

**PENGARUH VARIASI HCI PADA PEMURNIAN SILIKA BERBASIS
BATU APUNG**

(Skripsi)

Oleh

JAYANTI PUSVITASARI



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
2018**

ABSTRAK

PENGARUH VARIASI HCl PADA PEMURNIAN SILIKA BERBASIS BATU APUNG

Oleh

JAYANTI PUSVITASARI

Telah dilakukan karakterisasi dan analisis mengenai sumber silika dari batuan alam batu apung dengan metode ekstraksi dan divariasikan HCl 1M dan 2M. Sampel berupa batu apung dipreparasi hingga berbentuk bubuk batu apung dan dikalsinasi pada suhu 400°C selama 4 jam. Digunakan tiga tahapan dalam mendapatkan silika murni yakni ekstraksi silika menggunakan NaOH, titrasi silika menggunakan H₂SO₄, dan pemurnian silika dengan HCl. Serbuk hasil pemurnian dikalsinasi pada suhu 800°C. Dilakukan karakterisasi XRD (X-Ray Diffraction) dan SEM-EDS (Scanning Elektron Microscopy - Energy Dispersive Spectrometry) untuk sampel setelah dan sebelum pemurnian untuk mengetahui struktur fasa dan mikrostruktur serta kandungan serbuk batu apung. Pola difraksi hasil XRD berbentuk amorf yang terdominasi oleh SiO₂ dengan beberapa puncak kristal merupakan senyawa oksida selain SiO₂ untuk material awal dan fasa kristal anortit pada variasi HCl 1M dan 2M. Hal ini terkonfirmasi dengan hasil EDS yang menunjukkan kandungan silika memiliki persentase tertinggi yaitu 65,88% untuk material awal, 67,83% untuk variasi HCL 1M dan 69,63% untuk variasi HCl 2M setelah pemurnian. Sedangkan hasil SEM teridentifikasi mikrostruktur untuk material awal memiliki batas antar butoir yang jelas dan tidak sepenuhnya homogen yang merupakan indentifikasi sampel dalam keadaan amorf, sedangkan sampel setelah pemurnian hasil mikrostruktur terlihat ukuran butir yang tidak homogen, batas antar butir yang tidak jelas dan terjadi alomerasi (penggumpalan) yang juga merupakan indentifikasi sampel dalam keadaan amorf.

Kata kunci: batu apung, silika, pemurnian, dan mikrostruktur.

ABSTRACT

INFLUENCE OF HCl VARIATION IN SILICA PURIFICATION BASED ON APUNG

By

JAYANTI PUSVITASARI

Silica from pumice natural rock was extracted by varying HCl of 1M and 2M. Firstly, pumice was heated to 400°C for 4 hours to activate the component of material. Three steps were used in obtaining pure silica. Silica extraction by using NaOH, silica titration by using H₂SO₄, and purification silica with HCl. The purified powder was calcined at 800°C. The characterization of XRD (X-Ray Diffraction) and SEM-EDS (Scanning Elektron Microscopy - Energy Dispersive Spectrometry) were performed for samples after and before purification to know the phase structure and microstructure and pumice powder content. The XRD results was show diffraction pattern of the amorphous shaped SiO₂ with some crystalline peaks is an other oxide compound than SiO₂ for the starting material, and an anorite crystal phase in the HCl 1M and 2M variations. This is confirmed by EDS results what showing the silica content has the highest percentage of 65.88% for the raw material, 67.83% for HCl 1M and 69.63% for HCl 2M variation after purification. While the SEM results identified the microstructure for the raw material has a clear but not entirely homogeneous that is the identification of the sample in an amorphous state, whereas the sample after purification of the microstructural result shows non-homogeneous grain size, unclear grain boundary boundaries and an agglomeration which is also the identification of the sample in an amorphous state.

Keywords : *pumice, silica, purification, and microstructure.*

**PENGARUH VARIASI HCI PADA PEMURNIAN SILIKA
BERBASIS BATU APUNG**

Oleh

JAYANTI PUSVITASARI

Skripsi

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

Pada

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



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2018**

Judul Skripsi

**: PENGARUH VARIASI HCI PADA
PEMURNIAN SILIKA BERBASIS BATU
APUNG**

Nama Mahasiswa

: Jayanti Pusvitasari

Nomor Pokok Mahasiswa

: 1217041023

Jurusan

: Fisika

Fakultas

: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



1. Komisi Pembimbing

Pembimbing I

Pembimbing II

Prof. Posman Manurung, Ph.D.

NIP.19590308 199103 1 001

Dry. Pulung Karo-Karo, M.Si.

NIP. 19610723 198603 1 003

2. Ketua Jurusan Fisika

Arif Surtano, S.Si., M.Si., M.Eng

NIP. 19710909 200012 1 001

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

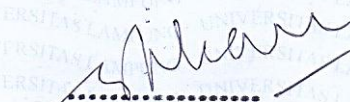
Ketua

: Prof. Posman Manurung, Ph.D.



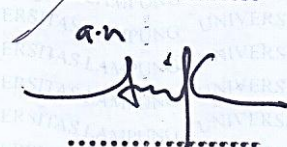
Sekretaris

: Drs. Pulung Karo-Karo, M.Si.



Penguji Utama

: Dr. Yanti Yulianti, M.Si.



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Prof. Warsito, D.E.A., Ph.D.

NIP. 197102121995121001



Tanggal Lulus Ujian Skripsi: 07 Juni 2018

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah dilakukan orang lain dan sepengetahuan saya tidak ada karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan oleh orang lain kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini sebagaimana disebutkan dalam daftar pustaka. Selain itu, saya menyatakan pula bahwa skripsi ini dibuat oleh saya sendiri.

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

Bandar Lampung, Juni 2018



Jayanti Pusvitasari
NPM. 1217041023

RIWAYAT HIDUP

Penulis yang bernama lengkap Jayanti Pusvitasari, dilahirkan di Gisting pada tanggal 04 Juni 1994. Penulis merupakan anak Kedua dari tiga bersaudara dari pasangan Bapak Alm. Kasirin dan Ibu Amin Munawaroh. Penulis menyelesaikan pendidikan Taman Kanak-Kanak di RA. Mathla'ul Anwar pada tahun 2000 dan dilanjutkan Sekolah Dasar (SD) di Madrasah Ibtidaiyah Mathla'ul Anwar yang diselesaikan pada tahun 2006. Tahun 2009 penulis menyelesaikan Sekolah Menengah Pertama (SMP) di MTs. Mathla'ul Anwar, sedangkan pendidikan Sekolah Menengah Atas (SMA) di MA. Mathla'ul Anwar diselesaikan pada tahun 2012.

Penulis diterima di Jurusan Fisika Universitas Lampung melalui jalur SNMPTN undangan atau tanpa tes tahun 2012. Selama menempuh pendidikan, penulis pernah menjadi asisten Fisika Dasar I, Sains Dasar Fisika, Fisika Eksperimen dan Fisika Inti. Tahun 2015 penulis melaksanakan praktek kerja lapangan (PKL) di Krakatau Steel (KS) Persero Tbk. Cilegon Banten. Penulis juga melakukan pengabdian masyarakat dengan mengikuti program Kuliah Kerja Nyata (KKN) Universitas Lampung tahun 2016 di Desa Mulyo Dadi Kecamatan Rawa Pitu Kabupaten Tulang Bawang Provinsi Lampung. Dalam bidang organisasi penulis pernah menjadi anggota bidang kaderisasi HIMAFI (Himpunan Mahasiswa Fisika) periode 2013-2014, anggota HLPM BEM FMIPA Unila (2013-2014), dipercaya sebagai Bendahara Bidang Kesekretariatan ROIS (2013-2014), dan Sekretaris Umum HIMAFI (Himpunan Mahasiswa Fisika) (2014-2015). Tidak hanya dalam organisasi, penulis juga pernah mengikuti beberapa pelatihan seperti Pelatihan Kepemimpinan Manajemen Islam Tingkat Dasar (LKMI-TD) pada tahun 2013, Karya Wisata Ilmiah yang diadakan pada tahun 2013, Workshop

Karya Tulis Ilmiah yang diadakan tahun 2012, Seminar Fisika Ekspotahunan XII “Peran

Instrumentasi Elektronika dalam Perkembangan Sistem Otomasi” di tahun 2013, Seminar Nasional Matematika “Matematika Untuk Indonesia Bebas Korupsi” pada tahun 2014, Sosialisasi Pancasila, Undang-Undang Dasar Negara Republik Indonesia Tahun 1945, Negara Kesatuan Republik Indonesia, dan Bhenka Tunggal Ika dengan metode outbound di tahun 2014, Seminar Nasional FIESTA XIV “Perkembangan Teknologi Nuklir” pada tahun 2015. Penulis juga pernah dianugrahi penghargaan sebagai Generasi Muda HIMAFI (Himpunan Mahasiswa Fisika) TERAKTIF pada tahun 2013, dan Pengurus HIMAFI (Himpunan Mahasiswa Fisika) TERAKTIF pada tahun 2014.

PERSEMBAHAN

Alhamdulillah segala puji hanya milik Allah SWT, syukur atas kemurahan dan kasih sayang yang telah diberikan tanpa ada batasnya melalui orang-orang hebat disekeliling ku, kupersembahkan karya ini kepada:

Kedua orang tuaku: **Alm. Bapak KASIRIN dan Ibu AMIN MUNAWAROH**
Orang tua paling hebat yang kumiliki

Almamater Tercinta **FISIKA FMIPA UNILA**

Semoga bermanfaat

MOTTO

 **HANYA DIRIMU YANG DAPAT MENGUBAH KEADAAN MU**

 **ALWAYS BE GOOD PERSON EVERYTIME AND EVERYWHERE**

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah memberikan karunia, rahmat serta hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “**Pengaruh Variasi HCl pada Pemurnian Silika Berbasis Batu Apung**”.

