

**PENGARUH VARIASI SUHU ANNEALING TERHADAP STRUKTUR DAN
UKURAN BUTIR SILIKA DARI ABU TONGKOL JAGUNG
MENGUNAKAN X-RAY DIFFRACTOMETER**

Yoza Monalisa*), Djusmaini Djamas**), Ratnawulan**)

*) Mahasiswa Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Padang

**) Staf Pengajar Jurusan Fisika FMIPA UNP

Email : yozamonalisa@ymail.com

ABSTRACT

The development of technology and the use of silica in the industry is increasing, especially in the use of silica in the small particle size to the scale of microns or even nanosilika. The increasing need for silica it is necessary to find alternative materials that can be updated to produce silica. One is corn that has not been optimized. This research aims to investigate the structure and grain size of corn cob ash. This research is a form of experimentation with free variable 1000⁰C annealing temperature and 1100⁰C with a time of 6 hours of detention, control variables such as the mass of corn cobs, chemicals, and filter paper used. The dependent variable measures the levels of silica and silica crystals. Ash obtained was analyzed by gravimetric methods. Later in the annealing temperature of 1000⁰C and 1100⁰C for 1 hour will be obtained silica powder. Silica powder obtained by XRD to determine the crystal structure and the determination of the crystal grain size using Equation Schherer. After data collection and analysis of data obtained from crystalline silica structure is a diamond cubic structure with lattice parameter (a) is 7.01 Å. Grain size of the smallest crystals obtained at 1100⁰C annealing temperature is 11.38 nm and the size of the crystal grain size of the greatest at 1000⁰C annealing temperature is 40.83 nm.

Keywords: grain structure, grain size, diffraction

PENDAHULUAN

Perkembangan Ilmu Pengetahuan dan Teknologi (IPTEK) yang semakin pesat, tidak terlepas dari Sumber Daya Manusia (SDM) yang berkualitas. Hal itu terbukti dari banyaknya hasil penemuan baru yang dimanfaatkan pada berbagai aspek kehidupan. Salah satu dari aspek kehidupan yang sangat memperlihatkan perkembangan Ilmu Pengetahuan dan Teknologi tersebut adalah pada perkembangan komponen-komponen elektronika. Diciptakannya berbagai komponen elektronika dengan struktur yang semakin lama semakin kecil, namun kemampuan yang dihasilkan semakin besar. Diantara komponen elektronika yang mengalami perkembangan cukup signifikan yaitu IC

merupakan komponen elektronika yang hampir digunakan pada setiap alat elektronik.

Dalam proses pembuatan IC menggunakan berbagai macam unsur kimia, salah satu unsur yang banyak digunakan adalah Silikon Dioksida (SiO₂). Silikon dioksida (SiO₂) merupakan bahan dielektrik yang sangat baik, bahan ini bersifat stabil secara kimia dan mempunyai karakteristik insulator listrik yang baik, sehingga SiO₂ banyak digunakan dalam proses pembuatan IC. Penggunaan SiO₂ dalam proses pembuatan IC diantaranya adalah sebagai lapisan isolasi pada struktur *Metal Oxide Semiconductor* (MOS), *intermetal dielectric*, *passivation layer*, dan masking untuk proses difusi dan implantasi.

Pada penelitian ini akan dicoba untuk menentukan struktur dan ukuran butir kristal abu silika tongkol jagung dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer*. Penelitian menggunakan tongkol jagung dilakukan, karena tongkol jagung merupakan limbah berlignoselulosa yang memiliki potensi untuk pengembangan produk masa depan. Limbah jagung terutama tongkol memiliki kandungan lignin dan silika didalam tongkol jagung cukup tinggi yakni 20,4 % (Hartadi at al. (1981) dalam Sirappa, 2003).

Abu tongkol jagung adalah zat organik hasil pembakaran tongkol jagung yang terdiri dari garam-garam inorganik. Proses pembentukan abu tongkol jagung melewati tiga tahapan yaitu pengeringan, pengarangan, dan pembakaran.

Untuk Menentukan karakter struktur dan ukuran butir abu dalam penelitian ini menggunakan *X-Ray Diffractometer*.

