

**VARIASI pH DALAM *GREEN SYNTHESIS* SILIKA DARI TERAK
GEOTHERMAL MELALUI METODE SOL-GEL DENGAN
MEMANFAATKAN ASAM SITRAT**

(Skripsi)

**Oleh
YULIANA SARI
NPM 2117041052**



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

ABSTRAK

VARIASI pH DALAM *GREEN SYNTHESIS* SILIKA DARI TERAK GEOTHERMAL MELALUI METODE SOL-GEL DENGAN MEMANFAATKAN ASAM SITRAT

Oleh

YULIANA SARI

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi pH dalam sintesis silika nanopartikel dari limbah terak geothermal menggunakan metode sol-gel dengan asam sitrat sebagai pengatur pH. Variasi pH yang digunakan berkisar antara pH 1 hingga pH 13, dan proses pemanasan dilakukan menggunakan *microwave* untuk meningkatkan efisiensi pembentukan gel. Karakterisasi dilakukan menggunakan XRF, XRD, FTIR, SEM, dan TEM untuk menganalisis kemurnian, struktur kristal, gugus fungsi, morfologi, dan ukuran partikel. Hasil karakterisasi XRF menunjukkan bahwa kemurnian silika tertinggi diperoleh pada pH 2 dengan kandungan SiO₂ sebesar 97,590%. Hasil XRD menunjukkan bahwa silika yang terbentuk memiliki struktur amorf. Analisis FTIR menunjukkan bahwa gugus silanol (Si-OH) lebih dominan pada pH asam, sedangkan gugus siloksan (Si-O-Si) lebih dominan pada pH basa. Ukuran partikel nano-silika berkisar antara 20–100 nm, dengan ukuran rata-rata sekitar 42,01 nm dan morfologi berbentuk bulat. Penelitian ini menunjukkan bahwa pH 2 merupakan kondisi optimal dalam menghasilkan silika berkualitas tinggi dari limbah geothermal.

Kata kunci: silika nanopartikel, terak geothermal, metode sol-gel, variasi pH, asam sitrat, microwave.

ABSTRACT

PH VARIATION IN GREEN SYNTHESIS OF SILICA FROM GEOTHERMAL SLAG USING THE SOL-GEL METHOD WITH CITRIC ACID

By

YULIANA SARI

This research aims to determine the effect of pH variations in the synthesis of silica nanoparticles from geothermal slag waste using the sol-gel method with citric acid as a pH regulator. The pH variations used range from pH 1 to pH 13, and the heating process is carried out using a microwave to enhance gel formation efficiency. Characterization is performed using XRF, XRD, FTIR, SEM, and TEM to analyze purity, crystal structure, functional groups, morphology, and particle size. XRF characterization results show that the highest silica purity is obtained at pH 2 with a SiO₂ content of 97.590%. XRD results indicate that the formed silica has an amorphous structure. FTIR analysis shows that silanol groups (Si–OH) are more dominant at acidic pH, while siloxane groups (Si–O–Si) are more dominant at basic pH. The size of nano-silica particles ranges from 20 to 100 nm, with an average size of about 42.01 nm and a spherical morphology. This research shows that pH 2 is the optimal condition for producing high-quality silica from geothermal waste.

Keywords: silica nanoparticles, geothermal slag, sol-gel method, pH variation, citric acid, microwave

**VARIASI pH DALAM *GREEN SYNTHESIS* SILIKA DARI TERAK
GEOTHERMAL MELALUI METODE SOL-GEL DENGAN
MEMANFAATKAN ASAM SITRAT**

Oleh

YULIANA SARI

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

: Variasi pH dalam *Green Synthesis* Silika dari
Terak Geothermal melalui Metode Sol-Gel dengan
Memanfaatkan Asam Sitrat

Nama Mahasiswa

: Ylliana Sari

Nomor Pokok Mahasiswa

: 2117041052

Program Studi

: Fisika

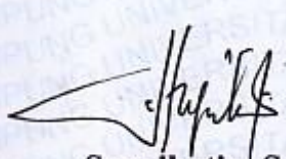
Bidang Keahlian

: Material

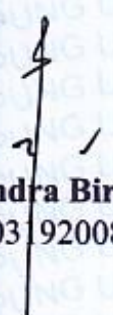
Fakultas

: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



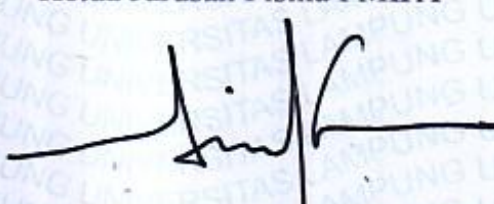

Suprihatin, S.Si., M.Si.

NIP. 197304141997022001


David Candra Birawidha, S.T., M.Si.

NIP. 198403192008011006

2. Ketua Jurusan Fisika FMIPA


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

NIP. 197109092000121001

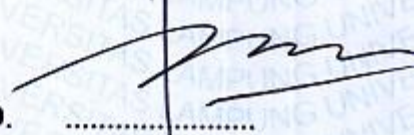
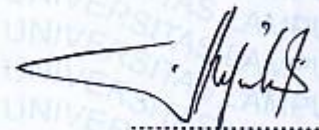
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

Ketua : Suprihatin, S.Si., M.Si.

Sekretaris : David Candra Birawidha, S.T., M.Si.

Penguji
bukan
Pembimbing : Prof. Drs. Posman Manurung, M.Si., Ph.D.



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



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

NIP. 197110012005011002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 4 Agustus 2025

PERNYATAAN

Yang bertanda tangan dibawah ini

Nama : Yuliana Sari
Nomor Pokok Mahasiswa : 2117041052
Jurusan : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi saya dengan judul ” **Variasi pH dalam *Green Synthesis* Silika dari Terak Geothermal melalui Metode Sol-Gel dengan Memanfaatkan Asam Sitrat** ” adalah hasil karya sendiri. Selanjutnya saya tidak keberatan jika sebagian atau keseluruhan data didalam skripsi ini digunakan oleh dosen atau program studi dalam kepentingan publikasi atas persetujuan penulis dan sepanjang nama saya disebutkan sebelum dilakukan publikasi.

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

Bandar Lampung, 4 Agustus 2025



Yuliana Sari
NPM. 2117041052

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Yuliana Sari, dilahirkan pada tanggal 18 Mei 2003 di Mesuji. Penulis merupakan anak bungsu dari empat bersaudara, putri dari pasangan Bapak Sartono dan Ibu Ernahaya.

Pendidikan yang telah ditempuh oleh penulis adalah Sekolah Dasar Negeri 01 Mesuji Timur lulus pada tahun 2015. Selanjutnya, penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Menengah Pertama Negeri 8 Mesuji Timur dan lulus pada Tahun 2019 dan melanjutkan Sekolah Menengah Atas Negeri 1 Mesuji Timur lulus pada tahun 2021. Selanjutnya penulis diterima di Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung pada tahun 2021 melalui jalur SBMPTN.

Selama menempuh pendidikan, penulis aktif menjadi pengurus Himpunan Mahasiswa Fisika (HIMAFI) pada bidang Dana dan usaha (Danus) pada tahun 2021-2022. Penulis telah menyelesaikan kegiatan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Laboratorium Fisika Material dan Instrumentasi Universitas Gadjah Mada dengan judul ***"Green Synthesis of Magnetite Nanoparticles menggunakan Daun Kelor (*Moringa oleifera*)"*** pada tahun 2023. Pada tahun 2024 penulis melaksanakan kegiatan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di desa Cilimus, Kecamatan Teluk Pandan, Kabupaten Pesawaran.

Selanjutnya penulis melakukan penelitian bidang non logam sebagai topik skripsi di Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung dengan judul ” **Variasi pH dalam *Green Synthesis* Silika dari Terak Geothermal melalui Metode Sol-Gel dengan Memanfaatkan Asam Sitrat** ”. Penelitian dilakukan di Laboratorium Non Logam Pusat Riset Teknologi Pertambangan, Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) yang berada di Kecamatan Tanjung Bintang, Kabupaten Lampung Selatan, Provinsi Lampung pada tahun 2024.

MOTTO

"Seandainya lautan menjadi tinta untuk (menulis) kalimat-kalimat Tuhanku, niscaya habislah lautan itu sebelum kalimat-kalimat Tuhanku selesai (ditulis) meskipun Kami datangkan tambahan sebanyak itu (pula)."

(Al Kahfi: 109)

"Allah tidak membebani seseorang melainkan sesuai dengan kesanggupannya."

(Al Baqarah: 286)

"Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman di antara kamu dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat."

(Al-Mujadila: 11)

"Mindset is Do'a
Perjuangan adalah seni"

(Bib Ali Zainal Abidin)

"Hidup adalah sebuah pilihan, diantara yang mau menghabiskan waktunya untuk hal kebajikan atau dalam nikmat keburukan"

(Juliana Sari)

PERSEMBAHAN

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

Kedua Orangtuaku

Bapak Jercinta Sartono, dan Ibu Jercinta Frnahaya

“Terimakasih atas segala dukungan, semangat dan do’a yang menyertaiku dalam menyelesaikan penulisan skripsi ini”

Kakak-kakak Jercinta

Juleha, Joni Vrawan dan Ida Holistiani

”Terima kasih telah menjadi semangat adikmu, untuk tetap berjuang dan semangat sampai di titik ini”.

.

Keluarga besar dan Sahabat-Sahabat Terdekat

Terima kasih atas segala bentuk dukungan yang diberikan.

“FISIKA FMIPA UNILA 2021”

Almamater Jercinta

“UNIVERSITAS LAMPUNG”

SANWACANA

Segala puji bagi Allah SWT atas segala limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Variasi pH dalam *Green Synthesis* Silika dari Terak Geothermal melalui Metode Sol-Gel dengan Memanfaatkan Asam Sitrat”** untuk memperoleh gelar Sarjana Fisika di Universitas Lampung. Selama proses penulisan skripsi ini terdapat banyak kekurangan, kebingungan dan drama, namun karena dibantu dan didukung oleh banyak pihak sehingga penulis bisa menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Oleh karena itu, penulis pada kesempatan ini mengucapkan terima kasih kepada:

1. Ibu Suprihatin, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Utama yang senantiasa membimbing dan memberikan saran dalam proses penulisan skripsi ini.
2. Bapak David Candra Birawidha, S.T., M.Si. selaku Pembimbing Kedua yang senantiasa memberikan kritik dan saran dalam proses penulisan skripsi ini.
3. Bapak Prof. Drs. Posman Manurung, M.Si., Ph.D. selaku Dosen Penguji yang senantiasa memberikan kritik dan arahan dalam skripsi ini.
4. Ibu Dr. Sri Wahyu Suciati, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Akademik penulis.
5. Bapak Arif Surtono, S.Si., M.Si., M.Eng. selaku Ketua Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.
6. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.
7. Seluruh Dosen Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam yang tulus dan sabar membimbing, mengajar, dan berbagi ilmu selama perkuliahan.

8. Seluruh staf Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, yang telah memberikan pelayanan, bantuan administratif, dan dukungan teknis selama masa perkuliahan hingga penyusunan skripsi ini.
9. Pimpinan BRIN Tanjung Bintang, Lampung Selatan yang telah memberikan kesempatan untuk dalam melaksanakan penelitian ini.
10. Seluruh staf BRIN Tanjung Bintang, Lampung Selatan yang telah membantu penulis selama melaksanakan penelitian ini.
11. Kedua orang tua, Bapak Sartono dan Ibu Ernahaya serta seluruh anggota keluarga kakak-kakak tercinta Juleha, Toni Irawan, dan Ida Holistiani serta adik-adikku Amellya, Alvin dan Wilona yang telah memberikan support dan juga do'a nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
12. Sahabat-sahabat tercinta Meiza, Mifta, dan Mita yang selalu memberikan semangat dan dukungan sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.

