAUAN PUSTAKA

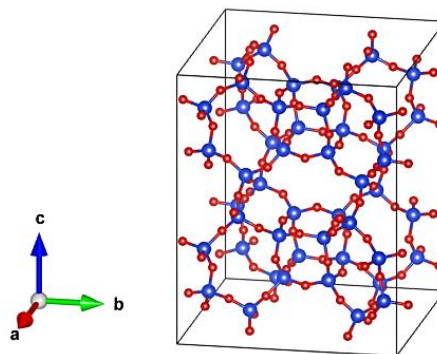
Tinjauan pustaka ini menjelaskan beberapa teori-teori dasar, temuan penelitian terdahulu, serta konsep-konsep yang relevan dengan tema penelitian. Dengan mengkaji literatur yang telah ada, yang mendukung topik penelitian. Adapun pembahasan dalam tinjauan pustaka ini dibagi ke dalam beberapa subbab terkait proses reduksi silika meliputi, silika, magnesium, aluminium, silikon, metalotermik, metode magnesiotermik, metode aluminotermik. Selain itu, juga dibahas terkait karakterisasi yang akan dilakukan meliputi *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX), dan *Raman Spectroscopy*. Serta metode analisis kuantitatif dengan metode *Rietveld*.

2.1 Silika

Silika (SiO_2) adalah senyawa terbesar kedua yang terdapat di kerak bumi setelah oksigen. Senyawa ini dapat ditemukan dalam bentuk amorf maupun kristalin dan secara alami tersebar luas di alam, terutama dalam bentuk batuan atau sedimen seperti pasir kuarsa. Dalam struktur kimianya, setiap atom silikon berkaitan dengan empat atom oksigen membentuk konfigurasi tetrahedral, menghasilkan ikatan kovalen lokal yang sangat kuat (Fatmawati *et al.*, 2020; Fuadi dan Amir, 2020).

Silika umumnya diperoleh dari pasir kuarsa, hasil pelapukan batuan yang mengandung mineral primer. Proses ekstraksi dimulai dengan penambangan pasir kuarsa, yang kemudian dicuci untuk menghilangkan kotoran dan dikeringkan guna meningkatkan kadar silikanya (Heri dan Syakur, 2012). Setelah melalui tahap pemurnian, silika dapat mencapai kemurnian hingga 99,9% dan menjadi

bahan baku utama dalam produksi silikon berkualitas tinggi (Haouli *et al.*, 2018). Namun, karena silika memiliki kestabilan yang tinggi, proses reduksinya memerlukan agen pereduksi yang kuat. Salah satu metode yang efektif adalah reduksi megnesiotermik dimana logam magnesium digunakan untuk mereduksi silika menjadi silikon murni (Tan *et al.*, 2021). Silika merupakan jenis logam oksida yang memiliki ikatan koordinasi tetrahedral seperti ditunjukkan pada **Gambar 1**.



Gambar 1. Struktur kristal SiO_2 digambar kembali dengan program VESTA (Momma and Izumi, 2019).

Berdasarkan **Gambar 1**, menunjukkan bahwa silika memiliki struktur kristal dengan sistem monoklinik, dengan grup ruang $I2/m$ dan tipe kisi *body-centered* (I). Parameter kisi terdiri dari $105,395^\circ$ dan volume sel satuan $2644,74 \text{ \AA}^3$. Struktur ini terdiri dari 21 posisi atomik yang terdiri dari silikon dan oksigen. Atom silikon berkoordinasi dengan empat atom oksigen membentuk tetrahedron SiO_4 yang saling terhubung membentuk jaringan tiga dimensi yang kuat (Rojas *et al.*, 2012).

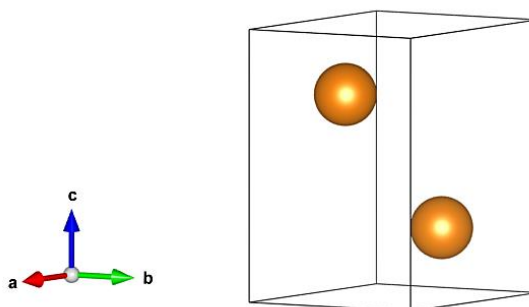
2.2 Magnesium

Magnesium (Mg) merupakan logam penting yang banyak dimanfaatkan dalam berbagai industri karena memiliki sejumlah keunggulan dibandingkan aluminium. Meskipun magnesium murni tergolong lemah, kekuatannya dapat ditingkatkan melalui pembentukan paduan dengan logam lain. Paduan magnesium dikenal kuat, mudah dibentuk, dan memiliki sifat daur ulang yang baik, sehingga sangat diminatidalam dunia indusri (Putra *et al.*, 2021).

Secara kimia, magnesium adalah unsur dengan nomor atom 12 dan berat atom 24,305. Unsur ini sangat reaktif dan sering digunakan sebagai agen pereduksi dalam proses ekstraksi logam, seperti silikon. Ketika bereaksi dengan magnesium, terbentuk senyawa seperti magnesium oksida (MgO) dan magnesium silisida (Mg₂Si). Semakin besar jumlah magnesium yang digunakan dalam reaksi, maka semakin tinggi pula kemurnian silikon yang dihasilkan (Rifina *et al.*, 2018).

Magnesium juga merupakan unsur yang melimpah di kerak bumi setelah aluminium dan besi, menjadikannya komponen penting dalam aplikasi struktural (Sidabutar, 2017). Dalam tabel periodik, magnesium termasuk dalam golongan IIa dan dikenal sebagai logam dengan massa paling ringan. Magnesium memiliki titik lebur pada suhu 650°C dan titik didih pada 1.091°C serta massa jenis sebesar 1.783 g/cm³. Karena sifatnya yang ringan namun kuat, magnesium banyak digunakan dalam berbagai perangkat modern seperti laptop, kamera hingga peralatan elektronik lainnya (Liu *et al.*, 2023).

Selain kemampuannya yang baik dalam mengikat oksigen, magnesium juga berfungsi sebagai agen pereduksi dalam reaksi redoks tertentu. Dalam proses metalotermik, magnesium sering digunakan untuk mereduksi senyawa oksida menjadi logam murni. Misalnya, dalam penelitian Silviana (2020) magnesium digunakan sebagai reduktor untuk menghasilkan silikon dari silika berbasis geotermal. Struktur kristal magnesium ditunjukkan pada **Gambar 2**.



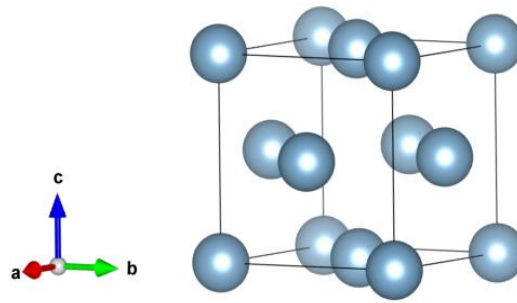
Gambar 2. Struktur kristal Mg digambar kembali dengan program VESTA (Momma and Izumi, 2019).

Berdasarkan **Gambar 2**. Meunjukkan struktur kristal magnesium (Mg) yang memiliki sistem kristal heksagonal dengan space group P63/mmc yang termasuk dalam tipe kisi P (primitive). Tipe kisi yang digunakan adalah primitif (P) yang berarti hanya terdapat satu titik kisi utama per sel satuan. Parameter kisi menunjukkan bahwa nilai $a = b$ adalah $3,234 \text{ \AA}$ sedangkan $c = 5,252 \text{ \AA}$, dengan sudut $\alpha = \beta = 90^\circ$ dan $\gamma = 120^\circ$. Magnesium memiliki susunan atom yang rapat dan teratur, yang membuatnya memiliki sifat ringan namun tetap kuat, sesuai dengan karakteristik logam struktural (Schimmel *et al.*, 2005).

2.3 Aluminium

Aluminium (Al) merupakan salah satu logam yang paling banyak digunakan dalam kehidupan sehari-hari karena memiliki berbagai keunggulan. Salah satu kelebihan utama aluminium adalah ketahanannya terhadap korosi, sehingga tidak mudah berkarat dan memiliki masa pakai yang panjang. Selain itu, aluminium juga sangat ringan dan mudah dibentuk menjadi berbagai macam produk, sehingga sangat ideal untuk kebutuhan industri yang terus berkembang (Amalia *et al.*, 2022). Untuk meningkatkan kekuatannya, aluminium sering dipadukan dengan unsur lainnya seperti magnesium (Mg), tembaga (Cu), dan seng (Zn). Paduan ini memiliki kekuatan yang lebih tinggi dibandingkan aluminium murni dan banyak dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi komersil.

Selain sebagai bahan struktural, aluminium juga berperan sebagai reduktor dalam proses metalotermik. Sifat kimia aluminium memungkinkan logam ini mereduksi oksigen dari senyawa lain, sehingga banyak digunakan dalam proses ekstraksi logam seperti silikon. Dalam proses ini, aluminium membantu menghilangkan oksigen dari struktur kimia bahan yang direduksi, menghasilkan logam murni melalui pengurangan oksida (Al-Rubaiey and Al-Qaisi, 2020). Struktur kristal aluminium dapat dilihat pada **Gambar 3**.



Gambar 3. Struktur kristal Al digambar kembali dengan program VESTA (Momma and Izumi, 2019).

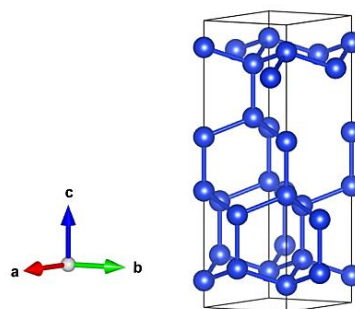
Berdasarkan **Gambar 3.** Menunjukkan struktur kristal aluminium (Al) yang memiliki sistem kristal kubik dengan ruang frup Fm-3m. Parameter kisi menunjukkan bahwa panjang sisi sel satuan $a=b=c$ adalah 4,0348 Å dengan sudut antara sumbu $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$, menandakan bahwa alminium memiliki simetri kubik yang sempurna. Menggambarkan ruang yang ditepati oleh atom-atom dalam satu sel kristal (Woodward and Karen, 2003).

2.4 Silikon

Silikon adalah unsur kimia dengan nomor atom 14 dan termasuk salah satu unsur paling melimpah di kerak bumi. Sekitar 28% dari massa kulit bumi mengandung unsur ini, menjadikannya unsur terbanyak kedua setelah oksigen. Silikon umumnya ditemukan dalam bentuk senyawa oksida seperti silikon dioksida (SiO_2), yang kemurninya dapat diperoleh dari pasir kuarsa. Namun, dalam bentuk alami SiO_2 juga sering mengandung pengotor atau unsur lainnya (Jamaaluddin, 2019).

Walaupun jumlah silikon murni relatif kecil, sebagian besar terdapat dalam bentuk silika. Meskipun belum secara resmi dikategorikan sebagai unsur hara esensial, sejumlah penelitian menunjukkan bahwa silikon dapat memberikan manfaat positif terhadap pertumbuhan dan hasil tanaman, seperti padi. Selain itu, silikon juga berperan dalam memperbaiki sifat kimia tanah (Amin *et al.*, 2021). Sampai saat ini, silika belum banyak dimanfaatkan untuk menghasilkan silikon murni. Proses ekstraksi silikon dari silika dapat dilakukan melalui metode reduksi

menggunakan logam seperti magnesium dan aluminium yang memiliki potensi reduksi lebih tinggi dibandingkan silikon. Dengan demikian, kedua logam ini sering digunakan sebagai agen pereduksi dalam proses metalotermik untuk memperoleh silikon dari silika (Azzahra *et al.*, 2024; Fatmawati *et al.*, 2020). Struktur kristal aluminium ditunjukkan pada **Gambar 4**.



Gambar 4. Struktur kristal Si digambar kembali dengan program VESTA (Momma and Izumi, 2019).

Berdasarkan **Gambar 4**, menunjukkan sistem kristal heksagonal dengan ruang grup ruang P 63/m m c. Parameter kisi Si yaitu $a = b = 3,234 \text{ \AA}$ dan $c = 5,252 \text{ \AA}$ serta sudut $\alpha = \beta = 90^\circ$ dan $\gamma = 120^\circ$, dengan volume sel satuan sebesar $47,59 \text{ \AA}^3$. Struktur ini menunjukkan bahwa atom Mg menempati posisi kristalografi pada site 2c (Pandolfi *et al.*, 2018).