Nilai konstanta kisi dapat diperoleh dari Persamaan *Bragg*:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \theta \quad (1)$$

Untuk menentukan sistem struktur kubus, hubungan antara bidang kristal d_{hkl} dengan konstanta kisi a adalah

$$\frac{1}{d} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (2)$$

Gabungan dari kedua Persamaan diatas dapat diperoleh:

$$a^2 = \frac{\lambda^2}{4 \sin^2 \theta} (h^2 + k^2 + l^2) \quad (3)$$

atau

$$a = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (4)$$

Keterangan :

a = konstanta kisi, hkl = indeks bidang Kristal, c = kontanta kisi

Kisi Bravais dapat dengan mudah diidentifikasi dengan cara memeriksa keberadaan beberapa puncak difraksi. Semua nilai hkl yang dibolehkan pada sistem kubus sederhana, hanya nilai $h+k+l =$ genap yang dibolehkan pada kuus pusat badan dan semua nilai hkl harus genap atau ganjil semua untuk kubus pusat muka. Dengan demikian nilai-nilai $h^2 + k^2 + l^2$ yang diperbolehkan pada sistem kubus adalah:

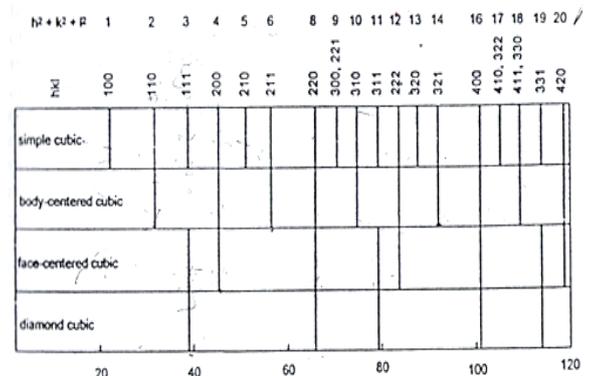
Kubus sederhana : 1 2 3 4 5 6 8 9 10,...

Kubus pusat badan: 2 4 5 8 10 12 14 16,...

Kubus pusat muka : 3 4 8 11 12 16 19 20,...

Struktur intan: 3 8 11 16 19,...

Perbandingan untuk keempat stuktur kristal diatas dapat dilihat pada Gambar 1 berikut.



Gambar 1: Perbandingan bidang hkl difraksi sinar-X dari material dengan struktur kubik berbeda

(C. Suryanarayana, 1998)

Jika $\frac{\lambda^2}{4a^2}$ dinamakan A dan karena $h^2 + k^2 + l^2$ yang diperbolehkan untuk sistem kubus adalah 1 2 3 4 5 6 8 9 10, ... maka jika nilai $\sin^2 \theta$ untuk semua puncak difraksi dibagi dengan bilangan 2 3 4 5 6 8 ... akan didapatkan hasil-hasil bagi salah satu diantaranya akan bernilai sama, yaitu A untuk semua puncak. Dari nilai ini dapatlah dengan mudah dihitung konstanta kisi

kubus:

$$a = \frac{\lambda}{2\sqrt{A}} \quad (5)$$

Semua butir memiliki struktur kristal dan komposisi yang sama, perbedaan terletak pada orientasi yang mengakibatkan terjadinya batas kristal.

Perhitungan ukuran butir kristal menggunakan Persamaan *Scherer* :

$$D = \frac{0,9 \lambda}{B \cos \theta} \quad (6)$$

Keterangan;

D: ukuran Kristal, B: lebar setengah puncak maksimum (radian), λ : panjang gelombang sinar X, θ : sudut Bragg pada puncak difraksi.

METODE PERCOBAAN

Jenis Penelitian

Penelitian ini termasuk jenis penelitian eksperimen. Dalam penelitian ini dilakukan pembakaran tongkol jagung dengan *furnace* pada temperatur 800⁰C dengan lama waktu penahanan pembakaran selama 6 jam pada masing-masing temperatur tersebut, kemudian di *annealing* pada variasi suhu 1000⁰C dan 1100⁰C. Variabel kontrol berupa massa tongkol jagung, zat kimia, dan kertas saring yang digunakan. Sedangkan variabel terikat kadar silika dan ukuran kristal silika. Penentuan kadar silika menggunakan metode gravimetri, pengambilan data, kemudian analisis data, dan penarikan kesimpulan. Untuk menentukan struktur dan ukuran butir silika abu tongkol jagung tersebut menggunakan *X-Ray Diffractometer*.