Semoga Allah SWT meridhoi dan memberikan balasan terbaik untuk semua pihak yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

Bandar Lampung, 4 Agustus 2025

Yuliana Sari

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR GAMBAR	v
DAFTAR TABEL	vii
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian	6
II. TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 <i>Geothermal Slag</i>	7
2.2 Silika atau <i>Silicon dioxide</i> (SiO ₂)	8
2.3 Nanopartikel Silika	10
2.4 Metode Sol Gel	11
2.5 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF).....	13
2.6 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	15
2.7 <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FTIR).....	19
2.8 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	21
2.9 <i>Transmission Electron Microscopy</i> (TEM).....	23
III. METODE PENELITIAN	27
3.1 Waktu dan Tempat.....	27
3.2 Alat dan Bahan.....	27
3.2.1 Alat-alat Penelitian.....	27

3.2.2 Bahan-bahan Penelitian	28
3.3 Prosedur Penelitian	28
3.3.1 Preparasi Bahan	28
3.3.2 Ekstraksi Silika	29
3.3.3 Karakterisasi Silika	29
3.3.3.1 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	31
3.3.3.2 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	31
3.3.3.3 <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FTIR)	31
3.3.3.4 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	32
3.3.3.5 <i>Transmission Electron Microscopy</i> (TEM)	32
3.4 Diagram Alir Penelitian	31
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	32
4.1 Hasil sintesis <i>Silicon dioxide</i> (SiO ₂)	34
4.2 Hasil Karakterisasi <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	35
4.3 Hasil karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	36
4.4 Hasil karakterisasi <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FTIR)	40
4.5 Hasil karakterisasi <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	42
4.6 Hasil karakterisasi <i>Transmission Electron Microscopy</i> (TEM)	49
V. KESIMPULAN DAN SARAN.....	51
5.1 Kesimpulan	51
5.2 Saran	52

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur silika tetrahedral (Pakpahan, 2016).....	9
2. Gambaran umum proses metode sol-gel (M. Niederberger and N. Pinna.2009)..	12
3. <i>X-Ray Flourescence</i> (Fansuri,H, 2010).....	15
4. Difraksi sinar-X model Bragg pada bidang atomik (Callister, 2007).	17
5. Prinsip kerja FTIR (Thain, 2024).....	20
6. Alat SEM dan diagram skema komponen inti mikroskop SEM.....	23
7. Skema komponen inti mikroskop TEM (Reimer, 1997).....	25
8. Diagram Alir Penelitian.	31
9. Hasil sintesis SiO ₂	32
10. Karakterisasi XRD Silika dari terak geothermal Variasi pH 1- pH 13.	36
11. Difratoqram silika sampel pH 2.....	37
12. Hasil karakterisasi FTIR silika dari terak geothermal pH1-pH 13.	38
13. Morfologi permukaan serbuk silika dan distribusi ukuran partikel serbuk silika (SiO ₂) hasil ekstraksi pada pH 1	41
14. Morfologi permukaan serbuk silika dan distribusi ukuran partikel serbuk silika (SiO ₂) hasil ekstraksi pada pH 2.	41
15. Morfologi permukaan serbuk silika dan distribusi ukuran partikel serbuk silika (SiO ₂) hasil ekstraksi pada pH 3.	42
16. Morfologi permukaan serbuk silika dan distribusi ukuran partikel serbuk silika (SiO ₂) hasil ekstraksi pada pH 4.	42
17. Morfologi permukaan serbuk silika dan distribusi ukuran partikel serbuk silika (SiO ₂) hasil ekstraksi pada pH 5.	43

18. Morfologi permukaan serbuk silika dan distribusi ukuran partikel serbuk silika (SiO ₂) hasil ekstraksi pada pH 6.	43
19. Morfologi permukaan serbuk silika dan distribusi ukuran partikel serbuk silika (SiO ₂) hasil ekstraksi pada pH 7.	44
20. Morfologi permukaan serbuk silika dan distribusi ukuran partikel serbuk silika (SiO ₂) hasil ekstraksi pada pH 8.	44
21. Morfologi permukaan serbuk silika dan distribusi ukuran partikel serbuk silika (SiO ₂) hasil ekstraksi pada pH 9.	45
22. Morfologi permukaan serbuk silika dan distribusi ukuran partikel serbuk silika (SiO ₂) hasil ekstraksi pada pH 10.	45
23. Morfologi permukaan serbuk silika dan distribusi ukuran partikel serbuk silika (SiO ₂) hasil ekstraksi pada pH 11.	46
24. Morfologi permukaan serbuk silika dan distribusi ukuran partikel serbuk silika (SiO ₂) hasil ekstraksi pada pH 12.	46
25. Morfologi permukaan serbuk silika dan distribusi ukuran partikel serbuk silika (SiO ₂) hasil ekstraksi pada pH 13.	47
26. Morfologi permukaan serbuk silika dari pengamatan TEM dan distribusi ukuran partikel serbuk silika (SiO ₂).....	49

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Komposisi kimia terak geothermal sebelum dan sesudah sintesis.....	35

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Silika atau *silikon dioksida* (SiO_2) adalah senyawa kimia yang umum ditemukan dalam berbagai bentuk, termasuk pasir, kuarsa, dan silika gel. Ia memiliki struktur tetrahedral yang terdiri dari satu atom silikon yang dikelilingi oleh empat atom oksigen. Silika dapat ditemukan secara alami sebagai mineral atau dihasilkan melalui proses sintesis. Pemanfaatan silika gel yang paling umum adalah sebagai penyerap (penjerap) uap air dalam penyimpanan berbagai bahan higroskopis, seperti obat-obatan, bahan elektronik, dan produk makanan kering. Untuk keperluan ini, silika gel biasanya dipanaskan terlebih dahulu guna menghilangkan kandungan air dalam pori-porinya, sehingga kapasitas penyerapan terhadap uap air menjadi optimal (Sulastri, 2009).

Tidak hanya dalam industri dan laboratorium, pengembangan silika juga membuka peluang besar dalam aplikasi medis dan bioteknologi seperti sensor biologis, media penghantar obat, pelindung seluler, penanda kontras dalam teknik pencitraan seperti MRI dan ultrasonografi, serta sebagai perangkat terapi dalam mekanisme pelepasan obat atau enzim secara terkontrol (Rahman & Padavettan, 2012). Silika biasanya diperoleh melalui proses penambangan yang dimulai dari menambang pasir kuarsa sebagai bahan baku. Pasir kuarsa tersebut kemudian dipisahkan dan dilakukan proses untuk membuang pengotor, pasir inilah yang kemudian dikenal dengan pasir silika, namun silika juga dapat diperoleh dari berbagai sumber di sekitar kita seperti dari abu sekam padi, tongkol jagung, sawit, limbah dan lain sebagainya (Wulandari *et al.*, 2022).

Limbah padat (*sludge*) berasal dari endapan pada proses pengolahan limbah cair (*geothermal brine*) dan kerak silika dari pipa-pipa instalasi pembangkit listrik tenaga panas bumi (PLTPB). Jumlah limbah geothermal yang dihasilkan sebuah PLTPB cukup besar. Sebagai ilustrasi pada pembangkit listrik berdaya 620 MW, limbah padat yang dihasilkan mencapai 11.000 ton perjam. Salah satu PLTPB yang ada di Indonesia adalah Pada PLTPB Geo Dipa di Dieng Jawa Tengah. Dalam operasinya, PLTPB Geo Dipa menghasilkan limbah geothermal sebesar 165 Ton per bulan (Sukanto. 2019).

Limbah lumpur geothermal selama ini hanya dibuang ke tempat penampungan limbah. Limbah padat ini mengandung silika dalam jumlah tinggi. Silika limbah panas bumi mengandung sekitar 90 sampai 98% silika amorf dan beberapa jejak senyawa logam, sehingga limbah panas bumi sangat potensial untuk dimanfaatkan dalam pembuatan nanopartikel silika (Jenie *et al.*, 2018).

Hasil penelitian terdahulu menyebutkan bahwa penambahan bahan SiO_2 (*quartz*) limbah geothermal berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai penguat bahan komposit matrik aluminium sehingga meningkatkan kekerasan komposit aluminium yang diperkuat serbuk silika (Hamouda *et al.*, 2007). Penelitian yang dilakukan oleh Bhatt dkk (2012) menyebutkan bahwa penambahan sebanyak 5 % berat SiO_2 ke dalam Al-Mg, meningkatkan kekerasan bahan komposit. Hasil penelitian ini juga sama dengan Zuhailawati dkk (2007) yang menyebutkan bahwa penambahan silika (SiO_2) hingga 30 % meningkatkan kekerasan dan *modulus of rupture* komposit matrik aluminium.

Secara umum metode sintesis nanopartikel terbagi menjadi 2 macam, yaitu metode fisika dan metode kimia sintesis nanopartikel perlu memperhatikan juga jenis nanopartikel apa yang akan dibuat serta bahan bakunya, sehingga kita dapat memilih metode yang tepat dalam pembuatannya. Dalam metode fisika menggunakan tekanan mekanik, energi panas, radiasi, atau energi listrik untuk menghasilkan nanopartikel. Contoh teknik termasuk *ball milling* dan *laser ablation*. Kelebihan metode fisika adalah ramah lingkungan karena tidak memerlukan pelarut organik, tetapi metode ini

dapat menghasilkan bentuk partikel yang tidak seragam dan memerlukan waktu lama. Dalam metode kimia melibatkan reaksi kimia seperti reduksi prekursor logam, nukleasi, dan pertumbuhan partikel. Contoh teknik termasuk sol-gel, *polyol process*, dan pengendapan kimia. Metode ini lebih terkontrol untuk mendapatkan ukuran dan bentuk partikel yang spesifik tetapi sering memerlukan bahan kimia tambahan yang dapat berbahaya bagi lingkungan.

Untuk memperoleh silika dengan tingkat kemurnian yang tinggi, metode sol-gel merupakan salah satu pendekatan yang umum digunakan. Metode ini memiliki keunggulan berupa prosedur yang relatif sederhana dan dapat dilakukan pada suhu rendah, sehingga reaksi berlangsung secara homogen dalam larutan. Kondisi tersebut dapat meminimalkan resiko kontaminasi, khususnya jika dibandingkan dengan metode mekanik seperti *ball milling*. Selain itu, metode sol-gel tidak memerlukan penggunaan bahan kimia berbahaya atau pelarut organik dalam jumlah berlebih, sehingga lebih ramah lingkungan dibandingkan dengan metode kimia lainnya, seperti *polyol process* yang melibatkan pelarut *toxic* (Trisnayanti, 2020).

Metode Sol-Gel telah menjadi topik penelitian yang luas dalam sintesis silika karena berbagai kelebihannya. Selain itu, variasi parameter dalam proses ini memungkinkan pengendalian ukuran partikel dan distribusi pori (Ikhmal, 2024). Proses sintesis pada penelitian ini akan sangat dipengaruhi oleh nilai pH, konsentrasi silika, waktu aging, dan konsentrasi pada kondisi asam. Pembentukan silika gel terbagi menjadi dua tahap reaksi, yaitu hidrolisis dan kondensasi (Sujoto *et al.*, 2023).

Pembuatan silika gel dilakukan melalui pengendapan silika menggunakan bantuan asam. Penggunaan asam dapat berpengaruh dalam sintesis silika yang dihasilkan. Secara umum terdapat dua jenis asam yang digunakan dalam sintesis sol-gel, yaitu asam kuat dan asam lemah. Contoh asam kuat adalah H_2SO_4 dan HCl , sedangkan asam lemah meliputi asam sitrat. Penggunaan konsentrasi asam yang lebih tinggi umumnya mempercepat proses pembentukan gel. Namun, ada perbedaan penting dalam

pengaruhnya terhadap proses gelasi dan hasil akhirnya. Asam kuat, seperti H_2SO_4 , mempercepat pembentukan gel lebih cepat dibandingkan dengan asam lemah pada konsentrasi yang sama. Gel yang dihasilkan dari asam kuat cenderung memiliki struktur yang lebih padat dan kadar air yang lebih rendah. Akan tetapi, jika konsentrasi asam kuat terlalu tinggi, seluruh gugus silikat dalam larutan bisa terprotonasi, yang justru memperlambat pembentukan gel.

Penggunaan HCl sebagai asam kuat dapat menyebabkan fluktuasi pH yang signifikan, yang dapat menghambat proses gelasi. Sebaliknya, asam lemah seperti asam sitrat memiliki keunggulan dalam menjaga kestabilan pH larutan. Meskipun laju pembentukan gel sedikit lebih lambat dibandingkan asam kuat, asam sitrat memastikan spesies reaktif dalam larutan tetap aktif lebih lama untuk membentuk gel. Dengan pH yang lebih stabil, asam sitrat meminimalkan gangguan pada proses reaksi sehingga gel yang terbentuk memiliki sifat yang lebih konsisten. Hal ini membuat asam lemah menjadi pilihan yang lebih baik jika tujuan utamanya adalah menghasilkan gel dengan kontrol yang lebih baik terhadap proses pembentukan dan sifat akhirnya (Nuryono *and* Narsito, 2010).

Kelebihan lain dari asam lemah seperti asam sitrat atau asam oksalat memiliki sifat yang kurang korosif. Cenderung lebih aman untuk digunakan dan menghasilkan limbah yang lebih mudah dikelola. Penggunaan asam lemah dalam berbagai aplikasi industri, seperti pengawetan makanan atau sebagai agen antimikroba, menunjukkan dampak yang lebih minimal terhadap lingkungan (Amenaghawon *et al.*, 2024).

Penelitian ini dilakukan variasi pH untuk menghasilkan nanosilika dengan kemurnian tinggi dari terak geothermal melalui metode sol-gel dengan memanfaatkan asam sitrat (asam lemah). Karakterisasi pada penelitian ini menggunakan karakterisasi *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffraction* (XRD), *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), *Scanning Electron Microscope* (SEM), dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM).

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh variasi pH terhadap kemurnian nanosilika berdasarkan hasil analisis XRF?
2. Bagaimana pengaruh variasi pH terhadap struktur kristal nanosilika berdasarkan hasil analisis XRD?
3. Bagaimana pengaruh variasi pH terhadap gugus fungsi nanosilika berdasarkan hasil analisis FTIR?
4. Bagaimana pengaruh variasi pH terhadap morfologi dan ukuran partikel nanosilika berdasarkan hasil analisis SEM dan TEM?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh variasi pH terhadap kemurnian nanosilika berdasarkan hasil analisis XRF?
2. Mengetahui pengaruh variasi pH terhadap struktur kristal nanosilika berdasarkan hasil analisis XRD?
3. Mengetahui pengaruh variasi pH terhadap gugus fungsi nanosilika berdasarkan hasil analisis FTIR?
4. Mengetahui pengaruh variasi pH terhadap morfologi dan ukuran partikel nanosilika berdasarkan hasil analisis SEM dan TEM?

