

**PENGARUH VARIASI NaOH TERHADAP KARAKTERISTIK
NANOSILIKA BERBASIS BATU APUNG**

(Skripsi)

Oleh

NURQORI SETIAWATI



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

ABSTRAK

PENGARUH VARIASI NaOH TERHADAP KARAKTERISTIK NANOSILIKA BERBASIS BATU APUNG

Oleh

NURQORI SETIAWATI

Telah dilakukan penelitian nanosilika berbasis batu apung menggunakan metode ekstraksi dengan variasi NaOH. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi NaOH terhadap karakteristik nanosilika yang dihasilkan. Proses ekstraksi dilakukan dengan menggunakan bahan NaOH, H₂SO₄ dan HCl. Variasi NaOH yang digunakan yaitu 2,5 M; 3 M dan 3,5 M. Serbuk silika kemudian dikalsinasi pada suhu 700 °C selama 2 jam. Serbuk dikarakterisasi dengan *x-ray diffraction* (XRD), *scanning electron microscopy* (SEM) dilengkapi dengan *energy dispersive spectroscopy* (EDS), *transmission electron microscopy* (TEM) dan *surface area analyzer* (SAA) metode BET. Difraktogram XRD secara umum menunjukkan silika amorf dan fasa anortit yang merupakan hasil ekstraksi batu apung. Analisis SEM-EDS silika NaOH 3,5 M memiliki kemurnian 75,84% dan komposisi lain merupakan unsur-unsur yang terkandung dalam batu apung. Hasil uji BET pada setiap sampel berturut-turut yaitu 178,695 m²/g; 426,826 m²/g dan 186,137 m²/g. Analisis ukuran partikel menggunakan data XRD pada silika NaOH 2,5 M sebesar 24,42 nm dan NaOH 3,5 M sebesar 18,58 nm. Hasil uji TEM pada nanosilika NaOH 3,5 M memiliki ukuran butiran partikel (11,32 ± 0,92) nm.

Kata kunci: batu apung, nanosilika, NaOH dan luas permukaan.

ABSTRACT

THE INFLUENCE OF VARYING NaOH ON NANOSILICA CHARACTERISTICS FROM PUMICE ROCK

BY

NURQORI SETIAWATI

Nanosilica based on pumice rock has been synthesized using extraction method with NaOH variation. This research was aimed to study the influence of varying NaOH on the characteristics of nanosilica. The extraction process use three steps by using with NaOH, H₂SO₄ and HCl. Variation of NaOH used is 2.5 M; 3 M and 3.5 M. The silica powder is calcined at 700 °C for 2 hours. The powder was characterized by x-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) equipped with energy dispersive spectroscopy (EDS), transmission electron microscopy (TEM) and BET surface area analyzer (SAA) methods. XRD pattern generally shows an amorphous silica with anorthite mineral. Based on SEM-EDS analysis, the content of silica by using NaOH of 3,5 M is 75.84%. BET results in each sample are 178.695 m²/g; 426.826 m²/g and 186.137 m²/g. Particle size analysis using XRD data on 2.5 M NaOH silica was 24.42 nm and 3.5 M NaOH of 18.58 nm. The TEM result in the 3.5 M NaOH nanosilica has particle granular size of (11.74 ± 0.922) nm.

Key words: pumice, nanosilica, NaOH and surface area.

**PENGARUH VARIASI NaOH TERHADAP KARAKTERISTIK
NANOSILIKA BERBASIS BATU APUNG**

**Oleh
NURQORI SETIAWATI**

**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 Penelitian : PENGARUH VARIASI NaOH TERHADAP
KARAKTERISTIK NANOSILIKA
BERBASIS BATU APUNG**

Nama Mahasiswa : Nurqori Setiawati

Nomor Pokok Mahasiswa : 1217041039

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

Prof. Simon Sembiring, Ph.D.
NIP. 19611003 199103 1 002

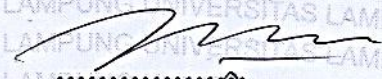
2. Ketua Jurusan Fisika

Arif Surtano, S.Si., M.Si., M.Eng.
NIP. 19710909 200012 1 001

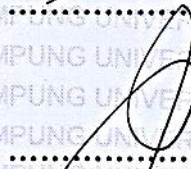
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

Ketua : Prof. Posman Manurung, Ph.D.



Penguji 1 : Prof. Simon Sembiring, Ph.D.



Penguji 2 : Dra. Dwi Asmi, M.Si., PhD.



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

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

NIP. 197102121995121001



Tanggal Lulus Ujian Skripsi: 4 Juli 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, Juli 2018



Nurqori Setiawati
NPM. 1217041039

RIWAYAT HIDUP

Penulis yang bernama lengkap Nurqori Setiawati, dilahirkan di Bumisari pada 24 Oktober 1994. Penulis merupakan anak kedua dari 2 bersaudara dari pasangan Alm. Bapak Bambang Suterisno dan Almh. Ibu Suhartini. Penulis menyelesaikan pendidikan Sekolah Dasar (SD) Negeri Bumisari yang diselesaikan pada tahun 2006. Tahun 2009 penulis menyelesaikan Sekolah Menengah Pertama (SMP) Swadhipa 1 Natar, sedangkan pendidikan Sekolah Menengah Atas (SMA) Negeri 1 Natar diselesaikan pada tahun 2012.

Penulis diterima di Jurusan Fisika Universitas Lampung melalui program perluasan akses pendidikan (PMPAP) tahun 2012 lalu mendapatkan beasiswa Bidikmisi pada tahun pertama perkuliahan. Selama menempuh pendidikan, penulis pernah menjadi asisten praktikum Sains Dasar Fisika 2013/2014 dan 2014/2015, asisten praktikum Fisika Dasar I 2014/2015 dan 2015/2016, dan asisten praktikum Fisika Inti 2016/2017. Tahun 2015 penulis melaksanakan praktek kerja lapangan (PKL) di PT. Krakatau Steel (Persero) Tbk, Cilegon, Banten. Penulis juga melakukan pengabdian masyarakat dengan mengikuti program kuliah kerja nyata (KKN) Universitas Lampung tahun 2016 di pekon Karang Agung, Way Tenong, Lampung Barat. Dalam bidang organisasi penulis dipercaya sebagai anggota magang Bidang Kajian ROIS FMIPA Unila (2012-2013), anggota bidang BBQ ROIS FMIPA Unila (2013-2014), Staff Bendahara Eksekutif BEM FMIPA Unila (2014-2015), anggota Bidang Kaderisasi HIMAFI FMIPA Unila (2014-2015) dan Sekretaris Bidang Sains dan Teknologi HIMAFI FMIPA Unila (2015-2016).

PERSEMBAHAN

**Dengan rasa syukur kepada Allah SWT, tulisan ini kupersembahkan
Untuk bude yang membesarkan, membimbing, mendidik dan mendoakanku
hingga saat ini
Dan untuk seluruh keluargaku, saudara dan teman-teman seperjuangan
yang selalu mendukungku..**

MOTTO

“Dekati dulu Allahnya, lalu berjuang”

**“Allah will not change the condition of a people until they
change what is in themselves (Q.S. Ar-Ra’d :11)”**

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 NaOH terhadap Karakteristik Nanosilika Berbasis Batu Apung”**.

Penekanan skripsi ini adalah untuk mengetahui pengaruh variasi NaOH terhadap ukuran partikel, luas permukaan dan kemurnian nanosilika yang dihasilkan dari proses ekstraksi 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, Juli 2018

Nurqori Setiawati

SANWACANA

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah memberikan karunia, rahmat serta hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Variasi NaOH terhadap Karakteristik Nanosilika 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, M.Si., PhD. sebagai pembimbing pertama yang telah sabar membimbing, memberikan banyak motivasi, nasihat, inspirasi serta ilmunya.
2. Bapak Prof. Simon Sembiring, M. Si. sebagai pembimbing kedua yang telah memberikan saran dalam penulisan skripsi ini.
3. Ibu Dra. Dwi Asmi, M.Si., PhD. sebagai penguji yang telah memberikan banyak koreksi selama penulisan skripsi.
4. Bapak Arif Surtono, S.Si., M.Si. selaku Ketua Jurusan.
5. Bapak Prof. Warsito, D.E.A. selaku Dekan FMIPA Unila.
6. Bude Sugiarti dan seluruh keluarga atas segalanya do'a dan dukungannya.
7. Jayanti Pusvitasari dan Triana Sari sebagai tim penelitian atas bantuan dan kerjasamanya.

8. Sahabat-sahabatku: Izdiharolina Shofa'a, Jayanti Pusvitasari, Fatia Ulfah, Alfi Hamidah, Okta Vianti dan Riska Amelia Septiani.
9. Teman-teman angkatan 2012 atas segala bantuan dan kekeluargaan yang tercipta serta adik-adik angkatan 2013 dan 2014.
10. 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.

Bandar Lampung, Juli 2018

Nurqori Setiawati

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
HALAMAN JUDUL	iii
HALAMAN PERSETUJUAN	iv
HALAMAN PENGESAHAN	v
PERNYATAAN	vi
RIWAYAT HIDUP	vii
PERSEMBAHAN	viii
MOTTO	ix
KATA PENGANTAR	x
SANWACANA	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvi
I. PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	4
C. Tujuan Penelitian	5
D. Batasan Masalah	5
E. Manfaat Penelitian	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	
A. Batu Apung (<i>Pumice</i>)	7
B. Silika (SiO_2).....	11
C. Prinsip Ekstraksi	13
D. Nanopartikel.....	16
E. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	19
F. <i>Surface Area Analyzer</i> (SAA) Metode BET	21
G. <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	25
H. <i>Transmission Electron Microscopy</i> (TEM)	29

III. METODE PENELITIAN	
A. Waktu dan Tempat Penelitian	32
B. Alat dan Bahan	32
C. Prosedur Penelitian	33
D. Preparasi Batu Apung	33
E. Ekstraksi Serbuk Batu Apung	34
F. Diagram Alir Penelitian	35
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	
A. Hasil Ekstraksi Nanosilika Berbasis Batu Apung.....	37
B. Hasil Analisis XRD.....	38
C. Hasil Analisis Luas Permukaan Spesifik	42
D. Hasil Analisis SEM-EDS	46
E. Hasil Analisis Ukuran Partikel.....	49
V. KESIMPULAN DAN SARAN	
A. Kesimpulan	54
B. Saran	55
DAFTAR PUSTAKA	56
LAMPIRAN	
A. Lampiran data XRD PCPDFWIN.....	64
B. Lampiran estimasi ukuran partikel.....	66

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. Siklus batuan	8
2.2. Struktur silika.....	13
2.3. Skema difraksi sinar-X.....	20
2.4. Skema SAA metode BET	23
2.5. Prinsip kerja alat SEM	27
2.6. Energi dispersif sinar-X	28
2.7. Prinsip kerja TEM.....	29
3.1. Diagram alir penelitian batu apung.....	36
4.1 Hasil tahapan (a) preparasi, (b) ekstraksi dengan NaOH, (c) titrasi dengan H ₂ SO ₄ dan (d) pemurnian dengan HCl.....	37
4.2. Serbuk nanosilika (a) sampel A NaOH 2,5M; (b) sampel B NaOH 3M dan (c) sampel C NaOH 3,5M	38
4.3. Difraktogram sinar-X sampel A dan C disertai dengan hasil XRD Sepehr <i>et al.</i> , (2013) pada gambar sisipan. Perangkat lunak yang digunakan untuk menggambar difraktogram adalah Matlab versi 7.8.0.347 (R2009a). Simbol A: Anortit CaAl ₂ (Si ₂ O ₈).....	39
4.4. Grafik plot BET sampel A, B dan C	44
4.5. Foto SEM sampel C dengan konsentrasi NaOH 3,5 M	46
4.6. Spektrum EDS sampel C.....	47
4.7. Nilai FWHM puncak XRD (a) sampel A dan (b) sampel C	50
4.8. Hasil uji TEM sampel C.....	51