Penekanan skripsi ini adalah untuk mengetahui struktur fasa serta pengaruh penamahan HCl pada persentase pemurnian silika dari batu apung. Penelitian ini merupakan studi awal terkait ekstraksi silika murni dari batu apung.

Penulis menyadari dalam penyajian skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari berbagai pihak demi perbaikan dan penyempurnaan skripsi ini. Akhir kata, semoga skripsi ini dapat menjadi rujukan untuk penelitian selanjutnya agar lebih sempurna dan dapat memperkaya khasanah ilmu pengetahuan.

Bandar Lampung, Juni 2018

Jayanti Pusvitasari

SANWACANA

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT yang telah memberikan karunia, rahmat serta hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “**Pengaruh Variasi HCl pada Pemurnian Silika Berbasis Batu Apung**”. Terwujudnya skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak yang telah membantu penulis. Dengan segala kerendahan hati dan rasa hormat, penulis menghaturkan terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Posman Manurung, Ph.D. sebagai pembimbing pertama, yang telah banyak memberikan bimbingan, fasilitas, motivasi, masukan serta ilmunya dibidang akademik maupun non akademik.
2. Bapak Drs. Pulung Karo-Karo, M.Si. atas masukan dan kesediaannya menjadi pembimbing kedua.
3. Ibu Dr. Yanti Yulianti, M.Si. atas kesediannya sebagai penguji.
4. Bapak Prof. Warsito, D.E.A, Ph.D. selaku pembimbing akademik sekaligus Dekan FMIPA yang banyak memberikan koreksi, saran dan direpotkan selama proses kuliah penulis
5. Bapak Arif Surtono, S.Si., M.Si., M..Eng. selaku Ketua Jurusan.
6. Bapak Alm. Kasirin dan Ibu Amin Munawaroh atas segalanya serta Dwi Indah Wati, dan M. Ihza Affandy Perdana atas doanya.
7. Nurqori Setiawati dan Triana Sari sebagai tim penelitian atas bantuan dan kerjasamanya.
8. Sahabat-sahabat: Riandini Pratiwi, Aprianto Suprio Giri, Giri Amirul Mukminin, Dede Iswadi, Nurqori Setiawati, Novie Ria Sari.
9. Kakak, teman dan adikku: Izdiha Rolina Shofa’a, Abdullah Haris, Siti Rokayah, Mona Alгатama Putri Fatma, Diah Pus Pita Sari, Jovizal Aristian, M. Rizalul Wahid, Megawati, Erasri Yuni Suhesti, Novita Sari, Mutia Utari.

10. Teman-teman angkatan 2012 atas segala bantuan dan kekeluargaan yang tercipta serta adik-adik angkatan 2013, 2014, 2015 dan 2016.
11. Semua pihak yang tidak bisa penulis sebutkan satu-persatu, yang telah membantu penulis selama menyelesaikan tugas akhir.

Semoga Allah SWT selalu membalas dengan hal yang lebih baik atas segala hal yang telah diberikan kepada penulis.

Bandar Lampung, Juni 2018

Jayanti Pusvitasari

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
HALAMAN JUDUL	iii
HALAMAN PERSETUJUAN	iv
HALAMAN PENGESAHAN	v
PERNYATAAN	vi
RIWAYAT HIDUP	vii
PERSEMBAHAN	ix
MOTTO	x
KATA PENGANTAR	xi
SANWACANA	xii
DAFTAR ISI	xiv
DAFTAR GAMBAR	xvi
DAFTAR TABEL	xviii
 I. PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	3
C. Tujuan Penelitian	4
D. Batasan Masalah	4
E. Manfaat Penelitian	4
 II. TINJAUAN PUSTAKA	
A. Batuan dan <i>Pumice</i>	6
B. SiO ₂ (Silika)	11
C. Metode Ekstraksi	14
D. X-Ray Diffraction (XRD)	17
E. Scanning Electron Microscopy - Energy Dispersive Spectrometry (SEM - EDS)	21

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian	25
B. Alat dan Bahan Penelitian	25
C. Prosedur Penelitian	26
D. Diagram Alir Penelitian	29

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Preparasi Sampel	32
B. Hasil Sintesis Silika (SiO ₂) Batu Apung	33
C. Hasil Karakterisasi	34

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan	51
B. Saran	52

DAFTAR PUSTAKA	53
-----------------------------	-----------

LAMPIRAN	57
-----------------------	-----------

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar	
2.1 Siklus batuan	7
2.2 Bentuk batu apung pantai Pasir Putih Lampung Selatan	9
2.3 Batu apung yang terapung dalam air	10
2.4 Struktur kristal silika	12
2.5 Bentuk kristal silika (a) crystobalite, (b) tridymite, (c) quartz.....	13
2.6 Skema difraksi sinar-X oleh atom dalam kristal	19
2.7 Skema kerja alat SEM/EDS	22
2.8 Sinyal hasil interaksi berkas elektron dengan sampel	24
3.1 Diagram alir preparasi sampel	30
3.2 Diagram alir ekstraksi silika	30
3.3 Diagram alir titrasi silika	31
3.4 Diagram alir pemurnian silika	31
4.1 Hasil preparasi batu apung menjadi bubuk batu apung	32
4.2 Hasil setiap tahapan pemurnian silika batu apung (a) hasil ekstraksi, (b) hasil titrasi, (c) hasil pemurnian	34
4.3 Grafik hasil karakterisasi XRD bahan awal	35
4.4 Grafik hasil karakterisasi XRD sampel HCl 150 ml (1M) setelah proses ekstraksi	37
4.5 Deret Bowl	40
4.6 Grafik hasil karakterisasi XRD sampel HCl 300 ml (2M) setelah proses ekstraksi	41
4.7 Grafik hasil karakterisasi XRD perbandingan ketiga sampel	43
4.8 Hasil karakterisasi SEM. (a) Sampel pertama raw material. (b) Sampel ke-2 dengan variasi HCl 1M. (c) Sampel ke-3 dengan variasi HCl 2M ...	44

4.9 Hasil analisis EDS sampel pertama	46
4.10 Hasil analisis EDS sampel kedua	47
4.11 Hasil analisis EDS sampel ketiga	49

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel	
2.1 Komposisi kimia batu apung.....	10
2.2 Jenis-jenis kristal utama silika (SiO ₂)	13
4.1 Perbandingan data sampel pertama material awal dengan data standar PCPDFWIN	36
4.2 Perbandingan data sampel kedua setelah ekstraksi HCl 1M dengan data standar PCPDFWIN 41-1486	38
4.3 Perbandingan data sampel ketiga setelah ekstraksi HCl 2M dengan data standar PCPDFWIN 41-1486	42
4.4 Hasil analisis kuantitatif senyawa oksida sampel pertama	47
4.5 Hasil analisis kuantitatif senyawa oksida sampel kedua	48
4.6 Hasil analisis kuantitatif senyawa oksida sampel ketiga	50

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Beberapa daerah di Indonesia memiliki gunung berapi aktif dan pernah meletus sebelumnya, salah satunya adalah gunung Krakatau yang berada diantara pulau Sumatra dan pulau Jawa tepatnya di Selat Sunda. Salah satu letusan terbesar sepanjang sejarah letusan gunung berapi adalah gunung Krakatau yang letusannya terjadi pada tahun 1883 dan dapat terdengar sampai jarak 4600 km dari pusat letusan (Keys, 1999).

Saat gunung berapi meletus menumpahkan lava dan bertemu dengan suhu yang lebih rendah maka akan terbentuk beberapa batuan dari proses tersebut, salah satu batuan yang akan terbentuk dari kejadian tersebut adalah batu apung. Pada prosesnya batu apung terbentuk ketika lava panas dari dalam bumi meluap keluar dan bertemu dengan udara bebas kemudian akan membeku dengan cepat (Noor, 2009).

Batu apung merupakan lava berbuih terpadatkan yang tersusun atas piroklastik kaca yang amat mikrovessikuler dengan dinding batuan beku gunung berapi ekstrusif yang bergelembung, amat tipis dan tembus cahaya dan merupakan produk umum letusan gunung berapi dan umumnya berbentuk zona-zona di bagian atas lava silikat. Kegunaan dari batu apung

antara lain sebagai bahan baku pembuatan logam, bata ringan, bata tahan api, bahan cat, bahan plester, industri keramik, bahan baku amplas dan masih banyak lagi (Kumalawati dkk, 2013).

Dalam beberapa penelitian yang dilakukan oleh Gaggino pada tahun 2006 terdapat beberapa kandungan dalam batu apung yakni seperti Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , Na_2O , K_2O , MgO , LOI dan SiO_2 atau silika. Silika merupakan bahan kimia yang pemanfaatannya cukup luas dalam berbagai bidang. Contoh pemanfaatan potensi silika yakni bahan baku alternatif pembuatan silika gel (Laksmono, 2002). Silika dapat dievaluasi sebagai bahan baku untuk aplikasi sejumlah besar produk. Salah satu contohnya ialah sebagai bahan baku produk yang merupakan material anorganik, yang terdiri dari unsur-unsur logam dan non logam yang berkaitan secara kovalen. Dalam dunia industri banyak sekali digunakan silika baik sebagai produk akhir maupun sebagai penunjang proses industri (Prastikharisma dan Setiawan, 2010).

Pemanfaatannya untuk berbagai keperluan dengan berbagai ukuran tergantung aplikasi yang dibutuhkan seperti dalam industri ban, karet, gelas, semen, beton, keramik, tekstil, kertas, kosmetik, elektronik, cat, film, pasta gigi, adsorben, dan lain-lain (Kirk dan Othmer, 1984; Sun dan Gong, 2001). Selain itu juga telah banyak digunakan dalam penyulingan minyak sayur, produk farmasi, deterjen, perekat, dan keramik (Brinker dan Scherer, 1990; Iler, 1979; Proctor dkk, 1995). Beberapa sifat silika yang terdapat di dalam batu apung dapat mendukung dalam pengaplikasiannya seperti sifat amorf, ukuran yang sangat halus dan kereaktifannya (Ersoy dkk, 2010).