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Sumber silika yang digunakan yaitu terak geothermal yang berasal dari PLTPB Geo Dipa di Dieng Jawa Tengah.
2. Proses gelation menggunakan bantuan asam sitrat 5 M.

3. Pencucian silika menggunakan larutan aquades dan methanol 10%
4. Sintesis nanosilika dari limbah panas bumi dilakukan menggunakan metode sol-gel.
5. Variasi pH yang digunakan berada pada rentang pH 1 sampai pH 13, guna melihat bagaimana pengaruh terhadap hasil sintesis nanosilika.
6. Karakterisasi nanosilika dilakukan menggunakan XRF, XRD, FTIR, SEM dan TEM.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat pada penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh variasi pH terhadap kemurnian, struktur, gugus fungsi, morfologi dan ukuran partikel nanosilika, untuk menghasilkan bahan silika berkualitas tinggi yang dapat dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi industri, sehingga mendukung inovasi bahan baku berbasis limbah yang ramah lingkungan.
2. Menjadi acuan pengembangan ilmu fisika material, khususnya dalam pemanfaatan limbah panas bumi sebagai sumber silika. Keberhasilan sintesis nanosilika dengan metode sol-gel berbasis asam sitrat mendukung riset aplikatif yang ramah lingkungan dan bernilai ekonomi. Selain itu, hasilnya dapat dijadikan bahan ajar atau studi kasus pada mata kuliah terkait sintesis material dan kimia lingkungan.
3. Penelitian ini dapat menjadi dasar bagi studi lanjutan, terutama dalam pengembangan aplikasi nanosilika dari limbah geothermal, seperti untuk katalis, adsorben, atau bahan membran. Penelitian selanjutnya juga dapat mengeksplorasi variasi parameter sintesis, seperti suhu kalsinasi, waktu reaksi, atau jenis pelarut, guna meningkatkan efisiensi dan kemurnian produk.
4. Sebagai tambahan referensi di jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Lampung.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 *Geothermal Slag*

Energi panas bumi (geothermal) merupakan salah satu bentuk energi ramah lingkungan yang dapat dimanfaatkan untuk membantu pertumbuhan nasional. Sistem energi panas bumi (geothermal) dapat dianggap sebagai ketel raksasa yang digunakan untuk memanaskan air. Temperatur *reservoir* dan fase (jumlah zat homogen) dari fluida dalam *reservoir* digunakan untuk mengklasifikasikan sistem panas bumi. Ada tiga kategori yang berbeda dari sistem panas bumi berdasarkan suhu operasi yakni: Sistem panas bumi dengan suhu di atas 225°C, antara 125 dan 225°C, dan di bawah 125°C. Sementara itu, jika mengkategorikan sistem berdasarkan fase fluida, akan ada sistem yang didominasi uap, sistem yang didominasi air, dan sistem hibrida dengan elemen keduanya. Seluruh spektrum sistem panas bumi dapat ditemukan di Indonesia. *Silica sludge* dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku untuk pembuatan produk seperti silika gel, yang tidak hanya mengurangi limbah tetapi juga meningkatkan pendapatan dan mendukung ekonomi sirkular di bidang pembangkit listrik panas bumi (Widiyandari *et al.*, 2021).

Secara luas diyakini bahwa ada banyak kelebihan atau manfaat menggunakan energi panas bumi sebagai sumber energi terbarukan (*renewable energy source*). Kelebihan dan manfaat yang diperoleh jika menggunakan energi panas bumi yaitu sebagai berikut.

- a. Energi panas bumi merupakan salah satu bentuk produksi energi yang paling ramah lingkungan, lebih bersih dari bahan bakar fosil, yang dimana energi fosil dapat mengakibatkan polusi dan emisi gas rumah kaca.

- b. Energi panas bumi merupakan sumber terbarukan yang dianggap relatif tidak terbatas.
- c. Energi panas bumi aman bagi lingkungan PLTPB rendah emisi (baik polusi udara, polusi suara, dan tidak menghasilkan emisi karbon serta tidak menghasilkan gas, cairan, atau bahan beracun lainnya).
- d. Berbeda dengan tenaga surya dan angin, energi panas bumi relatif stabil sepanjang tahun. Selain itu, karena listrik panas bumi dapat digunakan secara terus-menerus, tidak diperlukan perangkat penyimpanan energi untuk diterapkan.
- e. Tidak seperti energi matahari, yang membutuhkan bentangan luas dan sejumlah besar air untuk pendinginan, produksi energi panas bumi hanya membutuhkan sedikit tanah dan air. Area seluas 3,5 kilometer persegi cukup untuk satu gigawatt pembangkit listrik di pembangkit panas bumi dan hanya dibutuhkan 20 liter air tawar per megawatt-jam.

Selain kelebihan dan manfaat, energi panas bumi juga memiliki kelemahan. Beberapa kelemahan energi panas bumi yaitu sebagai berikut.

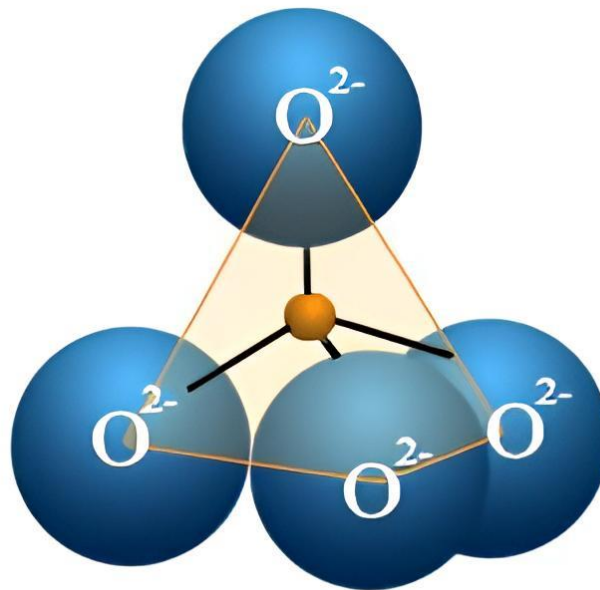
- a. Biaya operasional yang sangat tinggi, karena pengembangan pembangkit listrik
- b. PLTPB membutuhkan investasi besar, terutama dalam eksplorasi dan produksi;
- c. PLTPB hanya dapat dibangun di daerah dekat lempeng tektonik bila suhu tinggi dari sumber energi matahari dekat dengan permukaan;
- d. PLTB dikhawatirkan akan mempengaruhi stabilitas tanah setempat (Brisman dan South, 2019).

2.2 Silika atau *Silicon dioxide* (SiO₂)

Silika adalah senyawa kimia dengan rumus molekul SiO₂ (*Silicon dioxide*), silika merupakan mineral yang umum ditemukan di bumi dan diperoleh dari proses penambangan. Beberapa penelitian sudah banyak menemukan cara untuk memperoleh silika dari beberapa bahan di sekitar, seperti dari abu sekam padi, tongkol jagung, sawit dan lain sebagainya (Wulandari *et al.*, 2022).

Silika adalah senyawa kimia yang terdiri dari silikon dan oksigen. Pada penelitian yang sebelumnya menjelaskan bahwa silika diperoleh dari lumpur silika yang dihasilkan oleh PT. Geo Dipa Energi Dieng, yang merupakan limbah dari proses pembangkit listrik panas bumi. Bahan yang dihasilkan dari limbah silika (*silica sludge*) yang dihasilkan dari aktivitas pembangkit listrik panas bumi. Silika ini digunakan sebagai bahan baku untuk sintesis *silica gel* melalui proses yang melibatkan pencucian, kalsinasi, dan metode sol-gel (Sujoto *et al.*, 2023).

Silika terdiri dari unit dasar tetrahedral SiO_4 , di mana satu atom silikon (Si) dikelilingi oleh empat atom oksigen (O) yang membentuk struktur tiga dimensi. Setiap atom oksigen menghubungkan dua atom silikon, menciptakan jaringan ikatan kovalen yang kuat. Struktur silika tetrahedral dapat dilihat pada **Gambar 2.1**.



Gambar 2.1 Struktur silika tetrahedral (Pakpahan, 2016).

Struktur silika tetrahedral memiliki struktur dengan empat atom oksigen terikat pada posisi sudut tetrahedral disekitar atom pusat yaitu atom silika terbentuk melalui ikatan kovalen. Pada silika murni tidak terdapat ion logam dan setiap atom oksigen merupakan atom penghubung antara dua atom silikon. Sintesis silica gel dari limbah

silika dapat dilakukan dengan baik dan memiliki potensi untuk digunakan dalam berbagai aplikasi industri, yang menunjukkan pentingnya penelitian ini dalam konteks pengelolaan limbah dan pengembangan material baru (Sujoto *et al.*, 2023).

Silika juga dapat digunakan sebagai adsorben dalam berbagai aplikasi, termasuk pemisahan dan pengelolaan limbah. Contohnya silika mesopori, material ini sering digunakan dalam bentuk bola silika mesopori yang dapat dimodifikasi secara kimia untuk meningkatkan kapasitas penyerapan ion logam. Modifikasi ini dilakukan dengan mencangkokkan gugus fungsional seperti amina dan tiol, yang meningkatkan afinitas silika terhadap ion logam tertentu, sehingga memungkinkan ekstraksi yang lebih efisien dari larutan berair. Penelitian menunjukkan bahwa silika mesopori bifungsional dapat mengurangi konsentrasi ion logam dari larutan campuran ke tingkat sangat rendah, menjadikannya pilihan yang menjanjikan untuk aplikasi pembersihan air dan pengolahan limbah industri (Holmes *et al.*, 2009).

2.3 Nanopartikel Silika

Nanopartikel merupakan suatu partikel logam ataupun polimer dalam ukuran skala 1-100 nm. Penggunaan nanopartikel merupakan salah satu pendekatan yang tepat pada biosensor (Fazrin *et al.*, 2020). Nanoteknologi saat ini banyak digunakan dalam berbagai bidang, termasuk pada material silika yang sering disintesis dalam bentuk nanopartikel. Salah satu metode paling umum untuk membuat nanopartikel silika adalah metode sol-gel, yang melibatkan bahan kimia (Budiharti *et al.*, 2015) menggunakan *Tetraethylorthosilicate* (TEOS) sebagai prekursor, NH_3 sebagai katalis, dan air sebagai pelarut. Proses pembuatan nanopartikel ini dimulai dengan hidrolisis, di mana TEOS bereaksi dengan air, kemudian dilanjutkan dengan tahap kondensasi untuk membentuk partikel nano. Hasil akhirnya adalah partikel silika dengan ukuran di bawah 100 nm. Setelah disintesis, nanopartikel dikarakterisasi menggunakan XRD untuk melihat struktur kristal dan SEM untuk memeriksa ukuran serta bentuk partikel. Hasil XRD menunjukkan bahwa nanopartikel silika yang dibuat memiliki struktur

amorf dengan puncak di sekitar sudut $2\theta \approx 22^\circ$. Hasil SEM memperlihatkan ukuran partikel silika yang bervariasi, dipengaruhi oleh jumlah TEOS yang digunakan serta lama proses pematangan (*ageing*) (Budiharti *et al.*, 2015)

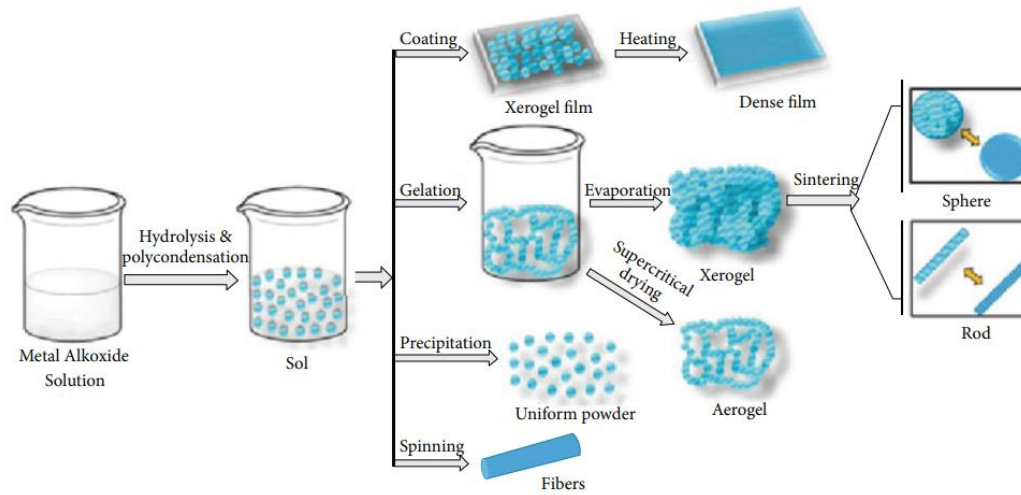
2.4 Metode Sol Gel

Metode sol-gel merupakan salah satu teknik yang banyak digunakan dalam sintesis nanopartikel, terutama nanosilika. Proses ini melibatkan beberapa tahapan penting, dimulai dengan ekstraksi silika dari bahan alami. Ekstraksi dilakukan dengan melarutkan abu sekam padi ke dalam larutan *natrium hidroksida* (NaOH), yang menghasilkan larutan natrium silikat. Pada tahap berikutnya, larutan ini dicampur dengan asam sitrat hingga mencapai pH tertentu untuk membentuk gel. Namun berbagai jenis asam dapat digunakan untuk menurunkan pH larutan natrium silikat sehingga dapat membentuk gel. Pada penelitian (Evan *et al.*, 2022) proses pembentukan gel menggunakan bantuan asam klorida (HCl).