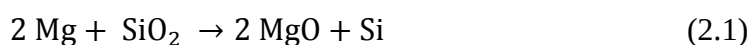
2.5 Metalotermik

Reduksi metalotermik atau *Metallothermic Reduction Reaction* (MRR) merupakan proses reaksi kimia yang melibatkan logam reaktif untuk mereduksi senyawa tertentu menjadi logam murni, paduan atau senyawa non-logam lainnya. Logam-logam yang umum digunakan dalam proses ini seperti, kalium, magnesium, dan aluminium. Metode ini masih banyak digunakan hingga kini karena memiliki keunggulan dari segi fisik dan kimia, serta mampu menghasilkan produk dengan kualitas tinggi. Salah satu alat yang umum digunakan untuk menentukan logam yang paling tepat dijadikan reduktor adalah diagram Ellingham (Xing *et al.*, 2018). Diagram Ellingham dapat dilihat pada **Gambar 5**.

2.6 Metode Reduksi

2.6.1 Metode Magnesiotermik

Penelitian mengenai metode reduksi magnesiotermik merupakan proses reduksi yang digunakan untuk mengubah silika (SiO_2) menjadi silikon (Si) dengan bantuan magnesium yang digunakan sebagai agen pereduksi. Dalam metode ini, silika dicampurkan dengan magnesium dalam autoklaf berbahan *stainless steel* pada suhu 500°C hingga 800°C . Selama proses pemanasan, magnesium bereaksi dengan silika dan menghasilkan produk berupa magnesium oksida (MgO), dan silikon (Si) (Darghouth *et al.*, 2021). Proses reduksi metalotermik menggunakan magnesium sebagai agen pereduksi dengan perbandingan rasio molar 2:1 ditunjukkan pada **Persamaan (2.1)**.

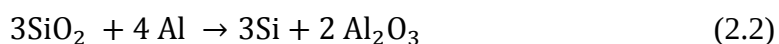


Metode ini terbukti sangat efektif untuk menghasilkan silikon pada suhu tinggi. Misalnya, pada suhu 800°C dalam waktu 3 jam didapatkan sekitar 82% silikon murni. Maksimum silikon murni yang didapatkan melalui metode ini sekitar 90% silikon murni (Lai *et al.*, 2018). Proses reduksi magnesiotermik terbukti efektif dalam mengubah pasir silika menjadi silikon murni pada suhu yang relatif rendah, yaitu antara 500°C hingga 900°C . Proses Magnesiotermik merupakan tampilan bahan yang bereaksi untuk menghilangkan magnesium dengan reduksi magnesiotermik. Bentuk seperti butiran-butiran yang saling menempel pada silikon dan magnesium oksida bereaksi dengan stabil dan baik (Entwistle *et al.*, 2018).

2.6.2 Metode Aluminotermik

Penelitian mengenai metode reduksi aluminotermik adalah proses reduksi yang menggunakan aluminium sebagai agen pereduksi yang mengubah nanopartikel silika menjadi silikon. Proses ini menunjukkan hasil yang efektif pada suhu tinggi. Sebagai contoh, pada suhu 650°C proses ini menghasilkan 62% silikon murni setelah 3 jam pemanasan, dan meningkat menjadi 88% setelah dilakukan sintering 24 jam. Reaksi ini terbukti berjalan lebih efisien seiring dengan peningkatan suhu.

Selain itu, keberadaan aluminium dalam proses ini juga berkontribusi terhadap peningkatan silikon yang dihasilkan. Namun, salah satu kelemahan metode aluminotermik adalah efisiensi reduksinya lebih rendah dibandingkan dengan penggunaan magnesium sebagai reduktor (Lai et al., 2018). Penggunaan aluminium sebagai reduktor pada proses reduksi aluminotermik pada studi Al-Rubaiey and Al-Qaisi (2020) penggunaan Al sebagai reduktor berhasil menghasilkan silikon dengan kemurnian 98,9% dengan reaksi sintesis yang ditunjukkan pada **Persamaan (2.2)**.



Penggunaan aluminium murni sebagai reduktor mampu menghasilkan silikon dengan kemurnian 98,9% dengan ekstraksi sebesar 88% melalui reduksi. Proses reduksi dengan mencampurkan serbuk aluminium dengan sedimen dilakukan untuk memperoleh unsur silikon. Aluminium berfungsi untuk menurunkan suhu reduksi silika. Senyawa yang terdapat dalam produk pada suhu yang berbeda pada silikon dan beberapa unsur lainnya seperti Al_2O_3 dan Al yang tidak bereaksi. Selain jumlah silika kecil pencampuran serbuk aluminium dan silika mampu menghasilkan unsur Si dan alumina (Al_2O_3) secara langsung, unsur aluminium merupakan logam yang lebih aktif dari silikon (Al-Rubaiey and Al-Qaisi, 2020).

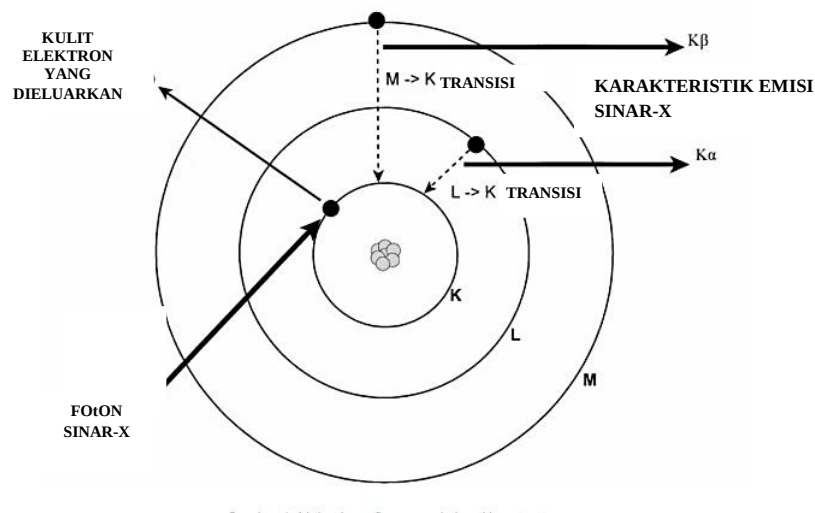
2.7 Karakterisasi

2.7.1 X-Ray Fluorescence (XRF)

X-Ray Fluorescence (XRF) merupakan metode yang digunakan untuk menganalisis serta menentukan komposisi kimia dari berbagai jenis material berupa padatan, serbuk maupun cairan. Teknik ini juga dapat digunakan untuk mengukur ketebalan dan komposisi lapisan dan pelapis. XRF menggunakan sinar-X yang dihasilkan oleh sumber yang menyinari sampel. Unsur-unsur yang ada dalam sampel akan memancarkan XRF dengan energi diskrit (Brouwer, 2010).

Dalam analisis menggunakan XRF didasarkan pada identifikasi dan perhitungan sinar-X karakteristik yang terjadi akibat peristiwa efek fotolistrik. Efek fotolistrik terjadi karena elektron-elektron pada atom sampel dipancarkan dengan sinar

berenergi tinggi (radiasi gamma, sinar-X). Setiap atom memiliki spektrum garis sinar-X yang terdiri dari serangkaian energi diskrit, di mana intensitasnya berkaitan dengan terjadinya transisi tertentu. Energi foton dari garis spektrum mempunyai perbedaan energi, antara tingkat awal dan akhir yang terlibat dalam transisi elektronik. Jika energi dipancarkan lebih besar dari elektron pada kulit yang tergantikan adalah elektron kulit K. Garis-garis spektrum sinar-X dikelompokkan menjadi (K, L, dan M). Semua garis dihasilkan dari berbagai tingkat ke kulit yang sama. Spektrum sinar-X dihasilkan oleh semua unsur yang ada pada sampel, dan setiap unsur memiliki garis spektrum karena sinar-X yang berbeda akan dipancarkan pada setiap transisi orbitalnya (Kalnicky dan Singhvi, 2001). Prinsip kerja XRF ditunjukkan pada **Gambar 6**.



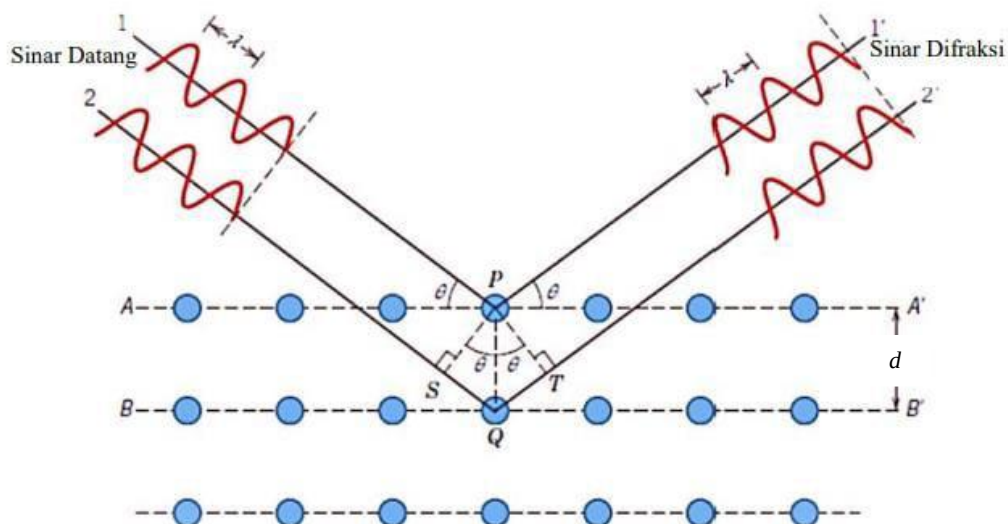
Gambar 6. Prinsip XRF (Kalnicky dan Singhvi, 2001).

Pada **Gambar 6**, menunjukkan prinsip dasar XRF dimana pada metode ini, sinar-X yang diarahkan ke sampel akan menumbuk dan melepaskan elektron dari kulit bagian dalam, seperti kulit K. Kehilangan elektron ini menciptakan kekosongan pada kulit tersebut. Untuk mengisi kekosongan ini, elektron dari kulit luar seperti L, M, atau N akan berpindah ke posisi yang kosong di kulit bagian dalam. Perpindahan elektron ini disertai dengan pelepasan energi dalam bentuk foton, yang kemudian dipancarkan sebagai sinar-X dengan karakteristik tertentu. Proses ini menjadi dasar bagi analisis unsur menggunakan XRF (Girard, 2010).

2.7.2 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan teknik analisis menggunakan sinar-X untuk mengidentifikasi sifat-sifat suatu material, seperti senyawa, fasa kristalin, struktur, dan ukuran kristal serta dapat menganalisis susunan atom-atom di dalam material. Cara kerja XRD mirip dengan prinsip cahaya yang dipantulkan oleh suatu benda, hanya saja cahaya yang digunakan berupa sinar-X yang sangat kuat. Ketika sinar-X akan diarahkan ke permukaan material, sinar ini akan dipantulkan oleh atom-atom dalam struktur kristal dan menghasilkan pola difraksi tertentu yang dapat digunakan untuk mengenali jenis dan struktur kristal yang ada (Hakim *et al.*, 2019; Subhaswaraj and Siddhardha, 2020).

Proses difraksi sinar-X terjadi karena adanya perbedaan panjang lintasan antara sinar yang datang dan yang dipantulkan oleh atom dalam kisi kristal. Perbedaan panjang lintasan ini harus merupakan kelipatan panjang gelombang agar terjadi interferensi konstruktif yang menghasilkan pola difraksi yang jelas. Fenomena ini dijelaskan oleh Hukum *Bragg*, yang menyatakan bahwa intensitas maksimum dari sinar-X yang terpantul akan terjadi ketika hubungan antara sudut datang (θ), jarak antar bidang kristal (d) dan panjang gelombang sinar-X (λ) (Cullity, 1978; Waseda *et al.*, 2011). Skema Hukum *Bragg* ditunjukkan pada **Gambar 7**.



Gambar 7. Skema Hukum *Bragg* (Callister & Rethwisch, 2007).