Cukup mudah mendapatkan batu apung terutama dilingkungan sekitar pantai provinsi Lampung karena sejarah tempat meletusnya gunung Krakatau yang dapat menjadi salah satu sumber terdapatnya banyak batuan beku berongga ini di lingkungan pantai, seperti yang kami ambil contoh batu apung dari pantai Pasir Putih Lampung Selatan.

Selain merupakan tempat wisata, di pantai Pasir Putih Lampung Selatan terdapat cukup banyak batu apung yang dengan mudah didapatkan, namun dewasa ini penelitian mengenai sumber silika terbatas dari dedaunan dan pasir pantai, dan belum adanya pemanfaatan silika dari batu apung. Selama ini batu apung hanya diambil dan dihancurkan secara kasar tanpa ada perlakuan khusus kemudian digunakan sebagai percampuran bahan batu beton, atau penyulingan air, dan campuran aspal jalan, tanpa memperhatikan secara teliti kandungan didalamnya. Penelitian silika pada batu apung belum ada pada tahap memperoleh silika murni terutama di Indonesia.

Oleh karena itu dalam penelitian ini disintesis batu apung untuk mendapatkan silika murni asal Lampung Selatan dengan metode ekstraksi dan selanjutnya dianalisis struktur fasa, mikrostruktur dan kandungan bahan dengan menggunakan XRD dan SEM-EDS.

B. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang dan masalah yang telah dikemukakan, dibuat rumusan masalah:

1. Apa saja struktur fasa yang terbentuk dalam bubuk silika batu apung?
2. Bagaimana mikrostruktur dari silika batu apung?
3. Seberapa banyak persentase silika pada batu apung asal pantai Pasir Putih Lampung Selatan?

C. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian sintesis dan karakterisasi silika dari batu apung pantai Pasir Putih Lampung Selatan yakni:

1. Mensintesis bahan baku silika dari batu apung dengan variasi HCl 1M dan 2M.
2. Mengetahui mikrostruktur silika dan kandungan dari batu apung.
3. Mengetahui struktur fasa dari batu apung.

D. Batasan Masalah

Pada penelitian ini akan dilaksanakan pengujian dan pengamatan dengan penekanan kepada:

1. Batu apung yang akan digunakan berasal dari pantai Pasir Putih Lampung Selatan.
2. Sampel uji berupa batu apung yang akan dihaluskan dan diekstrak silikanya dengan metode ekstraksi, dan kalsinasi selama 24 jam dengan suhu 800°C.
3. Silika yang didapat akan diuji karakteristiknya dengan XRD dan SEM-EDS.

E. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat yang diharapkan melalui penelitian ini adalah sebagai:

1. Dapat mensintesis bahan baku silika dari bahan alam batu apung dengan variasi HCl.
2. Dapat mengetahui mikrostruktur silika dan kandungan dari bahan alam batu apung.
3. Dapat mengetahui struktur fasa dari bahan alam batu apung.

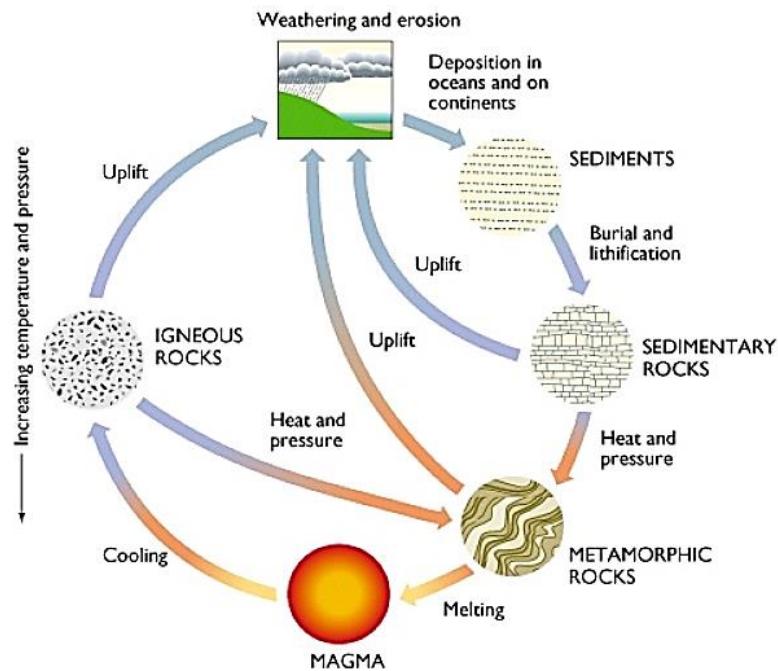
II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Batuan dan Batu Apung (*Pumice*)

Batuan adalah kumpulan dari mineral sejenis atau tak sejenis yang terikat secara gembur ataupun padat. Bedanya dengan mineral, batuan tidak memiliki susunan kimiawi yang tetap, biasanya tidak homogen. Batuan mempunyai komposisi mineral, sifat-sifat fisik, dan umur yang beraneka ragam. Jarang sekali batuan yang terdiri dari satu mineral, namun umumnya merupakan gabungan dari dua mineral atau lebih. Batuan tidak perlu padat dan keras dan biasanya merupakan agregat-agregat yang berukuran cukup besar, tetapi dapat pula dalam ukuran yang cukup kecil atau tersusun oleh benda gelas saja (Noor, 2009).

Batuan dari segi asal dan keterdapatannya di lapangan dapat digolongkan menjadi 3 golongan besar, yaitu batuan beku, batuan sedimen, dan batuan metamorf. Perkembangan batuan mengikuti suatu siklus/daur batuan. Siklus batuan adalah satu set proses dimana material bumi berubah dari satu bentuk ke bentuk lainnya dan terjadi akibat interaksi antara lempeng tektonik dan siklus hidrologi (Das, 2010).

Siklus batuan yang secara sederhana dapat dilihat dalam Gambar 2.1



Weathering and erosion = pelapukan dan pengikisan

Sediments = endapan

Sedimentary rocks = batuan sedimen

Metamorphic rocks = perubahan bentuk batu

Igneous rock = batuan beku

Melting = peleburan

Gambar 2.1 Siklus batuan (Noor, 2009).

Gambar 2.1 merupakan gambar siklus dari batuan, dalam siklus tersebut, batuan beku terbentuk sebagai akibat dari pendinginan dan pembekuan magma. Pendinginan magma yang berupa lelehan silikat, akan diikuti oleh proses penghabluran (perubahan wujud zat, dari gas menjadi padat) yang dapat berlangsung di bawah atau di atas permukaan bumi melalui erupsi gunung berapi. Kelompok batuan beku tersebut, apabila kemudian tersingkap di permukaan, maka ia akan bersentuhan dengan atmosfer dan hidrosfir, yang menyebabkan berlangsungnya proses pelapukan (Noor, 2009).

Melalui proses ini batuan akan mengalami penghancuran. Selanjutnya, batuan yang telah dihancurkan ini akan berpindah dari tempatnya terkumpul karena adanya gaya berat yang dibantu dengan adanya air yang mengalir di atas dan di bawah permukaan, angin yang bertiup, gelombang di pantai dan gletser di pegunungan-pegunungan yang tinggi. Media pengangkut tersebut juga dikenal sebagai alat pengikis, yang dalam prosesnya berupaya untuk meratakan permukaan bumi. Bahan-bahan yang diangkutnya baik itu berupa fragmen-fragmen atau bahan yang larut, kemudian akan diendapkan di tempat-tempat tertentu sebagai sedimen (Noor, 2009).

Proses berikutnya adalah terjadinya ubahan dari sedimen yang bersifat lepas, menjadi batuan yang keras, melalui pembebanan dan perekatan oleh senyawa mineral dalam larutan, dan kemudian disebut batuan sedimen. Apabila terhadap batuan sedimen ini terjadi peningkatan tekanan dan suhu sebagai akibat dari penimbunan dan atau terlibat dalam proses pembentukan pegunungan, maka batuan sedimen tersebut akan mengalami ubahan untuk menyesuaikan dengan lingkungan yang baru, dan terbentuk batuan malihan atau batuan metamorfis. Apabila batuan metamorfis ini masih mengalami peningkatan tekanan dan suhu, maka ia akan kembali leleh dan berubah menjadi magma.

Panah-panah dalam Gambar 2.1, menunjukan bahwa jalannya siklus dapat terganggu dengan adanya jalan-jalan pintas yang dapat ditempuh, seperti dari batuan beku menjadi batuan metamorfis, atau batuan metamorfis menjadi sedimen tanpa melalui pembentukan magma dan batuan beku.

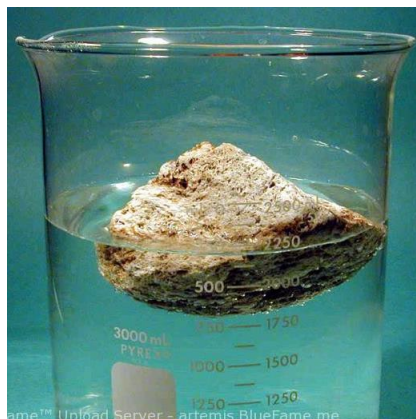
Batuan sedimen dilain pihak dapat kembali menjadi sedimen akibat tersingkap ke permukaan dan mengalami proses pelapukan (Noor, 2009)

Batu apung adalah salah satu batuan yang tergolong dalam batuan beku ekstrusif vesikular yang terdiri dari fragmen kaca yang sangat berpori. Umumnya, batu apung tidak memiliki struktur kristal dan dengan komponen utama yang terkandung didalamnya adalah SiO_2 , Al_2O_3 dan Fe_2O_3 (Ersoy dkk, 2010). Bentuk dari batu apung dapat dilihat seperti pada Gambar 2.2



Gambar 2.2 Bentuk batu apung pantai pasir Putih Lampung Selatan

Bentuk umum batu apung dapat dilihat pada Gambar 2.2 yang berbentuk dominan bulat dan berongga serta berwarna keabu-abuan. Sedangkan Gambar 2.3 akan memperlihatkan bahwa batu apung memiliki nilai densitas yang rendah dibanding air sehingga dapat terapung didalam air.