Pengaturan pH dalam proses sol-gel sangat penting, karena mempengaruhi ukuran dan morfologi nanosilika yang dihasilkan. Pada pH netral (pH 7), nanosilika dengan ukuran partikel yang lebih kecil dan struktur yang lebih stabil terbentuk, menjadikannya pH optimal dalam sintesis nanosilika. Selain itu, karakterisasi dengan teknik seperti XRD dan SEM digunakan untuk memastikan bahwa silika yang dihasilkan memiliki struktur amorf dan ukuran partikel dalam rentang nanometer (Evan *et al.*, 2022).

Metode sol gel merupakan metode yang cukup mudah dan sederhana, memiliki banyak keunggulan yaitu proses yang mudah, dapat dilakukan pada suhu rendah, dapat digunakan dalam berbagai aplikasi, menghasilkan kemurnian yang tinggi, kehomogenan yang tinggi dan biaya nya relatif lebih murah (Pramudita *et al.*, 2025). Sintesis silika menggunakan metode sol-gel merupakan suatu pendekatan yang menjanjikan untuk menghasilkan material silika dengan karakteristik yang kita inginkan, dan dapat dioptimalkan untuk berbagai aplikasi di masa depan (Daud *et al.*, 2019).

Proses metode sol-gel dapat dilihat pada **Gambar 2.2**.



Gambar 2.2 Gambaran umum proses metode sol-gel (M. Niederberger and N. Pinna, 2009).

Gambar 2.2 menunjukkan alur proses sintesis material berbasis sol-gel yang umum digunakan untuk menghasilkan berbagai bentuk material, seperti film, serbuk, aerogel, dan serat. Proses dimulai dengan larutan prekursor berupa metal alkoksida, yang kemudian mengalami reaksi hidrolisis dan polikondensasi. Reaksi ini menghasilkan sistem koloid homogen yang disebut sol, yaitu campuran partikel halus tersuspensi dalam pelarut. Dari sol ini, jalur sintesis dapat diarahkan ke berbagai bentuk akhir sesuai kebutuhan. Jika sol digunakan dalam proses *coating* (pelapisan), akan terbentuk xerogel film setelah pengeringan. Ketika film ini dipanaskan lebih lanjut, ia menjadi dense film yang padat dan tipis, biasanya digunakan untuk aplikasi elektronik atau optik.

Metode sol-gel memiliki keunggulan berupa fleksibilitas dalam proses sintesis, karena sejumlah parameter seperti jenis pelarut, kondisi pH, dan teknik pengeringan dapat dimodifikasi secara luas. Penyesuaian ini memungkinkan pengendalian sifat mikrostruktur dan karakteristik fisikokimia material secara lebih presisi, sehingga dapat disesuaikan dengan kebutuhan spesifik berbagai aplikasi, seperti dalam bidang katalisis heterogen, material optik fungsional, dan rekayasa material maju. Salah satu

jalur sintesis yang umum digunakan adalah membiarkan sol mengalami gelasi, yakni proses pembentukan jaringan tiga dimensi yang menghasilkan gel. Gel ini dapat dikeringkan secara perlahan melalui evaporasi untuk membentuk xerogel, atau dikeringkan secara superkritis (*supercritical drying*) guna mempertahankan struktur pori, menghasilkan aerogel yang sangat ringan dan berpori tinggi. Gel yang telah dikeringkan juga dapat diproses lebih lanjut melalui sintering untuk menghasilkan material padat berbentuk bola (*sphere*) atau batang (*rod*), tergantung pada kondisi termal yang diterapkan. Selain itu, sol juga dapat diarahkan melalui proses presipitasi untuk menghasilkan serbuk halus yang seragam (*uniform powder*) setelah melalui tahap filtrasi dan pengeringan. Di sisi lain, teknik spinning memungkinkan pembentukan serat (*fibers*) dengan struktur dan sifat tertentu, sesuai dengan aplikasi yang diinginkan (Esposito, 2019).

2.5 X-Ray Fluorescence (XRF)

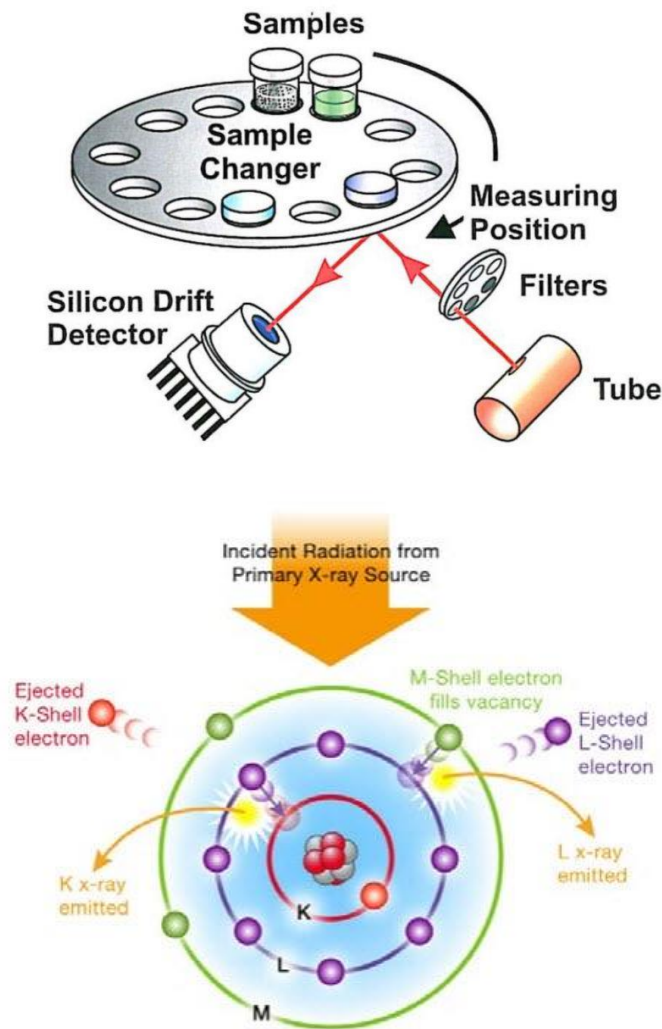
X-Ray Fluorescence (XRF) merupakan salah satu teknik spektroskopi yang digunakan secara luas untuk menganalisis komposisi unsur dalam suatu material secara cepat, non-destruktif, dan relatif mudah. Teknik ini memanfaatkan interaksi antara sinar-X dan atom dalam sampel untuk menghasilkan spektrum karakteristik yang unik bagi setiap unsur penyusun. Prinsip dasar dari metode ini adalah ketika sinar-X ditembakkan ke permukaan sampel, atom-atom dalam material akan mengalami eksitasi yang menyebabkan elektron di kulit dalam terlepas. Kekosongan ini kemudian diisi oleh elektron dari kulit luar, yang mengakibatkan pelepasan energi dalam bentuk sinar-X sekunder dengan panjang gelombang tertentu yang khas untuk masing-masing unsur (Jenkins *et al.*, 1995).

Dengan mengukur energi dan intensitas sinar-X yang dipancarkan, sehingga dapat diidentifikasi jenis unsur yang ada dalam sampel serta menentukan konsentrasi masing-masing unsur tersebut. Keunggulan dari metode XRF adalah kemampuannya untuk melakukan analisis permukaan yang dapat mewakili kandungan unsur dalam bahan

yang homogen. Selain itu, metode ini juga memiliki waktu analisis yang relatif singkat dibandingkan dengan metode spektrometri lainnya, sehingga menjadi pilihan yang efisien untuk analisis komposisi bahan. Pada metode XRF, atom-atom pada permukaan sampel akan ditumbuk oleh sinar-X yang berasal dari sumber sinar-X. Interaksi ini menyebabkan elektron dalam orbital kulit K akan terlempar dan terjadi kekosongan elektron pada kulit tersebut. Kekosongan elektron akan diisi oleh elektron dari orbital di atasnya dan perpindahan elektron diikuti dengan melepaskan sinar-X karakteristik sesuai dengan atom yang mengalami proses tersebut. Berdasarkan kebolehjadian sinar yang dideteksi di atas, maka kebolehjadian jumlah sinar hasil dari eksitasi (indikator analisis pada metode Spektrometer Emisi) lebih besar dibandingkan dengan jumlah sinar-X karakteristik hasil efek foto listrik (indikator analisis metode XRF) (Anggraini *and* Kriswarini, 2007).

Pada penelitian (Anggraini *and* Kriswarini, 2007) teknik X-Ray Fluorescence (XRF) digunakan untuk menentukan kandungan unsur padu yang terdapat pada material zircaloy-2. Dari hasil analisis, terbukti bahwa metode ini mampu mendeteksi dan mengidentifikasi unsur-unsur penting seperti Sn, Cr, Ni, dan Fe dengan tingkat akurasi yang baik. Temuan tersebut menunjukkan bahwa XRF merupakan metode yang sangat efektif dan dapat diandalkan dalam menganalisis komposisi logam paduan, khususnya yang digunakan di bidang nuklir. Selain itu, penelitian tersebut juga menekankan beberapa keunggulan utama XRF, yaitu proses analisis yang lebih cepat dibandingkan metode lain, kebutuhan preparasi sampel yang sederhana, serta hasil pengukuran yang memiliki tingkat presisi cukup tinggi ketika dilakukan di lingkungan laboratorium. Dengan demikian, XRF dipandang sebagai salah satu teknik analisis yang relevan dan efisien untuk karakterisasi material logam paduan.

Ilustrasi prinsip XRF dapat kita lihat pada **Gambar 2.3**.



Gambar 2.3 Prinsip *X-Ray Flourescence* (Fansuri, H., 2010).

2.6 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffractometer (XRD) merupakan metode analisis yang digunakan untuk mengidentifikasi struktur atom dan molekul dalam suatu material kristalin. Teknik ini bekerja dengan memancarkan sinar-X ke berbagai arah pada sampel, menghasilkan

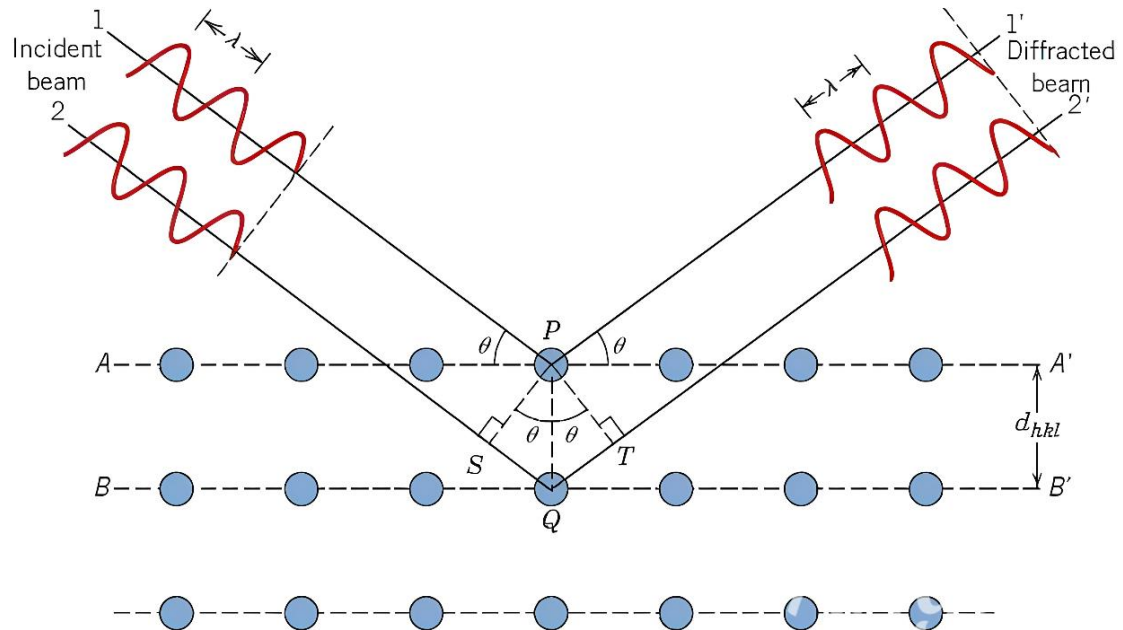
pola difraksi berupa puncak-puncak intensitas. Pola tersebut kemudian dibandingkan dengan data referensi standar untuk menentukan struktur kristalnya.