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1. Komposisi kimia batu apung.....	9
2.2. Karakteristik silika	12
3.1. Variasi konsentrasi NaOH pada proses ekstraksi.....	35
4.1. Perbandingan data sampel A dengan data standar PCPDFWIN.....	40
4.2. Perbandingan data sampel C dengan data standar PCPDFWIN	41
4.3. Nilai luas permukaan spesifik silika batu apung.....	45
4.4. Informasi komposisi kimia sampel C.....	48
4.5. Perhitungan ukuran partikel sampel A dan sampel C.....	50

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Silika (SiO_2) merupakan senyawa kimia dengan ciri fisik yang berbentuk padatan atau serbuk halus, berwarna putih, memiliki berat jenis $2,6 \text{ g/cm}^3$, memiliki daya tahan terhadap asam dan basa seperti H_2SO_4 , NaOH , KOH , dan HCl (Katsuki *et al.*, 2005; Kim *et al.*, 2004). Senyawa tersebut merupakan bahan dielektrik yang sangat baik, bahan yang bersifat stabil secara kimia dan mempunyai karakteristik insulator yang baik (Monalisa *et al.*, 2013). Sudah banyak aplikasi yang didasarkan pada penggunaan silika, di antaranya pada bidang industri seperti pembuatan beton (Pedro *et al.*, 2017), pengolahan karet, tekstil dan kertas (Prastikharisma *et al.*, 2010), bidang elektronik seperti pembuatan silikon semikonduktor, papan sirkuit dan pembuatan transistor (Smith, 1990), bidang kesehatan seperti pasta gigi dan kosmetik (Sudrajat *et al.*, 1997).

Senyawa kimia silika bisa terdapat dari nabati, sintesis dan mineral. Silika nabati adalah silika yang dihasilkan dari makhluk hidup. Beberapa contoh silika nabati di antaranya silika dari sekam padi dan silika dari daun bambu. Sudah banyak penelitian yang didasarkan dari silika nabati seperti bahan

pembuatan keramik dan zeolit sintetis (Rawtani dan Rao, 1989). Kemudian untuk contoh silika sintesis yang banyak dijual di pasaran adalah *tetraethylortosilicate* (TEOS) dan *tetramethylortosilicate* (TMOS) yang memiliki kekurangan seperti harganya relatif mahal, kurang ramah lingkungan (Balgis *et al.*, 2009) dan prosesnya yang cukup rumit sehingga dibutuhkan alternatif lain untuk mendapatkan silika yaitu dengan silika mineral.

Silika dari mineral merupakan silika yang jarang sekali dihasilkan karena dibutuhkan banyak bahan tambang yang memiliki banyak mineral. Mineral-mineral tersebut banyak ditemui dari batuan beku yang dihasilkan oleh magma yang ada di dalam gunung api. Indonesia merupakan lokasi yang relatif banyak terdapat gunung api, salah satunya gunung Krakatau yang terletak di Provinsi Lampung. Secara umum gunung Krakatau menghasilkan banyak batuan beku khususnya yaitu batu apung (Katili dan Marks, 1969).

Batu apung adalah batuan yang mengandung mineral alami dengan komposisi dominan terdiri dari silika dengan kandungannya hampir mendekati 60 % (Hossain, 2004). Sumber mineral alami ini biasa ditemukan di daerah yang ditandai dengan aktivitas gunung api (Cavaleri *et al.*, 2002). Ketika gunung api meletus, maka batuan cair yang ada di dalam gunung akan terlepas ke udara. Batuan cair yang terlepas ke udara ini memiliki buih yang mengandung gelembung udara. Gelembung udara inilah yang akan menjadi rongga seperti pori-pori yang tersebar di seluruh permukaan batu apung selama proses pendinginan. Karena itu batu apung memiliki porositas yang

tinggi dan kepadatan sekitar 1000 kg/m^3 sama dengan air (Fleischer dan Zupan, 2010). Karena porositas dan densitas yang tinggi ini, batu apung telah banyak dimanfaatkan sebagai media filter dalam pengolahan air (Lura *et al.*, 2004), pengganti filler untuk campuran aspal (Kumalawati *et al.*, 2013), pembuatan beton (Gündüz dan Uğur, 2015), dan pembuatan zeolit sintetis dengan memanfaatkan silika dari batu apung (Mahadilla dan Putra, 2013).

Penelitian yang mengekstraksi silika dari batuan di antaranya adalah penelitian Srivastava *et al.*, 2013 yang menggunakan batu perlit. Metode yang digunakan yaitu pelarutan dengan NaOH pada suhu kamar tanpa diketahui konsentrasi molar, dengan sistem tertutup dan terbuka kemudian filtrasi dan pengendapan. Hasilnya yaitu berupa serbuk silika amorf. Kemudian pada penelitian Sepehr *et al.*, 2013, batu apung dilarutkan dengan NaOH 2 M, kemudian residu yang dihasilkan dikalsinasi pada suhu $750 \text{ }^\circ\text{C}$ untuk menghilangkan kandungan Ca dan Mg pada proses adsorpsi dan silika yang dihasilkan masih berupa amorf. Namun penelitian-penelitian tersebut belum mendapatkan silika dengan ukuran nano. Penelitian terkait silika nano yaitu Abraham *et al.*, 2014 menghasilkan silika amorf berukuran nano (8 - 10 nm) dari ekstraksi abu dengan konsentrasi NaOH yang digunakan 2 M. Dengan beberapa referensi tersebut NaOH dengan konsentrasi molar yang sama memiliki karakteristik silika yang berbeda, namun belum termasuk dalam hal mendapatkan silika berbasis batuan berskala nano.

Pada aplikasi silika dengan ukuran nano, silika dapat dimanfaatkan sebagai bahan elektroda (Wang *et al.*, 2003; Ganjali *et al.*, 2009), membran penukar

ion untuk sel bahan bakar (Reichman *et al.*, 2006; Duvdevani *et al.*, 2006), kolom kromatografi (Chen *et al.*, 2005) filler untuk polimer (Kim *et al.*, 2000), prekursor katalis, adsorben dan filter komposit (Kalapathy *et al.*, 2000). Silika dengan ukuran nano juga memiliki efek yang signifikan terhadap kekuatan mikrostruktur geopolimer seperti sifat tarikan, tekanan dan geseran pada komposit epoksi resin (Chira, 2016) serta dapat diaplikasikan sebagai penyangga untuk fotokatalis (Gole dan White, 2001; Kolasinki, 2008).

Atas dasar latar belakang yang dikemukakan, penelitian ini akan mempelajari lebih lanjut terkait proses ekstraksi nano silika berbasis batu apung pantai Pasir Putih Lampung Selatan. Metode yang digunakan menggunakan metode ekstraksi (Srivastava *et al.*, 2013) dengan penambahan penggunaan suhu 100 °C pada variasi konsentrasi NaOH selama proses ekstraksi. Nano silika yang dihasilkan akan berpotensi meningkatkan pemanfaatan batu apung yang ada di provinsi Lampung, terutama dapat berkontribusi dalam kemajuan teknologi material di Indonesia khususnya daerah Lampung.

B. Rumusan Masalah

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

1. Bagaimana cara mendapatkan nanosilika amorf berbasis batu apung melalui proses ekstraksi?

2. Bagaimana pengaruh variasi NaOH terhadap karakteristik difraksi sinar-X nanosilika berbasis batu apung?
3. Bagaimana pengaruh variasi NaOH terhadap luas permukaan spesifik nanosilika amorf berbasis batu apung?

C. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Untuk mengetahui proses ekstraksi nanosilika amorf berbasis batu apung.
2. Untuk mengetahui pengaruh variasi NaOH terhadap karakteristik difraksi sinar-X nanosilika berbasis batu apung.
3. Untuk mengetahui pengaruh variasi NaOH terhadap luas permukaan spesifik nanosilika amorf berbasis batu apung.

D. Batasan Masalah

Pada penelitian ini akan dilaksanakan pengujian dan pengamatan dengan penekanan kepada pengaruh variasi NaOH (2,5 M; 3 M dan 3,5 M) pada suhu 100 °C terhadap karakteristik nano silika amorf yang dihasilkan dari ekstraksi batu apung.

E. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat yang diharapkan melalui penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Dapat mengetahui proses ekstraksi nanosilika amorf berbasis batu apung.

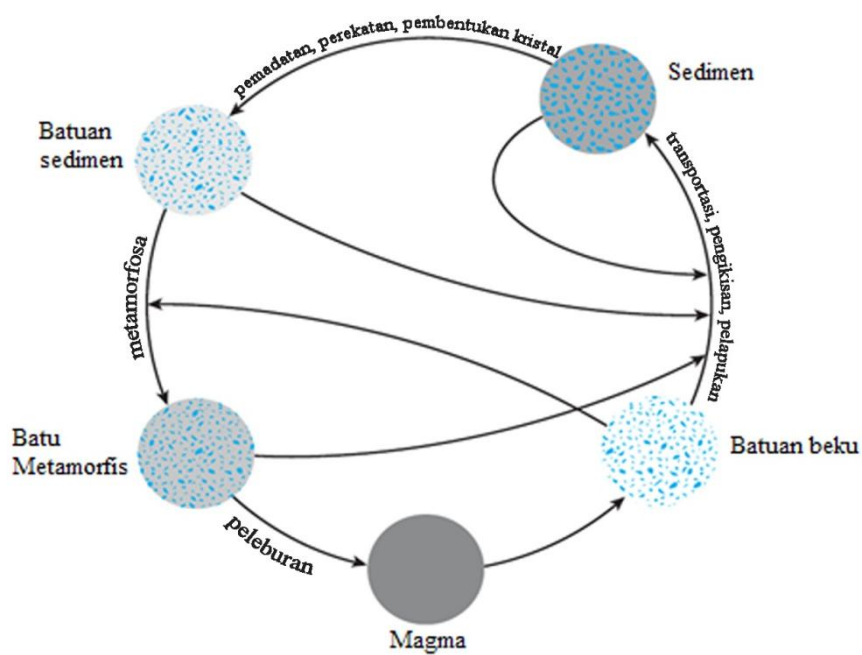
2. Dapat mengetahui pengaruh konsentrasi NaOH terhadap karakteristik difraksi sinar-X nanosilika berbasis batu apung.
3. Dapat mengetahui pengaruh konsentrasi NaOH terhadap luas permukaan spesifik nanosilika amorf berbasis batu apung.

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Batu Apung (*Pumice*)

Batuan merupakan jenis material alam yang dapat bertransformasi menjadi beberapa jenis, salah satunya yaitu batu apung. Batuan terdiri dari mineral yang merupakan padatan anorganik alami dengan komposisi kimia dan karakteristik struktur kristal tertentu. Salah satu mineral yang umum dihasilkan dari proses vulkanik tersebut yaitu kuarsa (Wilson, 2010). Kuarsa merupakan salah satu mineral dengan komposisi utamanya yaitu silika (Das, 2010). Batuan yang terbentuk dari proses vulkanik berlangsung di dekat permukaan bumi. Proses vulkanik yang membentuk batuan di permukaan bumi dinamakan siklus batuan (Wilson, 2010).

Siklus batuan diawali dari proses pelelehan yang terletak di mantel bumi yang kemudian menghasilkan magma. Magma yang terlepas ke permukaan bumi akan membentuk 3 batuan yaitu batuan beku, sedimen dan metamorf. Siklus tersebut tidak selalu mengikuti alur, seperti batuan sedimen yang dapat lapuk dan membentuk sedimen baru. Batuan metamorf yang dapat membentuk batuan sedimen atau batuan beku yang dapat bermetamorfosis. Gambar 2.1 menunjukkan proses siklus batuan (Wilson, 2010).