Gambar 2.3 Batu apung yang terapung dalam air

Batu apung memiliki banyak karakteristik berbeda seperti porositas tinggi (volume pori hingga 85%), kepadatan rendah, luas permukaan spesifik yang besar, inersia kimia dan batu apung merupakan material yang ramah lingkungan (Veliev dkk, 2006). Berdasarkan penelitian yang dilakukan Gagino pada tahun 2006 komposisi kimia yang terdapat pada batu apung dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Komposisi kimia batu apung (Gagino, 2006).

Komposisi	Berat (%)
SiO ₂	59,00
Al ₂ O ₃	16,60
Fe ₂ O ₃	04,80
CaO	01,80
Na ₂ O	05,20
K ₂ O	05,40
MgO	01,80
LOI	01,60

Catatan : LOI (*lose on ignition*)

Pada Tabel 2.1 terlihat bahwa kandungan silika atau SiO₂ yang paling banyak di atas 50%, Al₂O₃ tidak mencapai 20%, sedangkan unsur lainnya seperti Fe₂O₃, CaO, Na₂O, K₂O, MgO, dan LOI tidak lebih dari 10%.

B. SiO₂ (Silika)

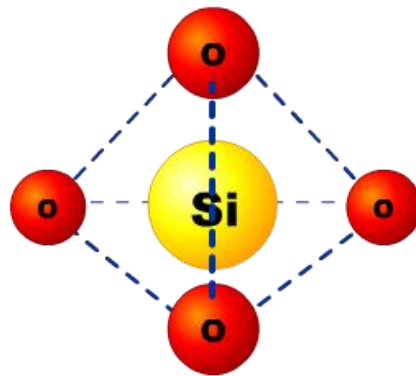
Senyawa kimia silikon dioksida yang dikenal dengan nama silika merupakan oksida silikon dengan rumus kimia SiO₂. Bahan kimia silika memiliki pemanfaatan dan aplikasi yang sangat luas mulai dari bidang elektronik, mekanis, medis, seni hingga bidang-bidang lainnya. Salah satu pemanfaatan serbuk silika yang cukup luas adalah sebagai penyerap kadar air diudara sehingga memperpanjang masa simpan bahan dan sebagai bahan campuran untuk membuat keramik seni (Sitorus, 2009). Silika juga merupakan salah satu unsur hara yang dibutuhkan tanaman, dimana silika merupakan unsur kedua terbesar dikerak bumi, dan sebagian besar silika terdapat didalam tanah (Warta Penelitian dan Pengembangan Pertanian, 2010).

Silika secara alami terkandung dalam pasir, kerikil, dan batu-batuan. Senyawa ini merupakan bahan baku untuk memproduksi gelas dan keramik. Silika adalah senyawa oksida yang sangat melimpah ketersediaannya di alam. Senyawa ini terdapat dalam bentuk amorf (tak beraturan) atau polimerfisme kristal (bentuk kristal yang berbeda-beda) (Hindryawati dan Alimudin, 2010). Dari hasil penelitian menunjukkan perubahan silika amorf menjadi fasa kristal terjadi pada pemanasan dengan temperatur 900°C (Sugita,1993).

Silika memiliki sifat hidrofilik (dapat menyerap air) atau hidrofobik (tidak dapat menyerap air) sesuai dengan struktur atau morfologinya serta silika juga bersifat inert dan transparan (Taslimah, 2005). Selain itu juga bersifat

non konduktor, memiliki ketahanan terhadap oksidasi dan degradasi thermal yang baik (Hildayati, 2009). Secara teoritis, unsur silika mempunyai sifat menambah kekuatan lentur adonan produk dan kekuatan adonan produk. Penguatan badan produk terjadi karena adanya pengisian ruang kosong yang ditinggalkan akibat penguapan dari proses pembakaran adonan dengan lebur silika sedemikian rupa sehingga produk menjadi lebih rapat (Hanafi dan Nanang, 2010).

Atom silikon dapat membentuk empat ikatan secara serentak tersusun secara tetrahedral. Unsur Si mengkristal dengan struktur kubus berpusat dimuka. Pada bagian dalam terdapat atom Si terikat pada empat atom O dan tiga atom O terikat pada dua sisi atom Si. Penyusunan struktur tersebut meluas menjadi jaringan yang sangat besar (Petrucchi, 1987). Struktur silika tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.4

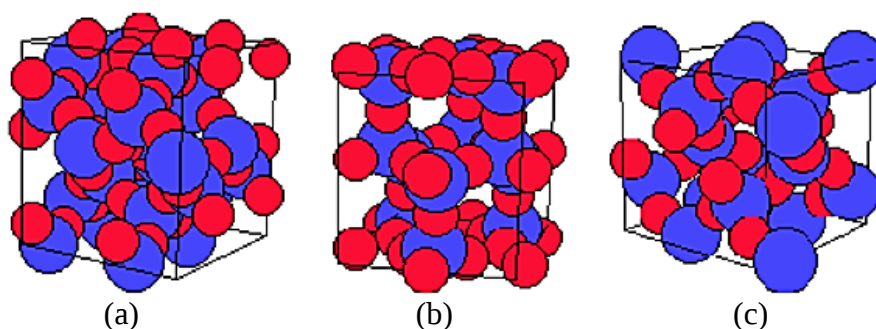


Gambar 2.4 Struktur kristal silika (Dobkin,1992).

Dalam mineral silika terdapat tiga jenis kristal yaitu *crystobalite*, *tridymite*, dan *quartz* seperti pada Tabel 2.2 dan Gambar 2.5.

Tabel 2.2 Jenis-jenis kristal utama silika (SiO₂)

Jenis kristal	Rentan stabilitas (°C)	Struktur	Kerapatan (kg/m ³)
<i>Crystobalite</i>	> 1470 – 1723	β - (kubik)	2210
		α - (tetragonal)	2330
<i>Tridymite</i>	870 – 1470	β - (heksagonal)	2330
		-	-
<i>Quartz</i>	< 570 – 870	α - (otorhombik)	2300
		β - (heksagonal)	2270
		α - (trigonal)	2650



Warna merah = O, warna biru = Si .

Gambar 2.5 Bentuk kristal silika (a) *crystobalite*, (b) *tridymite*, (c) *quartz* (Shriver, 1999).

Adapun pemanfaatan silika berdasarkan dari penelitian yang telah dilakukan dengan menggunakan sekam padi yaitu untuk pembuatan keramik, zeolit sintesis, katalis, dan berbagai jenis komposit organik-anorganik (Suka dkk, 2008), sebagai bahan penunjang industri (Prastikharisma dkk, 2010). Selain dalam produk olahan, silika juga telah dimanfaatkan secara langsung untuk pemurnian minyak sayur melalui proses pemucatan, sebagai aditif dalam produk farmasi dan deterjen, sebagai fase diam dalam kolom kromatografi, bahan pengisi (filter) polimer dan sebagai adsorben (Taslimah dkk, 2005).

C. Metode Ekstraksi

Prinsip dasar ekstraksi adalah melarutkan senyawa polar dalam pelarut polar dan senyawa non-polar dalam pelarut non-polar. Serbuk simplisia atau bahan yang belum mengalami pengolahan apapun yang kemudian diekstraksi berturut-turut dengan pelarut yang berbeda polaritasnya (Harbone, 1996). Proses ekstraksi merupakan penarikan zat pokok yang diinginkan dari bahan mentah dengan menggunakan pelarut yang dipilih dengan zat yang diinginkan larut (Voight, 1994).

Menurut Darwis (2000), ada beberapa metode ekstraksi senyawa yang umum digunakan, diantaranya adalah:

1. Maserasi

Maserasi merupakan proses perendaman sampel dengan pelarut organik yang digunakan pada suhu ruangan.

Proses ini sangat menguntungkan dalam isolasi senyawa bahan alam karena dengan perendaman sampel tumbuhan akan terjadi pemecahan dinding dan membran sel akibat perbedaan tekanan di dalam dan di luar sel, sehingga metabolit sekunder yang ada dalam sitoplasma akan terlarut dalam pelarut organik dan ekstraksi senyawa akan sempurna karena dapat diatur lama perendaman yang digunakan.

Pemilihan pelarut untuk proses maserasi akan memberikan efektivitas yang tinggi dengan memperhatikan kelarutan senyawa bahan alam pelarut tersebut.

2. Perkolasi

Perkolasi merupakan proses melewati pelarut organik pada sampel sehingga pelarut akan membawa senyawa organik bersama-sama pelarut. Efektivitas dari proses ini hanya akan lebih besar untuk senyawa organik yang sangat mudah larut dalam pelarut yang digunakan. Keuntungan dari metode ini adalah tidak diperlukannya proses pemisahan ekstrak sampel, sedangkan kerugiannya adalah selama proses tersebut, pelarut menjadi dingin sehingga tidak melarutkan senyawa dari sampel secara efisien.

3. Sokletasi

Sokletasi merupakan proses ekstraksi yang menggunakan pelarutan berulang dan pemanasan. Penggunaan metode sokletasi adalah dengan cara memanaskan pelarut hingga membentuk uap dan membasahi sampel. Pelarut yang sudah membasahi sampel kemudian akan turun menuju labu pemanasan dan kembali menjadi uap untuk membasahi sampel, sehingga penggunaan pelarut dapat dihemat karena terjadi sirkulasi pelarut yang selalu membasahi sampel. Proses ini sangat baik untuk senyawa yang tidak terpengaruh oleh panas.