Pada **Gambar 7.** tampak sinar datang pertama yang menumbuk titik P dan kemudian dihamburkan. Hal serupa terjadi pada sinar datang kedua yang menumbuk titik Q sebelum dihamburkan. Dengan demikian, jarak yang ditempuh oleh sinar tersebut adalah jarak SQ + QT. Sehingga diperoleh persamaan:

$$\lambda = SQ + QT \quad (2.3)$$

$$\sin \theta = \frac{SQ}{PQ} + \frac{SQ}{d} \quad (2.4)$$

$$d \sin \theta = SQ \quad (2.5)$$

Karena SQ + QT, maka:

$$\lambda = 2SQ \quad (2.6)$$

atau

$$d \sin \theta = SQ \quad (2.7)$$

$$d \sin \theta = \frac{1}{2} \lambda \quad (2.8)$$

$$2d \sin \theta = \lambda \quad (2.9)$$

Persamaan (2.9) dikenal sebagai Hukum *Bragg*, dengan d sebagai jarak antara bidang dalam kristal, θ sebagai sudut difraksi, λ sebagai panjang gelombang (m). Pemantulan *Bragg* hanya akan terjadi jika panjang gelombang memenuhi syarat $\lambda \leq 2d$, sehingga cahaya tampak dapat digunakan. Selain itu, n adalah bilangan sudut bulat = 1, 2, 3, dan seterusnya sampai ke n (Baiser, 2003).

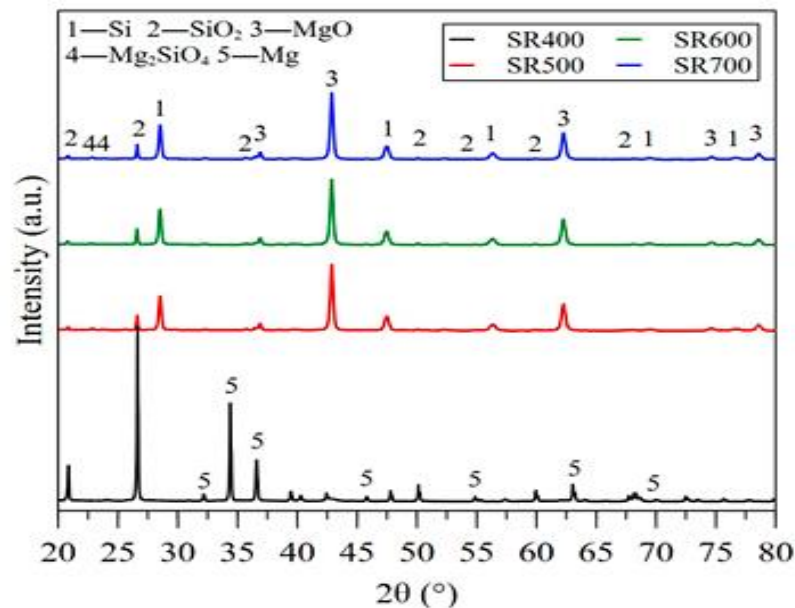
Dalam studinya, ketika ditembakkan ke permukaan kristal, sebagian besar sinar akan tersebar dan sebagian lainnya akan menembus atau di pantulkan tergantung pada sudut datang. Pantulan sinar-X yang kuat hanya terjadi jika sudut tersebut sesuai dengan kondisi dalam Hukum *Bragg* yang memungkinkan terjadinya interferensi konstruktif antar gelombang sinar-X yang tersebar oleh atom-atom dalam kristal (Cullity and Stock, 2014).

Selain untuk mengetahui struktur kristal, data dari uji XRD juga dapat digunakan untuk menghitung ukuran kristal. Perhitungan ini dilakukan dengan metode *Debye*

Scherrer menggunakan informasi dari puncak-puncak pola difraksi, seperti panjang gelombang, intensitas, sudut 2θ , dan nilai *Full Width at Half Maximum* (FWHM). Rumus *Debye Scherrer* dapat dilihat pada **Persamaan (2.10)**.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.10)$$

Dimana, D adalah ukuran kristal (nm), K adalah konstanta *Scherrer* (0,9), λ adalah panjang gelombang sumber radiasi Cu ($k_\alpha = 0,15406$ nm), β adalah FWHM yang dikoreksi (rad), dan θ adalah posisi puncak ($^\circ$) (Nath *et al.*, 2020). Dengan metode ini ukuran kristal dapat diperkirakan secara akurat berdasarkan data hasil difraksi. Pada penelitian yang berkaitan menyajikan hasil pola difraksi sinar-X yang dihitung dari pola difraksi bubuk sampel reduksi silika ditunjukkan seperti pada **Gambar 8**.



Gambar 8. Spektrum difraksi sampel reduksi silika (Yudanto *et al.*, 2025).

Berdasarkan **Gambar 8**, spektrum difraksi diatas, diperoleh hasil reduksi silika dengan variasi suhu pemanasan. Terlihat bahwa proses reduksi silika terjadi pada sampel SR400, yang ditunjukkan tidak terdeteksinya reaksi antara magnesium dan silika (Yudanto *et al.*, 2025).

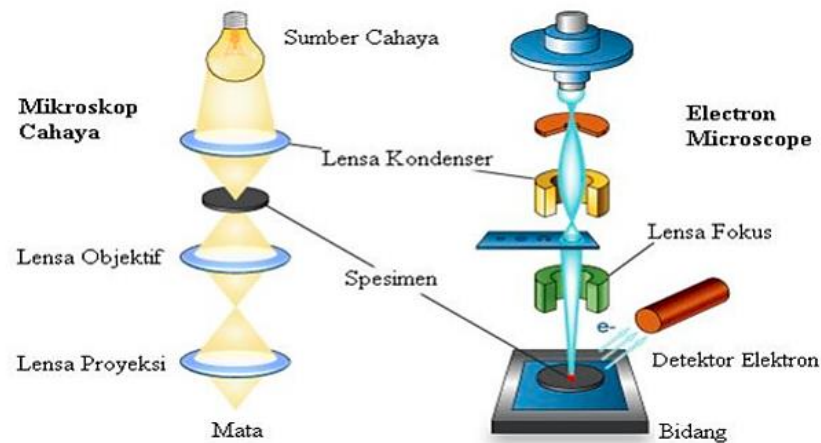
2.7.3 *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)*

Scanning Electron Microscopy (SEM) adalah salah satu teknik karakterisasi yang digunakan untuk mengamati morfologi permukaan suatu material dengan tingkat ketelitian yang tinggi. Teknik ini menggunakan memfokuskan berkas elektron ke permukaan sampel, hingga menghasilkan sinyal-sinyal seperti elektron sekunder dan elektron hamburan balik. Sinyal tersebut memberikan informasi mengenai topografi, komposisi, serta karakteristik permukaan material (Goldstein *et al.*, 2018). SEM telah menjadi alat penting dalam berbagai bidang, seperti ilmu material, teknik, biologi dan nanoteknologi, karena kemampuannya dalam menghasilkan citra mikroskopis dengan kedalaman fokus yang baik.

Dalam proses kerjanya, SEM menggunakan berkas elektron berenergi tinggi yang ditembakkan ke permukaan sampel. Ukuran berkas ini ditentukan oleh dua jenis sumber elektron yang digunakan, seperti emisi medan, serta besar arus yang menyeluruh di atas permukaan material, dan interaksinya dengan atom-atom pada sampel menghasilkan sinyal-sinyal seperti elektron sekunder, elektron hamburan balik, serta sinar-X karakteristik. Sinyal-sinyal inilah yang diproses dan digunakan untuk membentuk citra detail dari permukaan material (Li, 2003).

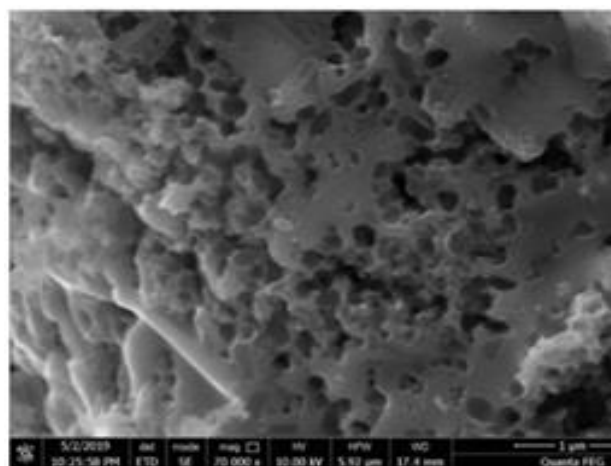
SEM juga sering dikombinasikan dengan detektor energi dispersif sinar-X (EDX), yang memungkinkan identifikasi unsur-unsur kimia penyusun sampel. Detektor EDX bekerja dengan berkas elektron, kemudian menganalisis spektrum energinya untuk mengetahui jenis dan jumlah unsur yang tergantung dalam sampel. Hasil analisis biasanya ditampilkan dalam bentuk grafik, dan dapat digunakan untuk membuat pemetaan unsur pada permukaan sampel (Budiarto *et al.*, 2020; Goldstein *et al.*, 2018).

SEM-EDX merupakan kombinasi yang sangat efektif untuk melakukan pengamatan morfologi permukaan sekaligus analisis komposisi unsur. EDX memanfaatkan prinsip kerja berupa pemetaan sinar-X yang dipancarkan ketika berkas elektron SEM menyebabkan eksitasi elektron dalam atom-atom sampel. Proses ini menghasilkan emisi sinar-X dengan energi khas untuk setiap unsur (Nurdiyanto, 2022). Skema prinsip kerja SEM ditampilkan pada **Gambar 9**.



Gambar 9. Skema SEM (Karolina *et al.*, 2022).

Pada **Gambar 9**, berkas elektron ditembakkan menuju permukaan sampel. Selanjutnya, elektron memindai permukaan, dan arus elektron diarahkan serta dipercepat melalui anoda. Ketika elektron mengenai sampel, akan dihasilkan elektron baru yang dideteksi dan divisualisasikan melalui monitor (Karolina *et al.*, 2022; Wijayanto and Bayuseno, 2014). Berdasarkan karakteristik, area yang lebih tinggi pada sampel akan memantulkan lebih banyak elektron dan tampak terang dalam citra SEM (Budiarto *et al.*, 2020). Hasil analisis SEM pada reduksi silika dengan rasio molar 1:2,1 ($\text{SiO}_2\text{:Mg}$) pada suhu 800°C selama 2 jam dibawah aliran argon ditunjukkan seperti pada **Gambar 10**.



Gambar 10. Silikon hasil reduksi silika (Darghouth *et al.*, 2021).

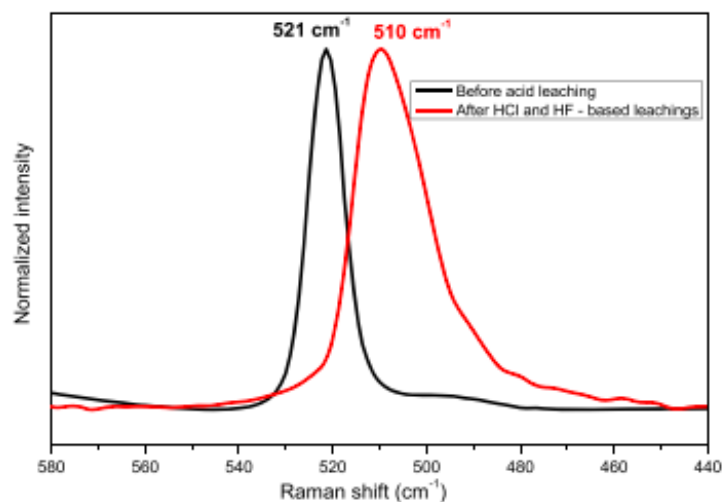
Berdasarkan **Gambar 10**, serbuk silikon yang diperoleh setelah *leaching* dan penghilangan produk samping. Serbuk silikon menunjukkan matriks berpori yang memiliki berbagai ukuran (Darghouth *et al.*, 2021).