Gambar 2.1 Siklus batuan (Das, 2010).

Gambar 2.1 memperlihatkan adanya proses vulkanik siklus batuan yang berawal dari pelepasan magma. Magma memiliki suhu sekitar 1.200 °C. Magma yang keluar ke permukaan bumi dinamakan lava. Lava yang keluar akan mengalami transformasi dan membentuk beberapa batuan (Wilson, 2010). Batuan pertama yang dihasilkan dari proses vulkanik siklus batuan adalah batuan beku. Batuan beku yang mengalami pengikisan dan pelapukan akan bertransformasi menjadi endapan sedimen. Kemudian endapan sedimen yang mengalami pematatan, perekatan dan pengkristalan perlahan akan membentuk batuan sedimen. Batuan sedimen dapat bermetamorfosa menjadi batuan metamorf (Das, 2010).

Salah satu hasil proses siklus batuan akan membentuk batuan beku. Batuan beku merupakan lava yang mengalami pendinginan secara cepat selama proses pelepasan ke permukaan bumi. Batuan beku yang dipanasi dengan

intensitas yang besar akan mengeluarkan gas-gas dari dalamnya dan membentuk batu apung dengan struktur yang berlubang-lubang (Katili dan Marks, 1969).

Batu apung biasanya berwarna putih atau abu-abu dan merupakan bahan piroklastik yang sangat berongga atau berlubang (Lapidus, 1990), memiliki berat jenis sekitar 650 kg/m^3 (Loughborough, 1991) dengan kandungan silika yang dimiliki mendekati 60 %. Komposisi kimia batu apung dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1. Komposisi kimia batu apung (Hossain, 2004).

Molekul	Persentase (%)
Silika (SiO_2)	60
Alumina (Al_2O_3)	16
Oksida besi (Fe_2O_3)	7,04
Natriumoksida (Na_2O)	5,42
Kalsium oksida (CaO)	4,44
Kalium oksida (K_2O)	2,25
Magnesium oksida (MgO)	1,94
Sulfur trioksida (SO_3)	0,14

Batu apung memiliki beberapa istilah di antaranya *pumice*, *pumicit* dan *scoria*. Batu apung memiliki ciri yaitu kepadatan yang rendah, bahan yang vesikular, berpori dan merupakan batuan kaca vulkanik yang terbentuk selama letusan eksplosif. Batu apung menyerupai spons karena terbentuk dari jaringan gelembung gas beku. *Pumicit* merupakan bahan yang seluruhnya terbuat dari batu apung, istilah ini sering digunakan untuk ukuran yang lebih kecil. *Scoria* adalah istilah yang digunakan untuk batuan yang berwarna abu-abu gelap atau warna hitam dan memiliki kepadatan lebih besar dari batu apung biasa (Founie, 2004). Sifat fisika batu apung meliputi satuan berat yang

rendah, insulasi properti panas, tahan terhadap api yang dikombinasikan dengan polimer, dan memiliki kemampuan penyerapan air yang tinggi (Bideci, 2013).

Menurut data survei internasional pada tahun 2004, batu apung diproduksi hingga mencapai 0,5 juta metrik ton (mt) dalam setahun. Dalam hal ini angka tersebut meningkat 70 % dibandingkan dengan tahun 2003 dan mewakili tahun rekor produksi untuk batu apung (Founie, 2004).

Batu apung yang terkenal di Indonesia yaitu batu apung yang dihasilkan di gunung api Krakatau, Lampung. Batu apung dengan struktur yang berlubang dan sifatnya yang mengambang di air menyebabkan batu ini dapat digunakan sebagai alat isolasi untuk penahan bunyi dan penahan suhu yang tinggi (Katili dan Marks, 1969).

Batu apung sudah banyak diaplikasikan dalam bidang teknologi, seperti perannya dalam menghilangkan patogen dalam air limbah dengan titanium dioksida (Subrahmanyam *et al.*, 2008), kandungan Fe di dalamnya dapat meningkatkan efektifitas ozonisasi (Yuan *et al.*, 2016), menghilangkan racun *cyanobacterial* yang ada dalam perairan yang biasa digunakan sebagai sumber air minum (Gurbuz dan Codd, 2008) dan sebagai substrat pada aktivitas fotokatalis TiO₂. Untuk aplikasi sebagai substrat, batu apung memiliki karakteristik berpori yang dapat mengapung dan mampu mengikuti arus putaran pada larutan metilen biru dalam uji fotokatalis sinar UV, sehingga pada saat pengukuran, adsorpsi dan aktivitas fotokatalis yang dihasilkan memiliki nilai efisiensi yang lebih tinggi (Chuan *et al.*, 2004).

B. Silika (SiO_2)

Silikon dioksida atau yang biasa disebut silika merupakan senyawa dengan rumus kimia SiO_2 . Senyawa silika terbentuk dari satu atom silikon (Si) dan dikelilingi oleh empat oksigen (O). Silikon merupakan unsur semi logam yang dapat bersifat sebagai semikonduktor sedangkan oksigen merupakan unsur non logam yang memiliki sifat sebagai isolator. Karena oksigen adalah unsur yang paling melimpah di kulit bumi, sementara silikon adalah unsur kedua terbanyak maka bentuk silika merupakan bentuk yang sangat umum ditemukan di alam (Jones, 2000). Perolehan silika biasanya terdapat di alam sebagai batu pasir, pasir silika atau kuarsa. Senyawa silika merupakan satuan struktur primer tetrahedron SiO_4 , dimana satu atom silika dikelilingi oleh empat atom oksigen. Gaya-gaya yang mengikat tetrahedral ini berasal dari ikatan ionik dan kovalen, sehingga dengan kombinasi ikatan ini akan membuat ikatan menjadi kuat (Vlack, 1994).

Struktur silika bisa terdapat dalam bentuk amorf maupun dalam bentuk kristal dengan tiga bentuk struktur dasar yaitu kuarsa, tridimit, dan kristobalit (Smith, 1996). Kelebihan dari silika di antaranya adalah memiliki ketahanan yang baik terhadap abrasi, stabilitas termal yang tinggi, isolator listrik yang baik, tidak mudah larut dalam bahan kimia kecuali dalam hidrogen fluorida atau HF (Surdia, 1999). Karakteristik silika dapat dilihat dalam Tabel 2.2.

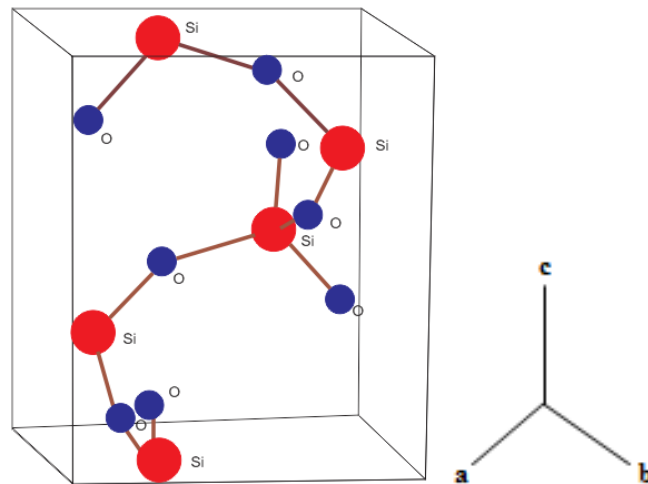
Tabel 2.2 Karakteristik silika (Surdia, 1999).

Nama lain	Silikon Dioksida
Rumus molekul	SiO ₂
Berat jenis (g/cm ³)	2,6
Bentuk	padat
Daya larut dalam air	tidak larut
Titik leleh (°C)	1610
Titik didih (°C)	2230
Kekerasan (kg/mm ²)	650
Kekuatan tekuk (MPa)	70
Kekuatan tarik (MPa)	110
Modulus elastisitas (GPa)	73-75
Resistivitas (Ωm)	>10 ¹⁴
Koordinasi geometri	tetrahedral
Struktur kristal	kwarsa, tridimit, kristobalit

Sifat kimia silika dari mineral di antaranya tidak larut dalam air, tahan terhadap zat kimia, dan memiliki nilai ekspansi termal yang rendah yaitu sekitar $12,3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ serta memiliki titik lebur yang tinggi sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan refraktori (bahan pelapis tanur), bahan keramik, adsorben dan pendukung katalis yang baik (Sigit dan Jetty, 2001).

Dalam penggunaan fotokatalis, silika amorf sangat baik digunakan dibandingkan dengan silika kristal. Pada prinsipnya, fotokatalis merupakan proses penyinaran dengan panjang gelombang tertentu pada bahan semikonduktor. Dalam proses tersebut, elektron pada pita valensi akan tereksitasi ke pita konduksi dan meninggalkan sebuah lubang (*hole*) positif (h^+) pada pita valensi. Kemudian akan terbentuk pasangan elektron dan *hole* yang mengakibatkan terjadinya transformasi energi termal atau reaksi kimia lain pada permukaan. Antara pita valensi dan pita konduksi terdapat celah pita (*band gap*) yang harus dilampaui oleh sebuah elektron. Nilai *band gap* berbanding lurus dengan resistivitas suatu bahan. Silika amorf memiliki

resistivitas yang sangat rendah yaitu antara 10^{12} - 10^{16} Ωm sedangkan silika kristal memiliki resistivitas di atas 10^{18} Ωm sehingga konduktivitas untuk silika amorf akan semakin tinggi dan memudahkan proses transfer elektron (Beltran *et al.*, 2006). Skema struktur silika dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Struktur silika.

Gambar 2.2 merupakan bentuk pemodelan struktur silika menggunakan aplikasi Powdercell 2.4. Model silika yang digunakan adalah silika sistem tetragonal dengan nomor *space group* 92, parameter sel $a = b = 4,964$ Å dan $c = 6,920$ Å serta sudut $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ (Boisen, 1994).

C. Prinsip Ekstraksi

Ekstraksi adalah pemisahan zat aktif atau zat limbah dari bahan padat atau cair dengan bantuan pelarut cair (Gamse, 2010). Kontak antara bahan padat dan pelarut berfungsi untuk mendapatkan perpindahan *solute* (zat terlarut) ke dalam *solvent* (pelarut). Saat terjadi kontak antara padatan dengan pelarut, sebagian zat terlarut akan berpindah ke dalam pelarut dan terbentuklah

larutan. Perpindahan zat terlarut tersebut dapat terjadi karena adanya perbedaan konsentrasi zat terlarut dalam larutan dan dalam padatan. Perbedaan konsentrasi ini akan mengendalikan proses ekstraksi. Perpindahan zat terlarut ini akan terjadi hingga dicapai keadaan setimbang. Keseimbangan yang idealnya harus dicapai dalam ekstraksi padat-cair ini membutuhkan pelarut yang cukup untuk melarutkan semua zat terlarut pada padatan dan tidak ada adsorpsi pada zat terlarut oleh padatan. Keseimbangan kemudian didapatkan ketika zat terlarut sudah sepenuhnya larut dan konsentrasi larutan seragam. Namun struktur padatan dapat menyulitkan tercapainya kondisi ini. Faktor tersebut sangat mempengaruhi tingkat efisiensi tertentu. Jika diasumsikan titik keseimbangan sudah ditemukan, maka konsentrasi cairan yang ditahan oleh padatan sama dengan cairan yang meluap pada tahap yang sama (Treyball, 1980).

Terdapat berbagai metode pemisahan campuran baik yang berlaku secara fisika maupun kimia. Dalam suatu proses pemisahan, zat yang akan dipisahkan dapat bergerak secara difusi di antara fase yang berbeda. Dengan kata lain pemisahan dengan proses ekstraksi adalah berdasarkan pada perbedaan kelarutan komponen-komponen yang dipisahkan (Cabe, 2005).