Sinar-X yang digunakan merupakan bentuk radiasi elektromagnetik yang memiliki energi tinggi dan panjang gelombang pendek ($0,5 - 2,5 \text{ \AA}$) (Callister, 2007). Panjang gelombang sinar-X yang sangat pendek tersebut menjadikan sinar X tidak dapat menggunakan gratting. Kristal tunggal yang memiliki ukuran sangat kecil berfungsi sebagai gratting untuk difraksi sinar-X. Pola difraksi sinar-X yang diperoleh tersebut merefleksikan simetri dari kristal (Puri dan Babbar, 1997).

Difraksi sinar-X terjadi ketika foton sinar-X mengalami hamburan elastis oleh atom-atom dalam kisi periodik suatu material. Hamburan sinar-X yang monokromatik menghasilkan interferensi konstruktif, di mana gelombang yang tersebar memperkuat satu sama lain. Prinsip penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari struktur kisi kristal didasarkan pada hukum Bragg, yang menggambarkan hubungan antara sudut difraksi, panjang gelombang sinar-X, dan jarak antar bidang atom dalam kristal. Hal ini memungkinkan identifikasi struktur internal material kristalin dengan tepat. Dengan menggunakan pola difraksi yang dihasilkan, dapat diperoleh informasi mengenai fase kristal, ukuran kristalit, serta tingkat keteraturan struktur material.

Persamaan Bragg merupakan hubungan matematis yang menjelaskan kondisi terjadinya difraksi sinar-X saat berkas sinar mengenai bidang kristal dalam suatu material. Persamaan ini menjadi dasar dalam teknik (XRD) yang banyak digunakan untuk mengidentifikasi dan menganalisis struktur kristal suatu bahan. Persamaan tersebut menunjukkan bahwa sudut difraksi (θ) tempat munculnya puncak intensitas difraksi dipengaruhi oleh panjang gelombang sinar-X (λ) dan jarak antar bidang atom dalam kisi kristal. Dengan mengetahui nilai λ dan mengukur sudut θ , maka jarak antar bidang kristal dapat dihitung. Informasi ini sangat penting dalam karakterisasi struktur kristal suatu bahan, termasuk dalam analisis struktur silika (SiO_2) hasil sintesis.

Berdasarkan model Bragg, difraksi sinar-X pada kristal dapat diilustrasikan pada **Gambar 2.4**.



Gambar 2.4 Difraksi sinar-X model Bragg pada bidang atomik (Callister, 2007).

Berdasarkan **Gambar 2.4** seberkas sinar yang mengenai dua bidang atom yaitu pada bidang P dan Q yang dipisahkan oleh d_{hkl} . Pada berkas pertama sinar-X pada bidang atom P mempunyai panjang gelombang λ dengan jarak d dan sudut θ sedangkan pada berkas kedua bidang atom Q memiliki beda jarak lintasan kedua berkas adalah $2d\sin\theta$. Berdasarkan hukum Bragg, difraksi akan terjadi apabila terbentuk interferensi konstruktif oleh kedua berkas sinar-X tersebut. Jika lintasan pada berkas pertama dan kedua sama dengan orde difraksi n maka kondisi agar terjadi difraksi adalah:

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta \quad (2.1)$$

Bunyi dari hukum Bragg yaitu ” Difraksi maksimum sinar-X terjadi apabila selisih

lintasan antara gelombang-gelombang yang dipantulkan oleh bidang-bidang atom sejajar dalam kristal sama dengan kelipatan bilangan bulat dari panjang gelombang sinar tersebut”. Berdasarkan hukum Bragg tersebut, apabila seberkas sinar-X dijatuhkan kepada sampel kristal, maka bidang kristal akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang yang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal. Selanjutnya, detektor akan menangkap sinar yang dibiaskan kemudian menerjemahkannya sebagai puncak difraksi. Semakin banyak bidang kristal yang terdapat pada sampel, maka intensitas pembiasan yang dihasilkan akan semakin kuat. Setiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal. Pada struktur kristal yang memiliki simetri kubik, jarak antara dua bidang atom adalah:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (2.2)$$

dengan h , k dan l merupakan indeks Miller ($\text{\AA}$) dan a adalah parameter kisi. Pola difraksi yang terbentuk berdasarkan hukum Bragg dapat digunakan untuk mengidentifikasi fase kristalin dan dapat menentukan sifat-sifat struktur seperti konstanta kisi, orientasi kristal tunggal, orientasi dominan polikristal, cacat, ukuran kristalit dan regangan kisi (*strain*).

Dengan demikian, prinsip kerja difraksi sinar-X berdasarkan hukum Bragg menjadi sangat penting dalam mengidentifikasi susunan internal suatu material. Ketika seberkas sinar-X dijatuhkan ke permukaan sampel kristal, bidang-bidang kristal akan membiaskan sinar-X yang panjang gelombangnya sebanding dengan jarak antar bidang kisi dalam struktur kristal tersebut. Sinar yang dibelokkan akibat interaksi ini kemudian ditangkap oleh detektor dan direkam dalam bentuk pola difraksi berupa puncak-puncak intensitas. Hukum ini merupakan dasar utama untuk menentukan struktur kristal dengan metode difraksi, karena dengan mengetahui λ dan θ , nilai d dapat dihitung, yang selanjutnya digunakan untuk identifikasi fasa kristal (Bragg and Bragg, 1913).

2.7 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

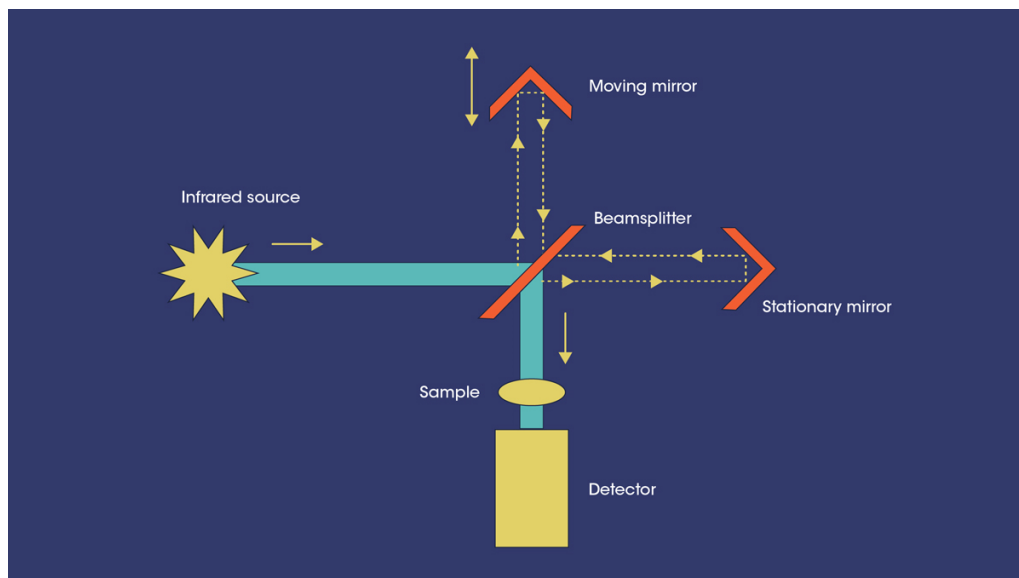
FTIR adalah sebuah teknik spektroskopi yang digunakan untuk menganalisis struktur molekuler suatu sampel dengan memanfaatkan interaksi antara radiasi inframerah dan sampel. Teknik ini didasarkan pada prinsip bahwa molekul dalam sampel akan menyerap energi radiasi inframerah pada frekuensi tertentu, yang menyebabkan terjadinya gerakan vibrasi atau rotasi pada ikatan kimia di dalam molekul tersebut. Pola serapan inframerah yang dihasilkan oleh sampel kemudian direkam dan dianalisis untuk menentukan komposisi kimia dan struktur molekuler dari sampel (Griffiths and de Haseth, 2007). Dalam analisis FTIR, sampel dikenai radiasi inframerah (IR), yang kemudian memengaruhi getaran molekul dalam sampel. Interaksi ini menghasilkan pola penyerapan atau transmisi energi yang unik. Oleh karena itu, FTIR menjadi alat yang efektif untuk mengidentifikasi getaran molekul tertentu yang ada dalam sampel (Nandiyanto *et al.*, 2019)

Dengan menggunakan FTIR, struktur kimia suatu senyawa dapat diketahui dari karakteristik serapan inframerah yang ditampilkannya. Spektroskopi FTIR dapat membedakan spektrum dari dua sampel berbeda berdasarkan karakteristik struktur intramolekulernya. Perbedaan dalam kemampuan senyawa menyerap cahaya bergantung pada sifat fisikokimia, jenis ikatan antar atom, dan karakteristik gugus fungsinya (Siregar *et al.*, 2015). Pola spektrum IR yang kompleks menyebabkan interpretasi secara langsung dan visual menjadi tidak mudah. Teknik kemometrika seperti analisis multivariat dapat digunakan untuk memudahkannya (Gad *et al.*, 2012).

Prinsip kerja FTIR beroperasi dengan mengirimkan radiasi inframerah ke sampel. Radiasi ini diserap oleh molekul dalam sampel, yang menyebabkan vibrasi atom dan menghasilkan spektrum yang unik untuk setiap senyawa. Spektroskopi FTIR merupakan suatu teknik analisis yang cepat, sederhana, dan non-destruktif dengan seluruh sifat kimia (Purwakusumah *et al.*, 2014).

Prinsip kerja FTIR didasarkan pada pemanfaatan radiasi inframerah untuk mengidentifikasi gugus fungsi dalam suatu senyawa. Proses dimulai dari sumber cahaya inframerah yang memancarkan sinar ke arah beamsplitter. Beamsplitter berfungsi membagi berkas cahaya menjadi dua arah: sebagian diarahkan ke cermin tetap (*stationary mirror*), dan sebagian lainnya ke cermin bergerak (*moving mirror*). Cermin tetap akan memantulkan cahaya kembali dengan jarak tetap, sedangkan cermin bergerak memantulkan cahaya sambil mengubah-ubah jarak pantul karena pergerakannya. Perbedaan jarak tempuh ini menyebabkan terjadinya interferensi ketika dua berkas cahaya tersebut bergabung kembali di beamsplitter.

FTIR bekerja berdasarkan prinsip bahwa setiap molekul atau gugus atom dalam suatu senyawa memiliki frekuensi vibrasi alami yang khas. Ketika molekul tersebut disinari dengan gelombang inframerah, energi dari sinar akan diserap jika frekuensinya cocok dengan frekuensi vibrasi ikatan kimia dalam molekul tersebut. Penyerapan ini menyebabkan perubahan momen dipol dan menghasilkan sinyal yang dapat diinterpretasikan sebagai spektrum (Silverstein *and* Webster, 1996). Sistem optik pada Spektrofotometer FTIR ditunjukkan pada **Gambar 2.5**.



Gambar 2.5 Prinsip kerja FTIR (Thain, 2024).

Selanjutnya, berkas hasil interferensi diarahkan ke sampel. Pada tahap ini, cahaya inframerah akan diserap oleh sampel pada panjang gelombang tertentu sesuai dengan jenis gugus fungsi yang terdapat di dalamnya. Sisa cahaya yang tidak diserap akan diteruskan menuju detektor. Detektor kemudian menangkap sinyal cahaya yang telah mengalami proses penyerapan dan interferensi, menghasilkan data dalam bentuk interferogram. Data ini selanjutnya diproses menggunakan transformasi Fourier untuk menghasilkan spektrum inframerah yang menunjukkan puncak-puncak serapan. Setiap puncak serapan mewakili getaran spesifik dari gugus fungsi tertentu, sehingga FTIR dapat digunakan untuk analisis kualitatif struktur senyawa kimia secara cepat dan akurat (Thain, 2024).

2.8 *Scanning Electron Microscope (SEM)*

Scanning Electron Microscope (SEM) merupakan salah satu metode karakterisasi material yang umum digunakan untuk mengamati morfologi permukaan serta ukuran partikel pada skala nanometer. Teknik ini memanfaatkan berkas elektron untuk memperoleh informasi mengenai struktur permukaan mikro dari suatu sampel, yang tidak dapat dijangkau oleh pengamatan menggunakan mikroskop cahaya biasa (Jores K *et al.*, 2004). Dengan kemampuan pembesaran yang tinggi dan visualisasi gambar secara tiga dimensi, SEM memungkinkan analisis permukaan material menjadi lebih akurat dan detail.