2.7.4 Raman Spectroscopy

Raman Spectroscopy adalah teknik analisis struktur molekul, *Raman Spectroscopy* memiliki informasi yang dilengkapi dengan spektroskopi inframerah. Dasar dari spektroskopi adalah efek Raman, yaitu fenomena dimana hamburan cahaya yang dipancarkan ke molekul mengalami hamburan tidak elastis. Ketika cahaya (foton) berinteraksi dengan molekul dan mengalami inelastis. Molekul dapat bertransisi ke tingkat energi getaran yang berbeda, yang menyebabkan foton yang dihamburkan memiliki energi yang lebih rendah atau lebih tinggi dari foton insiden. Perbedaan energi antara foton datang dan foton dihamburkan dikenal dengan pergeseran Raman. Spektrum Raman dihasilkan dengan mengarahkan sinar laser monokromatik berintensitas tinggi ke sampel kemudian mengumpulkan serta menganalisis cahaya yang dihamburkan menggunakan spektrometer. Spektrum yang dihasilkan memvisualisasikan intensitas cahaya yang dihamburkan sebagai fungsi dari bilangan gelombang pergeseran Raman (biasanya dalam satuan cm^{-1}) (Nandi, 2011).

Raman Spectroscopy sering digunakan untuk menganalisis getaran molekul suatu material (Puspitaningrum *et al.*, 2021). Model ini dapat mengidentifikasi jenis senyawa yang terkandung dalam sampel berdasarkan frekuensi cahaya yang dipantulkan serta mengukur intensitas pantulan tersebut. *Raman Spectroscopy* mencakup bilangan gelombang dalam rentang gelombang sekitar $4000\text{-}10\text{ cm}^{-1}$. Umumnya, spektrum Raman yang diamati terletak pada kisaran $400\text{-}5\text{ cm}^{-1}$ dan $4000\text{-}3800\text{ cm}^{-1}$. *Raman Spectroscopy* dapat dibedakan menjadi sistem dispersif dan non-dispersif. Sistem dispersi menggunakan elemen optik seperti prisma atau kisi difraksi, sementara sistem non-dispersi memanfaatkan interferometer, seperti interferometer Michelson yang digunakan dalam spektrometer Raman *Transformasi Fourier* (Bumrah and Sharma, 2016).

Potensi *Raman Spectroscopy* sebagai alat karakterisasi yang banyak dimanfaatkan untuk mengetahui struktur kristal monostruktur dan bahan heterostruktur. Pengujian sampel menggunakan *Raman Spectroscopy* juga termasuk dalam karakterisasi optik dengan memanfaatkan interaksi cahaya dengan material, serta digunakan untuk menentukan ketebalan dan jumlah lapisan (Puspitaningrum *et al.*, 2021). Seperti penelitian Darghouth *et al.* (2021) menunjukkan hasil analisis spektroskopi Raman pada reduksi silika dengan rasio molar 1:2,1 ($\text{SiO}_2\text{:Mg}$) pada suhu 800°C selama 2 jam seperti ditunjukkan seperti pada **Gambar 11**.



Gambar 11. Spektrum Raman terhadap silika tereduksi selum dan sesudah *leaching* dua langkah (Darghouth *et al.*, 2021).

Pada **Gambar 11**, menunjukkan spektrum Raman dari silikon sebelum dan sesudah dilakukan proses *leaching* dua langkah. Puncak Raman berada pada 521 cm^{-1} mengindikasikan silikon kristalin, mengkonfirmasi keberadaan struktur kristal pada silikon yang dihasilkan seperti yang dibuktikan dengan XRD. Setelah proses *leaching*, puncak tersebut bergeser ke 510 cm^{-1} dan menjadi simetris, dengan ekor yang memanjang pada frekuensi rendah. Selain itu, terjadi peningkatan FWHM dari 9 cm^{-1} menjadi 16 cm^{-1} . Tidak ditemukan sinyal khas silikon amorf pada 480 cm^{-1} . Pergeseran puncak Raman dari 521 cm^{-1} ke 510 cm^{-1} diperkirakan disebabkan oleh terbentuknya pori-pori dalam partikel akibat penghilangan produk samping selama proses *leaching*, khususnya MgO (Darghouth *et al.*, 2021).

2.8 Metode *Rietveld*

Metode *Rietveld* adalah metode analisis struktur kristal yang digunakan untuk membandingkan pola difraksi sinar-X dari sampel serbuk dengan pola hasil perhitungan teoritis. Proses ini bertujuan untuk meminimalkan perbedaan antara kedua pola tersebut melalui pendekatan *last square fitting*. Salah satu indikator keberhasilan penyempurnaan struktur ini adalah nilai wRp (*weighted profile R-factor*), yang mencerminkan tingkat kecocokkan antara pola difraksi hasil pengamatan dan perhitungan (Puspitasari *et al.*, 2023).

Metode *Rietveld* juga memungkinkan untuk memperkirakan ukuran kristalit dan regangan berdasarkan pelebaran puncak pola profil yang telah disempurnakan (*refined profile*), menggunakan pendekatan *full-pattern fitting*. Kualitas penyempurnaan dinilai dari beberapa parameter, seperti nilai Rp (*profil-R-factor*) dan Rwp yang idealnya berada dibawah 10%, serta nilai χ^2 (*chi-square*) yang menunjukkan *goodness of fit* dengan kirasaran ideal antara 1,0 hingga 1,3. Keunggulan metode ini terletak pada kemampuannya untuk menganalisis lebih dari satu fasa kristalin secara simultan dan mengidentifikasi fasa-fasa yang saling tumpang tindih dalam pola difraksi (Moto *et al.*, 2010; Tzvetanova *et al.*, 2020).

Salah satu perangkat lunak yang sering digunakan dalam metode *Rietveld* adalah GSAS-EXPGUI (*General Structure Analysis System-Expanded GSAS User Interface*). GSAS-EXPGUI merupakan perangkat lunak yang dapat digunakan untuk proses *Rietveld refinement*. Program ini digunakan untuk menganalisis data difraksi sinar-X serbuk, yang direkam dalam bentuk numerik sebagai intensitas y_i yang bervariasi terhadap sudut 2θ . Dengan memanfaatkan GSAS-EXPGUI, penggunaan dapat menyesuaikan struktur kristal model dengan data hasil percobaan secara lebih mudah dan akurat (Puspitasari *et al.*, 2023).

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan Januari 2025 hingga Maret 2025 di Laboratorium Karakterisasi Lanjut Metalurgi, Badan Riset dan Inovasi Nasional, KST B.J. Habibie Kawasan Puspiptek, Gedung 225, Muncul, Setu, Kota Tangerang Selatan, Banten 1531. Karakterisasi yang dilakukan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX), dan Spektroskopi Raman.

3.2 Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini dapat dilihat pada **Tabel 1.** dan **Tabel 2.**

Tabel 1. Alat Penelitian

No	Nama	Fungsi	Keterangan
1	Tabung <i>Stainless Steel</i>	- Wadah pereduksi	- Diameter 8 mm dan panjang 8 cm
2	Neraca Digital	- Menghitung massa bahan yang digunakan	- Tipe Fujitsu FSR-A 320G, 200 g/0.001 g
3	<i>Disc Mill</i>	- Menghaluskan sampel	- Tipe Kawasaki Siebtechnik, 10000 rpm
4	<i>Shaker Mill</i>	- Menggiling sampel	- <i>Shaker Mill</i> PPF-UG, kecepatan 700-800 rpm
5	Ayakan mesh 20 dan 200	- Memisahkan sampel hingga partikel lebih kecil	- Mesh test sieven mesh 20 dan 200 diameter 20 cm
6	<i>Furnace</i>	- Sintering sampel	- <i>Furnace</i> Barnstead Thermolyne 47900

Tabel 2. Bahan Penelitian

No	Nama	Fungsi	Keterangan
1	Pasir silika	- Sebagai bahan baku	- Pasir silika galian, termasuk kategori pasir halus, dari Desa Pasir Sakti Labuan Maringgai, Lampung Timur, Indonesia
2	Magnesium (Mg)	- Sebagai bahan baku	- Magnesium produk komersil LOBA CHEME PVT. LTd, kemurnian 99%
3	Aluminium (Al)	- Sebagai bahan baku	- Aluminium Powder Activated Al 85% Mesh 320. Merk: Aluminium Lake. Aluminium Powder Activated Al Mesh 320, kemurnian 85%
4	Asam Klorida (HCl)	- Sebagai pelarut senyawa pengotor	- <i>Hydrochloric acid fuming</i> 37% (2 Mol dan 1 Mol). Merek Supelco dengan konsentrasi 37%, <i>Made in Germany</i>
5	Asam Fluorida (HF)	- Sebagai penghilang silikat dan fasa lain	- <i>Hydrofluoric acid</i> 40% (9N). Merek: Supelco dengan konsentrasi 40%, <i>Made in Germany</i>
6	Aquades	- Sebagai larutan penghilang pengotor	- pH 5, bebas dari kontaminan, jernih, tidak bau dan tidak berwarna

3.3 Prosedur Penelitian

Dalam penelitian ini, meliputi beberapa tahapan yang dilakukan yaitu preparasi pasir silika, reduksi magnesiotermik dan aluminotermik, proses *leaching* dua langkah, karakterisasi material, analisis dan pengolahan data.

3.3.1 Preparasi Pasir Silika

Proses preparasi meliputi beberapa tahap. Pertama, pasir silika disaring menggunakan ayakan 20 mesh untuk memisahkan partikel berukuran besar. Selanjutnya, pasir silika dikeringkan pada suhu 100°C selama 2 jam dan 8 jam guna menghilangkan kadar air. Setelah kering, pasir dihaluskan menggunakan *disc mill* selama 2 menit dan hasilnya di saring kembali menggunakan ayakan 200 mesh untuk memperoleh serbuk silika dengan ukuran yang lebih halus. Serbuk silika kemudian dilakukan proses *leaching* menggunakan larutan HCl 2 M pada suhu 80°C selama 2 jam untuk menghilangkan pengotor. Setelah proses *leaching*,

serbuk dicuci dengan aquades hingga pH mencapai netral, lalu dikeringkan kembali menggunakan oven pada suhu 100°C selama 2 jam. Serbuk yang telah dikeringkan kemudian dihaluskan menggunakan mortar. Serbuk silika hasil akhir kemudian dikarakterisasi menggunakan XRF dan XRD untuk mengetahui komposisi unsur dan struktur kristalnya.

3.3.2 Proses Reduksi

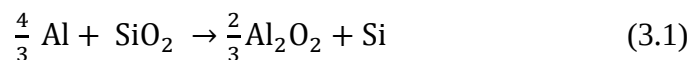
3.3.2.1 Proses Reduksi Magnesiotermik

Proses reduksi magnesiotermik meliputi perhitungan dan penimbangan. Tahap pertama yang harus dilakukan adalah perhitungan stoikiometri. Perhitungan dilakukan dengan perbandingan rasio $\text{Mg}:\text{SiO}_2$ sebesar 2,1:1, sesuai dengan **Persamaan (2.1)**. Massa Mg dan SiO_2 yang diperoleh dari hasil perhitungan stoikiometri yaitu 3,622 gram Mg dan 4,445 gram SiO_2 . Langkah pertama yaitu mempersiapkan alat dan bahan, lalu menimbang Mg dan SiO_2 sesuai dengan massa perhitungan stoikiometri. Kemudian serbuk Mg/SiO_2 dimasukkan ke dalam *viall* bersama dengan *ball mill* dan dicampurkan. Campuran serbuk Mg/SiO_2 dihaluskan menggunakan *shaker mill* selama 30 menit, kemudian diamkan pada suhu ruang. Setelah itu, campuran serbuk Mg/SiO_2 ditimbang dan dibagi menjadi dua bagian masing-masing 3,978 gram untuk variasi sintering selama 2 jam dan 8 jam. Tabung digunakan sebagai wadah reaksi, dengan salah satu sisinya terlebih dahulu dikompaksi. Campuran serbuk Mg/SiO_2 dimasukkan ke dalam tabung hingga padat, kemudian sisi lainnya dikompaksi kembali. Sintering pada sampel dilakukan pada suhu 800°C selama 2 jam dan 8 jam. Setelah proses pemanasan, tabung dibuka dan sampel dikeluarkan lalu dihaluskan menggunakan mortar. Sampel hasil reduksi magnesiotermik yang telah dihaluskan kemudian dikarakterisasi XRD, SEM-EDX, dan Spektroskopi Raman.

3.3.2.2 Proses Reduksi Aluminotermik

Proses reduksi aluminotermik meliputi perhitungan dan penimbangan. Tahap pertama yang harus dilakukan adalah perhitungan stoikiometri. Perhitungan

dilakukan dengan perbandingan rasio Al:SiO₂ sebesar 2,1:1, sesuai dengan **Persamaan (3.2)**.