Berdasarkan prinsip dan cara pelarutan zat terlarut atau cara pengontakan padatan dengan pelarut, ekstraksi dibedakan menjadi maserasi atau dispersi, dan perkolasi atau imersi (Treyball, 1980).

Macerasi atau dispersi merupakan proses pemisahan zat aktif dengan menggunakan pelarut dengan beberapa kali pengocokkan atau pengadukan pada temperatur ruangan (kamar). Proses ini bertujuan untuk menarik zat-zat aktif dengan karakteristik tahan panas maupun tidak. Prinsip metode ini mengenai pencapaian konsentrasi pada keseimbangan (Depkes RI, 2000). Perkolasi atau imersi merupakan proses pemisahan zat aktif dengan mengalirkan pelarut ke dalam padatan. Biasanya pelarut yang digunakan telah dipanaskan terlebih dahulu hingga temperatur mendekati titik didihnya (Ansel, 1989).

Ekstraksi dilakukan dengan berbagai alasan, seperti untuk memurnikan senyawa yang selanjutnya akan diproses secara berkelanjutan, untuk mengisolasi bahan yang akan dikarakterisasi dan berbagai macam hal lain. Ekstraksi dapat diklasifikasikan menurut beberapa pola diantaranya ekstraksi analisis dan ekstraksi preparatif, ekstraksi tersebut bergantung pada jumlah senyawa murni yang akan dipisahkan. Kemudian ekstraksi bertumpuk dan ekstraksi berlanjut atau proses yang terus menerus, hal ini bergantung pada bahan material yang akan dipisahkan. Selanjutnya ada ekstraksi yang berdasarkan pada prinsip-prinsip fisik yang terlibat seperti proses adsorpsi. Ekstraksi yang berdasarkan pada jenis fase yang terlibat seperti padat, cair, gas, padat, cairan superkritis dan lain-lain. Pemahaman dan praktek ekstraksi terletak di bagian analitis, anorganik, organik, dan kimia fisika dengan teori dan terapan teknik kimia (Raynie, 2000).

D. Nanopartikel

Nanosains merupakan ilmu yang mempelajari fenomena dan teknik manipulasi material pada skala atomik, molekul, dan makromolekul yang menyebabkan perbedaan sifat yang sangat signifikan dengan material berskala besar atau *bulk material* (Filliponi dan Sutherland, 2013). Nanosains berbeda dengan nanoteknologi. Nanoteknologi merupakan desain ilmu yang berhubungan dengan material pada skala satu per satu miliar meter (yaitu 10^{-9} m = 1 nm) dan juga studi tentang memanipulasi materi pada skala atom dan molekul (Horikoshi dan Serpone, 2013). Pada prinsipnya nanoteknologi merupakan teknologi yang didasarkan pada pemanfaatan bahan dengan ukuran partikel dalam skala nano (Saxton, 2007). Material dengan ukuran berskala nano merupakan objek studi tersendiri yang krusial dalam nanoteknologi, atau biasa dikenal dengan istilah nanomaterial. Nanomaterial didefinisikan sebagai suatu perangkat bahan dimana paling sedikit satu dimensinya lebih kecil dari 100 nm. Nanomaterial dapat diklasifikasikan menjadi 2 jenis yaitu nanomaterial alami dan non-alami. Nanomaterial alami yaitu material berskala nano yang tercipta dengan alamiah dan memberikan efek pada lingkungannya, contohnya virus, protein, material yang disebabkan oleh efek vulkanik, dan lain-lain. Sedangkan untuk nanomaterial non-alami adalah material berskala nano yang dihasilkan dari proses fabrikasi (Filliponi dan Sutherland, 2013).

Berdasarkan bentuk dimensional, nanomaterial dikategorikan menjadi 3, yaitu 1 dimensi (1-D), 2 dimensi (2-D) dan 3 dimensi (3-D) yang mempunyai skala

dibawah 100 nm. Contoh 1-D yaitu film tipis, *layers* (lapisan) atau *coating* (pelapisan). Untuk 2-D contohnya *nanotube* (tabung nano), *fibres* (serat-serat) dan *nanowire* (kawat nano). Sedangkan untuk 3-D diantaranya mikrokapsul, *nanoring* (cincin nano), *nanoshells*, *quantum dot* dan nanopartikel (Filliponi dan Sutherland, 2013).

Nanopartikel merupakan partikel berskala nano yang didefinisikan sebagai suatu objek kecil yang berperilaku sebagai satu kesatuan berkaitan dengan teori transport dan sifat-sifatnya. Berdasarkan ukuran diameter, partikel diklasifikasikan menjadi 3 bagian diantaranya partikel ultrahalus, partikel halus, dan partikel kasar. Partikel ultrahalus atau partikel nano berukuran 1 sampai dengan 100 nm, untuk partikel halus memiliki ukuran antara 100 sampai 2.500 nm, sedangkan partikel kasar memiliki ukuran antara 2.500 sampai 10.000 nm (Filliponi dan Sutherland, 2013).

Pada dasarnya nanopartikel dibagi menjadi 2 yaitu nanokristal dan *nanocarrier*. Nanokristal merupakan gabungan dari ratusan atau ribuan molekul yang membentuk kristal. Pembuatan nanokristal disebut nanonisasi. Prinsip pembuatannya memerlukan sedikit surfaktan untuk stabilisasi permukaan. *Nanocarrier* memiliki berbagai macam jenis di antaranya nanotube, liposom, nanopartikel lipid padat, misel, dendrimer, nanopartikel polimerik dan lain-lain (Rawat *et al.*, 2006). Selain itu nanopartikel memiliki reaktivitas yang lebih besar disebabkan atom-atom nanopartikel memiliki peluang lebih besar untuk berinteraksi dengan material lain (Saxton, 2007).

Suatu nanopartikel merupakan komponen yang paling mendasar dalam pembuatan struktur nano. Substansinya yaitu dapat menyebabkan terjadinya perubahan mendasar pada sifat-sifatnya seperti sifat fisika dan kimianya di antaranya titik leleh rendah, sifat spesifik optik, kekuatan mekanik dan luas permukaan spesifik yang lebih tinggi yang mungkin dapat menarik dalam berbagai aplikasi industri (Horikoshi dan Serpone, 2013).

Berdasarkan sifat termal nanomaterial, sebagian besar atom-atom berada pada permukaan, luas permukaan memiliki nilai lebih besar. Ketika atom-atom tersebut bervibrasi, maka posisi awal akan tetap dipertahankan. Ketika diberikan energi panas, maka atom tidak akan mampu mempertahankan posisinya, sehingga atom akan mudah untuk melebur, kemudian atom berpeluang menguap dan meninggalkan posisinya. Kondisi tersebut menyebabkan nanopartikel memiliki titik leleh atau titik lebur lebih rendah dibandingkan dengan partikel dalam limpahan.

Ketika ditinjau dari sifat spesifik optik, nanopartikel akan mempunyai rapat elektron permukaan yang tinggi yang disebut sebagai plasmon permukaan. Ketika cahaya yang memiliki panjang gelombang spesifik mengenai plasmon permukaan tersebut, maka akan mengakibatkan eksitasi pada osilasi yang dihasilkan. Osilasi ini disebut sebagai resonansi plasmon permukaan. Akibat kondisi tersebut, warna yang dihasilkan oleh nanopartikel akan berbeda dengan partikel yang lebih besar, disebabkan oleh respon partikel terhadap cahaya berbeda-beda.

E. *X-Ray Diffraction (XRD)*

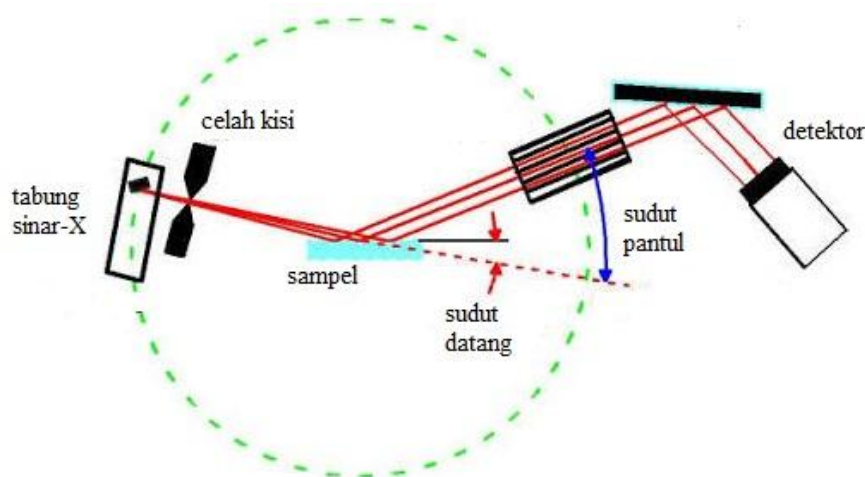
Difraksi sinar-X atau XRD merupakan instrument karakterisasi yang mempelajari kisi-kisi ruang suatu material dari intensitasnya secara cepat dan akurat (Brindley dan Brown, 1980). Sejarah dari XRD dimulai pada tahun 1895, ketika Wilhelm Rontgen menemukan suatu sinar misterius yang muncul ketika elektron ditembakkan ke suatu target (logam atau gelas) dalam ruang vakum dengan tegangan tinggi dan kemudian dihamburkan oleh target tersebut. Sinar yang muncul begitu misterius hingga dinamakan sinar-X. Sinar-X tidak dapat dipengaruhi oleh medan listrik dan medan magnet, fenomena tersebut diindikasikan sebagai akibat bahwa sinar-X bukan partikel bermuatan dan mempunyai panjang gelombang yang sangat pendek sekitar 10^{-8} - 10^{-12} m (Giancoli, 1984). Berdasarkan hal tersebut, sinar-X memiliki tingkat resolusi yang lebih baik dalam mengamati atom-atom dan molekul-molekul mikroskopik.

Sinar-X termasuk gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang sekita 0,5 - 2,5 Å. Bila seberkas sinar-X yang memiliki panjang gelombang λ diarahkan ke permukaan kristal dengan sudut datang θ , maka sinar tersebut akan dihamburkan oleh bidang atom kristal dan menghasilkan puncak-puncak difraksi yang dapat diamati dengan peralatan difraktometer (Cullity, 1978).

Pada difraktometer terdapat sumber radiasi yang berasal dari Cu, Mo, Co, Cr dan Fe. Sumber radiasi sangat mempengaruhi sampel yang akan diuji sehingga harus diperhatikan dalam memilih sumber radiasi seperti komposisi

sampel yang akan diuji dan tujuan dari pengujian itu sendiri (Brindley dan Brown, 1980).

Hukum Bragg merupakan landasan hukum dalam prinsip kerja difraktometer sinar-X. Pola difraksi, intensitas dan sudut difraksi 2θ berbeda-beda untuk setiap bahan. Interferensi berupa puncak-puncak intensitas diperoleh sebagai hasil proses difraksi dimana terjadi interaksi antara sinar-X dengan atom-atom pada bidang kristal (Vlack, 1994). Gambar 2.3 menunjukkan hamburan sinar-X oleh elektron-elektron di dalam atom suatu material.



Gambar 2.3. Skema difraksi sinar-X (Roman, 2014).