Alat dan Bahan

a. Bahan Penelitian

- 1) 40 gram tongkol jagung

- 2) 100 ml aquades yang berfungsi sebagai pencuci dan sebagai pelarut
- 3) 10 ml HCl pekat yang berfungsi sebagai zat pengendap dan mempercepat terjadinya reaksi
- 4) 2 tetes HNO₃ berfungsi sebagai mempercepat reaksi
- 5) 100 ml HCl encer sebagai zat pencuci pada proses penyaringan

b. Alat Penelitian

- 1) Timbangan digital berfungsi sebagai penimbang sampel
- 2) Gelas piala 50 ml
- 3) *Furnace* berfungsi untuk pembakaran sampel
- 4) Kaca arloji berfungsi sebagai penutup zat yang ada dalam gelas piala
- 5) Kertas saring Whatman no. 40 berfungsi sebagai penyaringan
- 6) Batang pengaduk
- 7) Penangas uap berfungsi untuk mengeringkan sampel
- 8) Lemari asam berfungsi sebagai tempat dilakukan proses destruksi yaitu proses pemutusan senyawa-senyawa yang ada dalam suatu bahan

Persiapan sampel

Tongkol jagung yang digunakan adalah tongkol jagung yang diambil di daerah Kinali, Pasaman Barat, Sumatera Barat. Tongkol jagung sebanyak 40 gram diletakkan di dalam cawan masing-masing, kemudian dipanggang menggunakan alat yang disebut *hot plate*.

Tongkol jagung dibakar menggunakan *furnace* dengan variasi temperatur 800⁰C dengan lama waktu penahanan pembakaran selama 6 jam pada masing-masing temperatur tersebut. Sebelum dilakukan penimbangan untuk mendapatkan kandungan abu, abu tongkol jagung didinginkan di dalam desikator.

Kemudian dilakukan penggerusan abu tongkol jagung menggunakan lumpang. Abu ini digunakan sebagai sampel penelitian.

Metode gravimetri untuk penentuan kadar silika (SiO_2)

Abu tongkol jagung dimasukkan ke dalam gelas piala lalu ditutup dengan kaca arloji. Lemari asam dihidupkan dan diletakkan gelas piala yang berisi abu di dalam lemari asam. Diberi sedikit aquades ke dalam gelas piala dan diaduk dengan batang pengaduk. Kemudian diberi 10 ml HCl pekat ke dalam gelas piala 50 ml, dengan dituangkan melalui tepi sebelah dalam gelas piala dan ditutup kembali gelas piala dengan kaca arloji. Setelah bereaksi, diangkat kaca arloji, ditambahkan 2 tetes HNO_3 untuk mempercepat terjadinya reaksi, diaduk dengan batang pengaduk kaca, lalu ditutup kembali.

Diletakkan (panaskan) gelas piala yang berisi larutan tadi di atas penangas uap selama 30 menit dengan suhu $\pm 100^\circ\text{C}$. Sekali-kali aduk dan dihancurkan gumpalan yang ada untuk mempermudah terjadinya penguraian yang sempurna dari abu ampas tebu. Proses ini dinamakan proses destruksi yaitu proses pemutusan senyawa-senyawa yang ada dalam suatu bahan.

Disiapkan corong kimia di atas rak reaksi dan diletakkan gelas piala di bawah corong. Kemudian dipasang kertas saring Whatman no.40 ke dalam corong, lalu dibasahi kertas saring dengan sedikit aquades. Dituangkan larutan ke atas saringan dan biarkan larutan menetes. Gosok dinding sebelah dalam gelas piala dengan batang pengaduk yang ujungnya diberi kertas saring. Dibilas gelas piala dan batang pengaduk dengan HCl panas (1:99). Dicuci kertas saring dengan 100 ml HCl panas (1:99) dan kemudian dicuci dengan 100 ml aquades panas sedikit demi sedikit 10-12 kali.

Pada proses penyaringan yang tertahan pada kertas saring merupakan endapan silika sedangkan zat-zat lain lolos karena zat tersebut sudah terlarut. Kertas saring

yang berisi endapan dipindahkan ke dalam cawan yang telah diketahui massanya. Dikeringkan dan dipijarkan perlahan-lahan pada suhu rendah di atas penangas uap sampai karbon dari kertas saring hilang, tanpa adanya nyala dari kertas saring. Kemudian dipindahkan ke dalam *furnace* untuk proses pemijaran pada temperatur 1000°C dan 1100°C selama 1 jam. Didinginkan dalam desikator dan ditimbang endapan yang ada dalam cawan.