Massa Mg dan SiO₂ yang diperoleh dari hasil perhitungan stoikiometri yaitu 2,698 gram Al dan 4,506 gram SiO₂. Langkah pertama yaitu mempersiapkan alah dan bahan, lalu menimbang Al dan SiO₂ sesuai dengan massa perhitungan stoikiometri. Kemudian serbuk Al/SiO₂ dimasukkan ke dalam *viall* bersama dengan *ball mill* dan dicampurkan. Campuran serbuk Al/SiO₂ dihaluskan menggunakan *shaker mill* selama 30 menit, kemudian diamkan pada suhu ruang. Setelah itu, campuran serbuk Al/SiO₂ ditimbang dan dibagi menjadi dua bagian masing-masing 3,495 gram untuk variasi sintering selama 2 jam dan 8 jam. Tabung digunakan sebagai wadah reaksi, dengan salah satu sisinya terbih dahulu dikompaksi. Campuran serbuk Al/SiO₂ dimasukkan ke dalam tabung hingga padat, kemudian sisi lainnya dikompaksi kembali. Sintering pada sampel dilakukan pada suhu 800°C selama 2 jam dan 8 jam. Setelah proses pemanasan, tabung dibuka dan sampel dikeluarkan lalu dihaluskan menggunakan mortar. Sampel hasil reduksi magnesiotemik yang telah dihaluskan kemudian dikarakterisasi XRD, SEM-EDX, dan Spektroskopi Raman. Kemudian setiap sampel diberi kode sampel seperti ditunjukkan pada **Tabel3**.

Tabel 3. Variasi sampel Mg/SiO₂ dan Al/SiO₂

Kode Sampel	Variasi Reduksi	Waktu Pemanasan	Rasio Stoikiometri
M2	Mg/SiO ₂	2 jam	2,1:1
M8	Mg/SiO ₂	8 jam	2,1:1
A2	Al/SiO ₂	2 jam	$\frac{4}{3}$:1
A8	Al/SiO ₂	8 jam	$\frac{4}{3}$:1

3.3.3 Pemurnian Dua Langkah (*Leaching*)

Pada proses pencucian dan pelarutan produk samping dalam penelitian ini, dilakukan dua tahap *leaching* menggunakan larutan HCl 1 M dan HF 9 N. Tahap pertama adalah *leaching* dengan HCl 1 M, dimana hasil reduksi dicampurkan

dengan larutan HCl 1 M dan dilakukan proses *leaching* pada suhu 60°C selama 2 jam. Setelah itu, sampel dicuci menggunakan aquades hingga mencapai pH netral, kemudian dihaluskan menggunakan mortar. Tahap kedua adalah *leaching* dengan larutan HF 9 N, dimana hasil *leaching* HCl dicampurkan dengan 100 ml larutan HF 9 N dan dilakukan proses *leaching* selama 1 jam. Selama proses ini, sampel kembali dicuci dengan aquades hingga mencapai pH netral, kemudian dikeringkan pada suhu 100°C selama 2 jam. Terakhir, sampel yang telah kering dihaluskan menggunakan mortar untuk tahap karakterisasi XRD, SEM-EDX, dan spektroskopi Raman.

3.4 Karakterisasi Reduksi Silika

Proses karakterisasi meliputi *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui senyawa kimia. Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal dan pembentukan fasa. Karakterisasi *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) untuk mengetahui morfologi dan distribusi yang terbentuk dari sampel. Karakterisasi spektroskopi Raman untuk mengetahui kemurnian silikon yang dihasilkan.

3.4.1 Karakterisasi *X-Ray Fluorescence* (XRF)

Proses karakterisasi *X-Ray Fluorescence* (XRF) dilakukan dengan menggunakan alat XRF *Bruker S2 PUMA*. Proses ini untuk mengetahui kandungan komposisi unsur dalam pasir silika. Alat ini bekerja dengan memancarkan sinar-X ke permukaan sampel, yang kemudian menyebabkan unsur-unsur dalam sampel memancarkan sinar karakteristik masing-masing. Sinyal yang dipancarkan ditangkap oleh detektor dan dianalisis untuk menentukan jenis dan konsentrasi unsur. Hasil dari karakterisasi ini menunjukkan komposisi dari pasir silika. Alat XRF ditunjukkan pada **Gambar 12**.



Gambar 12. Alat XRF S2 PUMA.

3.4.2 Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD)

Proses karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan dengan menggunakan alat XRD *Bruker D8 Advance 3kW* dengan detektor *LynxEye XE-T*. Sumber radiasi yang digunakan yaitu $\text{Cu } K_{\alpha}$ ($\lambda = 0,15406 \text{ nm}$). Karakterisasi ini bertujuan untuk mengidentifikasi dan mengamati struktur kristal dalam sampel. Sebelum dikarakterisasi, sampel harus memiliki ukuran partikel dibawah 0,150 mm. Hasil analisis XRD berupa grafik yang menunjukkan hubungan antara sudut difraksi 2θ dengan intensitas puncak spektrum. Alat XRD yang digunakan ditampilkan pada **Gambar 13**.



Gambar 13. Alat XRD *Bruker D8 Advance 3kW*.

3.4.3 Karakterisasi *Scanning Electron Miscoscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX)

Proses karakterisasi *Scanning Electron Miscoscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) dilakukan dengan menggunakan alat jenis JEOL JSM-IT200. Proses pengambilan data karakterisasi ini dilakukan dengan persebaran 500x, 1500x, 2500x, 5000x, dan 10000x. Hasil keluaran yang diperoleh berupa analisis morfologi (citra) seperti struktur mikro dan ukuran partikel dari sampel. Sementara itu, EDX merupakan teknik pelengkap yang digunakan untuk analisis struktur kimia yang terkandung pada permukaan sampel. Alat karakterisasi SEM-EDX ditunjukkan pada **Gambar 14**.



Gambar 14. Alat SEM-EDX JEOL JSM-IT200.

3.4.4 Karakterisasi Spektroskopi Raman

Proses karakterisasi spektroskopi Raman dilakukan dengan menggunakan alat jenis Horiba Modular Raman iHR320. Karakterisasi ini menggunakan panjang gelombang laser 523 nm dan dipindai dari rentang Raman *Shift* 200-3000 cm^{-1} dengan waktu pengambilan data perolehan waktu 60 detik. Hasil dari karakterisasi ini berupa spektrum Raman yang menggambarkan intensitas terhadap pergeseran Raman (cm^{-1}) yang menunjukkan informasi mengenai getaran ikatan kimia dalam molekul atau kristal. Spektrum ini digunakan untuk mengidentifikasi senyawa, mengamati tingkat kristalinitas, dan mendeteksi keberadaan gugus fungsional dalam sampel. Alat karakterisasi spektroskopi Raman ditunjukkan pada **Gambar 15**.



Gambar 15. Alat spektroskopi Raman Horiba Modular iHR320.

3.5 Proses Pengambilan Data

Analisis data hasil karakterisasi sampel reduksi silika melalui metode magnesitermik dan aluminotermik untuk pembuatan serbuk silikon menggunakan perangkat lunak *Match!*, *GSAS-EXPGUI*, dan *Veusz*. Cara penggunaan lunak sebagai berikut.

3.5.1 Analisis Kualitatif dengan *Match!*

Untuk mengetahui fasa dan struktur kristal yang terbentuk, dilakukan analisis kualitatif terhadap hasil XRD. Proses ini dilakukan dengan mencocokkan pola difraksi yang diperoleh dengan pangkalan data *Powder Diffraction File* (PDF). Aplikasi yang digunakan dalam pengolahan hasil data sampel adalah *Match!* versi 1.10 dan menggunakan COD versi 2023.

Langkah-langkah analisis menggunakan *Match!* yaitu buka perangkat lunak *Match!* yang telah terinstal di komputer. Cari dan pilih data XRD yang berformat RAW. Klik “file” lalu pilih “import” untuk menampilkan pola difraksi pada layar. Lalu untuk menampilkan daftar puncak difraksi, klik menu “restraints” dan lakukan pencocokkan fasa. Pilih fasa yang sesuai dengan mencocokkan *reference code* dari pangkalan data PDF dengan posisi puncak pada sampel. Setelah proses pencocokkan selesai, fasa disimpan dalam format *cif* dan digunakan untuk analisis kristalografi dengan metode *Rietveld* menggunakan *GSAS-EXPGUI*.

3.5.2 Analisis Kuantitatif dengan GSAS-EXPGUI

Analisis kuantitatif XRD dengan metode *Rietveld* digunakan untuk menentukan jenis fasa dan struktur kristal yang terbentuk, baik pada sampel terdiri dari satu fasa atau beberapa fasa. Melalui analisis ini, informasi mengenai grup ruang dan parameter kisi dari masing-masing apakah perkiran fasa dalam sampel telah tepat. Aplikasi yang digunakan untuk melakukan analisis ini adalah *perangkat lunak* GSAS-EXPGUI.

Untuk menjalankan program GSAS-EXPGUI, ada beberapa file yang diperlukan, yaitu *Crystal Information File* (CIF), parameter *instrument* (cu.prm), (.gsas) (hasil *convert* file XRD menggunakan *PowDLL Converter*). Setelah seluruh data dan perangkat lunak siap, langkah pertama adalah membuat folder khusus untuk setiap sampel agar tidak tercampur. Misalnya, untuk sampel A buat folder “Sampel A” dan simpan semua file pendukung seperti data XRD, file hasil *convert* (.gsas), file (CIF) dari hasil kualitatif, serta file (cu.prm) di dalamnya.

Langkah berikutnya adalah membuka GSAS-EXPGUI, membuat proyek baru dengan nama sesuai folder, lalu klik *Read*, lanjutkan dengan *Create*, dan klik *Set*. Setelah itu, buka menu *Phase*, klik *Add Phase*, dan masukkan file CIF dari setiap fasa yang ingin dianalisis. Selanjutnya, ubah nilai *Uiso* menjadi 0.025 dan klik *Add Atoms* untuk memasukkan data atom ke dalam sistem.

Lanjutkan dengan membuka menu *Histogram*, klik *Add New Histogram*, kemudian masukkan file berformat (.gsas) dan (cu.prm), lalu klik *Add*. Masuk ke menu *Edit Histogram*, ubah *Function Type* menjadi 1 (*Shifted Chebyshev*) dan isikan *Number of Terms* menjadi 7 (*Linear Interpolation*).

Pada menu *Scaling*, hilangkan centang pada opsi *Scale Factor*, lalu aktifkan semua fasa yang telah dimasukkan. Untuk memulai proses *refinement*, klik *PowPref* klik *press any key* ketika diminta, lalu klik *GenLes*. Nilai χ^2 akan ditampilkan sebagai indikator kalitas kecocokan antara data eksperimen dan pangkalan data. Hasil visualisasi dapat dilihat melalui *LivePlot*, yang menampilkan grafik dengan garis merah (perhitungan) dan biru (eksperimen).

Setelah grafik muncul, kemudian mengatur parameter pada menu *Profil*. Langkah pertama adalah melakukan *refinement* dengan mengaktifkan parameter *LX*, *GU*, *GW*, dan *GV*. Jika puncak-puncak perhitungannya telah terlihat di *LivePlot*, perbesar bagian puncak fasa tertentu, lalu centang opsi *Shift* dan *LX* untuk fasa tersebut.

Kemudian, lakukan proses *refinement* ulang dengan klik *PowPref* dan *GenLes*. Jika posisi puncak berubah, ulangi proses ini 2-3 kali hingga bentuk puncak sesuai dengan nilai χ^2 semakin kecil. Lakukan hal serupa untuk fasa lainnya (jika ada lebih dari satu fasa), dengan cara memperbesar puncak dan mengaktifkan kembali parameter *Shift* dan *LX*, serta parameter lainnya seperti *GU*, *GW*, dan *GV*.

Untuk mengatur parameter kisi (*refine cell*), centang *Refine Cell* pada menu fasa, kemudian jalankan lagi *PowPref* dan *GenLes*. Jika orientasi kristal dominan terdeteksi, lalu lakukan eksekusi ulang hingga nilai Chi^2 semakin menurun.

Hasil akhir proses *refinement* dapat dilihat melalui menu *IstView*, yang menampilkan nilai χ^2 , *Rp*, *Rwp*, dan parameter kisi lainnya. Grafik hasil *refinement* dapat ditampilkan melalui *PowPlot* dengan mengetikkan perintah a → enter, n → enter, h 1 → enter, lalu t → enter, dan ketik m d p → enter. Grafik yang muncul dapat disimpan dalam format gambar seperti (.bmp), sebagai dokumentasi hasil analisis.