Gambar 2.3 merupakan skema terjadinya difraksi sinar-X pada saat elektron ditembakkan dan menumbuk sampel. Tumbukan antara elektron dan atom-atom pada sampel mengakibatkan hamburan sinar-X dan ditangkap oleh detektor berupa intensitas sinar-X yang terdifraksi pada sudut 2θ . Analisis XRD merupakan analisis non-destruktif terhadap sampel artinya tidak merusak sampel. Intensitas sinar-X yang terdifraksi dan mengenai permukaan sampel akan membentuk pola interferensi sebagai fungsi sudut difraksi yang

memenuhi hukum Bragg. Adapun hukum Bragg diperlihatkan pada persamaan 2.1 (Cullity, 1978).

$$\lambda = 2 d \sin \theta \quad (2.1)$$

Keterangan:

λ = panjang gelombang sinar-X

d = jarak antar bidang ekuivalen atom

θ = sudut difraksi

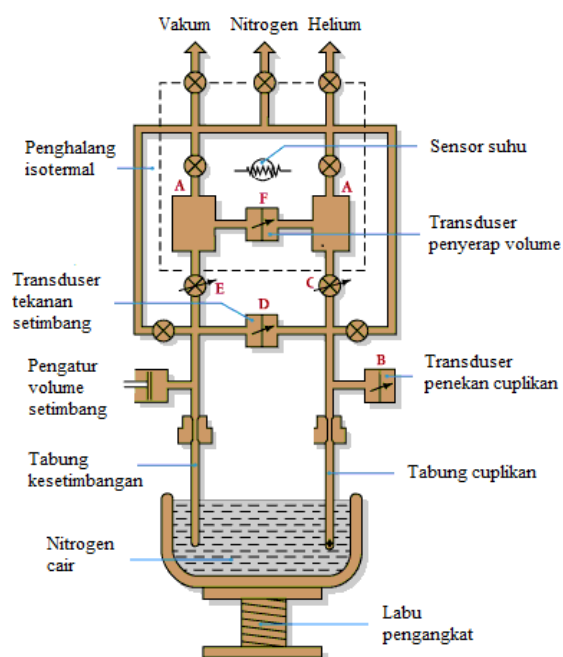
Pola interferensi yang terbentuk kemudian akan dianalisis untuk mengetahui struktur kristal, komposisi kimia maupun sifat-sifat bahan melalui pencocokan data.

F. *Surface Area Analyzer (SAA) Metode BET*

Surface Area Analyzer atau SAA merupakan salah satu alat karakterisasi yang berkaitan dengan luas permukaan suatu molekul. Pada prinsipnya, SAA didasarkan pada siklus adsorpsi dan desorpsi isothermis gas nitrogen oleh sampel serbuk pada suhu nitrogen cair. Siklus tersebut memberikan informasi terkait variasi data tekanan proses. Proses diawali dengan memasukkan serbuk ke dalam tabung SAA, kemudian diberikan sejumlah gas, biasanya gas yang dipakai adalah nitrogen, argon dan helium. Pemberian gas dilakukan sebelum dan sesudah diberikan serbuk. Sensor tekanan akan mendeteksi tekanan yang bervariasi. Kemudian didapatkan data hasil tekanan.

Terkait data tekanan, telah banyak teori dan model perhitungan yang dikembangkan para peneliti untuk mengubah data yang dihasilkan alat ini berupa jumlah gas yang diserap pada berbagai tekanan dan suhu tertentu (disebut juga *isotherm*) menjadi data luas permukaan, distribusi pori, volume pori dan lain sebagainya. Misalnya saja untuk menghitung luas permukaan padatan dapat digunakan metode BET, Metode Langmuir, metode t-plot, dan lain sebagainya. Dari sekian banyak metode-metode ini, metode BET lebih sering dipakai dibandingkan dengan metode lain.

BET merupakan singkatan nama dari ketiga ilmuwan yang menemukannya yaitu Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmett, dan Edward Teller. Metode tersebut pertama kali diperkenalkan pada tahun 1938 (Brunauer *et al.*, 1938). BET memiliki prinsip perhitungan yaitu dengan mengetahui jumlah volume gas *adsorbate* total yang dimasukkan ke dalam tabung sebelum dimasukkan sampel dan mengetahui jumlah volume gas *absorbate* total sisa atau yang tidak terserap oleh sampel, sehingga jumlah volume gas yang terserap oleh sampel dapat diketahui. Kemudian mengkonversi satuan volume ke dalam satuan luasan (Rosyid *et al.*, 2012). Proses siklus SAA metode BET dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Skema SAA metode BET (Hwang dan Barron, 2011).

Gambar 2.4 memperlihatkan proses kerja dari sistem instrumen SAA dengan metode BET. Sampel ditempatkan pada labu nitrogen cair, kemudian diinjeksikan gas nitrogen yang menyebabkan tekanan turun perlahan sampai keadaan setimbang. Gas yang bersentuhan dengan permukaan akan teradsorpsi. Jumlah gas teradsorpsi yang diketahui dapat digunakan untuk menentukan luas permukaan sampel yang akan diuji.

Metode BET merupakan salah satu model perhitungan yang digunakan untuk menentukan luas permukaan serbuk atau bahan berpori (Zielinski dan Kettle, 2013). Prinsipnya menjelaskan fenomena melekatnya molekul gas pada permukaan zat padat dengan lapisan ganda atau beberapa lapis permukaan. Metode ini digunakan berdasarkan asumsi bahwa pada setiap permukaan mempunyai tingkat energi yang homogen (energi adsorpsi tidak mengalami

perubahan dengan adanya adsorpsi di lapisan yang sama) dan tidak ada interaksi selama molekul teradsorpsi (Brunauer *et al.*, 1938).

Data hasil tekanan pada metode BET, selanjutnya diolah dengan persamaan berikut (Sing, 1985).

$$\frac{1}{x\left(\left(\frac{p_0}{p}\right)-1\right)} = \frac{1}{C.X_m} + \frac{C-1}{C.X_m} x \frac{p}{p_0} \quad (2.2)$$

Keterangan:

p = tekanan kesetimbangan adsorpsi

p_0 = tekanan penuh adsorpsi

X = berat gas yang diserap pada tekanan relatif

X_m = berat gas yang diserap sebagai lapisan tunggal

C = tetapan energi adsorpsi

Persamaan BET (2.2) akan menghasilkan garis lurus bila dibuat grafik dari ruas kiri $\frac{1}{x\left(\left(\frac{p_0}{p}\right)-1\right)}$ dengan tekanan relatif $\frac{p}{p_0}$. Prosedur standar lapisan ganda

BET diperlukan minimal 3 titik kisaran untuk tekanan relatif yang tepat.

Berat gas nitrogen yang membentuk satu lapisan tipis (lapisan tunggal) X_m dapat ditentukan dari slop (s) dan perpotongan (i) pada grafik BET dari persamaan (2.2). Persamaan yang didapatkan yaitu:

$$\text{Slop (s)} = \frac{C-1}{C.X_m} \quad (2.3)$$

$$\text{Perpotongan (i)} = \frac{1}{C.X_m} \quad (2.4)$$

Kemudian dengan menggabungkan persamaan (2.3) dan (2.4) didapatkan berat gas nitrogen pada lapisan tunggal (X_m) sebagai berikut:

$$X_m = \frac{1}{s+i} \quad (2.5)$$

Kemudian untuk mendapatkan luas permukaan spesifik diperlukan penampang lintang dari molekul gas nitrogen (adsorben) untuk menghasilkan luas permukaan total (S). Persamaannya sebagai berikut:

$$S = \frac{(X_m \cdot N \cdot A_{cs})}{M} \quad (2.6)$$

Keterangan:

N = bilangan Avogadro ($6,023 \times 10^{23}$ molekul/mol)

M = volume molar gas nitrogen (22,414 L)

X_m = berat gas yang diserap sebagai lapisan tunggal

A_{cs} = daerah penampang lintang nitrogen (10,2 Å)

Luas permukaan dipengaruhi oleh beberapa faktor, di antaranya yaitu ukuran partikel, morfologi, tekstur permukaan, dan porositas (Trunschke, 2013). Luas permukaan sangat mempengaruhi kualitas dan kegunaan dari suatu bahan kimia fase padat. Peran utama yang sangat krusial yaitu pada proses pengolahan, pemurnian, pencampuran bahan kimia, serta fungsi produk, khasiat dan stabilitas (Zielinski dan Kettle, 2013).

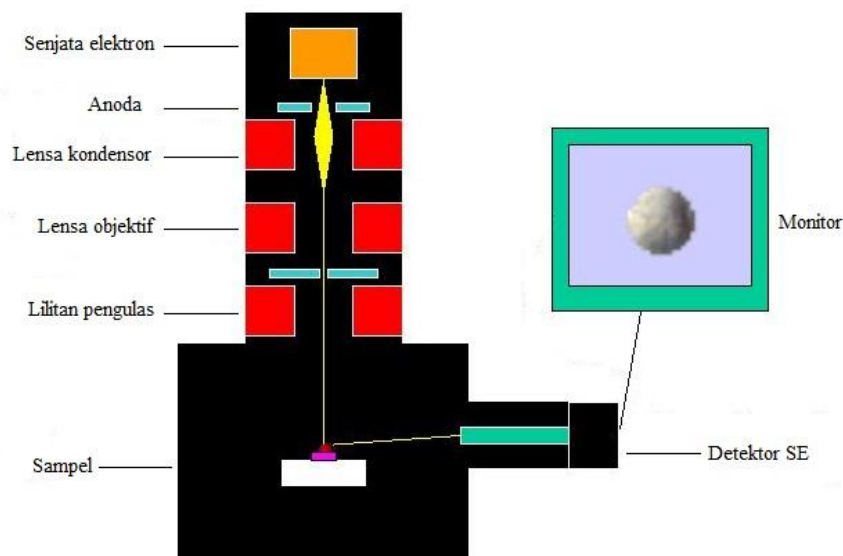
G. *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

SEM merupakan salah satu instrument karakterisasi material yang berguna untuk mengamati dan menganalisis struktur, topografi dan morfologi dari bahan padat seperti logam, keramik, polimer dan komposit. Alat ini menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya untuk mendapatkan

informasi gambar yang diinginkan dengan resolusi dan ketajaman gambar yang tinggi. Elektron memiliki resolusi mencapai 0,1 sampai dengan 0,2 nm, sedangkan cahaya tampak memiliki resolusi 200 nm. Dengan proses pencahayaan menggunakan elektron, SEM mempunyai resolusi sekitar 0,5 nm dengan perbesaran maksimum 500.000 kali (Goldstein, 2003).

SEM menghasilkan gambar sebagai hasil dari pemindaian gambar yang diperbesar. Perbesaran tersebut sama dengan perbandingan ukuran gambar yang ditampilkan ketika dipindai oleh penyorot pada spesimen. Perbesaran minimum adalah sudut maksimum yang dibentuk dan bergantung pada jarak yang dikerjakan. Perbesaran minimum diperkirakan mencapai 10 dengan area pemindai berorde 1 cm^2 . Perbesaran dapat ditambahkan dengan mereduksi amplitude yang digunakan untuk memindai. Penggunaan maksimumnya bergantung dengan resolusi dengan batas 10^4 sampai dengan 10^6 berdasarkan tipe gambar spesimen dan kondisi operasi (Reed, 1993).

Pada prinsipnya, SEM terdiri dari beberapa komponen antara lain senjata elektron yang berfungsi melepas atau menembakkan elektron, biasanya menggunakan filamen yang terbuat dari unsur yang mudah melepas elektron contohnya tungsten. Kemudian komponen yang lainnya yaitu lensa magnetik yang berfungsi memfokuskan elektron. Komponen lain yaitu sistem vakum, mengurangi jumlah partikel pada ruangan. Secara sederhana prinsip kerja SEM ditunjukkan pada Gambar 2.5.