Metoda Difraksi Sinar X

Untuk mengetahui keberadaan silika pada abukulit tebu, metode yang digunakan yaitu metode sinar-X (XRD). Persiapan sampel dimulai dengan menyiapkan endapan silika tongkol jagung yang sebelumnya telah diproses dengan metode gravimetri yang digunakan sebagai sampel yang telah berbentuk bubuk. Selanjutnya, sampel yang telah disiapkan tersebut diletakkan pada sebuah wadah yang telah disediakan. Wadah tersebut adalah wadah yang terbuat dari logam yang mempunyai lekukan berbentuk persegi dan mempunyai alas yang terbuat dari plastik. Kemudian sampel diratakan dan ditekan atau dipadatkan untuk mencegah kelongsoran ketika sampel tersebut didifraksi. Wadah yang telah berisi sampel ini dimasukkan ke dalam difraktometer. Setelah itu, sampel siap untuk diukur dengan *X Ray Diffraktometer* (XRD) dengan rentang sudut dan laju tertentu. Hasil cacahan difraksi sinar X dapat dilihat pada layar komputer.



Gambar 2. Difraktometer sinar-X *PHILIPS* tipe APD 3520

HASIL

Dalam penelitian ini dilakukan pembakaran tongkol jagung dengan *furnace* pada temperatur 800⁰C dengan lama waktu penahanan pembakaran selama 6 jam pada masing-masing temperatur tersebut, kemudian di *annealing* pada variasi suhu 1000⁰C dan 1100⁰C. Data massa tongkol jagung pada variasi suhu *annealing* 1000⁰C dan 1100⁰C di tunjukkan pada Tabel 1.

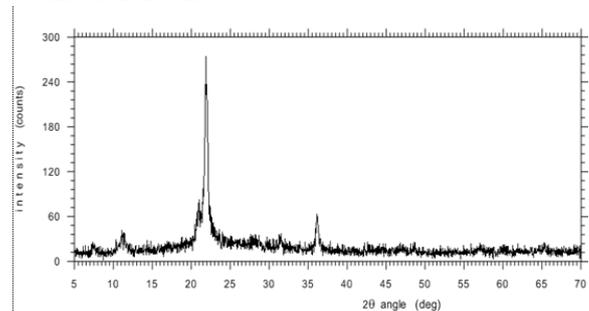
Tabel 1. Data massa tongkol dan masa endapan silika pada variasi suhu *annealing* 1000⁰C dan 1100⁰C.

N o	Sam pel	Suhu <i>Annealing</i> (°C)	Waktu (jam)	Massa Sampel (gram)	Massa Endapan (gram)
1	1	1000	6	0,5216	0,1898
	2	1000	6	0,5318	0,1661
	3	1000	6	0,4840	0,1537
	4	1000	6	0,5012	0,1601
	5	1000	6	0,5662	0,1512
	6	1000	6	0,4426	0,1683
	7	1000	6	0,4242	0,1611
	8	1000	6	0,5267	0,1677
2	1	1100	6	0,5700	0,2069
	2	1100	6	0,5600	0,1068
	3	1100	6	0,5900	0,1883
	4	1100	6	0,5738	0,1297
	5	1100	6	0,6000	0,2212
	6	1100	6	0,6249	0,2728
	7	1100	6	0,5800	0,1440
	8	1100	6	0,5885	0,2222

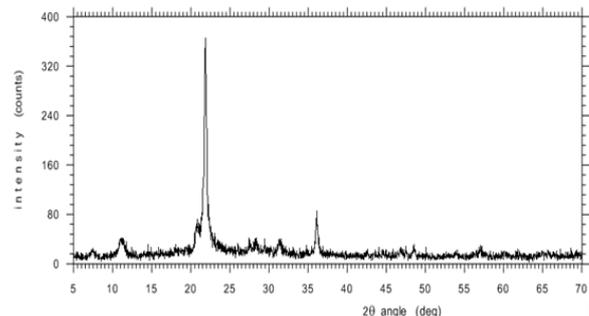
Massa endapan didapatkan dengan waktu penahanan 6 jam dan suhu *annealing* 1000⁰C dengan menggunakan *furnace* didapatkan hasilnya rata-rata antara 0,1512-0,1898 gram. Pada suhu *annealing* 1100⁰C didapatkan hasilnya rata-rata 0,1297 – 0,2728 gram.