4. Destilasi uap

Destilasi uap merupakan suatu metode pemisahan bahan kimia berdasarkan perbedaan kecepatan atau kemudahan menguap (volatilitas) bahan. Proses destilasi uap lebih banyak digunakan untuk senyawa organik yang tahan terhadap suhu tinggi, yang lebih tinggi dari

titik didih pelarut yang digunakan. Pada umumnya lebih banyak digunakan untuk minyak atsiri. Keuntungan dari metode ini antara lain adalah kualitas ekstrak yang dihasilkan cukup baik, suhu dan tekanan selama proses ekstraksi dapat diatur serta waktu yang diperlukan singkat.

5. Pengempasan

Pengempasan merupakan metode pemisahan dengan menggunakan tekanan untuk mendesak suatu bahan yang akan diekstrak dengan alat pengepres. Metode ini lebih banyak digunakan dalam proses industri seperti pada isolasi senyawa dari buah kelapa sawit dan isolasi katekin dari daun gambir. Pada proses ini tidak menggunakan pelarut.

Maserasi merupakan salah satu metode ekstraksi yang dilakukan dengan cara merendam serbuk bahan dalam larutan penyari (pelarut). Metode ini digunakan untuk menyari zat aktif yang mudah larut dalam cairan penyari (pelarut), tidak mengembang dalam pelarut, serta tidak mengandung benzoin. Keuntungan dari metode ini adalah peralatannya mudah ditemukan dan pengerjaannya sederhana. Kerugian dari metode maserasi antara lain waktu yang diperlukan untuk mengekstraksi sampel cukup lama, cairan penyari (pelarut) yang digunakan lebih banyak, tidak dapat digunakan untuk bahan-bahan yang mempunyai tekstur keras seperti benzoin dan lilin (Sudjadi, 1986). Pembuatan ekstrak dengan metode maserasi mengikuti syarat yaitu bahan dihaluskan dengan cara dipotong-potong atau dibuat serbuk, kemudian

disatukan dengan bahan pengekstraksi (Voight, 1994). Metode ini tidak menggunakan pemanasan, sehingga zat aktif yang terkandung dalam bahan tidak rusak. Selama maserasi bahan disimpan ditempat yang terlindungi dari cahaya langsung untuk mencegah reaksi perubahan warna (Voight, 1994).

D. X-Ray Diffraction (XRD)

a. Pengertian XRD

Sinar-X terjadi jika suatu bahan ditembakkan dengan elektron dengan kecepatan dan tegangan yang tinggi dalam suatu tabung vakum. Elektron-elektron dipercepat yang berasal dari filamen (anoda) menumbuk target (katoda) yang berada dalam tabung sinar-X sehingga elektron-elektron tersebut mengalami perlambatan. Sebagian energi kinetik elektron pada filament diserahkan pada elektron target yang mengakibatkan ketidakstabilan elektron. Keadaan tidak stabil ini akan kembali pada kondisi normal dalam waktu 10^{-8} detik sambil melepaskan energi kinetik elektron dalam bentuk gelombang elektromagnetik dalam bentuk sinar yang disebut sinar-X primer (Cullity, 1978).

Sinar-X merupakan bentuk radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang $\lambda = 0,05 - 0,25$ nm yang mendeteksi jarak antar atom kristal (Smith, 1990). Dengan demikian, kristal dapat mendifraksikan sinar-X karena kristal tersusun atas atom-atom dalam ruang yang teratur dapat berperan sebagai pusat-pusat penghamburan untuk sinar-X dan panjang

gelombang sinar-X sama dengan jarak antar atom dalam kristal (Tipler, 1996).

b. Prinsip analisis XRD

X-Ray Diffraction (XRD) digunakan untuk mengetahui fasa kristalin meliputi transformasi struktur fasa, ukuran partikel bahan seperti kramik, komposit, polimer, dan lain-lain. Secara umum, pola difraksi mengandung informasi tentang simetri susunan atom, penentuan struktur bahan kristal amorf, orientasi kristal serta pengukuran berbagai sifat bahan. Sifat-sifat bahan tersebut diantaranya tegangan, vibrasi thermal, dan cacat kristal (Cullity, 1978).

Prinsip analisis XRD didasarkan pada atom-atom dalam suatu struktur bahan yang terdifraksi pada panjang gelombang tertentu pada sudut 2θ tertentu. Identifikasi struktur fasa yang ada pada sampel secara umum dilakukan dengan menggunakan standar melalui data base *Join Commite on Powder Diffraction Standar*, JCPDS (1996) *International Centre for Diffraction Data*, ICPDF (1978). Analisis kualitatif didasarkan pada intensitas dari sampel dibandingkan atau dicocokkan menggunakan standar internal maupun standar eksternal.

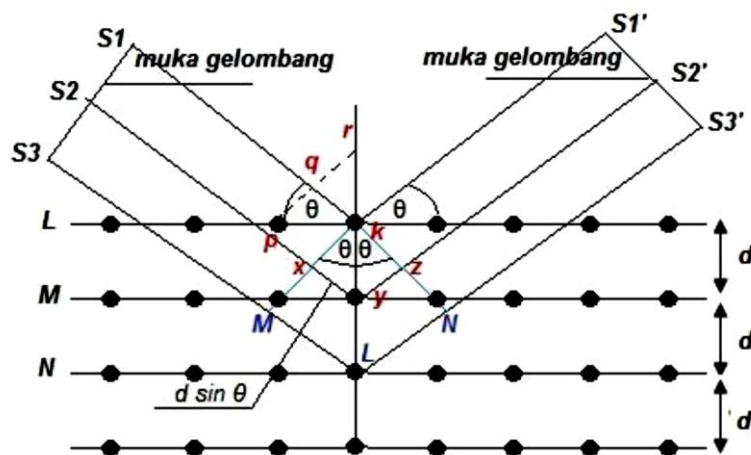
Sinar-X yang jatuh pada kristal akan didifraksikan, artinya sinar yang sefase akan saling menguatkan dan yang tidak sefase akan saling meniadakan atau melemahkan. Berkas yang terdifraksi tersebut dapat didefinisikan sebagai suatu berkas yang tersusun dari sejumlah besar sinar-

sinar terhambur yang secara mutual saling memperkuat satu sama lain (Cullity, 1978).

c. Mekanisme analisis XRD

Sistem kerja difraktometer sinar-X didasarkan pada hukum Bragg yang menjelaskan tentang pola, intensitas, dan sudut difraksi (2θ) yang berbeda-beda pada tiap bahan. Interferensi berupa puncak-puncak sebagai hasil difraksi dimana terjadi interaksi antara sinar-X dengan atom-atom pada bidang kristal (Cullity, 1978).

Pada umumnya, material disorot dengan sinar-X dengan sudut tertentu dan sinar-X tersebut masing-masing sebagian akan terdifraksi dan tereliminasi karena fasanya berbeda. Material itu juga harus memiliki keseragaman butiran-butirannya agar hamburan-hamburan sinar-X tersebut menjadi terlempar dan mengalami penguatan setelah terdifraksi. Gambar 2.6 menjelaskan hamburan-hamburan sinar-X yang terdifraksi pada atom-atom suatu material yang padat.



Gambar 2.6. Skema difraksi sinar-X oleh atom-atom kristal (Cullity, 1978).

Dari Gambar 2.6 dapat dilihat bahwa, lapisan L, sinar-X (S1) datang menumbuk titik k (warna merah) pada lapisan pertama L dan terpantul (S1') dengan tidak memiliki beda lapisan (d) (keadaan yang saling menguat) sebab fasa gelombang pr (warna merah) sama dengan fasa gelombang qk (warna merah). Untuk membuktikan keadaan tersebut dapat ditunjukkan sebagai berikut.

$$\cos \theta = \frac{qk}{pk} = \frac{pr}{pk} \quad (1)$$

Dengan demikian, $qk = pk \cos \theta$ dan $pr = pk \cos \theta$, sehingga beda lintasannya menghasilkan nol. Pada lapisan kedua (M), sinar-X (S2) yang kedua datang menembus lapisan L dan menumbuk titik y (warna merah) yang terletak di tengah-tengah garis normal sehingga terpantulkan dan membentuk lintasan segitiga xky (warna merah) dan segitiga zky (warna merah) yang mempunyai sudut yang sama. Dengan mengetahui bahwa sudut mereka sama dan memiliki beda lapisan (d), maka panjang gelombang (λ) yang melintasi xy dan yz adalah $2d \sin \theta$. Pada lapisan ketiga (N), peristiwanya sama saja seperti pada lapisan kedua tetapi yang berbeda adalah posisinya, yaitu sinar-X (S5) menumbuk titik L (warna biru) dan memantulkan (S5') serta membentuk lintasan segitiga MkL (warna biru dan merah untuk k) dan segitiga NkL (warna biru dan merah untuk k) dengan memiliki beda lapisan ($2d$). Dengan cara yang sama, panjang gelombang yang melintasi ML dan LN adalah $4d \sin \theta$. Dengan demikian seterusnya pada lapisan - lapisan yang berikutnya sehingga didapatkan persamaan (2) yang dikenal sebagai hukum Bragg.

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

Dengan, λ = panjang gelombang sinar-X (nm/Å), d adalah jarak antara bidang, dan θ adalah sudut difraksi (Connolly, 2007). Dari persamaan (2) diperoleh bahwa bila λ diketahui maka sudut difraksi bahan dapat ditentukan dan sebaliknya bila sudut difraksi diketahui, maka panjang gelombang sinar-X yang digunakan dapat dicari.