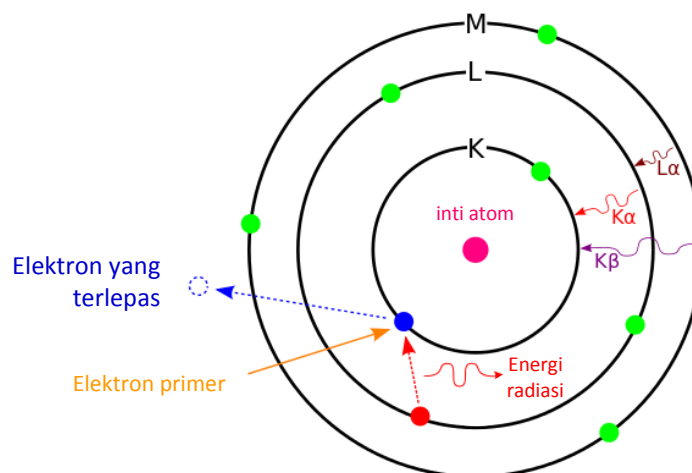


Gambar 2.5. Prinsip kerja alat SEM (Sampson, 1996).

Gambar 2.5 memperlihatkan skema alat SEM, berawal dari elektron primer yang keluar dari senjata elektron dengan energi yang sangat besar melewati anoda. Anoda berfungsi untuk menyearahkan elektron menuju titik fokus, membatasi dan mengeliminasi pancaran elektron yang memiliki sudut hambur terlalu besar. Setelah melewati anoda, berkas elektron diteruskan menuju lensa magnetik, agar elektron terfokuskan dan dipercepat menuju lilitan pengulas hingga sampai ke cuplikan atau sampel (Sampson, 1996).

Elektron primer yang berinteraksi dengan elektron terluar dari sampel, misal kulit K akan mengakibatkan terjadinya hamburan elektron yang mengakibatkan elektron di kulit K tereksitasi keluar karena energinya lebih kecil dibandingkan dengan elektron primer. Hal ini menyebabkan elektron primer dapat memberikan sisa energinya pada elektron-elektron yang berada di kulit L, M, N dan seterusnya dengan cara menjatuhkan dirinya hingga menuju kulit yang terdekat dengan inti. Elektron-elektron yang berada di

kulit-kulit atasnya akan memiliki energi yang berlebih sehingga secara otomatis elektron-elektron tersebut akan naik menuju ke kulit terluarnya. Hal inilah yang menyebabkan timbulnya sinar-X yang ditunjukkan pada Gambar 2.6.

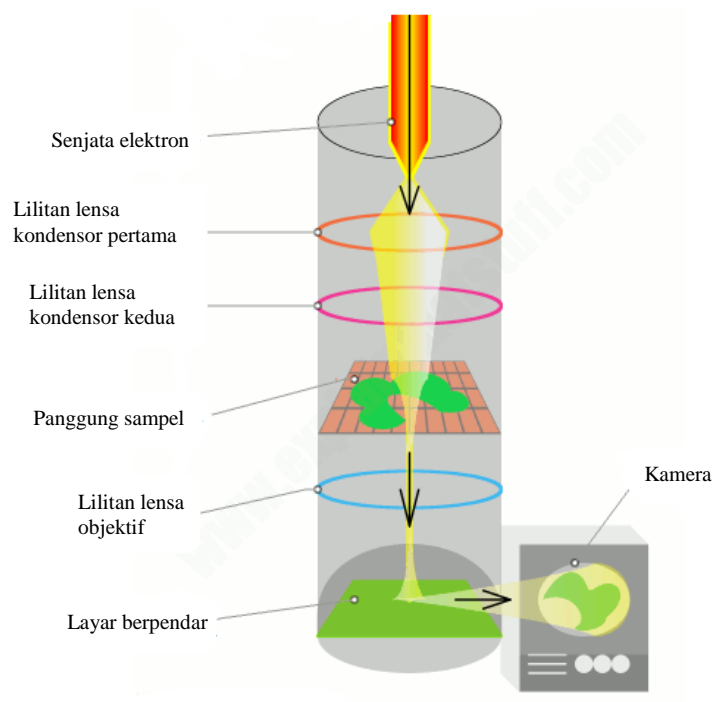


Gambar 2.6. Energi dispersif sinar-X (Sharma, 1999)

Sinar-X yang dihasilkan akan diubah ke dalam sinyal pulsa oleh *photomultiplier* selanjutnya pulsa tersebut diubah menjadi bilangan digital melalui *Analog to Digital Converter* (ADC) untuk dibaca oleh komputer. Informasi dari konverter sinar-X tersebut memberikan hasil spektrum tinggi pulsa (energi) terhadap waktu. Hasil inilah yang disebut dengan *Energy Dispersive Spectrometry* (EDS). EDS dapat memberikan informasi berupa unsur-unsur dalam sampel dengan cara mengetahui tingkat energi dari $K\alpha$ yang tertera dalam intensitas. Intensitas-intensitas dalam bentuk energi (keV) kemudian dicocokkan dengan data energi standar (Sharma, 1999).

H. *Transmission Electron Microscopy (TEM)*

TEM merupakan instrumentasi yang berfungsi untuk menentukan ukuran kuantitatif, distribusi ukuran sampel dan morfologi partikel. Prinsip kerja TEM secara fisis memiliki kesamaan dengan mikroskop cahaya, perbedaannya terletak pada sumber cahaya yang digunakan. TEM menggunakan elektron sebagai sumber cahaya yang memiliki resolusi sebesar 0,1 nm. Berdasarkan sumber cahaya yang digunakan tersebut, TEM memiliki kesamaan dengan SEM, namun perbedaannya terletak pada penembakan sampel. Pada SEM, elektron hanya menumbuk sampel dan hasil pendaran tersebut yang ditangkap oleh detektor. Sedangkan pada TEM, sampel disiapkan dengan sangat tipis sehingga elektron dapat menembusnya dan diolah menjadi gambar (Rosenauer, 2003). Secara sederhana prinsip kerja TEM dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.7. Prinsip kerja TEM (Woodford, 2017).

Pada Gambar 2.6 memperlihatkan skema TEM dimulai dari elektron yang dipercepat dengan energi tinggi 300 KeV pada daerah vakum. Elektron yang dipercepat pada daerah vakum tersebut berperilaku seperti cahaya yang bergerak lurus dan memiliki sifat seperti gelombang dengan panjang gelombang 100.000 kali lebih pendek dari cahaya tampak (Beniac *et al.*, 2010). Elektron kemudian melewati susunan sistem optik yang menggunakan kumparan lensa dan biasanya terbuat dari jenis magnet. Jarak fokus elektron dapat dikontrol dengan mengatur arus kumparan lensa (Smalman dan Bishop, 1999).

Ketika elektron menembus lapisan sampel suatu material, maka elektron menyebar. Elektron yang tersebar difokuskan oleh sistem lensa elektromagnetik canggih dan menghasilkan citra atau gambar dari sampel. Dari citra atau gambar yang ditampilkan, dapat diketahui ukuran kuantitas dari suatu material baik diperbesar dalam ukuran mikro maupun nano (Hofer, 2014).

Gambar yang dihasilkan dari uji TEM, kemudian dapat diplot menggunakan *software imageJ* untuk mengetahui distribusi dan ukuran kuantitas dari suatu partikel. Data berupa partikel-partikel yang diplot kemudian disubstitusikan dalam persamaan (2.7) dan (2.8) untuk mengetahui besar ukuran dan perbedaan ukuran tiap partikel yang terdistribusi.

$$\bar{d} = \frac{1}{n} \sum_1^n d \quad (2.7)$$

$$\Delta d = \frac{1}{n} \sqrt{\frac{n \sum d^2 - (\sum d)^2}{n-1}} \quad (2.8)$$

Keterangan:

d = diameter partikel ke-1 sampai ke-n (nm)

n = banyaknya hasil pengukuran

Δd = nilai koreksi perhitungan (nm)

Selain TEM, analisis ukuran kuantitas suatu partikel juga dapat dilakukan menggunakan rumusan Scherrer yang ditunjukkan pada persamaan 2.9 (Alexander dan Klug, 1950). Data yang digunakan yaitu berupa nilai *Full Width of Half Maximum* (FWHM) yang didapatkan dari data XRD sampel.

$$D = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta} \quad (2.9)$$

Keterangan:

D = ukuran partikel (nm)

K = konstanta faktor bentuk (0,94)

λ = panjang gelombang sinar-X (nm)

β = lebar setengah puncak difraksi (°)

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada November 2017 sampai dengan Januari 2018 di Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika dan Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan

Adapun alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain kondensor refluks, pengaduk magnet plus batang magnet, neraca digital, pompa vakum, oven, mortar dan alu, gelas ukur, pipet tetes, spatula, termometer, kertas lakmus untuk mengukur pH dan kertas saring. Sedangkan untuk bahan-bahan yang digunakan antara lain batu apung pantai Pasir Putih Lampung Selatan, NaOH 99% Merck, H₂SO₄ 98% JT Baker, HCl 36-38% JT Baker dan air destilasi.

C. Prosedur Penelitian

Beberapa prosedur penelitian yang digunakan di antaranya preparasi sampel, ekstraksi dan karakterisasi XRD, SEM-EDS, BET dan TEM. Karakterisasi XRD dilakukan di Jurusan Fisika FMIPA Universitas Negeri Padang dengan alat XRD merk XPERT PRO PANalytical, penembakkan sampel dilakukan dengan kenaikan 2θ sebesar $0,026^\circ$ dari 10° sampai 100° , arus dan tegangan yang digunakan sebesar 30 mA dan 40 kV. Untuk uji TEM dilakukan di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gadjah Mada Yogyakarta menggunakan alat TEM merk JEOL/EO JEM-1400 versi 1.0. Uji SEM-EDS dilakukan di Laboratorium Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju BATAN Serpong menggunakan alat SEM-EDS merk JEOL/EO JSM-6510 versi 1.0. Sedangkan uji BET dilakukan di Laboratorium Instrument Teknik Kimia Institut Teknologi Bandung menggunakan alat SAA merk Quantachrome NovaWin version 11.0.

D. Preparasi Batu Apung

Preparasi batu apung diawali dengan mencuci batu apung sebanyak 3 kali menggunakan air destilasi hingga berwarna abu-abu. Kemudian batu apung yang telah dicuci hingga bersih, dikeringkan dengan suhu $(80 - 100)^\circ\text{C}$ selama 12 jam. Setelah itu, batu apung yang sudah kering, dihancurkan dengan mortar hingga berbentuk serbuk batu apung. Serbuk batu apung kemudian disaring dengan alat ayakan. Serbuk yang sudah halus kemudian dicuci dengan air destilasi hingga bersih. Setelah serbuk dicuci hingga bersih,

serbuk halus dipanaskan dengan suhu 400 °C selama 4 jam. Dalam penelitian ini serbuk batu apung disiapkan sekitar 30 gr sampel.

E. Ekstraksi Serbuk Batu Apung

Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses ekstraksi serbuk batu apung adalah sebagai berikut:

1. Mencampurkan 10 gr serbuk batu apung dengan 500 ml NaOH (2,5 M) di dalam botol berleher dengan kondensor refluks.
2. Memanaskan serbuk tersebut pada suhu 100 °C sambil di stir 300 rpm selama 24 jam untuk melarutkan silika dan menghasilkan sodium silika.
3. Menyaring bubur adukan dengan menggunakan saringan dan pompa vakum dan mencuci dengan air destilasi yang hangat.
4. Mentitrasi larutan dengan H₂SO₄ (5 M) sambil distir kuat hingga pH = 7. Pada tahap ini ditambahkan asam sulfat hingga pH mencapai 7. Mengukur pH dengan menggunakan kertas lakmus.
5. Hasil berupa gel jernih yang lembut dan dibiarkan pada temperatur kamar selama 24 jam.
6. Menyaring dan mencuci dengan air destilasi untuk menghilangkan garam sulfat.
7. Mengeringkan gel dengan suhu 80 °C selama 24 jam.
8. Gel yang sudah dikering menjadi serbuk kemudian dilarutkan kembali dengan larutan HCl (1 M) dengan suhu 110 °C selama 3 jam.
9. Suspensi difilter dan dicuci dengan air destilasi yang agak berlebih dan kemudian dikeringkan dengan suhu 110 °C selama 12 jam.