Pengukuran struktur dan ukuran butir kristal diperoleh dengan pengukuran *X-Ray Diffraction (XRD)*. Hasil yang diperoleh dari pengukuran *X-Ray Diffraction (XRD)* terhadap serbuk abu tongkol jagung adalah puncak-puncak intensitas SiO₂ pada sudut-sudut tertentu. Kemudian data dianalisis sesuai dengan teknik analisis yang telah dijelaskan sebelumnya. Penyelidikan struktur kristal dan ukuran butir kristal dengan menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)* dilakukan di Laboratorium Badan

Setelah dilakukan proses difraksi terhadap sampel, didapatkan data berupa difraktogram yang menyatakan hubungan antara intensitas difraksi (I) terhadap sudut difraksi (2θ). Berikut ini adalah data hasil pengukuran masing-masing sampel SiO₂ pada abu tongkol jagung pada suhu *annealing* 1000⁰C dan 1100⁰C pada Gambar 2 DAN 3.



Gambar 3. Hasil XRD abu tongkol jagung pada suhu *annealing* 1000⁰C



Gambar 4. Hasil XRD abu tongkol jagung pada suhu *annealing* 1100⁰C

Berdasarkan Gambar 3 dan 4 dapat dilihat pada suhu *annealing* 1100⁰C memiliki intensitas yang lebih tinggi dan tajam dari pada suhu *annealing* 1000⁰C. Intensitas pada suhu *annealing* 1100⁰C mendekati nilai 380 sedangkan pada suhu *annealing* 1000⁰C hanya mendekati nilai 280. Semakin tinggi suhu yang diberikan maka semakin besar energi termal yang diterima oleh serbuk abu tongkol jagung maka energi termal ini digunakan untuk bertransformasi dari amorf ke Kristal

Penentuan struktur kristal dapat dilakukan dengan menentukan bidang kristal (h k l) terlebih dahulu. Bidang

kristal ditentukan dengan memasukkan nilai posisi puncak 2θ pada lembar kerja.

Tabel 2. Hasil analisis data XRD dari Silika Tongkol Jagung 1000 °C

No	2θ	θ	$\sin^2 \theta$	$\frac{\sin^2 \theta}{\sin^2 \theta_{min}}$	$\frac{\sin^2 \theta}{\sin^2 \theta_{min}} \times 3$	$h^2 + k^2 + l^2$	hkl
1	21,907	10,953	0,036	1	3	$1^2 + 1^2 + 1^2$	1 1 1
2	36,157	18,078	0,096	2,67	8	$2^2 + 2^2 + 0^2$	2 2 0

Pada Tabel 2 analisis data untuk silika tongkol jagung pada suhu *annealing* 1000°C didapatkan hkl kristal (1 1 1) dan (2 2 0) kemudian dibandingkan dengan nilai h k l pada Gambar 1. Didapatkan bahwa silika yang terbentuk merupakan struktur intan. Perhitungan nilai parameter kisi (a) dengan menggunakan Persamaan (5) sehingga didapatkan untuk $2\theta = 21,907$ dan $36,157$ adalah $7,01\text{\AA}$.

Tabel 3. Hasil analisis data XRD dari Silika Tongkol Jagung 1100 °C

No	2θ	θ	$\sin^2 \theta$	$\frac{\sin^2 \theta}{\sin^2 \theta_{min}}$	$\frac{\sin^2 \theta}{\sin^2 \theta_{min}} \times 3$	$h^2 + k^2 + l^2$	hkl
1	21,857	10,928	0,036	1	3	$1^2 + 1^2 + 1^2$	1 1 1
2	36,083	18,083	0,096	2,67	8	$2^2 + 2^2 + 0^2$	2 2 0

tongkol jagung pada suhu *annealing* 1100°C didapatkan h k l yang sama dengan suhu *annealing* yaitu: (1 1 1) dan (2 2 0). Sehingga didapatkan struktur kristalnya yakni struktur intan. Perhitungan nilai parameter kisi (a) dengan menggunakan Persamaan 8 dan didapatkan untuk $2\theta = 21,907$ dan $36,157$ adalah $7,01\text{\AA}$.