Scanning Electron Microscopy (SEM) bekerja dengan prinsip menembakkan berkas elektron berenergi tinggi ke permukaan sampel untuk menghasilkan citra resolusi tinggi. Ketika berkas elektron mengenai permukaan sampel, terjadi interaksi antara elektron primer dengan atom-atom dalam sampel, yang menghasilkan sinyal sekunder berupa elektron sekunder (SE), elektron pantul (backscattered electron/BSE), dan sinyal lainnya seperti sinar-X karakteristik. Sinyal-sinyal tersebut kemudian dideteksi dan diolah menjadi citra dengan detail morfologi permukaan yang sangat jelas. Dengan demikian, SEM tidak hanya mampu menampilkan topografi dan bentuk permukaan

material, tetapi juga dapat memberikan informasi mengenai komposisi unsur melalui deteksi sinar-X yang dihasilkan. Agar citra yang dihasilkan memiliki kontras yang baik dan bebas dari artefak muatan, sampel harus bersifat konduktif. Untuk itu, material non-konduktif perlu dilapisi dengan lapisan logam konduktif, seperti emas (Au), paduan emas-palladium (Au/Pd), atau platinum (Pt), menggunakan teknik sputter coating. Coating logam ini membantu mencegah akumulasi muatan pada permukaan dan meningkatkan emisi elektron sekunder, sehingga citra yang dihasilkan menjadi lebih jelas dan akurat (Heu *et al.*, 2019).

Ketika permukaan sampel dikenai berkas elektron, terjadi interaksi yang menghasilkan sinyal berupa elektron sekunder dan elektron pantul (*backscattered electrons*) yang dipancarkan ke berbagai arah. Di antara arah-arrah tersebut, hanya satu arah yang memberikan intensitas sinyal tertinggi, yang kemudian ditangkap oleh detektor dalam sistem SEM. Informasi ini digunakan untuk memetakan morfologi permukaan dan menghasilkan citra beresolusi tinggi. Pada penelitian (Didik, 2020), digunakan teknik SEM untuk menganalisis morfologi kristal $\text{CuCr}_{0.98}\text{Ni}_{0.02}\text{O}_2$ dan membandingkan ukuran butir kristalnya dengan hasil estimasi menggunakan persamaan Scherrer dari data XRD. Penggunaan SEM memungkinkan visualisasi langsung morfologi permukaan material dengan tingkat perbesaran yang sangat tinggi, sehingga detail struktur dapat diamati dengan jelas. Melalui citra yang dihasilkan dari interaksi elektron sekunder, pengukuran ukuran partikel atau kristalit dapat dilakukan secara langsung. Selain itu, SEM juga memberikan informasi penting terkait tekstur, distribusi partikel, serta kemungkinan adanya aglomerasi pada sampel, sehingga sangat bermanfaat dalam analisis karakteristik material. (Didik, 2020).

Berikut ditampilkan alat dan tata letak khas SEM, yang terdiri atas pistol elektron sebagai sumber elektron dan anoda percepatan, lensa elektromagnetik untuk memfokuskan berkas elektron, ruang vakum tempat sampel ditempatkan, serta detektor yang berfungsi mengumpulkan sinyal yang dipancarkan dari spesimen. SEM mampu menghasilkan citra beresolusi tinggi dengan detail morfologi permukaan yang jelas.

Alat dan tata letak khas SEM ditunjukkan pada **Gambar 2.6**



Gambar 2.6 Alat yang digunakan dalam karakterisasi SEM

2.9 *Transmission Electron Microscopy (TEM)*

Transmission Electron Microscopy (TEM) merupakan salah satu teknik karakterisasi penting dalam studi nanomaterial karena kemampuannya menampilkan morfologi dan struktur internal sampel hingga skala atom. Dalam delapan tahun terakhir, penggunaan TEM telah berkembang pesat dengan hadirnya teknologi in situ TEM, yang memungkinkan pengamatan langsung terhadap perubahan struktur material selama proses reaksi, pertumbuhan, atau transformasi fasa secara real-time (Li *et al.*, 2025). Selain itu, teknik Liquid-Phase TEM (LPTEM) juga telah banyak digunakan untuk mempelajari dinamika pembentukan nanopartikel dan self-assembly dalam larutan, memberikan pemahaman baru terhadap mekanisme kinetika yang sebelumnya sulit diamati (Kang *et al.*, 2021)

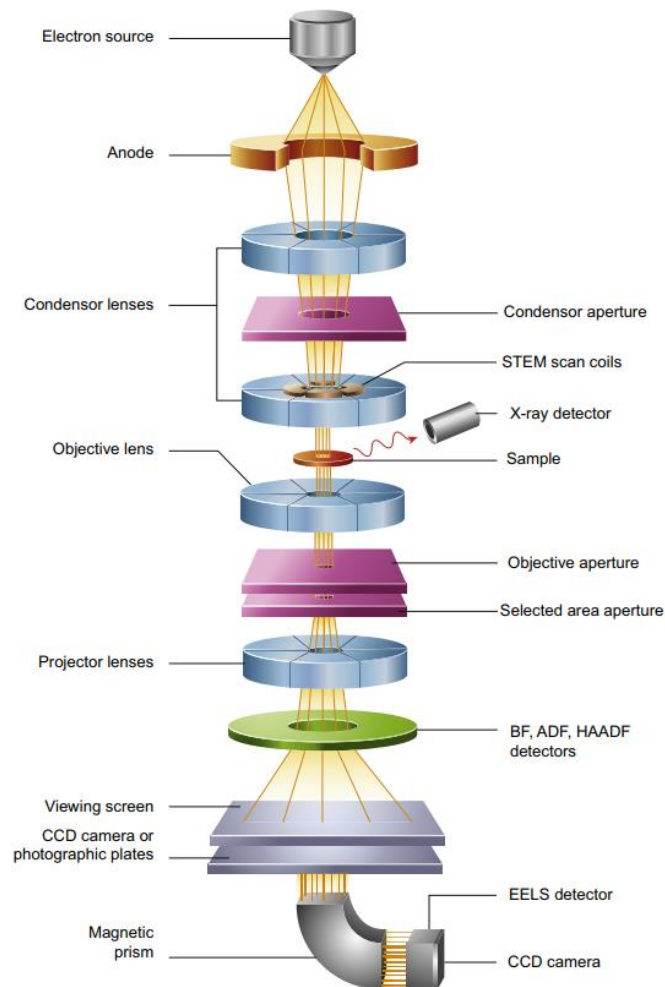
Pada TEM konvensional, spesimen tipis disinari dengan berkas elektron yang memiliki kerapatan arus seragam. Tegangan akselerasi standar pada alat ini biasanya berada di

rentang 100–200 kV. Untuk mencapai resolusi dan transmisi yang lebih baik, mikroskop dengan tegangan menengah beroperasi pada 200–500 kV, sedangkan pada mikroskop elektron tegangan tinggi (HVEM), tegangan akselerasi dapat mencapai 500 kV hingga 3 MV. Elektron dihasilkan oleh emisi termionik, emisi Schottky, atau emisi medan pada pistol elektron, dengan emisi medan digunakan ketika diperlukan kecerahan dan koherensi yang tinggi dari sumber elektron (Reimer, 1997).

Mikroskop Elektron Analitik Kekuatan TEM memiliki keunggulan tidak hanya dalam menghasilkan gambar beresolusi tinggi dengan detail hingga 0,1–0,2 nm, tetapi juga mampu beroperasi dalam mode mikroanalitik menggunakan probe elektron kecil dengan resolusi spasial antara 0,2–100 nm. Salah satu aplikasi utamanya adalah mikroanalisis sinar-X (Reimer, 1997). Elektron berinteraksi kuat dengan atom spesimen melalui hamburan elastis maupun tidak elastis. Karena itu, spesimen harus sangat tipis, biasanya dengan ketebalan 5–100 nm untuk elektron dengan energi 100 keV. Ketebalan ini bergantung pada kerapatan, komposisi unsur, serta resolusi yang diinginkan. Proses persiapan spesimen memerlukan teknik khusus, seperti electropolishing dan etsa sinar ion dalam ilmu material, serta ultramikrotomi jaringan yang bernoda dan tertanam atau cryofixation dalam biosains.

Berikut ditampilkan gambar menunjukkan komponen kunci dari mikroskop Transmission Electron Microscopy (TEM), yang terdiri dari pistol elektron sebagai sumber elektron, lensa elektrostatik yang berfungsi memfokuskan berkas elektron sebelum dan sesudah melewati spesimen, serta sistem deteksi yang menangkap elektron yang ditransmisikan. Kombinasi komponen tersebut memungkinkan TEM menghasilkan citra dengan resolusi sangat tinggi, sehingga detail struktur internal hingga skala atom dapat diamati dengan jelas.

Komponen kunci TEM ditunjukkan pada **Gambar 2.7**



Gambar 2.7 Skema komponen inti mikroskop TEM (Reimer, 1997).

Instrumen dapat dilengkapi dengan monokromator, yang berfungsi menyaring elektron berdasarkan energinya untuk menghasilkan berkas dengan hampir satu energi tunggal. Pengurangan penyebaran energi pada berkas elektron diperlukan untuk meningkatkan akurasi analisis mekanisme kehilangan energi dalam material (Brydson, 2001).

TEM memiliki jumlah lensa elektromagnetik yang lebih banyak dibandingkan SEM, yang disusun berurutan sepanjang jalur berkas elektron. Lensa kondensor, terletak di depan spesimen, bertugas memfokuskan berkas elektron dengan ukuran diameter dan

tingkat konvergensi yang terkendali. Elektron yang telah melewati spesimen kemudian difokuskan oleh lensa objektif untuk membentuk pola difraksi dan gambar awal. Lensa proyektor bertugas memperbesar pola difraksi atau gambar tersebut ke detektor.

Pada mode STEM, lensa tambahan dapat dipasang sebelum spesimen untuk memindai sinar elektron. Dalam sepuluh tahun terakhir, telah dikembangkan instrumen khusus yang dilengkapi lensa tambahan untuk mengoreksi aberasi sferis, baik sebelum maupun sesudah spesimen. Mikroskop dengan fitur koreksi penyimpangan ini mampu meningkatkan resolusi spasial TEM/STEM secara signifikan hingga mencapai $<0,05$ nm, meskipun perangkat ini memiliki biaya yang sangat tinggi (Brydson, 2011).

Dalam TEM, mikroanalisis sinar-X biasanya menggunakan detektor energi-dispersif berbahan Si(Li) atau germanium murni. Beberapa instrumen juga dilengkapi spektrometer dispersif panjang gelombang, mirip dengan yang digunakan dalam mikroanalisis sinar-X tradisional. Detektor Si (Li) energi-dispersif, dengan resolusi $\Delta E_x \approx 150 \text{ eV}$ untuk sinar-X dengan energi kuantum $E = h \cdot \nu$ memiliki keterbatasan dalam memisahkan garis karakteristik yang berdekatan dan sensitivitas analitik yang lebih rendah dibandingkan dengan spektrometer dispersif panjang gelombang. Namun, kelemahan ini terkompensasi oleh kemampuannya merekam semua garis sinar-X dengan energi E_x lebih dari $0,2 \text{ keV}$ secara bersamaan, bahkan pada arus probe yang rendah seperti yang digunakan dalam TEM.

TEM mampu memberikan data kuantitatif yang handal tentang komposisi unsur karena sinyal sinar-X dari film tipis memerlukan koreksi minimal. Sinar-X dihasilkan dalam volume kecil pada spesimen tipis yang dieksitasi oleh probe elektron, dengan sedikit perluasan akibat hamburan. Oleh karena itu, TEM memberikan resolusi spasial yang lebih baik untuk mengamati segregasi di antarmuka kristal atau endapan dibandingkan dengan mikroanalisis sinar-X pada spesimen curah, di mana resolusi spasial terbatas pada $0,1\text{--}1 \text{ }\mu\text{m}$ karena difusi awan elektron (Lorimer, 1987).

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan pada Juni sampai Desember tahun 2024, di Laboratorium Badan Riset dan Inovasi Nasional yang berlokasi di Kawasan Sains dan Teknologi. Jl, Ir. Sutami Km 15, Tanjung Bintang, Lampung Selatan, Lampung.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat-alat Penelitian

Alat yang digunakan untuk sintesis silika adalah:

1. Gelas beaker digunakan sebagai wadah pembuatan silika nanopartikel dari terak geothermal dan wadah untuk melarutkan asam sitrat
2. Gelas ukur digunakan sebagai penakar volume akuades yang akan digunakan untuk melarutkan prekursor.
3. Botol semprot aquades digunakan sebagai wadah aquades
4. *Hotplate stirrers* berfungsi sebagai tempat untuk proses pengadukan prekursor sehingga terlarut dan tempat untuk enkapsulasi nanopartikel dengan SiO_2 .
5. *Magnetic bar stirrer* berfungsi untuk mengaduk larutan prekursor pada *Hotplate Stirrers*. Cawan digunakan sebagai wadah gel saat proses *drying* dan dalam pemanasan menggunakan *microwave* *Sentrifuge* digunakan sebagai alat pencucian untuk melarutkan garam-garam hingga mencapai pH netral
6. Tabung *sentrifuge* digunakan sebagai tabung pencucian didalam alat sentrifuge
7. Oven dengan suhu tinggi digunakan sebagai alat untuk pengeringan

8. *Microwave* digunakan sebagai pembentukan silika nanopartikel yang seragam dengan ukuran yang terkontrol
9. Spatula / batang pengaduk digunakan untuk mengambil prekursor
10. Kertas pH meter berfungsi untuk mengukur tingkat asam-basa suatu larutan
11. Pipet tetes digunakan sebagai alat titrasi asam kedalam larutan sol
12. Labu elenmeyer digunakan sebagai wadah penampung aquades

4.2.2 Bahan-bahan Penelitian

Bahan yang digunakan untuk sintesis silika adalah:

1. *Sodium hydroxide* (NaOH) dari Merck dengan nomor CAS 1310-73-2-106498 sebagai reaksi presipitasi untuk membantu pembentukan prekursor nanopartikel
2. Silika yang berasal dari terak silika panas bumi PT Geodipa Dieng, Jawa Tengah sebagai prekursor bahan utama
3. Asam sitrat ($C_6H_8O_7$) dari Merck dengan nomor CAS 77-92-9-818707 sebagai pengatur pH dalam pembentukan gel
4. Aquades digunakan sebagai pelarut pada proses hidrolisis dan kondensasi, serta berfungsi sebagai pembersih senyawa-senyawa garam yang tidak terlarut dalam proses kopresipitasi saat proses pencucian nanopartikel.
5. Methanol dari Merck dengan nomor CAS 67-56-1-107018 digunakan sebagai campuran aquades untuk melarutkan garam-garam prekursor dan pembersih senyawa-senyawa garam yang tidak terlarut dalam proses kopresipitasi saat proses pencucian nanopartikel.