10. Kemudian serbuk dikalsinasi pada suhu 700 °C selama 2 jam.
11. Melakukan langkah yang sama untuk 2 sampel selanjutnya dengan variasi NaOH yang ditunjukkan pada Tabel 3.1.

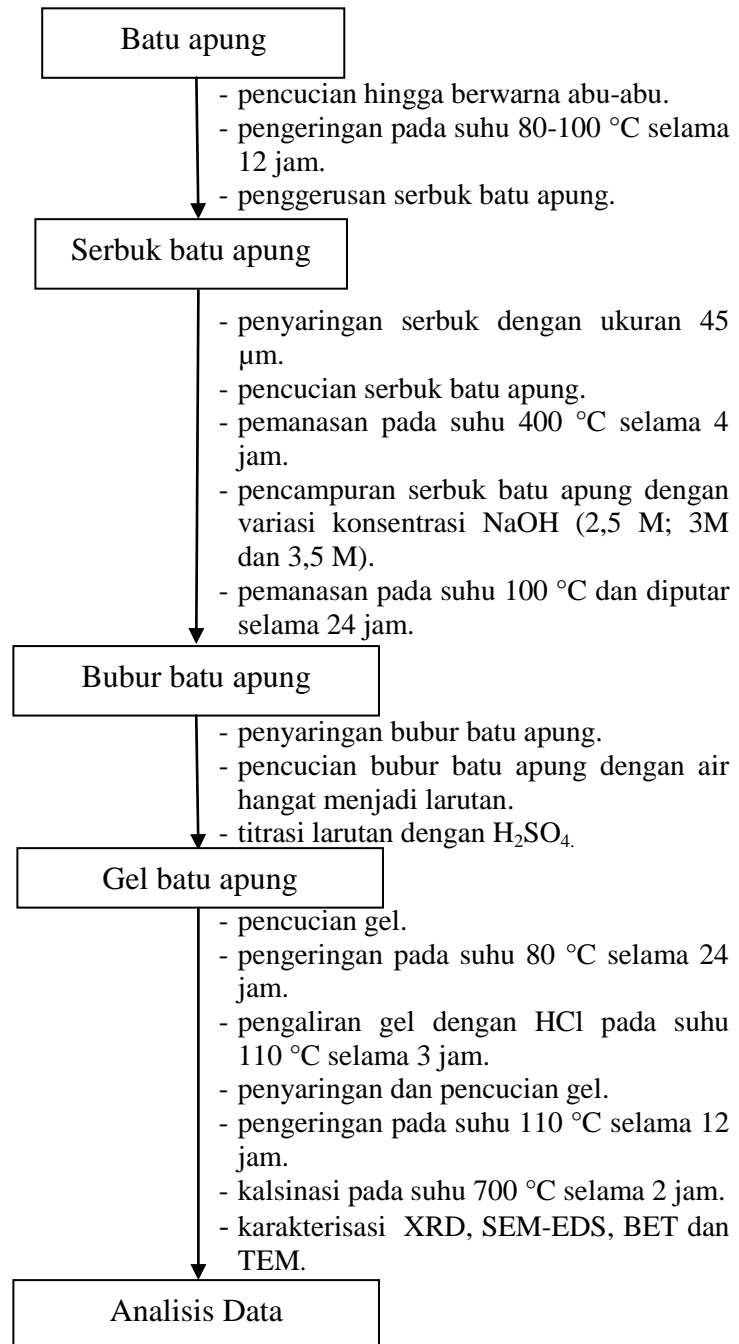
Tabel 3.1. Variasi konsentrasi NaOH pada proses ekstraksi.

No.	Sampel	Konsentrasi (M)	NaOH (gr)	Aquabidest (ml)
1.	A	2,5	50	500
2.	B	3,0	60	500
3.	C	3,5	70	500

12. Serbuk yang dihasilkan berubah warna dari abu-abu menjadi serbuk putih, kemudian serbuk dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM-EDS, BET dan TEM.

F. Diagram Alir Penelitian

Secara sederhana diagram alir metode penelitian tampak seperti pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian batu apung.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan data hasil penelitian dan analisis yang sudah dilakukan, maka diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Hasil analisis XRD menunjukkan silika yang dihasilkan dari proses ekstraksi batu apung dengan variasi konsentrasi NaOH 2,5 M dan 3,5 M secara umum menunjukkan fasa amorf.
2. Hasil analisis EDS menunjukkan silika yang dihasilkan memiliki kemurnian sebesar 75,84%.
3. Nanostruktur silika dari hasil uji TEM memiliki ukuran partikel sekitar $(11,32 \pm 0,922)$ nm dengan NaOH 3,5 M, sementara dari hasil uji XRD didapatkan ukuran partikel 24,42 nm untuk NaOH 2,5 M dan 18,58 nm untuk NaOH 3,5 M.
4. Luas permukaan nanosilika hasil ekstraksi batu apung dengan NaOH 2,5; 3 dan 3,5 M berturut-turut adalah 178,695 m²/g; 426,826 m²/g dan 186,173 m²/g.

B. Saran

Untuk penelitian selanjutnya perlu dilakukan ekstraksi silika dari batu apung yang berbeda misalnya batu apung yang berasal dari Kabupaten Tanggamus. Kemudian pada saat proses filtrasi perlu menggunakan filtratnya untuk mendapatkan gel silika dan penambahan volume pengenceran HCl untuk menghilangkan unsur-unsur selain Si dan O.

DAFTAR PUSTAKA

- Abraham, R., Sanal, S., Thomas, J., George, J., Koruthu, D. P., Manivarnan, N. K. 2014. Silica Nano Particles Synthesized from Boiler Spent Ash: Value Addition to an Industrial Waste. *Chemistry and Material Research*. **6**. No. 6. p. 93-99.
- Alexander, L. and Klug, H. P. 1950. Determination of Crystallite Size with the X-Ray Spectrometer. *Journal of Applied Physics*. **21**. p. 137.
- Ansel, H. C. 1989. *Pengantar Bentuk Sediaan Farmasi Edisi 4*. Jakarta. UI Press. p. 96.
- Azhari dan Aziz, M. 2016. Sintesis dan Karakterisasi Material Berpori Berbasis Mineral Silika Pulau Belitung. *Jurnal Teknologi Mineral dan Batu Bara*. **12**. No. 3. p. 161-170.
- Balgis, R., Purwanto, A., Winardi, S., Setyawan, H. and Affandi, S. 2009. A Facile Method for Production of High-Purity Silica Xerogels from Bagasse Ash. *Advanced Powder Technology*. **20**. p. 468-472.
- Beltran, E. L., Prene, P., Boscher, C., Belleville, P., Buvat, P., Lambert, S., Guillet, F., Boissiere, C., Grosso, D and Sanchez, C. 2006. Nanostructure Hybrid Solar Cells Based on Self-assembled Mesoporous Titania Thin Films. *Journal Chemistry of Material*. **18**. p. 6152-6156.
- Beniac, D., Belova, L., Burgess, R., Barnes, C., Cifuentes, L. T., Crassous, P., DiFiore, A., Gspan, C., Gunning, P., Holthuysen, F., Ito, J., Jane, W. N., Johnson, C., Keller, A. and Kisielowski, N. C. 2010. *An Introduction of Microscopy Electron*. FEI. ISBN 978-0-578-06276-1. p. 4.
- Bideci, S. O., Bideci, A., Gultekin, A. H., Oymael, S., and Yildirim, H. 2013. Polymer Coated Pumice Aggregates and Their Properties. *Composites: Part B Engineering*. **13**. p. 584.

- Brindley, G. W. and Brown, G. 1980. *Crystal Structures of Clay Minerals and Their X-Ray Identification*. London. Mineralogical Society. p. 312-316.
- Bruneaur, S., Emmett, P. H. and Teller, E. 1938. Adsorption of Gases in Multimolecular Layers. *Journal of the American Chemical Society*. **60**. p. 309-319.
- Cavaleri, L., Miraglia, N., and Papia, M. 2003. Pumice Concrete for Structural Wall Panels. *Engineering Structures*. **25**. p. 115.
- Chen, L. X., Guo, A. L and Tao, W. 2005. Electrosmotic Driving Liquid Using Nanosilica Packed Column. *Chinese Chemical Letters*. **16**. 6. p. 809-811.
- Chira, A., Kumar, A., Vlach, T., Laiblova, L., Skavin, A. S. and Hajek, P. 2016. Property Improvement of Alkali Resistant Glass Fibres/Epoxy Composite Nanosilica for Textile Reinforced Concrete Application. *Materials and Design*. **85**. 9. p. 146-155.
- Chuan, X. Y., Hirano, M. and Inagaki, M. 2004. Preparation and Photocatalytic Performance of Anatase-Mounted Natural Porous Silica, Pumice, by Hidrolysis under Hydrothermal Conditions. *Applied Catalysis B. Environmental*. **51**. p. 255-260.
- Creswell, C. J., Runquist, O. A. and Campbell, M. M. 1982. *Analisis Spektrum Senyawa Organik*. Bandung. Penerbit ITB. p. 74.
- Cullity, B. D. 1978. *Elements of X-Ray Diffraction, Second Edition*. USA. Adison Wesley Publishing Company Inc. p. 1 dan 87.
- Das, B. M. 2010. *Principles of Geotechnical Engineering: Seventh Edition*. USA. Cengage Learning. p. 415.
- Departemen Kesehatan RI. 2000. Acuan Sediaan Herbal. Jakarta. Diktorat Jendral POM-Depkes RI. p. 98.
- Duvdevani, T., Philosoph, M., Rakhman, M., Golodnitsky, D and Peled, E. 2006. Novel Composite Proton-Exchange Membrane Based on Silica-Anchored Sulfonic Acid (SASA). *Journal of Power Sources*. **161**. p. 1069-1075.
- Fleischer, C. A. and Zupan, M. 2010. Mechanical Performance of Pumice-Reinforced Epoxy Composites. *Journal of Composite Materials*. **44**. p. 2680-2681.
- Founie, Alan. 2004. Pumice and Pumicite. *Geological Survey Minerals Yearbook*. US. p. 59.1-59.2.