Data ukuran butir kristal SiO_2 pada abu tongkol jagung pada suhu *annealing* 1000°C dan 1100°C dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Data hasil XRD tongkol jagung suhu *annealing* 1000°C

NO	2θ	d (Å)	Height	Area	FWHM
1	7.410	11.92059	6.3	113.3	0.4880
2	11.373	7.77383	12.1	104.4	0.2430
3	20.954	4.23609	29.8	473.4	0.4330
4	21.907	4.05401	134.8	2159.7	0.4340
5	23.555	3.77389	6.0	58.6	0.2710
6	28.657	3.11256	5.6	60.7	0.2970
7	31.465	2.84093	7.7	138.4	0.4880
8	36.137	2.48360	26.5	369.7	0.3790
9	42.682	2.11667	5.0	49.6	0.2710
10	47.068	1.92916	5.4	41.8	0.2160
11	57.053	1.61298	6.1	104.4	0.4610
12	65.320	1.42739	6.5	71.6	0.2980

Data ukuran butir kristal SiO_2 pada abu tongkol jagung pada suhu *annealing* 1000°C dan 1100°C dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Data hasil XRD tongkol jagung pada suhu *annealing* 1100°C

No	2θ	d (Å)	Height	Area	FWHM
1	7.313	12.07892	15.1	639.3	0.7040
2	11.068	7.98765	25.0	639.3	0.7040
3	11.164	7.91892	24.1	595.7	0.7040
4	20.803	4.26654	40.6	634.5	0.4340
5	21.857	4.06310	205.5	2877.2	0.3800
6	27.505	3.24027	20.5	285.1	0.3790
7	28.331	3.14758	22.6	383.5	0.4610
8	29.420	3.03355	18.1	198.6	0.2980
9	31.593	2.82964	21.8	431.8	0.5420
10	36.083	2.48721	43.7	655.8	0.4070
11	42.593	2.12089	14.4	216.4	0.4205
12	46.873	1.93672	14.4	216.4	0.4340
13	47.683	1.90570	12.5	187.0	0.4475
14	48.507	1.87524	16.0	272.1	0.4610
15	56.821	1.61900	15.1	272.1	0.4610
16	60.176	1.53652	13.1	272.1	0.4610

Dari data ini ukuran butir kristal (D) dapat dihitung berdasarkan Persamaan Scherer (Persamaan 6) sehingga didapatkan Ukuran butir untuk kedua suhu.

Tabel 6. Ukuran butir kristal pada suhu *annealing* 1000⁰C

NO	2 θ	d (Å)	Height	Area	FWHM	D (nm)
1	7.410	11.92059	6.3	113.3	0.4880	16,3
2	11.373	7.77383	12.1	104.4	0.2430	33,16
3	20.954	4.23609	29.8	473.4	0.4330	18,79
4	21.907	4.05401	134.8	2159.7	0.4340	18,82
5	23.555	3.77389	6.0	58.6	0.2710	30,12
6	28.657	3.11256	5.6	60.7	0.2970	28,04
7	31.465	2.84093	7.7	138.4	0.4880	16,94
8	36.137	2.48360	26.5	369.7	0.3790	22,08
9	42.682	2.11667	5.0	49.6	0.2710	31,66
10	47.068	1.92916	5.4	41.8	0.2160	40,83
11	57.053	1.61298	6.1	104.4	0.4610	19,71
12	65.320	1.42739	6.5	71.6	0.2980	31,62

Berdasarkan Tabel 5 didapatkan ukuran butir kristal pada suhu *annealing* 1000⁰C rata-rata antara 16,3 – 40,83 nm. Ukuran butir tertinggi pada sudut 2θ = 47.068 dan ukuran butir abu tongkol jagung terkecil pada sudut 2θ = 7.410 .

Hasil perhitungan ukuran butir untuk suhu *annealing* 1100⁰C dapat dilihat pada Tabel 7.

Tabel 7. Ukuran butir kristal pada suhu *annealing* 1100⁰C

No	2 θ	d (Å)	Height	Area	FWHM	D (nm)
1	7.313	12.07892	15.1	639.3	0.7040	11,38
2	11.068	7.98765	25.0	639.3	0.7040	11,41
3	11.164	7.91892	24.1	595.7	0.7040	11,41
4	20.803	4.26654	40.6	634.5	0.4340	18,78
5	21.857	4.06310	205.5	2877.2	0.3800	21,38
6	27.505	3.24027	20.5	285.1	0.3790	21,61
7	8.331	3.14758	22.6	383.5	0.4610	17,87
8	29.420	3.03355	18.1	198.6	0.2980	27,56