E. *Scanning Elektron Microscopy - Energy Dispersive Spectrometry (SEM-EDS)*

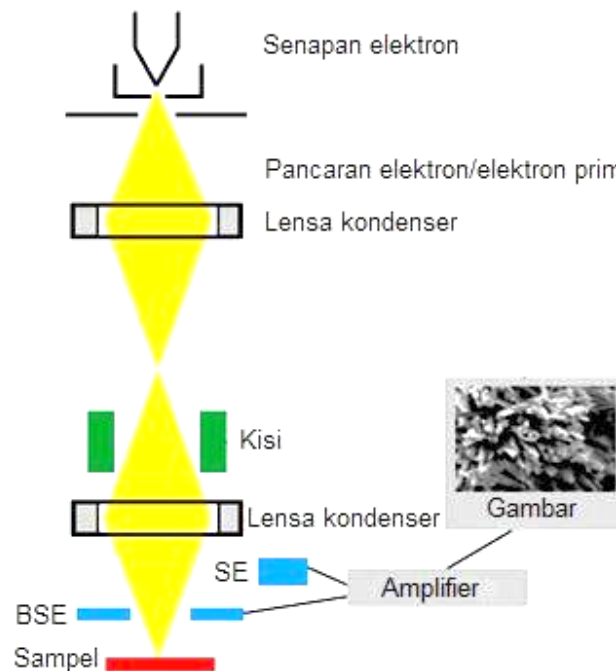
a. Pengertian SEM-EDS

SEM pertama kali dikembangkan pada tahun 1942 dengan instrumen terdiri dari penembak elektron (elektron gun), tiga lensa elektrostatik dan kumparan pengulas elektromagnetik yang terletak antara lensa kedua dan ketiga, serta tabung foto multiplier untuk mendeteksi cahaya pada layar fosfor. Mikroskop elektron yang dikenal dengan SEM (Scanning Elektron Microscopy) adalah suatu teknik analisis yang telah banyak digunakan untuk membantu mengatasi permasalahan analisis struktur mikro dan morfologi yang mampu memberikan hasil analisis secara rinci dalam berbagai material seperti keramik, komposit, dan polimer. Dengan resolusi yang tinggi, SEM mampu memberikan informasi dalam skala atomik. SEM dilengkapi dengan sistem pencahayaan menggunakan radiasi elektron yang mempunyai daya pisah dalam ukuran 1-200 Angstrom, sehingga dapat difokuskan dalam bentuk titik yang sangat kecil atau dengan pembesaran 1.000.000 kali.

SEM memiliki daya pisah dalam skala nano dengan kemampuan perbesaran sekitar 500.000 kali (Sampson, 1996).

b. Prinsip kerja SEM-EDS

Mikroskop ini bekerja dengan mengandalkan tembakan elektron yang dihasilkan dari senapan elektron dan diberi tegangan katoda di atas 25 kV dengan kuat arus sekitar 50-500 μA . Selanjutnya elektron primer difokuskan hingga berinteraksi dengan atom pada sampel/bahan seperti pada Gambar 2.7.



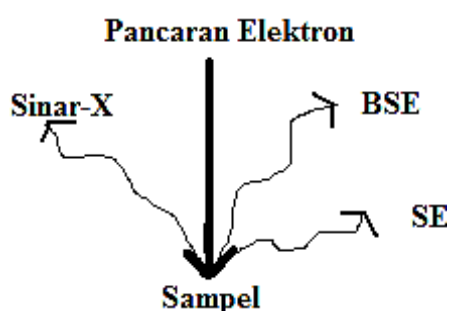
Gambar 2.7. Skema kerja alat SEM-EDS (Reed, 1993).

Pada Gambar 2.7 terlihat bahwa elektron yang keluar dari senapan elektron/elektron primer dengan energi yang sangat besar secara langsung tepat menumbuk atom sampel yang telah ditargetkan akibat pengaruh lensa kondenser dan kisi. Pada saat terjadinya interaksi antara

elektron primer dan elektron terluar dari sampel, misalnya kulit K, pada saat itu juga terjadi sebuah hamburan elektron yang mengakibatkan elektron di kulit K terpental (tereksitasi) keluar karena energinya lebih kecil daripada energi elektron primer. Dengan kenyataan ini, elektron primer dapat memberikan sisa energinya pada elektron-elektron yang ada di kulit L, M, N dan seterusnya dengan cara menjatuhkan dirinya hingga menuju kulit yang terdekat dengan inti akibat gaya inti. Untuk elektron-elektron yang berada pada kulit-kulit di atasnya akan kelebihan energi sehingga secara beraturan, elektron-elektron tersebut masing-masing akan naik menuju ke kulit terluar (gaya Coulomb lebih besar dari sebelumnya). Pada saat elektron kelebihan energi dan pindah ke kulit atasnya itulah akan timbul sinar-X. Dengan melihat kejadian-kejadian tersebut, mikroskop elektron menggunakan panjang gelombang sinar-X yang keluar dari sampel. Sinar-X yang keluar dari sampel tersebut akan diubah ke dalam sinyal pulsa oleh photomultiplier selanjutnya pulsa tersebut diubah menjadi bilangan digital melalui *Analog to Digital Converter* (ADC) agar dapat dibaca oleh komputer yang telah terinstalasi dengan *Multi Channel Analyser* (MCA). Informasi dari konverter sinar-X tersebut memberikan hasil spektrum tinggi pulsa (energi) terhadap waktu. Hasil inilah yang akan disebut dengan *Energy Dispersive Spectrometry* (EDS). EDS ini dapat memberikan informasi mengenai keberadaan unsur-unsur dalam sampel dengan cara melihat tingkat energi dari $K\alpha$ yang tertera dalam

intensitas. Intensitas-intensitas dalam bentuk energi (keV) akan dicocokkan dengan data energi standar (Sharma, et al, 1999).

Mengenai elektron sampel yang terpental dapat memiliki dua sebutan akibat energinya yang terdeteksi pada posisi tertentu oleh detektor-detektor yang didekatnya. Dua sebutan itu dapat ditunjukkan pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8. Sinyal hasil interaksi berkas elektron dengan sampel (Reed, 1993).

Data atau tampilan gambar dari topologi permukaan atau lapisan yang tebalnya sekitar 20 μm yang berupa tonjolan dapat diperoleh dari penangkapan energi elektron (hamburan inelastis) yang keluar dari kulit atom yang terluar dengan *secondary elektron detector* (SE). Kemudian diolah dalam bentuk tegangan-tegangan menjadi digital dan ditampilkan pada layar CRT (TV). Hal yang berbeda pada detektor elektron terhambur balik (BE) yang mana akan menghasilkan suatu gambar berupa komposisi (gambar yang termaksimumkan) akibat penangkapan energi elektron yang keluar dari kulit atom yang terluar (hamburan elastis) (Smith, 1990).

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada 25 Juli 2017 sampai dengan 28 September 2017 di Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan

Dalam penelitian yang dilakukan ini menggunakan beberapa alat seperti magnetik stirer beserta batang magnet, timbangan, oven furnace, beberapa gelas kimia, kertas lakmus sebagai pengukur pH, dan kertas saring. Selain beberapa alat tersebut, juga akan mengelola bahan dalam penelitian ini seperti batu apung (*pumice*) pantai pasir putih Lampung Selatan, NaOH merek Merck, H₂SO₄ merek JT Beaker, HCl merek JT Beaker, dan air destilasi atau larutan aquabidest. Sedangkan untuk karakterisasi sampel menggunakan XRD merk Panalytical Empyrean dan SEM yang dilengkapi EDS dengan merk HITACHI seri SU3500 (Jepang).

C. Prosedur Penelitian

Metode penelitian yang dilakukan pada penelitian ini terdiri atas beberapa tahapan antara lain preparasi sampel, sintesis SiO_2 , kalsinasi, dan karakterisasi sampel dengan menggunakan XRD dan SEM-EDS untuk mengetahui struktur fasa dan mikrostruktur serta kandungan sampel. Adapun secara terperinci tahapan-tahapan proses tersebut dapat diterangkan lebih lanjut.

1. Preparasi Sampel

Preparasi sampel bertujuan untuk membersihkan tahap awal sampel yang akan di sintesis dengan tahap awal mencuci beberapa kali batuapung dengan air destilasi hingga warna batu apung hingga berwarna abu-abu, kemudian batu apung dikeringkan pada suhu $80 - 100^\circ\text{C}$ semalaman, setelah kering batuapung dihancurkan dengan mortal (digerus) dan disaring dengan *sieve* (ayakan) $180\ \mu\text{m}$ atau bisa ukuran yang lebih kecil lagi, mencuci kembali dengan aquabidest, terakhir dikeringkan kembali pada suhu 400°C selama 4 jam.

2. Sintesis SiO_2

Untuk memperoleh SiO_2 dilakukan dengan mensintesis hasil pencampuran batu apung (pumice) yang telah di preparasi, NaOH , H_2SO_4 , dan HCl . Pertama mencampur 5 gr serbuk batu apung dengan 250 mL NaOH didalam botol berleher yang terdapat reflux condensernya dalam keadaan basa, selanjutnya memanaskan dalam suhu 100°C sambil stir dengan kecepatan 300 rpm selama 24 jam untuk melarutkan (*dissolve*) silika dan

menghasilkan sodium silikat, hasil bubur adukan (*slurry*) disaring dengan menggunakan saringan *Whatman* N° 41 dan dicuci dengan air destilasi yang hangat. Masih dalam suasana basa, silika akan mulai mengendap pada $\text{pH} < 10$, artinya kondisi asam dipertahankan hingga pengendapan silika secara lengkap telah tercapai. Ini hanya keterangan bahwa pengendapan akan terjadi jika suasana basa berubah menjadi suasana asam. Untuk itu harus ditambahkan asam sulfat, kemudian larutan dititrasi dengan H_2SO_4 (5M) sambil mengaduk kuat dengan stirer hingga $\text{pH} = 7$. Jadi ditahapan ini tambahan asam sulfat sampai pH mencapai 7. Mengukur pH dapat dilakukan dengan menggunakan kertas lakmus, dari proses tersebut akan didapatkan hasil berupa gel jernih yang lembut yang kemudian harus didiamkan pada temperatur kamar selama 24 jam, kemudian disaring dan mencuci dengan air destilasi (aquabidest) untuk menghilangkan garam sulphat, mengeringkan sampel pada suhu 80°C selama 24 jam. Untuk menghilangkan pengotor Al, Ca, Fe, dan Mg, serbuk dialirkan kembali dengan larutan HCl (1M) pada suhu 110°C selama 3 jam selanjutnya menyaring dan mencuci suspensi dengan air destilasi yang agak berlebihan dan mengeringkan semalaman pada suhu 110°C .