- Filipponi, L. and Sutherland, D. 2013. *Nanotechnologies: Principles, Applications, Implications and Hands-On Activities*. Luxemburg. European Union. p. 63-80.
- Ganjali, M. R., Norouzi, N. M., Parviz, K and Khoei, S. 2009. A Modified HO^{3+} Carbon Paste Electrode Based on Multi-Walled Carbon Nanotubes (MWCNTs) and Nanosilica. *International Journal Electrochemistry Science*. **4**. p. 906-913.
- Giancoli, D. C. 1984. *Physics of Scientists and Engineers, Second Edition*. Prentice Hall, Englewood Cliffs, New Jersey. p. 821.
- Goldstein, J. I., Nembury, D. E., Joy, D. C., Lyman, C. E., Lifshin, E., Sawyer, L. and Michael, J. R. 2003. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis 3rd Edition*. New York. Plenum Publisher. p. 689.
- Gole, J. L and White, M. G. 2001. Nanocatalysis: Selective Conversion of Ethanol to Acetaldehyde Using Mono-Atomically Dispersed Copper on Silica Nanospheres. *Journal of Catalysis*. **204**. p. 249-252.
- Griffin, B. J. and Riessen, V. A. 1991. *Scanning Electron Microscopy Course Notes*. The University of Western Australia, Nedlands. p. 1-8.
- Gündüz, L. and Uğur, İ. 2005. The Effect of Different Fine and Coarse Pumice Aggregate/Cement Ratios on The Structural Concrete Properties without Using Any Admixtures. *Cement and Concrete Research*. **35**. p. 1859.
- Gurbuz, F. and Codd, G. A. 2008. Microcystin Removal by a Naturally-Occuring Substance: Pumice. *Bull Environ Contam Toxicol*. **81**. p. 323-327.
- Harsono, H. 2002. Pembuatan Silika Amorf dari Limbah Sekam Padi. *Jurnal Ilmu Dasar*. **3**. p. 2.
- Haskell, R. J. 2006. *Physical Characterization of Nanoparticles, in: Nanoparticles Technology for Drug Delivery*. New York. Taylor in Francis Group. p. 103-130.
- Hossain, K. M. A. 2004. Properties of Volcanic Pumice Based Cement and Lightweight Concrete. *Cement and Concrete Research*. **34**. p. 67.
- Hofer, F. 2014. *Transmission Electron Microscopy and Nanoanalysis*. FELMI-ZFE: Electron Microscopy and Nanoanalysis. portal.tugraz.at/portal/page/portal/felmi/research/TEMandNanoanalysis. Diakses pada tanggal 20 Februari 2018 pukul 11.00 WIB.
- Horikoshi, S. and Serpone, N. 2013. *Microwaves in Nanoparticle Synthesis, First Edition*. Germany. Wiley VCH Verlag GMBH. p. 3.

- Hwang, Nina and Barron, A. R. 2011. *BET Surface Area Analysis of Nanoparticles*. OpenStax-CNX Module; m38278. p. 9.
- Jones, T. S. 2000. Silicon. U.S. *Geological Survey Minerals Yearbook*. US. p. 58.
- Kalapathy, Proctor, A. and Shultz, J. 2000. A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice Hull Ash. *Bioresource Technology*. **73**. p. 257-262.
- Katsuki, H., Furuta, S., Watari, T., and Komarneni, S., 2005. ZSM-5 Zeolite/Porous Carbon Composite: Conventional and Microwave-Hydrothermal Synthesis from Carbonized Rice Husk. *Microporous and Mesoporous Materials*. **86**. p. 145-146.
- Katili, J. A. dan Marks, P. 1969. *Geologi*. Bandung. Pertjetakan Kilamadju. p. 68.
- Kim, H. S., Yang, H. S., Kim, H. J., and Park, H. J. 2004. Thermogravimetric Analysis of Rice Husk Flour Filled Thermoplastic Polymer Composites. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. **76**. p. 395
- Kim, Y. C., Sasaki, S., Yano, I. K., Kazuhito, H. K., and Isao, K. I. 2000. Relationship between Theoretical Oxygen Demand and Photocatalytic Chemical Oxygen Demand for Specific Classes of Organic Chemicals. *Analyst*. **125**. p. 1915-1918.
- Kolasinski, K. W. 2008. *Surface Science: " Foundations of Catalysis and Nanoscience, 2nd Ed.* Chichester, U.K. John Willey & Sons Ltd. p. 347.
- Kumalawati, A., Sir, T. M. W., dan Mastaran, Y. 2013. Analisis Pengaruh Penggunaan Abu Batu Apung sebagai Pengganti Filler untuk Campuran Aspal. *Jurnal Teknik Sipil*. **II**. p. 191.
- Lapidus, D. 1990. Dictionary of Geology. p. 230.
- Latif, C., Triwikamtoro dan Munasir. 2014. Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi pada Struktur Silika. *Jurnal Sains dan Seni Pomits*. **3**. No.1. p. 2337-3250.
- Loughborough, R. 1991. Minerals in Lightweight Insulation. *Industrials Minerals October*. p. 21-35.
- Mahadilla, M. F. dan Putra, A. 2013. Pemanfaatan Batu Apung sebagai Sumber Silika dalam Pembuatan Zeolit Sintetis. *Jurnal Fisika Unand*. **2**. No. 4. ISSN. 2302-8491. p. 262.

- Monalisa, L. 2013. *Pengaruh Suhu Variasi Annealing terhadap Struktur dan Ukuran Butir Silika dari Abu Tongkol Jagung Menggunakan X-Ray Diffractometer*. (Skripsi). Universitas Negeri Padang. Padang. p.45.
- Nieweundkamp, W. 1985. De Kristall Struktur des Tief SiO₂. *Zeitschrift für Kristallographie*. **92**. p. 88-89.
- Panji, T. 2012. *Teknik Spektroskopi untuk Elusidasi Struktur Molekul*. Yogyakarta. Graha Ilmu. p. 33.
- Pedro, D., Brito, J. D. and Evangelista, L. 2017. Mechanical Characterization of High Performance Concrete Prepared with Recycle Aggregates and Silica Fume from Precast Industry. *Journal of Cleaner Production*. **164**. p. 939-949.
- Prastikharisma, R. Meida, I., dan Setiawan, H. 2010. Sintesis Hibrida Silika Karbon dengan Metode Sol Gel untuk Aplikasi Adsorbent. *Seminar Rekayasa Kimia dan Proses*. p. 1411-4216.
- Rawat, M. D., Singh, S. and Saraf. 2006. Nanocarriers: Promising Vehicle for Bioactive Drugs. *Biology Pharmaceutics Bull*. **9**. p. 1790-1798.
- Rawtani, A. V. and Rao, M.S. 1989. Synthesis of ZSM-5 Zeolite Using Silica from Rice Husk Ash. *India Engineering Chemistry Resources*, **28**. p. 1411-1414.
- Rayni, D. E. 2000. *Extraction*. USA. Academic Press. p. 118.
- Reed, S. J. B. 1993. *Electron Microprobe Analysis and Scanning Electron Microscopy in Geology*. Florida. Cambridge University Press. p. 24.
- Reichman, S., Duvdevani, T., Aharon, A., Philosoph, M., Golodnitsky, D and Peled, E. 2006. A Novel PTFE-Based Proton-Conductive Membrane. *Journal of Power Sources*. **153**. p. 228-23.
- Reig, P., Demazeau, G., and Naslain, R. 2007. KMg₂AlSi₄O₁₂ Phyllosiloxide as Potential Interphase Material for Ceramic Matrix Composites. *Journal of Material Science*. **32**. p. 4189.
- Robertson, E. C. 1988. *Thermal Properties of Rock*. Virginia. Reston. p. 73.
- Roman, B. 2014. *Method of Grazing Incidence (GI-XRD)*. Germany. Helmholtz Zentrum Dresden Rossendorf. <http://www.hzdr.de/db> diakses pada tanggal 20 Februari 2018 pukul 11.30 WIB.
- Rosenauer, A. 2003. *Transmission Electron Microscopy of Semiconductor Nanostructures: Analysis of Composition and Strain State*. Springer. p. 1.

- Rosyid, M., Nawangsih, E., dan Dewita. 2012. Perbaikan Surface Area Analyzer NOVA-1000 (Alat Penganalisis Luas Permukaan Serbuk). *Prosiding Seminar Penelitian dan Pengelolaan Perangkat Nuklir*. Yogyakarta. Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan. p. 467-468.
- Rutley, F. 1879. *The Study of Rock an Elementary Text-Book of Petrology*. New York. D Appleton and Co. p. 89.
- Sampson, A. R. 1996. *Scanning Electron Microscopy*. Advanced Research System. www.sem.com diakses pada tanggal 1 Agustus 2017 pukul 13.08 WIB.
- Sanc, I. 1990. Polytechna, Foreign Trade Corporation, Panska, Czechoslovakia.
- Saxton, J. 2007. Nanotechnology: The Future is Coming Sooner than You Think. *Joint Economic Committee United States Congress*. p. 1-20.
- Sepehr, M. N., Zarrabi M., Kazemian, H., Amrane, A. Yaghmaian, K. and Ghaffari, H. R. 2013. Removal of Hardness Agents, Calcium and Magnesium, by Natural and Alkaline Modified Pumice Stones in Single and Binary Systems. *Applie Surface Science*. **274**. p. 298.
- 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*. **72**. p. 1209-1219.
- Shen, Y., Zhao, P. and Shao, Q. 2014. Porous Silica and Carbon Derived Materials from Rice Husk Pyrolysis Char. **188**. p. 46-76.
- Sigit, N. dan Jetty, S. 2001. *Peluang Agribisnis Arang Sekam*. Jakarta. Balitpasca. p. 1-2.
- Sing, K. S. W., Everret, D. H., Haul, R. A. W., Moscou, L., Pierotti, R. A., Rouquerol, J. and Siemienieswka, T. 1985. Reporting Physisorption Data for Gas / Solid Systems with Special Reference to The Determination of Surface Area and Porosity. *International Union of Pure and Applied Chemistry*. **57**. No. 4. p.603-619.
- Sitorus, M. 2009. *Spektroskopi Elusidasi Struktur Molekul Organik*. Yogyakarta. Graha Ilmu. p. 29.
- Smith, W. 1990. *Principles of Materials Science and Engineering. Second Edition*. Firlandia. Orlando. p. 102,616,634.
- Smith, W. F. 1996. *Principles of Materials Science and Engineering. Second Edition*. New York. McGraw-Hill. p.78.

- Srivastava, K. Shringi, N., Devra, V. and Rani A. 2013. Pure Silica Extraction from Perlite: Its Characterization and Affecting Factors. *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*. **2**. p. 2936-2941.
- Stuart, B. 2004. *Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications*. John Wiley & Sons. Ltd. p. 2.
- Subrahmanyam, M., Boule, P., Kumari, V. D., Kumar, D. N., Sancelme, M. and Rachel, A. 2008. Pumice Stone Supported Titanium Dioxide for Removal of Pathogen in Drinking Water and Recalcitrant in Wastewater. *Solar Energy*. **82**. p. 1099-1106.
- Sudrajat, Adjat, Supriatna, S. dan Arifin, M. 1997. Pasir Kuarsa: Bahan Galian Industri. *Pusat Penelitian dan Pengembangan Mineral*. p. 260-279.
- Surdia, T. 1999. *Pengetahuan Bahan Teknik*. Cetakan Kelima. Jakarta. PT. Pradnya Paramitha. p. 189.
- Treybal, R. E 1980. *Mass Transfer Operation*. Michigan University. Mc-Graw-Hill. p. 215.
- Trunschke, A. 2013. Surface Area and Pore Size Determination. *Modern Methods in Heterogeneous Catalysis Research*. AC FHI. p. 4.
- Vlack, L. H. 2004. *Elemen-Elemen Ilmu dan Rekayasa Material*. Jakarta: Erlangga. p.73-75.
- Vlack, L. H. 1994. *Ilmu dan Teknologi Bahan (Ilmu Logam dan Bukan Logam), Edisi Kedua*. Jakarta. Erlangga. p. 101-104.
- Wang, Z. Q., Mao, J. M. Xu and X. F. Xie. 2003. Preparation of a Novel Silica Gel for Electrode Additive of PEMFC. *Journal of New Materials for Electrochemical Systems*. **6**. p. 65-66.
- Wilson, J. Richard. 2010. *Minerals and Rocks*. Denmark. Ventus Publishing Aps. p. 10-13.
- Woodford, C. 2017. *Electron Microscopes*. <http://www.explainthatstuff.com/electronmicroscopes.html> diakses pada tanggal 20 Februari 2018 pukul 11.05 WIB.
- Yuan, L., Shen, J., Chen, Z., and Guan, X. 2016. Role of Fe/Pumice Composition dan Structure in Promoting Ozonation Reactions. *Applied Catalysis B. Environmental*. **180**. p. 707-714.
- Zielinski, J. M. and Kettle, L. 2013. Physical Characterization: Surface Area and Porosity. *Intertek Chemicals and Pharmaceuticals*. p. 573.