9	31.593	2.82964	21.8	431.8	0.5420	15,32
10	36.083	2.48721	43.7	655.8	0.4070	20,53
11	42.593	2.12089	14.4	216.4	0.4205	20,37
12	46.873	1.93672	14.4	216.4	0.4340	20,14
13	47.683	1.90570	12.5	187.0	0.4475	19,43
14	48.507	1.87524	16.0	272.1	0.4610	19
15	56.821	1.61900	15.1	272.1	0.4610	19,69
16	60.176	1.53652	13.1	272.1	0.4610	20,02

Berdasarkan Tabel 6 didapatkan ukuran butir kristal pada suhu *annealing* 1100⁰C ukuran butir kristal 11,38-27,56 nm. Semakin tinggi suhu *annealing* maka ukuran butir kristal semakin kecil dan semakin rendah suhu *annealing* maka ukuran butir kristal semakin besar.

PEMBAHASAN

Pengabuan tongkol jagung dengan menggunakan *furnace* pada temperatur 800⁰C dengan lama waktu penahanan 6 jam menghasilkan abu. Setelah mendapatkan abu tongkol jagung, dilakukan metode gravimetri pada sampel. Pada metode gravimetri proses pemurnian sampel dilakukan dengan melarutkan sampel berupa abu tongkol jagung dengan HCl dan HNO₃. Dimana pada proses ini HCl berguna untuk melarutkan oksida-oksida logam dari abu tongkol jagung. Penggunaan HNO₃ berguna untuk melarutkan P₂O₅. Pemanasan berguna untuk menguapkan gas yang terbentuk saat terjadi reaksi. Proses ini dilakukan pada lemari asam bertujuan agar gas yang terbentuk saat reaksi dapat diserap oleh lemari asam.

Pada proses penyaringan menggunakan kertas Whatmann no 40, kertas bebas abu yang dapat meloloskan oksida-oksida yang lain selain SiO₂ karna SiO₂ bersifat tidak larut dalam air ataupun dalam air. Pada pemanasan dilakukan pada suhu rendah berfungsi mengeringkan endapan yang terdapat kertas saring. Kemudian dilanjutkan dengan pemijaran pada variasi suhu *annealing* 1000⁰C dan

1100⁰C selama 1 jam didalam *furnace*, agar pemurnian berlangsung sempurna dan menghilangkan air dan kotoran yang mudah menguap sehingga dihasilkan endapan silika berwarna putih.

Dari analisis difraktogram difraksi sinar X yang dilakukan terhadap dua sampel silika dengan suhu *annealing* masing-masing 1000⁰C dan 1100⁰C, didapatkan puncak-puncak intensitas pada sudut-sudut difraksi tertentu. Berdasarkan hasil penelitian, dari difraksi sinar X didapatkan bahwa abu tongkol jagung dengan suhu *annealing* 1100⁰C memiliki intensitas yang lebih tinggi dan tajam dibandingkan suhu *annealing* 1000⁰C disebabkan pada suhu *annealing* yang lebih tinggi silika yang didapatkan akan semakin kristalin. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian Berty Yoshita Putri (2011), bahwa semakin tinggi suhu yang diberikan maka didapatkan silika dengan intensitas lebih tinggi.

Sruktur kristal silika dari abu togkol jagung diperoleh dengan penentuan bidang hkl dari sudut puncak difraksi sinar X. Dari grafik didapatkan dua puncak dengan bidang hkl yaitu (1 1 1) dan (2 2 0) setelah dibandingkan dengan Gambar 11 diperoleh bahwa struktur kristal silika adalah struktur kubik intan sesuai didalam buku karangan Suryanarayana (1998) bahwa nilai-nilai $h^2 + k^2 + l^2$ pada struktur kubik intan: 3 8 11 16 19,...

Struktur kubik intan memiliki Struktur dasar unit selnya kubus berpusat muka (fcc), ditambah empat atom yang berada di dalam unit selnya masing-masing pada jarak $\frac{1}{4}$ diagonal dalam ruang dan empat titik sudutnya sepanjang diagonal ruang. Jadi ada delapan atom setiap unit sel. Untuk nilai parameter kisi digunakan Persamaan (5) sehingga didapatkan nilai parameter kisi (*a*) untuk kedua *annealing* 1000⁰C dan 1100⁰C yaitu 7,01 Å