3. Kalsinasi

Proses kalsinasi bertujuan untuk menghilangkan zat-zat lain yang terdapat pada bubuk SiO_2 seperti Al, Ca, Fe, Mg dan kadar uap air (H_2O) yang berlebih. Kalsinasi dilakukan menggunakan furnace selama 3 jam pada suhu 800°C .

4. Karakterisasi

a) *X-Ray Diffraction (XRD)*

Karakterisasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dilakukan untuk mengetahui struktur fasa silika dari batu apung. Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses XRD adalah:

- 1) Menyiapkan sampel yang akan dianalisis, kemudian merekatkan pada kaca dan memasang pada tempatnya berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (sampel holder) dengan lilin perekat.
- 2) Memasangkan sampel yang telah disimpan pada sampel holder, kemudian meletakkannya pada sampel stand dibagi goniometer.
- 3) Memasukkan parameter pengukuran pada software pengukuran melalui komputer pengontrol, yaitu meliputi penentuan scan mode, penentuan rentang sudut, kecepatan cuplikan scan, memberi nama cuplikan dan memberi nomor urut file data.
- 4) Mengoperasikan alat difraktometer dengan perintah “START” pada menu komputer, di mana sinar-X akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,5406.
- 5) Melihat hasil difraksi pada komputer dan intensitas difraksi pada sudut 2θ tertentu dapat dicetak oleh mesin printer.
- 6) Mengambil sampel setelah pengukuran cuplikan selesai.
- 7) Data yang terekam berupa sudut difraksi 2θ , besarnya intensitas (I), dan waktu pencatatan perlangkah (t).

- 8) Setelah data diperoleh analisis kualitatif dengan menggunakan Search Match Analysis yaitu membandingkan data yang diperoleh dengan data standar *database* PDF (*Power Diffraction File*).

b) *Scanning Elektron Microscopy - Energy Dispersive Spectrometry* (SEM-EDS)

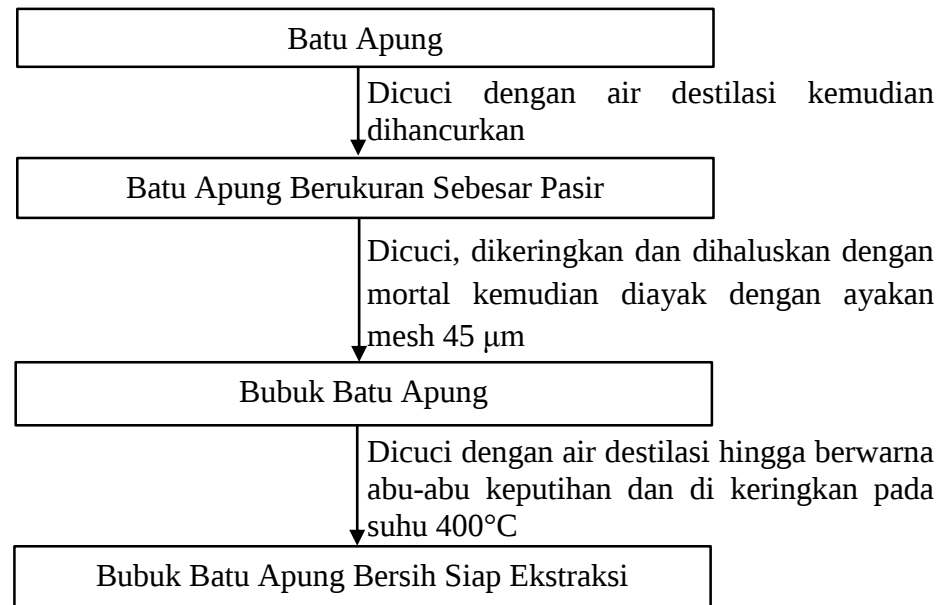
Karakterisasi SEM-EDS dilakukan untuk mengetahui mikrostruktur dan kandungan silika dari batu apung. Langkah-langkah dalam proses SEM-EDS adalah:

- 1) Memasukkan sampel yang akan dianalisa ke vakum, di mana udara akan dipompa keluar untuk menciptakan kondisi vakum. Kondisi vakum ini diperlukan agar tidak ada molekul gas yang dapat mengganggu jalannya elektron selama proses berlangsung.
- 2) Elektron ditembakkan dan akan melewati berbagai lensa yang ada menuju ke satu titik di sampel.
- 3) Sinar elektron tersebut akan dipantulkan ke detektor lalu ke *amplifier* untuk memperkuat sinyal sebelum masuk ke komputer untuk menampilkan gambar yang diinginkan.

D. Diagram Alir Penelitian

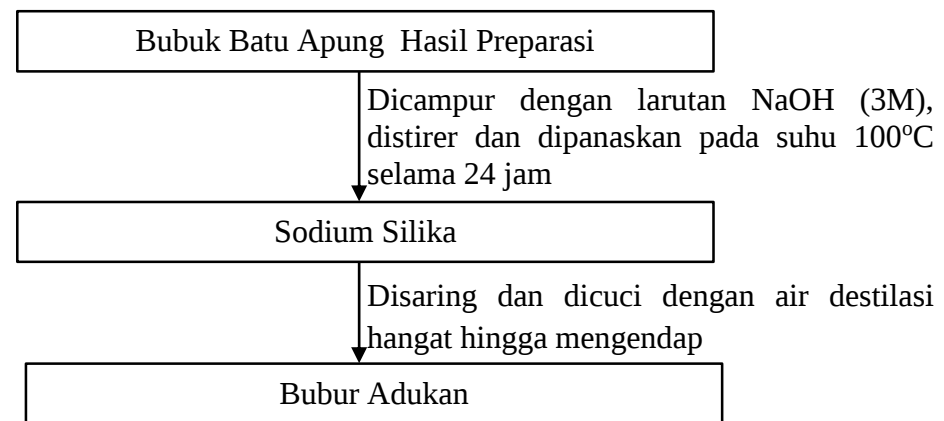
Secara sederhana diagram alir dari metode penelitian ini dibagi menjadi empat, yakni proses preparasi sampel, ekstraksi silika, titrasi silika, dan pemurnian silika tampak seperti pada Gambar 3.1 sampai Gambar 3.4.

a. Preparasi sampel



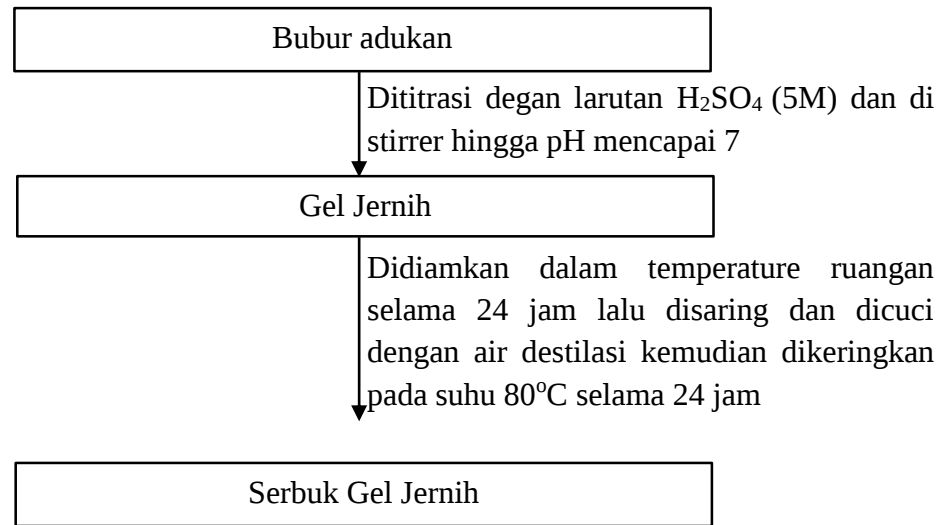
Gambar 3.1. Diagram alir preparasi sampel

b. Ekstraksi silika



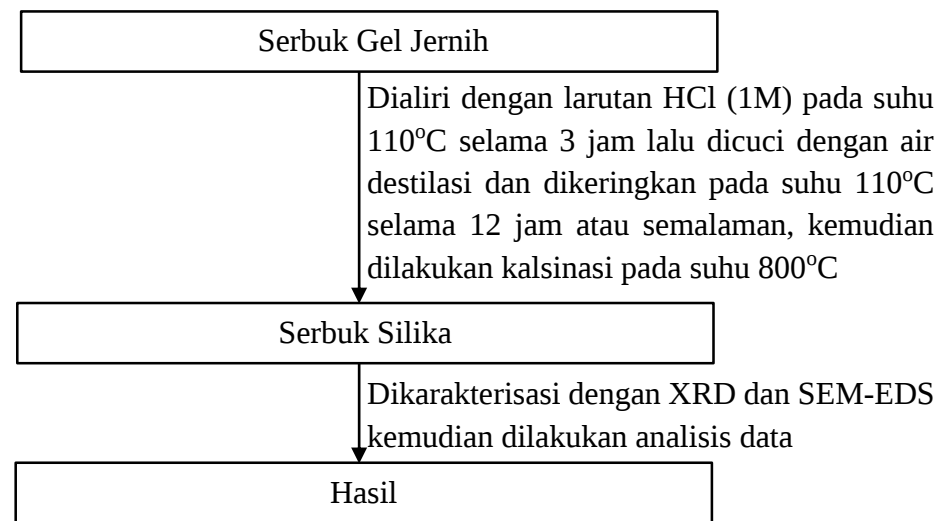
Gambar 3.2. Diagram alir ekstraksi silika

c. Titrasi silika



Gambar 3.3. Diagram alir titrasi silika

d. Pemurnian silika



Gambar 3.4. Diagram alir pemurnian silika

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Mikrostruktur hasil analisis SEM menunjukkan sampel setelah ekstraksi mempunyai ukuran butir yang tidak homogen dan batas antar butir partikel tidak terlalu jelas yang merupakan indikator silika yang didapat merupakan silika amorf yang belum didapatkan pada material awal.
2. Hasil karakterisasi EDS menunjukkan adanya senyawa oksida berupa Na_2O , Al_2O_3 , K_2O , CaO , FeO dan SiO_2 dengan persen massa SiO_2 semakin meningkat dari material awal sebesar 65,88%, sampel variasi pertama HCl 1M setelah ekstraksi sebesar 67,83% dan sampel variasi kedua HCl 2M setelah ekstraksi sebesar 69,63% massa.
3. Struktur fasa kristal yang terbentuk pada material awal terdapat fasa Na_2O dan Fe_2O_3 sedangkan pada sampel setelah ekstraksi didapat fasa kristal anortit sedangkan silika pada sampel baik sebelum maupun setelah ekstraksi merupakan fasa silika amorf.