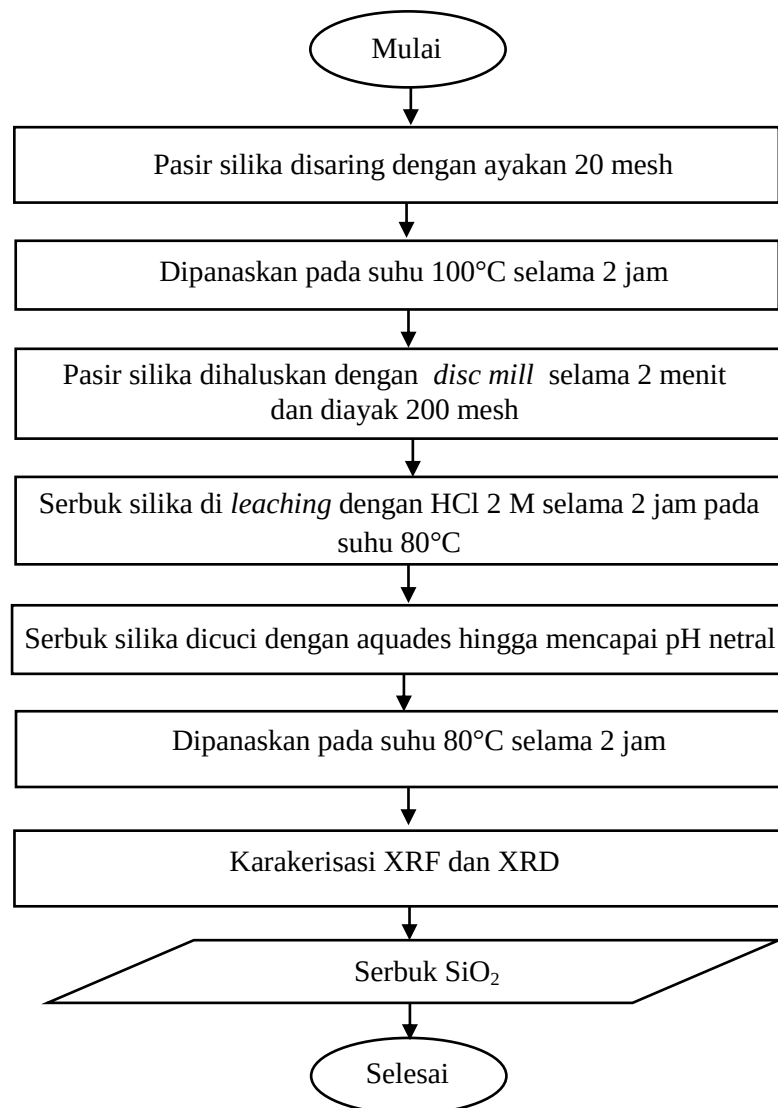
3.5.3 Proses Penggunaan *Veusz*

Hasil analisis data dengan aplikasi GSAS-EXPGUI dilakukan dengan cara: membuka aplikasi *Veusz* pilih menu “Data” dan pilih “Import”. Ketik nama file data di kotak yang tersedia untuk mencari data. Setelah data berhasil dimuat, pilih jenis grafik yang diinginkan, misalnya grafik garis, lalu lakukan penyesuaian terhadap komponen grafik seperti sumbu, label, warna, dan elemen visual lainnya sesuai dengan kebutuhan analisis (seperti simbol, bulat, kotak, bulat, dan segi tiga dll). Setelah grafik selesai, hasilnya dapat disimpan melalui menu “Export” dengan memilih format yang diinginkan.

3.6 Diagram Alir Penelitian

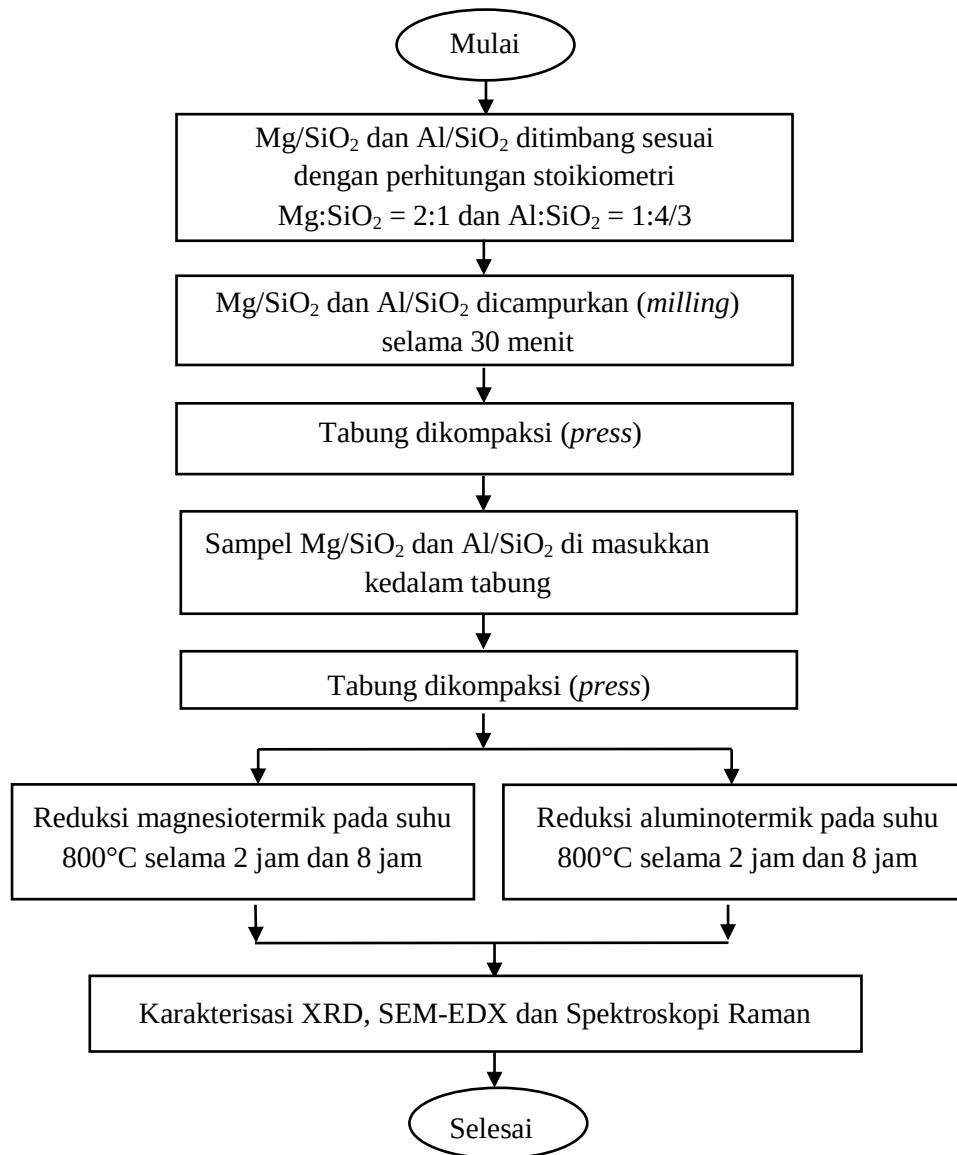
Secara garis besar, tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini disajikan dalam diagram alir pada **Gambar 16.**, **Gambar 17**, dan **Gambar 18**. Tahapan preparasi pasir silika, reduksi magnesiotermik dan aluminotermik, dan *leaching* dua langkah.

3.6.1 Diagram Alir Prearasi Pasir Silika



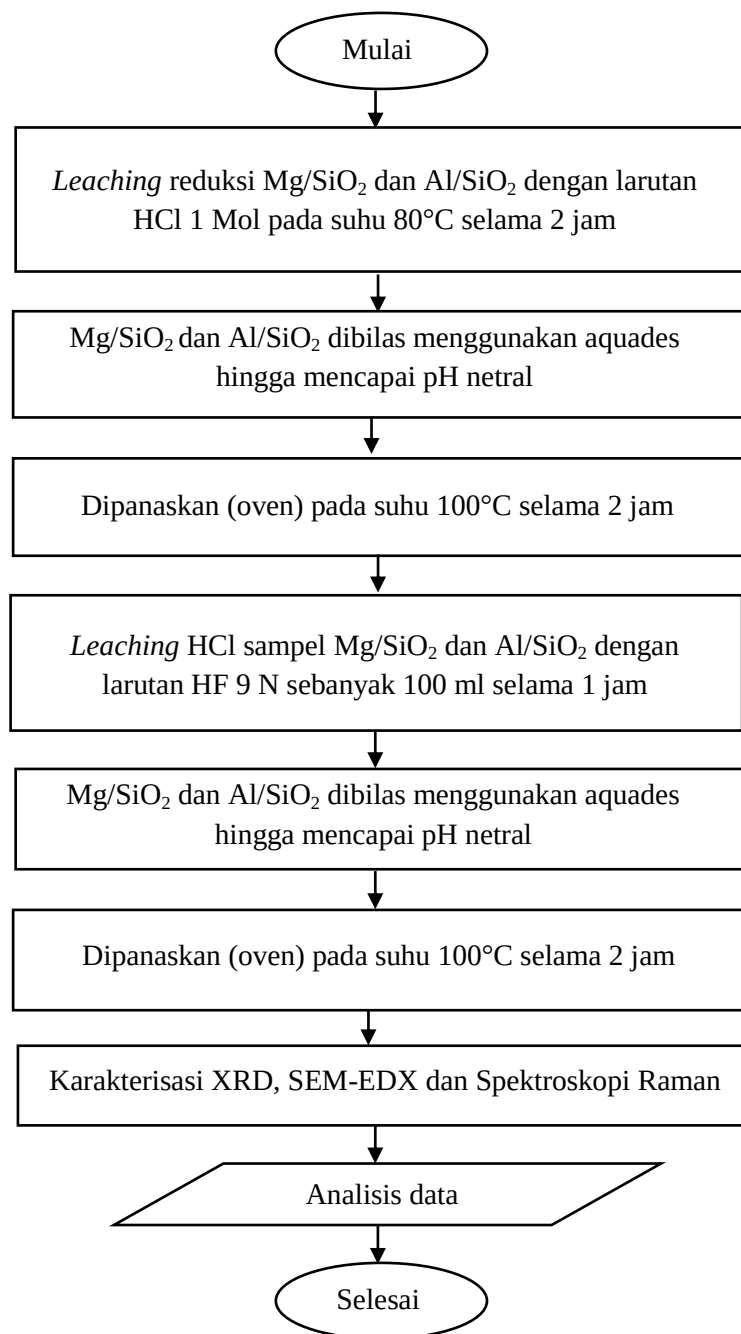
Gambar 16. Diagram alir preparasi pasir silika.

3.6.1 Diagram Alir Reduksi Magnesiotermik dan Aluminotermik



Gambar 17. Diagram alir reduksi magnesiotermik dan aluminotermik.

3.6.2 Diagram Alir *Leaching* dua Langkah



Gambar 18. Diagram alir *leaching* dua langkah HCl dan HF.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan mengenai reduksi silika menggunakan metode magnesiotermik dan aluminotermik untuk pembuatan serbuk silikon, diperoleh beberapa kesimpulan yaitu:

1. Variasi waktu memberikan pengaruh signifikan terhadap hasil reduksi silika menjadi silikon baik menggunakan metode magnesiotermik maupun aluminotermik. Pada metode magnesiotermik, sampel M8 memperoleh silikon dengan fraksi berat lebih tinggi sekitar 92,29 wt.% setelah proses *leaching* dibandingkan sampel M2 sekitar 64,86 wt.%. Sedangkan metode aluminotermik, sampel A2 memperoleh silikon sekitar 5,59 wt.% setelah proses *leaching* sedangkan sampel A8 memperoleh silikon sekitar 15,51 wt.%. Hal ini menunjukkan waktu yang lebih lama dapat meningkatkan kemurnian silikon yang dihasilkan, meskipun masih terdapat beberapa sisa senyawa pengotor seperti SiO_2 , Al_2O_3 , dan Corondum.
2. Perubahan waktu juga mempengaruhi morfologi partikel hasil reduksi. Semakin lama waktu yang digunakan, partikel yang terbentuk cenderung lebih seragam, padat dan berpori. Pada reduksi Mg/SiO_2 sampel M8 menunjukkan morfologi yang lebih halus dan berpori dibanding M2, menunjukkan pertumbuhan kristal yang lebih sempurna. Pada reduksi Al/SiO_2 sampel A8 menunjukkan struktur partikel yang lebih rata dan berpori dibandingkan A2 yang masih tampak menggumpal. Hal ini juga diperkuat dengan hasil SEM-EDX yang menunjukkan distribusi unsur Si lebih merata pada waktu yang lebih lama.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, disarankan pada penelitian selanjutnya perlu melakukan optimasi terhadap parameter waktu dan suhu reduksi, serta mencoba dengan rasio Al yang lebih banyak. Penggunaan suhu yang lebih tinggi, waktu yang lebih lama, dan rasio yang lebih banyak diharapkan dapat meningkatkan efisiensi proses reduksi silika menjadi silikon secara lebih optimal.