Dari data XRD didapatkan nilai FWHM yang kemudian dapat dihitung ukuran kristal dengan menggunakan Persamaan *Scherrer*. Semakin tinggi suhu *annealing* yang diberikan semakin besar

pula nilai FWHM sehingga ukuran kristal yang terbentuk semakin kecil. Hal ini diperkuat dengan pola difraksi sinar X dimana ketika temperatur dinaikkan, puncak difraksi yang muncul semakin tinggi dan tajam.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diambil kesimpulan bahwa struktur abu tongkol jagung yaitu struktur kubik intan dengan parameter kisi (*a*) yaitu 7,01 Å. Hasil kharakterisasi XRD menunjukkan silika dengan suhu *annealing* 1100⁰C nilai intensitasnya lebih tinggi dari silika dengan suhu *annealing* 1000⁰C. Semakin tinggi suhu *annealing* maka akan didapatkan silika dengan intensitas yang lebih tinggi dan ukuran butir kristal silika yang lebih kecil. Ukuran butir kristal yang terkecil didapatkan pada suhu *annealing* 1100⁰C yaitu 11,38 nm dan ukuran ukuran butir ristal yang paling besar pada suhu *annealing* 1000⁰C yaitu 40,83 nm.

DAFTAR PUSTAKA

- Dian, Meylina. 2009. *Analisis Mikrostruktur Bahan Brass Alloy Cu-Zn dengan Metode Difraksi Sinar X(XRD)*. <http://eprints.undip.ac.id>. Diakses tanggal 20 April 2011.
- Ferry, Suyatno. 2008. *Aplikasi Radiasi Sinar-X di Bidang Kedokteran untuk Menunjang Kesehatan Masyarakat*. Kawasan Puspitek Serpong, Tangerang 15310: Banten Pusat Rekayasa Perangkat Nuklir-BATAN.
- Gusdinar, Tutus. *Analisis Gravimetri*. Kelompok Keilmuan Farkokimia Sekolah Farmasi Institut Teknologi Bandung.
- Hadiyawarman. dkk. 2008. *Fabrikasi Material Nanokomposit Superkuat, Ringan dan Transparan Menggunakan Metode Simple Mixing*. Jurnal Nanosains &

- Nanoteknologi Vol. 1 No.1, Februari 2008.
- Hasbiyanti, dkk. 2009. *Analisis Fasa Kristal Bahan Gelas Metalik Berbasis Zirkonium Antara Temperatur 410 °C-430 °C*. Jurnal Seminar Nasional Pascasarjana ITS 12 Agustus 2009.
- Kusminarto. 1992. *Pokok-Pokok Fisika Modern*. UGM: Jogjakarta.
- Mawardi, dkk. 2005. *Pengkajian Pengelolaan Tanaman Terpadu Jagung pada Lahan Kering Rawa lembak Sungai Aur Kabupaten Pasaman Barat*. Laporan Hasil Penelitaian BPTP Sumbar tahun 2005.
- Putri, Berty Yoshita. 2011. *Analisis Senyawa Silika Dalam Kulit Tebu Menggunakan XRD (Difraksi Sinar X)*. Padang: UNP.
- Okasatria Novyanto. 2008. *Dasar-Dasar Kristalografi pada Logam*. (<http://okasatria.blogspot.com/2008/05/dasar-dasar-kristalografi-pada-logam>). Diakses pada tanggal 25 Agustus 2010.
- Rahmawati, Risa. 2008. *Silicon Dioksida*. Hikmah ICMNS.
- Ria naris, Agitta. 2009. *Pembuatan Perangkat Lunak Penganalisis Data Difraksi Sinar-X Berbasis Microsotf Excel*. Jurnal Seminar Nasional ke-15 Teknologi dan Keselamatan PLTN serta Fasilitas Nuklir Surakarta, 19 November 2009.
- Richana, Nur dan Suarni. *Teknologi Pengolahan Jagung*. Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Pascapanen, Bogor Balai Penelitian Tanaman Serealia, Maros.
- Sirappa, M.P. 2003. *Prospek Pengembangan Sorgum di Indonesia sebagai Komoditas Alternative untuk Pangan, Pakan dan Industri*. Jurnal Litbang Pertanian 22 (4) hal. 137.
- Suryanarayana, C. 1998. *X-Ray Diffraction A Pratical Approach*. Washington: Washington State University.
- Suwitra, Nyoman. *Pengantar Fisika Zat Padat*. Departemen Pendidikan dan Kebudayaan Direktorat Jendral Pendidikan Proyek Pengembangan lembaga Pendidikan Tenaga Kependidikan Jakarta.