4.3 Prosedur Penelitian

4.3.1 Preparasi Bahan

Tahapan preparasi bahan dalam penelitian ini adalah:

1. Silika geothermal ditimbang sebanyak 5.62 gram, dimasukkan ke dalam beaker glass

2. NaOH ditimbang sebanyak 7.5 gram dan dilarutkan dalam 75 ml aquades
3. Asam Sitrat 5 M dilarutkan dalam aquades 100 ml

3.3.2 Ekstraksi Silika

Prosedur ekstraksi silika pada penelitian ini adalah:

1. Silika geothermal dan larutan NaOH dipanaskan pada suhu 100°C sambil diaduk dengan kecepatan 240 rpm selama tiga jam
2. Ampas silika dan filtrat silika yang terlarut (sol) dipisahkan menggunakan sentrifuge dengan kecepatan 6000 rpm selama 15 menit.
3. Ampas silika geothermal ditimbang menggunakan timbangan digital
4. Larutan asam sitrat 5 M diteteskan sedikit demi sedikit ke dalam sol silika hingga mencapai pH yang diinginkan, yaitu antara pH 1 hingga pH 13
5. Gel silika dicuci hingga pH netral menggunakan larutan aquades dan methanol dengan konsentrasi 10%
6. Gel silika dikeringkan menggunakan oven suhu 100-120°C
7. Gel silika yang telah kering ditumbuk hingga halus kemudian ditimbang dan dicatat hasilnya
8. Serbuk gel yang telah dihaluskan kemudian dipanaskan kembali menggunakan pemanas microwave pada daya 200, 400, 500, dan 900 watt, masing-masing selama 5 menit."

3.3.3 Karakterisasi Silika

3.3.3.1 X-Ray Fluorescence (XRF)

Karakterisasi XRF menggunakan spektrometer Epsilon 4 (Malvern Panalytical). Pengukuran dilakukan pada tegangan 50 kV dan arus 3 mA untuk menghasilkan spektrum fluoresensi yang mewakili unsur-unsur kimia yang terkandung dalam sampel. Data yang diperoleh kemudian dianalisis untuk menentukan jenis dan kadar unsur, sehingga dapat diketahui komposisi kimia dari silika yang telah disintesis.

3.3.3.2 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi XRD menggunakan instrumen Panalytical X'Pert³ Powder untuk mengetahui apakah sampel silika bersifat kristalin atau amorf. Sampel dikeringkan dan dipres menjadi pellet atau diletakkan pada holder datar. Pengukuran dilakukan menggunakan radiasi Cu-K α pada tegangan 40 kV dan arus 30 mA. Data diolah menggunakan software origin sehingga diperoleh kurva XRD.

3.3.3.3 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

Karakterisasi FTIR menggunakan instrumen Bruker Invenio R, lalu dianalisis pada rentang panjang gelombang tertentu. Data diolah menggunakan software origin sehingga diperoleh grafik FTIR. Spektrum yang dihasilkan digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi seperti Si-O-Si, Si-OH, dan lainnya yang menunjukkan struktur kimia silika amorf.

3.3.3.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)

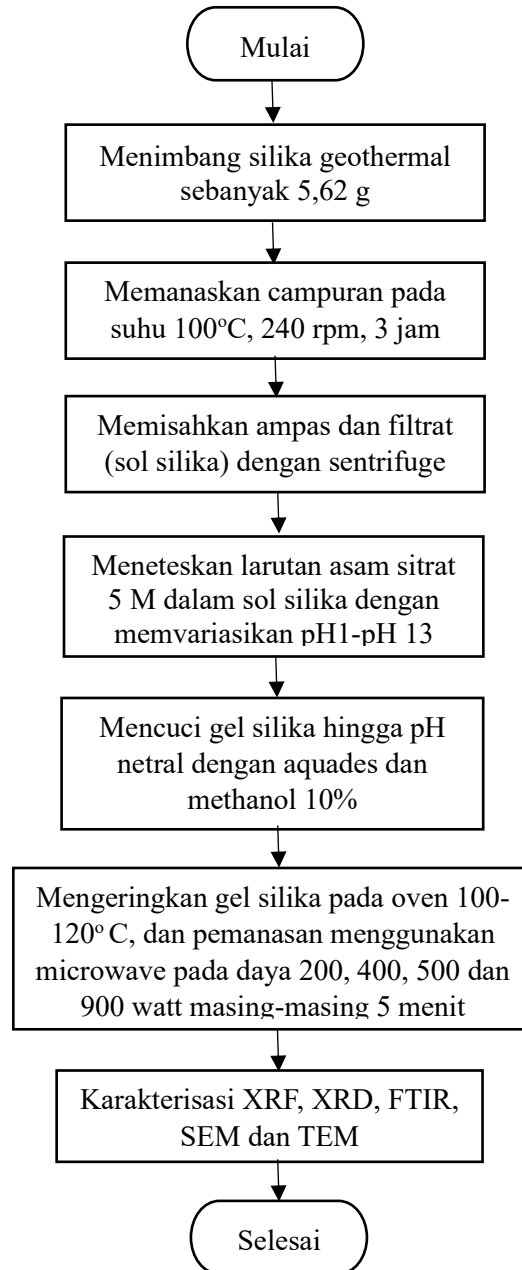
Karakterisasi SEM menggunakan instrumen Thermo Scientific Quattro. Sampel diletakkan pada holder dan diamati pada tegangan percepatan tertentu. Citra SEM yang dihasilkan digunakan untuk melihat bentuk, ukuran, dan sebaran partikel silika amorf.

3.3.3.5 Transmission Electron Microscopy (TEM)

Karakterisasi TEM menggunakan instrumen Talos F200X G2. Sampel didispersikan dalam pelarut, ditetaskan pada grid tembaga, lalu dikeringkan. Pengamatan dilakukan pada tegangan percepatan 80–200 kV. Gambar TEM yang diperoleh dianalisis menggunakan perangkat lunak ImageJ untuk menentukan ukuran dan distribusi partikel secara detail.

3.4 Diagram Alir Penelitian

Diagram alir dalam penelitian ini dapat dilihat pada **Gambar 3.1**.



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, diperoleh simpulan sebagai berikut:

1. Hasil XRF menunjukkan kemurnian tertinggi SiO_2 sebesar 97,59% diperoleh pada pH 2. Hal ini menunjukkan bahwa kondisi asam sangat optimal dalam meminimalkan pengotor dan meningkatkan efisiensi pembentukan gel.
2. Hasil XRD menunjukkan bahwa semua sampel memiliki struktur amorf, sesuai dengan karakteristik silika non-kristalin. Pola difraksi yang dihasilkan menampilkan puncak melebar (*broad hump*) pada rentang $2\theta = 20-25^\circ$, yang merupakan ciri khas dari struktur silika amorf.
3. Hasil FTIR menunjukkan pH mempengaruhi keberadaan gugus $-\text{OH}$, $\text{Si}-\text{OH}$, dan $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$. Pada pH rendah, pita $-\text{OH}$ dan $\text{Si}-\text{OH}$ lebih kuat, menandakan adanya air teradsorpsi dan gugus aktif akibat kondensasi yang belum sempurna. Pita $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$ pada ~ 1080 , ~ 800 , dan $\sim 470 \text{ cm}^{-1}$ muncul di semua pH, menunjukkan kerangka silika telah terbentuk.
4. Hasil SEM dan TEM menunjukkan ukuran partikel nano-silika berkisar antara 20–100 nm, dengan ukuran rata-rata sekitar 42,01 nm dan morfologi berbentuk bulat.

5.2 Saran

Saran dari penelitian ini yaitu:

1. Untuk validasi hasil, sebaiknya dilakukan pembandingan dengan sumber silika lain seperti abu sekam padi atau pasir kuarsa agar dapat menilai sejauh mana keunggulan terak geothermal sebagai bahan baku.
2. Diperlukan penambahan tahap kalsinasi untuk mengurangi kontaminan seperti gugus Si-C yang muncul pada pH rendah ($850\text{--}900\text{ cm}^{-1}$), guna menghilangkan sisa organik dari prekursor.
3. Disarankan untuk menambahkan karakterisasi termal, seperti Thermogravimetric Analysis (TGA) atau Differential Scanning Calorimetry (DSC), guna memperoleh informasi lebih detail mengenai stabilitas termal silika hasil sintesis serta untuk mengidentifikasi suhu dekomposisi senyawa-senyawa organik yang mungkin masih tersisa pada permukaan material.
4. Dalam proses sintesis silika nanopartikel, pH sangat krusial. Disarankan untuk mengoptimalkan pH 2 untuk memperoleh kemurnian tinggi dan pH 9 untuk pembentukan morfologi partikel yang lebih baik. Proses pencucian perlu lebih ditingkatkan, khususnya pada variasi pH tinggi, untuk mengurangi residu logam berat seperti Zn dan Fe yang terdeteksi pada hasil SEM dan XRF.
5. Penelitian selanjutnya disarankan untuk mengeksplorasi parameter lain seperti waktu aging, suhu pengeringan, dan konsentrasi prekursor untuk memperoleh kontrol yang lebih baik terhadap ukuran dan morfologi nanosilika

DAFTAR PUSTAKA

- Adamson, A. W., dan Gast, A. P. 1997. *Physical Chemistry of Surfaces* (6th ed.). Wiley-Interscience..pdf. (n.d.).
- Amenaghawon, A. N., Ayere, J. E., Amune, U. O., Otuya, I. C., Abuga, E. C., Anyalewechi, C. L., Okoro, O.V., Okolie, J.A., Oyefolu, P. K., Eshiemogie, S. O., Ble, H. D. 2024. A comprehensive review of recent advances in the applications and biosynthesis of oxalic acid from bio-derived substrates. *Environmental Research*, 251, 118703. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2024.118703>
- Anggraini, D., dan Kriswarini, R. Y. N. 2007. Penentuan unsur pepadu dalam bahan zircaloy-2 dengan metode Spektrometri Emisi dan XRF. *Prosiding PPI - PDIPTN 2007 Pustek Akselerator Dan Proses Bahan - BATAN*, 29–34.
- Azis, R. S., Sulaiman, S., Ibrahim, I. R., Zakaria, A., Hassan, J., Muda, N. N. C., Nazlan, R., Saiden, N. M., Fen, Y. W., Mustaffa, M. S., dan Matori, K. A. 2018. Influence of pH Adjustment Parameter for Sol–Gel Modification on Structural, Microstructure, and Magnetic Properties of Nanocrystalline Strontium Ferrite. *Nanoscale Research Letters*, 13. <https://doi.org/10.1186/s11671-018-2562-x>
- Bragg, W. H., dan Bragg, W. L. 1913. The reflection of X-rays by crystals. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character*, 88(605), 428–438. <https://doi.org/10.1098/rspa.1913.0040>
- Brisman, A., dan South, N. 2019. Green Criminology and Environmental Crimes and Harms. *Sociology Compass*, 13(1), 373–390. <https://doi.org/10.1111/soc4.12650>
- Budiharti, G., Arifin Imam Supardi, D., dan Si, M. 2015. Sintesis Nanopartikel Silika Menggunakan Metode Sol-Gel Synthesis Of Silica Nanoparticles With Sol-Gel Method. *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia*, 04, 22–25.
- Cangiano, M. D. L. A., Ojeda, M. W., dan Ruiz, M. D. C. 2015. Effect of pH value and calcination temperature on synthesis and characteristics of Cu-Ni nano-alloys.