DAFTAR PUSTAKA

- Aggrey, P., Abdusatorov, B., Kan, Y., Salimon, I. A., Lipovskikh, S. A., Luchkin, S., Zhigunov, D. M., Salimon, A. I., and Korsunsky, A. M. 2020. In situ formation of nanoporous silicon on a silicon wafer via the magnesiothermic reduction reaction (MRR) of diatomaceous earth. *Nanomaterials*. Vol. 10. No. 4. Hal. 1–16.
- Al-Rubaiey, S. I. J., and Al-Qaisi, B. A. H. 2020. Extraction of Pure Silicon from Tiger River Sediments in Iraq by using Pure Aluminum As Reducing Agent. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. Vol. 736. No. 2. Hal. 1-16.
- Amalia, Y., Sudaryanto, Mardhatila, F. A., Kristiardi, R., dan Kuncoro, Y. J. 2022. Paduan Aluminium Berdasarkan Sifat Mekanik. *Sang Pencerah: Jurnal Ilmiah Universitas Muhammadiyah Buton*. Vol. 8. No.3. Hal. 723-729.
- Amin, M., Kasim, H., dan Faisal, F. 2021. Pengaruh Pemberian Sumber Silikon pada Sifat Kimia dan Pertumbuhan Tanaman Padi pada Tiga Jenis Tanah. *Jurnal Ilmu Pertanian Indonesia*. Vol. 26. No. 4. Hal. 605-607.
- Andriayani, Raja, S. L., Sihotang, H., and Sofyan, N. 2015. Optimization of silicon extraction from Tanjung Tiram Asahan natural sand through magnesiothermic reduction. *International Journal of Technology*. Vol. 6. No. 7. Hal 1174-1183.
- Azzahra, W. H., Beri, D., Aini, S., dan Parbuntari, H. 2024. *Ekstraksi Silikon dari Silika (SiO₂) Menggunakan Metode Reduksi Hidrotermal*. *Periodic*. Vol. 13. No. 3. Hal. 95-97.
- Brouwer, P. 2010. Theory of XRF. In *Almelo: PANalytical BV*.
- Budiarto, B., Antonius, D., dan Putra, B. A. 2020. Analisis Pengaruh Waktu Artificial Age Terhadap Kekerasan, Densitas Dan Struktur Kristal Paduan Aluminium (7075) Untuk Bahan Sirip Roket. *Jurnal Kajian Ilmah*. Vol. 20. No. 1. Hal. 13-28.
- Bumbrah, G. S., and Sharma, R. M. 2016. Raman spectroscopy – Basic principle, instrumentation and selected applications for the characterization of drugs

- of abuse. *Egyptian Journal of Forensic Sciences*. Vol. 6. No. 3. Hal. 209-215.
- Callister, W. D., and Rethwisch, D. G. 2007. *Materials Science and Enineering*. In I. John Wiley and Sons (Ed.) Physics Education. New York.
- Cho, W. C., Kim, H. J., Lee, H. I., Seo, M. W., Ra, H. W., Yoon, S. J., Mun, T. Y., Kim, Y. K., Kim, J. H., Kim, B. H., Kook, J. W., Yoo, C. Y., Lee, J. G., and Choi, J. W. 2016. 5L-Scale Magnesio-Milling Reduction of Nanostructured SiO₂ for High Capacity Silicon Anodes in Lithium-Ion Batteries. *Nano Letters*. Vol. 16. No.11. Hal. 7261-7269.
- Choi, K., and Sohn, I. 2019. Understanding the Magnesiothermic Reduction of Intermediate TiNb₂O₇ to Produce Ti-Nb Alloys. *JOM*. Vol. 71. No. 10. Hal. 3606-3613.
- Cullity. 1978. *Elements of X-Ray Diffraction*. In Addison-Wesley Publishing Company INC (Second Edi). Addison-Wesley Publishing Company. United States of America.
- Cullity, and Stock. 2014. Elements of X-Ray Diffraction. In *FEBS Letters Journal of Scientific Quotations*. Vol. 108. Hal. 2.
- Celepetti, L. B and Zimnoch, J. H. 2016. *Fourier Transform Infrared and Raman Characterization of Silica-Based Material*.
- D'Amour, H., Schiferl, D., Denner, W., Schulz, H., and Holzapfel, W. B. 1978. High-pressure single-crystal structure determinations for ruby up to 90 kbar using an automatic diffractometer. *Journal of Applied Physics*. Vol. 49No. 8. Hal. 4411–4416.
- Dan'ko, A. J., Rom, M. A., Sidelnikova, N. S., Nizhankovskiy, S. V., Budnikov, A. T., Grin, L. A., and Kaltaev, K. S. O. 2008. Transformation of the corundum structure upon high-temperature reduction. *Crystallography Reports*. Vol. 53. No. 7. Hal. 1112–1118.
- Darghouth, A., Aouida, S., and Bessais, B. 2021. High Purity Porous Silicon Powder Synthesis by Magnesiothermic Reduction of Tunisian Silica Sand. *Silicon*. Vol. 13. No. 3. Hal. 667-676.
- Entwistle, J., Rennie, A., and Patwardhan, S. 2018. A review of magnesiothermic reduction of silica to porous silicon for lithium-ion battery applications and beyond. *Journal of Materials Chemistry*. Vol. 6. No. 38. Hal.18344-18356.
- Fatmawati, L. I., Latif, A., and Nanda, S. 2020. Studi Ekstraksi Silikon dari Pasir Silika Indonesia dengan Metode Metalotermik. *Prosiding Temu Profesi Tahunan PERHAPI*. Vol. 29. Hal. 665-676.

- Ferrari, A. C., and Robertson, J. 2000. Interpretation of Raman Spectra of Disordered and Amorphous Carbon. *Physical Review B*. Vol. 61. No. 20. Hal. 632–645.
- Firdaus, M. Y. N., Osman, H., Metselaar, H. S. C., and Rozyanty, A. R. 2016. A simple method for the production of pure crystalline silica from lemon grass. *BioResources*. Vol. 11. No.1. Hal. 1273–1274.
- Faudi, N., dan Amir, A. A. 2020. Analisis Kandungan SiO₂ pada Batuan Green Tuff dengan Metode Gravimetrik. *Jambura Physics Journal*. Vol. 2. No. 2. Hal. 89-95.
- Gaskell, D., and Laughlin, D. 2018. *Introduction to the Thermodynamics of Materials, Sixth Edition*. In Introduction to the Thermodynamics of Materials, Sixth Edition.
- Goldstein, J. I., Newbury, D. E., Michael, J. R., Ritchie, N. W. M., Scott, J. H. J., and Joy, D. C. 2018. *Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Springer Fourth Edition.
- Hakim, L., Dirgantara, M., dan Nawir, M. 2019. Karakterisasi Struktur Material Pasir Bongkahan Galian Golongan C Dengan. *Jurnal Jejaring Matematika dan Sains*. Vol. 1. No.1. Hal. 44-51.
- Haouli, S., Boudebane, S., Slipper, I. J., Lemboub, S., Gębara, P., and Mezrag, S. 2018. Combustion synthesis of silicon by magnesiothermic reduction. *Phosphorus, Sulfur and Silicon and the Related Elements*. Vol. 5. Hal. 280-287
- Hazen, R. M. 1996. Effects of temperature and pressure on the structure of lawsonite. *American Mineralogist*. Vol. 61. No. 7. Hal. 1280–1293.
- Heri, J., dan Syakur, A. 2012. Studi Arus Bocor Permukaan Bahan Isolasi Resin Epoksi Silane Dengan Variasi Pengisi Pasir Silika (Dengan Polutan Pantai). Transmisi: *Jurnal Ilmiah Teknik Elektro*. Vol. 14. No. 1. Hal. 20-37.
- Islam, M. M., Sawahata, J., Akimoto, K., and Sakurai, T. 2022. Formation of silicon layer through aluminothermic reduction of quartz substrates. *Frontiers in Materials*. Vol.9. Hal. 1-12.
- Itaka, K., Ogasawara, T., Boucetta, A., Benioub, R., Sumiya, M., Hashimoto, T., Koinuma, H., and Furuya, Y. 2015. Direct carbothermic silica reduction from purified silica to solar-grade silicon. . In *Journal of Physics: Conference Series*. Vol. 596. No. 1. Hal. 012015.
- Jamaaluddin. 2019. *Konduktor – Isolator dan Semi Konduktor*. UMSIDA Press. Hal. 81.

- Januarty, M., dan Yuniarti, Y. 2015. Pemurnian Pasir Silika dengan Metode Leaching Asam dan bantuan Sonikasi. *Jurnal Teknik Pomits*. Vol. 2 No. 1. Hal. 1-7.
- Kapadnis, P. S., Kim, K., Nam, K., Kim, Y., Park, H. H., and Hwang, H. 2025. Development of Porous Silicon (Si) Anode Through Magnesiothermic Reduction of Mesoporous Silica (SiO₂) Aerogel for All-Solid-State Lithium-Ion Batteries. *Gels*. Vol.11. No. 4. Hal. 1-21.
- Karimi, Z., and Rahbar-Kelishami, A. 2023. Efficient utilization of red mud waste via stepwise leaching to obtain α -hematite and mesoporous γ -alumina. *Scientific Reports*. Vol. 13. No.1. Hal. 1-14.
- Karolina, R., Indra, Balyan, M., dan Husna, I. 2022. *Scanning Electron Microscope (SEM) TM 3000: Teori dan Aplikasinya*. Pena Persada Kereta Utama.
- Khalifa, M., Ouertani, R., Hajji, M., and Ezzaouia, H. 2019. Innovative technology for the production of high-purity sand silica by thermal treatment and acid leaching process. *Hydrometallurgy*. Vol. 185. Hal. 204-109.
- Lai, Y., Thompson, J. R., and Dasog, M. 2018. Metallothermic Reduction of Silica Nanoparticles to Porous Silicon for Drug Delivery Using New and Existing Reductants. *Chemistry - A European Journal*. Vol. 24. No. 31. Hal. 7913-7920.
- Li, Z. 2003. Industrial Application of Electron Microscopy. In *Proceedings of the National Academy of Sciences*. CRD Press.
- Lin, N., Han, Y., Zhou, J., Zhang, K., Xu, T., Zhu, Y., and Qian, Y. 2015. A low temperature molten salt process for aluminothermic reduction of silicon oxides to crystalline Si for Li-ion batteries. *Energy and Environmental Science*. Vol. 8. No. 11. Hal. 1-7.
- Liu, B., Yang, J., Zhang, X., Yang, Q., Zhang, J., and Li, X. 2023. Development and application of magnesium alloy parts for automotive OEMs: A review. *Journal of Magnesium and Alloys*. Vol. 11. No. 1. Hal. 15-42.
- Machatschki, F. 1936. Die Kristallstruktur von Tiefquarz SiO₂ und Aluminiumorthoarsenat AlAsO₄. *Zeitschrift Für Kristallographie - Crystalline Materials*. Vol. 94. No. 1. Hal. 222–230.
- McMillan, P. F. 1984. Structural Studies f Silicate Glasses and Melts Application and Limitation of Raman Spectroscopy. *American Mineralogist*. Vol. 69. No. 7. Hal. 621-644.
- Merli, M., Pavese, A., and Ranzini, M. 2002. Study of the electron density in