B. Saran

Dari penelitian yang telah dilakukan ini, diharapkan untuk penelitian selanjutnya dilakukan ekstraksi silika dari batu apung dengan mengvariasikan banyaknya pelarut NaOH maupun HCl atau dengan mengubah besarnya molaritas kedua pelarut lebih tinggi. Kemudian bisa dengan mengganti pelarutnya, misal dengan KOH dan HNO₃. Selain itu bisa juga dengan memvariasikan suhu kalsinasi dan waktu penahanannya. Mengambil larutan yang tersaring sebagai sumber silika murni dari batu apung untuk dilakukan pemurnian. Dan juga untuk dapat menghilangkan unsur C dalam sampel disarankan untuk menggunakan temperatur yang lebih rendah dan atau memakai batang stirrer yang terbuat dari bahan gelas pyrex.

DAFTAR PUSTAKA

- Bearden, J.A. 1967. *Rev. Mod. Phys.* 39, 78.
- Brinker, C. J. dan Scherer, G. W. 1990. *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. New York. Academic Press, Inc. San Diego, CA, Hal. 839–880.
- Cullity, B. D. 1978. *Element of X-Ray Diffraction*. Department of Metallurgical Engineering and Materials Science. Eddison-wesley Publishing Company: Inc. USA.
- Connolly, J. R. 2007. Introduction to X-Ray Difrraction. for EPS400-001. *Spring*. Vol. 2. Page 695-700.
- Das, B. M. 2010. *Principles of Geotechnical Engineering 7 Edition*. United States of America. Cengage Learning. Hal 478-480.
- Dobkin, D. M. *Silicon Dioxide: Properties and Aplications*. www.enigmatic-consulting.com/SiO2.properties/html. Diakses 10 Mei 2016.
- Ersoy, B., Sariisik, A., Dikmen, S., Sariisik, G. 2010. Characterization of Acidic Pumice and Determination of its Electrokinetic Properties in Water. *Powder Technol.* Vol. 197. Hal. 129–135.
- Gaggino, R. 2006. Light and Insulation Plate for Housing External Closure. *Construction and Building Materials*. Vol. 20. Hal. 917 – 928.
- Hanafi, A. S dan Nandang, A. R. 2010. Studi Pengaruh Bentuk Silika dari Abu Ampas Tebu terhadap Kekuatan Produk Keramik. *Jurnal Kimia Indonesia*. Vol. 5. No. 1. Hal. 35-38.
- Harborne, J. B. 1996. *Metode Fitokimia. Terbitan ke-II*. Bandung:Penerbit ITB.
- Hildayati. 2009. Sintesis dan Karakterisasi Bahan Komposit Karet Alami Silika. *Seminar Nasional Pasca Sarjana IX*. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh November.

- Hindrayawati, N dan Alimuddin. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi dengan Menggunakan Natrium Hidroksida (NaOH). *Jurnal Kimia Mulawarman*. Vol. 7. No. 2. Hal. 75-77.
- Iler, R. K., 1979. *Silica Gels and Powders*. In: *The Chemistry of Silica*. John Wiley and Sons, New York, NY, Hal. 462–599.
- Jafarzadeh, M., I. A. Rahman, & C. S. Sipaut. 2009. Synthesis of Silica Nanoparticles by Modified Sol-gel Process The Effect of Mixing Modes of The Reactants and Drying Techniques. *Journal of Sol-Gel Science Technology*. Vol. 50. Hal. 328-336.
- Keys., 1999. *A Quest for the Origins of the Modern World*, New York: Ballentine Books. Hal 218-223.
- Kirk, R. E dan Othmer. 1984. *Encyclopedia of Chemical Technology Fourth Edition*. Vol 21. New York: John Wiley and Sons.
- Kumalawati, A. MT., Tri, M. W., dan Yovianus. Mastaram. 2013. Analisis Pengaruh Penggunaan Abu Batu Apung sebagai Pengganti Filler Untuk Campuran Aspal. *Jurnal Teknik Sipil*. Vol. 11. No. 2. Hal. 191
- Kraus, E. 1951. *Mineralogy An Introduction to the Study of Minerals and Crystals*. New York: Mc Graw Hill Book Company. Hal 352-354.
- Laksmono, J. A. 2002. *Pemanfaatan Abu Sekam Padi sebagai Bahan Baku Silika*. (Abstrak). Pusat Penelitian Kimia LIPI.
- Matthews, F. 1985. Canadian Industries Ltd: Private Communication. *ICDD Grant-in-Aid*.
- Noor, D. 2009. *Pengantar Geologi*. Bogor: CV Graha Ilmu.
- Petrucci, R. H. 1987. *Kimia Dasar Prinsip dan Terapan Modern*. Edisi keempat. Erlangga. Jakarta. Hal. 115.
- Prastikharisma, R., Meida, I., dan Setiawan, H. 2010. Sintesis Hibrida Silika Karbon dengan Metode Sol Gel untuk Aplikasi Adsorbent. *Seminar Rekayasa Kimia dan Proses*. Hal. 1411 – 4216
- Proctor, A., Clark, P. K., Parker, C. A., 1995. *Rice Hull Ash Adsorbent Performance Under Commercial Soy Oil Bleaching conditions*. J.AOCS 72, Page. 459–462.
- Reed, S. J. B. 1993. *Electron Microprobe Analysis and Scanning Electron Microscopy in Gelology*. Florida: Cambridge University Press. Hal 23-24.

- Sanc, I. 1990 Polytechna. Foreign Trade Corporation. Panska. Czechoslovakia. *ICDD Grany-in-Aid*.
- Sampson, A. R. 1996. *Scanning Electron Microscopy: Advanced Research System*.
- Schulz, D., McCarthy, G. 1987. North Dakota State University. Fargo. USA: North Dakota. *ICDD Grant-in-Aid*.
- Sepehr, M. N., Zarrabi, M., Kazemian, H., Amrane, A., Yaghmain, K., Ghaffari, H. R. 2013. Removal of Hardness Agents, Calcium and Magnesium, by Natural and Alkaline Modified Pumice Stones in Single and Binary Systems. *Journal of Applied Surface Science*. Vol 274. Hal 295– 305.
- Sharma, H. S. S., McCall, D., and Kernaghan, K. 1999. Scanning Electron Microscopy, X-ray Microanalysis, and Thermogravimetric Assessment of Linen Fabrics Treated with Crease-Resisting Compound. *Journal of Applied Polymer Science*. Vol.72. Hal 1209-1219.
- Shriver, D. And Atkins, P.W. 1999. *Inorganic Chemistry*. Third Edition. W.H. Freeman and Company. New York. Hal. 365-366.
- Sitorus, T.K. 2009. *Pengaruh Penambahan Silika Amorf Sekam dari Padi terhadap Sifat Mekanis dan Sifat Fisis Mortar*. Skripsi. Universitas Sumatera Utara. Medan.
- Smith, W. F. 1990. *Material Science and Engirneering*. University of Central Florida. Florida. Hal 102, 616, 634.
- Sudjadi. 1986. *Metode Pemisahan*. Kanisius : Yogyakarta.
- Sugita, S. 1993. On The Economic Production of Large Quantities of Highly Reactive Rice Husk Ash. *International Symposium on Innovative Wart of Concerete*. (ICI-IWC-93). No. 2. Hal. 3-71.
- Suka, I.G., Simanjuntak, W., Sembiring, S. 2008. Karakteristik Silika Sekam Padi dari Provinsi Lampung yang Diperoleh dengan Metode Ekstraksi. *MIPA Unila*. Vol. 37. No. 1. Hal. 47-52.
- Sun, Y. dan K, Gong. 2001. Silicon- Based Materials From Rice Husks and Their Application. *Journal Engineering Chemical Resource*. Vol. 40. Hal. 5861 – 5877.
- Taslimah, S., Nuryo., dan Narsito. 2005. Sintesis Bahan Hibrida Amino-Silika dari Abu Sekam Padi Melalui Proses Sol Gel. *No Artikel : JKSA*. Vol. VIII. No. 1.

- Tipler, P. A. 1996. *Fisika Untuk Sains dan Teknik Edisi Ketiga Jilid 2*. Jakarta: Erlangga. Hal 257-265.
- Veliev, V,E,V., Ozturk, T., Veli, S., Fatullayev, A, G., Application of Diffusion Model For Adsorption of Azore Actived Yeon Pumice. *Pol. J. Environ. Stud.* Vol. 15. Hal 347–353.
- Voight, R. 1994. *Buku Pelajaran Teknologi Farmasi*. Terjemahan : S. Noerono. Gadjah Mada University Press. Indonesia.
- Warta Penelitian dan Pengembangan Pertanian. 2010. *Mengenal Silika sebagai Unsur Hara*. Vol. 32. No. 3.
- Zukira., Paputungan, M., Musa, W,J,A. 2012. Analisis Logam - Logam pada Batu Apung dan Modifikasinya Serta Uji Adsorpsinya pada Larutan Asam Asetat. *Jurnal Sainstek*. Vol. 6. Hal 462-557.