Transactions of Nonferrous Metals F Society of China (English Edition), 25(11), 3664–3677. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(15\)64008-0](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(15)64008-0)

Daud, F. D. M., Johari, M. H., Jamal, A. H. A., Kahlib, N. A. Z., dan Hairin, A. L. 2019. Preparation of nano-silica powder from silica sand via sol-precipitation method. *AIP Conference Proceedings*, 2068(February), 1–5. <https://doi.org/10.1063/1.5089301>

De Temmerman, P. J., Van Doren, E., Verleysen, E., Van der Stede, Y., Francisco, M. A. D., dan Mast, J. 2012. Quantitative characterization of agglomerates and aggregates of pyrogenic and precipitated amorphous silica nanomaterials by transmission electron microscopy. *Journal of Nanobiotechnology*, 10, 1–11. <https://doi.org/10.1186/1477-3155-10-24>

Didik, L. A. 2020. Penentuan Ukuran Butir Kristal $\text{CuCr}_0{,}98\text{Ni}_0{,}02\text{O}_2$ Dengan Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) Dan Scanning Electron Microscope (SEM). *Indonesian Physical Review*, 3(1), 6–14. <https://doi.org/10.29303/ipr.v3i1.37>

Esposito, S. 2019. “Traditional” sol-gel chemistry as a powerful tool for the preparation of supported metal and metal oxide catalysts. *Materials*, 12(4), 1–25. <https://doi.org/10.3390/ma12040668>

Evan, E., Pardoyo, P., dan Darmawan, A. 2022. Pembuatan Nanosilika dari Abu Sekam Padi pada Variasi pH Sol Gel. *Greensphere: Journal of Environmental Chemistry*, 2(1), 8–13. <https://doi.org/10.14710/gjec.2022.14720>

Fazrin, E. I., Naviardianti, A. I., Wyantuti, S., Gaffar, S., dan Hartati, Y. W. 2020. Review: Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Emas (AuNP) Serta Konjugasi AuNP Dengan DNA Dalam Aplikasi Biosensor Elektrokimia. *PENDIPA Journal of Science Education*, 4(2), 21–39. <https://doi.org/10.33369/pendipa.4.2.21-39>

Griffiths, P. R., dan de Haseth, J. A. 2007. *Fourier Transform Infrared Spectrometry* (2nd ed.). Wiley-Interscience: New Jersey. 89-91.

Gunawan, G. M., Suhendar, D., Sundari, C. D. D., Ivansyah, A. L., Setiadji, S., dan Rohmatulloh, Y. 2019. Sintesis Zeolit Silikalit-1 Menggunakan Limbah Tongkol Jagung sebagai Sumber Silika. *Al-Kimiya*, 4(2), 91–99. <https://doi.org/10.15575/ak.v4i2.5089>

Hamouda, A. M. S., Sulaiman, S., Vijayaram, T. R., Sayuti, M., dan Ahmad, M. H. M. 2007. Processing and characterisation of particulate reinforced aluminium silicon matrix composite. *Journal of Achievements of Materials and Manufacturing Engineering*, 25(2), 11–16.

- Heu, R., Shahbazmohamadi, S., Yorston, J., dan Capeder, P. 2019. Target Material Selection for Sputter Coating of SEM Samples. *Microscopy Today*, 27(4), 32–36. <https://doi.org/10.1017/s1551929519000610>
- Holmes, J. D., Burke, A. M., Hanrahan, J. P., Healy, D. A., Sodeau, J. R., dan Morris, M. A. 2009. Large pore bi-functionalised mesoporous silica for metal ion pollution treatment. *Journal of Hazardous Materials*, 164(1), 229–234. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2008.07.146>
- Iler, R. K. 1979. *The Chemistry of Silica: Solubility, Polymerization, Colloid and Surface Properties and Biochemistry of Silica*. Wiley-Interscience.
- Izzati, H. N., Nisak, F., dan Munasir. 2013. Sintesis Dan Karakterisasi Kekristalan Nanosilika Berbasis Pasir Bancar. *Inovasi Fisika Indonesia*, 2(03), 19–22. <https://jurnalmahasiswa.unesa.ac.id/index.php/inovasi-fisika-indonesia/article/view/4278>
- Jenkins, R., Gould, R. W., dan Gedcke, D. 1995. *X-ray Fluorescence Spectrometry* (2nd ed.). New York: Wiley.
- Jenie, S. N. A., Ghaisani, A., Ningrum, Y. P., Kristiani, A., Aulia, F., dan Petrus, H. T. M. B. 2018. Preparation of silica nanoparticles from geothermal sludge via sol-gel method. *AIP Conference Proceedings*, 2026, 1–6. <https://doi.org/10.1063/1.5064968>
- Kang, S., Kim, J. H., Lee, M., Yu, J. W., Kim, J., Kang, D., Baek, H., Bae, Y., Kim, B. H., Kang, S., Shim, S., Park, S. J., Lee, W. B., Hyeon, T., Sung, J., dan Park, J. 2021. Real-space imaging of nanoparticle transport and interaction dynamics by graphene liquid cell TEM. *Science Advances*, 7(49), 1–10. <https://doi.org/10.1126/sciadv.abi5419>
- Li, N., Liu, H., dan Li, D. 2025. In situ transmission electron microscopy characterization and manipulation of nanomaterials under microenvironmental conditions. *Chemical Science*, 16, 3052–3067. <https://doi.org/10.1039/D5SC01214G>
- Lorimer, G. W. 1987. In the Transmission Electron Microscope ; a Review. *Mineralogical Magazine*, 51(1), 49–60.
- M. Zidan Rozaqi1, G. A. P., dan I. 2024. Sintesis Nanopartikel Sio2 Dicampur Hcl Menggunakan Metode Sol-Gel Dengan Variasi Waktu Furnace. *Jurnal Mesin Material Manufaktur Dan Energi*, 4(xx), 1–7.

- Nagappan, S., Mohan, A., Thomas, A. M., Yoo, J. M., Eid, N., Chung, I., Ameduri, B., dan Ha, C. S. 2021. Synthesis of size-controlled and highly monodispersed silica nanoparticles using a short alkyl-chain fluorinated surfactant. *RSC Advances*, 11(4), 2194–2201. <https://doi.org/10.1039/d0ra08114k>
- Nakamoto, K. 1986. *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds: Theory and applications in inorganic chemistry*. Wiley.
- Nandiyanto, A. B. D., Oktiani, R., dan Ragadhita, R. 2019. How to read and interpret ftir spectroscopy of organic material. *Indonesian Journal of Science and Technology*, 4(1), 97–118. <https://doi.org/10.17509/ijost.v4i1.15806>
- Nuryono, N., dan Narsito, N. 2010. Effect of Acid Concentration on Characters of Silica Gel Synthesized From Sodium Silicate. *Indonesian Journal of Chemistry*, 5(1), 23–30. <https://doi.org/10.22146/ijc.21834>
- Oo, Myo Aung, Y. C. 2020. Effect Of pH Level On The Formation Of Silica Aerogel Synthesized From Rice Husk Ash. *J. Myanmar Acad. Arts Sci, XVIII*.
- Pramudita, D., Nababan, J., Isaura, A., Ratnalisti, P., dan Simbolon, W. 2025. Sintesis dan Karakterisasi XRD dari Nanosilika Menggunakan Metode Sol-gel. 5(1), 12–16. <https://doi.org/10.52850/jptupr.v5i1.18458>
- Puri, R. K., dan Babbar, V. K. 1997. *Solid State Physics*. 3th ed. S, Chand and Company LTD. Ram Nagar, New Delhi, India.
- Purwakusumah, E. D., Rafi, M., Safitri, U. D., Nurcholis, W., dan Adzkiya, M. A. Z. 2014. Identifikasi Dan Autentikasi Jahe Merah Menggunakan Kombinasi Spektroskopi Ftir Dan Kemometrik (Identification and Authentication of Jahe Merah Using Combination of FTIR Spectroscopy and Chemometrics). *Jurnal Agritech*, 34(01), 82–87. <http://dx.doi.org/10.22146/agritech.9526>
- Rahman, I. A., dan Padavettan, V. 2012. Synthesis of Silica nanoparticles by Sol-Gel: Size-dependent properties, surface modification, and applications in silica-polymer nanocomposites a review. *Journal of Nanomaterials*, 2012. <https://doi.org/10.1155/2012/132424>
- Reimer, L. 1997. *Transmission Electron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis (Springer Series in Optical Sciences,)*. <http://www.amazon.com/Transmission-Electron-Microscopy-Formation-Microanalysis/dp/3540625682>
- Sembiring, S., Simanjuntak, W., Manurung, P., Asmi, D., dan Low, I. M. 2014. Synthesis and characterisation of gel-derived mullite precursors from rice husk

silica. *Ceramics International*, 40(5), 7067–7072.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.12.038>

Shange, M. G., Khumalo, N. L., Mohomane, S. M., dan Motaung, T. E. 2024. Factors Affecting Silica/Cellulose Nanocomposite Prepared via the Sol–Gel Technique: A Review. *Materials*, 17(9), 1–23. <https://doi.org/10.3390/ma17091937>

Silverstein, R. M., dan Webster, F. X. 1996. Spectrometric Identification Of Organic Compounds 6th Edition. In *John Wiley & Sons Ltd* (Vol. 6, pp. 1–482).

Thain, S. 2024. *IR Spectroscopy and FTIR Spectroscopy: How an FTIR Spectrometer Works and FTIR Analysis*.
<https://www.technologynetworks.com/analysis/articles/ir-spectroscopy-and-ftir-spectroscopy-how-an-ftir-spectrometer-works-and-ftir-analysis-363938>

Siregar, Y. D. I., Heryanto, R., Lela, N., dan Lestari, T. H. 2015. Karakterisasi Karbon Aktif Asal Tumbuhan dan Tulang Hewan Menggunakan FTIR dan Analisis Kemometrika. *Jurnal Kimia VALENSI*, 1(November), 103–116.
<https://doi.org/10.15408/jkv.v0i0.3146>

Soddu, L., Trinh, D. N., Dunne, E., Kenny, D., Bernardini, G., Kokalari, I., Marucco, A., Monopoli, M. P., dan Fenoglio, I. 2020. Identification of physicochemical properties that modulate nanoparticle aggregation in blood. *Beilstein Journal of Nanotechnology*, 11, 550–567. <https://doi.org/10.3762/bjnano.11.44>

Socrates, G. 2001. Infrared dan Raman Characteristic Group Frequencies: Tables and Charts (3rd ed.). In *Wiley*. <https://doi.org/10.1093/occmed/kqs085>

Sujoto, V. S. H., Tangkas, I. W. C. W. H., Astuti, W., Sumardi, S., Jenie, S. N. A., Tampubolon, A. P. C., Syamsumin, S., Utama, A. P., Petrus, H. T. B. M., dan Kusumastuti, Y. 2023. Penentuan kondisi optimum pembuatan silica gel menggunakan silica geothermal dengan metode sol-gel. *Jurnal Rekayasa Proses*, 17(2), 122–128.
<https://doi.org/10.22146/jrekpros.77696>

Sukanto, Soenoko, R., Suprpto, W., dan Irawan, Y. S. 2019. *Synthesis and Characteristic of Nano Silica from Geothermal Sludge: Effect of Surfactant*. ICI Journals Master List - Index Copernicus.

Sulastri, S. 2009. Modifikasi Silika Gel dalam Kaitannya dengan Peningkatan Manfaat. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan Dan Penerapan MIPA*, 367–372.

Trisnayanti, N. P. 2020. Metode sintesis nanopartikel. *Universitas Indonesia*, 3, 1–4.

- Ulum, R. M., Natalin, Riastuti, R., Mayangsari, W., Prasetyo, A. B., Soedarsono, J. W., dan Maksum, A. 2023. Pyro-Hydrometallurgy Routes to Recover Silica from Indonesian Ferronickel Slag. *Recycling*, 8(1).
<https://doi.org/10.3390/recycling8010013>
- Widiyandari, H., Pardoyo, P., Sartika, J., Putra, O. A., Purwanto, A., dan Ernawati, L. 2021. Synthesis of mesoporous SiO₂ xerogel from geothermal sludge using sulfuric acid as gelation agent. *International Journal of Engineering, Transactions A: Basics*, 34(7), 1569–1575.
<https://doi.org/10.5829/IJE.2021.34.07A.02>
- Wulandari, N., Erfiani, E., Irzaman, I., dan Syafitri, U. D. 2022. Rancangan G-Optimal pada Model Non-Linier Untuk Meningkatkan Kadar Kemurnian Silikon Dioksida. *Sainmatika: Jurnal Ilmiah Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam*, 19(2), 149–155.
<https://doi.org/10.31851/sainmatika.v19i2.9492>
- Zaidah, A. 2019. Karakterisasi Kekristalan dan Konstanta Dielektrik Barium Stronsium Titanat (Ba_{0.8}Sr_{0.2}TiO₃) dengan Variasi Komposisi Barium Dan Stronsium Yang Dibuat Menggunakan Metode Solid State Reaction. *JUPE : Jurnal Pendidikan Mandala*, 4(4), 302–306.
<https://doi.org/10.58258/jupe.v4i4.1266>
- Zhang, Y., Zhao, K., dan Chen, L. 2023. *Recent advances in MEMS-based in situ TEM techniques for nanoscale mechanical testing*. *Micromachines*, 14(2), 335.
<https://doi.org/10.3390/mi14020335>
- Zuhailawati, H., Samayamutthirian, P., dan Mohd Haizu, C.H., 2007, Fabrication of Low Cost of Aluminium Matrix Composite Reinforced With Silica Sand, *Journal of Physical Science*, Vol. 18(1), pp : 47–55