- MgO, $(\text{Mg}_{0.963}\text{Fe}_{0.037})\text{O}$ and Cu_2O by the maximum entropy method and multipole refinements: Comparison between methods. *Physics and Chemistry of Minerals*. Vol. 29. No. 7. pp. 455–464.
- Moto, K., Setiarini, L., and Abubakar, Z. 2010. *VESTA: A Three-Dimensional Visualization System for Electronic and Structural Analysis*.
- Moto, K., Setiarini, L., dan Abubakar, Z. 2010. Analisis Komposisi Fasa dengan Metode Rietveld dan Pengaruhnya Terhadap Kekerasan Nanokomposit Ti-Si-N. *Makara of Technology Series*. Vol. 7. No. 1. Hal. 11–12.
- Nandi, S. 2011. Raman Spectroscopy. *Indian Association for the Cultivation of Science*. Vol. 1. Hal. 1–8.
- Nath, D., Singh, F., and Das, R. 2020. X-ray diffraction analysis by Williamson-Hall, Halder-Wagner and size-strain plot methods of CdSe nanoparticles- a comparative study. *Materials Chemistry and Physics*. Vol. 239. Hal. 1–9.
- Nurdiyanto, M. 2022. Application of Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS). *In Earth Science*. Hal. 1–6.
- Nuruddin, A., Yulianto, B., Saputro, A. G., Badruzaman, and Ramelan, A. 2020. Preparation of Polycrystalline Silicon from Rice Husk by Thermal Decomposition and Aluminothermic Reduction. *Molekul*. Vol. 15. No. 1. Hal. 26–30.
- Owen, E. A., and Preston, G. D. 1995. The Atomic Structure of Two Intermetallic Compounds. *Nature (London)*. Vol. 36. No. 1. Hal. 914–914.
- Pandolfi, S., Renero-Lecuna, C., Le Godec, Y., Baptiste, B., Menguy, N., Lazzeri, M., Gervais, C., Spektor, K., Crichton, W. A., and Kurakevych, O. O. 2018. Nature of Hexagonal Silicon Forming via High-Pressure Synthesis: Nanostructured Hexagonal 4H Politype. *Nano Letters*. Vol. 18. No. 9. Hal. 5989–5995.
- Parker, J. H., Feldman, D. W., and Ashkin, M. 1967. Raman scattering by silicon and germanium. *Physical Review*. Vol. 155. No. 3. Hal. 712–714.
- Philipson, H. G. R., Wallin, M., and Einarsrud, K. E. 2024. Aluminothermic Reduction Kinetics of Calcium Silicate Slag for Silicon Alloy Production. *Metals*. Vol. 14. No. 6.
- Piscanec, S., Cantoro, M., Ferrari, A. C., Zapien, J. A., Lifshitz, Y., Lee, S. T., Hofmann, S., and Robertson, J. 2003. Raman spectroscopy of silicon nanowires. *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics*. Vol. 68. No. 24. Hal. 1–4.

- Puspitaningrum, F. D., Handayani, I. P., dan Rosiana, M. M. 2021. Karakterisasi Raman Spektroskopi Padaheterostruktur MoS_2/WS_2 . *E-Proceeding ofEngineering*, Vol. 8. No. 1. Hal. 351–357.
- Putra, A. G., Manaf, A., dan HP, D. 2021. Pengaruh Elemen Paduan dan Senyawa terhadap Karakteristik Paduan Magnesium dan Aplikasinya-Kajian. *Jurnal Teknik: Media Pengembangan Ilmu Dan Aplikasi Teknik*. Vol. 20. No. 02. Hal. 166–179.
- Rasouli, A., Tsoutsouva, M., Safarian, J., and Tranell, G. 2022. Kinetics of Magnesiothermic Reduction of Natural Quartz. *Materials*. Vol. 15. No.1. Hal. 1-14.
- Rifina, I., Haryanti, N. H., dan Manik, T. N. 2018. Purifikasi Kuarsa Kabupaten Tanah Laut Provinsi Kalimantan Selatan. *Jurnal Fisika Flux: Jurnal Ilmiah Fisika FMIPA Sidabutar Lampung Mangkurat*. Vol. 14. No. 2. Hal. 101-109.
- Ritz, M. 2023. Infrared and Raman Spectroscopy of Mullite Ceramics Synthesized from Fly Ash and Kaolin. *Minerals*, Vol. 13. No. 7. Hal. 1–11.
- Rojas, A., Martínez-Morales, E., Zicovich-Wilson, C. M., and Cambor, M. A. 2012. Zeolite synthesis in fluoride media: Structure direction toward ITW by small methylimidazolium cations. *Journal of the American Chemical Society*. Vol.134. No.4. Hal. 2255–2263.
- Schimmel, H. G., Huot, J., Chapon, L. C., Tichelaar, F. D., and Mulder, F. M. 2005. Hydrogen cycling of niobium and vanadium catalyzed nanostructured magnesium. *Journal of the American Chemical Society*. Vol. 127. No.41. Hal. 14348–14354.
- Sidabutar, T. E.2017. Pembuaan dan Karakterisasi Keramik magnesium Alumina Silika dari Abu Vulkanik Gunung Sinabung. *Jurnal Teknik Mesin (JTM)*. Vol. 6. No. 1. Hal. 1-35.
- Side, S., Putri, S. E., Pratiwi, D. E., Rahma, A., and Rahman, A. 2023. The Effect Of Acid Treatment On The Characteristics Of Modernite Zeolite. *Sainsmat : Jurnal Ilmiah Ilmu Pengetahuan Alam*. Vol. 12. No.2. Hal. 119–121.
- Silviana, S. 2020. Silicon preparation derived from geothermal silica by reduction using magnesium. *International Journal of Emerging Trends in Engineering Research*. Vol. 8. No. 8. Hal. 4861–4866.
- Subhaswaraj, P., and Siddhardha, B. 2020. Nanoemulsions for Antimicrobial and Anti-biofilm Applications. *Nanotechnology in the Life Sciences*. Hal. 347–373.

- Sumarno, S. 2015. Pemurnian Pasir Silika dengan Metode Leaching Asam dan Bantuan Sonikasi. *In Seminar Nasional Teknik Kimia*. Hal. 1-6.
- Tan, Y., Jiang, T., and Chen, G. Z. 2021. Mechanisms and Product Options of Magnesiothermic Reduction of Silica to Silicon for Lithium-Ion Battery Applications. *Frontiers in Energy Research*. Vol. 9. Hal. 1–19.
- Tang, Rasouli, A., Safarian, J., Ma, X., and Tranell, G. 2023. Magnesiothermic Reduction of Silica: A Machine Learning Study. *Materials*. Vol. 16. No. 11. Hal. 1–12.
- Tsaousi, G. M., Toli, A., Bempelou, A., Kotsanis, D., Vafeias, M., Balomenos, E., and Panias, D. 2023. Control of Silica Gel Formation in the Acidic Leaching of Calcium Aluminate Slags with Aqueous HCl for Al Extraction. *Sustainability (Switzerland)*. Vol. 15. No. 21. Hal. 1-13.
- Tzvetanova, Y., Petrov, O., Kerestedjian, T., and Tarassov, M. 2020. Quantitative phase analysis of skarn rocks by the rietveld method using x-ray powder diffraction data. *Minerals*. Vol. 10. No. 10. Hal. 1-30.
- Vogt, O., Ballschmiede, C., Ukrainczyk, N., and Koenders, E. 2020. Evaluation of sulfuric acid-induced degradation of potassium silicate activated metakaolin geopolymers by semi-quantitative sem-edx analysis. *Materials*. Vol.13. No. 20. Hal.1–10.
- Wajima, T. 2020. Effects of step-wise acid leaching with HCl on synthesis of zeolitic materials from paper sludge ash. *Minerals*. Vol. 10. No. 5. Hal. 1–9.
- Walfaren, G. S., Hokmabadi, M. S., Holmes, N. S., Nellis, W. J., and Henning, S. 1985. Raman Spectrumm and Structure of Silica Aerogel. *The Journal of Chemical Physics*. Vol.82. No. 5. Hal. 2472-2476.
- Wardhani, G. A. P. K., Nurlela, N., and Azizah, M. 2017. Silica Content and Structure from Corncob Ash with Various Acid Treatment (HCl, HBr, and Citric Acid). *Molekul*. Vol. 12. No.2. Hal. 178.
- Waseda, Y., Shinoda, K., and Matsubara, E. 2011. X-ray Diffraction Crystallography. *In Encyclopedia of Materials: Science and Technology*.
- Wijayanto, and Bayuseno, A. 2014. Analisis Kegagalan Material Pipa Ferrule Nickel Alloy N06025 Pada Waste Heat Boiler Akibat Suhu Tinggi Berdasarkan Pengujian : Mikrofafi Dan Kekerasan. *Jurnal Teknik Mesin Undip*. Vol. 2. No. 1. Hal. 3039.
- Woodward, P. M., and Karen, P. 2003. Mixed Valence in YBaFe₂O₅. *Inorganic Chemistry*. Vol. 42. No. 4. Hal. 1121-1129.
- Wu, H., Hartman, M. R., Udovic, T. J., Rush, J. J., Zhou, W., Bowman, R. C., and

- Vajo, J. J. 2007. Structure of the Novel Ternary Hydrides $\text{Li}_4\text{Tt}_2\text{D}$ (Tt = Si and Ge). *Acta Crystallographica Section B: Structural Science*. Vol. 63. No.1. Hal. 63–68.
- Xing, Z., Lu, J., and Ji, X. 2018. A Brief Review of Metallothermic Reduction Reactions for Materials Preparation. *Small Methods*. Vol. 2. No. 12. Hal. 1–13.
- Xiong, Y., Li, J., Long, Q., Chen, C., Lan, Y., and Wang, L. 2020. Recovery of K_2SO_4 and Separation of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ from Brown Corundum Fly Ash Yuandong. *Metals*. Vol.10. No.12. Hal. 5–12.
- Yan, M., Martell, S. A., Patwardhan, S. V, and Dasog, M. 2024. Key Developments in Magnesiothermic Reduction of Silica: Insights into Reactivity and Future Prospects. *Chemical Science*. Vol. 15. No. 39. Hal. 15954–15967.
- Yan, Z., and Guo, J. 2019. High-performance silicon-carbon anode material via aerosol spray drying and magnesiothermic reduction. *Nano Energy*. Vol. No. 1. Hal. 1-7.
- Yadav, A. K., and Singh, P. 2015. A Rivew of Structure of Oxide Glass by Raman Spectroscopy. *RSC Advances*. Vol. 5. Hal. 1-24.
- Yudanto, S. D., Chandra, S. A., Roberto, R., Ciptasari, N. I., Febriana, E., Hasbi, M. Y., Kristiantoro, T., and Adjiantoro, B. 2025. A Candy-Mold Technique in An Argon-Free Atmosphere Magnesiothermic Process for Producing Silicon. *Silicon*. Vol. 17. No. 2. Hal. 1-9.
- Zhang, T., Du, S. M., Sun, W. C., Zhang, J. M., Niu, L. Bin, Zheng, B., and Hua, X. H. 2017. Novel Method to Prepare Magnesium by Aluminothermic Reduction of Magnesia and Calcium Hydroxide at Normal Atmosphere, 1223 K (950°C). *Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science*. Vol. 48. No. 1. Hal. 88–496.
- Zhao, L., Li, Z., Xi, F., Li, S., Ma, W., Wu, J., and Wei, K. 2023. Purification of Organosilicon Waste Silicon Powder with Hydrometallurgy. *Metals*. Vol. 13. No.5. Hal. 1-13.
- Zhao, M., Yang, S., and Dong, W. 2022. Low Temperature Aluminothermic Reduction of Natural Sepiolite to High-Performance Si Nanofibers for Li-Ion Batteries. *Frontiers in Chemistry*. Vol. 10. Hal. 1–11.
- Zhou, Z. W., Liu, Y. T., Xie, X. M., and Ye, X. Y. 2016. Aluminothermic reduction enabled synthesis of silicon hollow microspheres from commercialized silica nanoparticles for superior lithium storage. *Chemical Communications*. Vol.52. No.54. Hal. 1-4.
- Zuo, X., Yang, Q., He, Y., Cheng, Y. J., Yin, S., Zhu, J., Müller-Buschbaum, P.,

and Xia, Y. 2022. High-Temperature Magnesiothermic Reduction Enables HF-Free Synthesis of Porous Silicon with Enhanced Performance as Lithium-Ion Battery Anode. *Molecules*. Vol. 27. No.21. Hal. 1-5.