

**PENGARUH VARIASI KONSENTRASI HCl PADA PEMBUATAN  
NANOSILIKA BERBASIS BATU APUNG**

**(Skripsi)**

**Oleh  
Lusi Vusfita Sari**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2019**

## ABSTRAK

### PENGARUH VARIASI KONSENTRASI HCl PADA PEMBUATAN NANOSILIKA BERBASIS BATU APUNG

Oleh

LUSI VUSFITA SARI

Telah dilakukan penelitian yang berjudul pengaruh variasi konsentrasi HCl pada pembuatan nanosilika berbasis batu apung. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penambahan variasi konsentrasi HCl terhadap komposisi kimia dalam serbuk batu apung, mengetahui fasa yang terbentuk dalam batu apung dan mengetahui ukuran partikel yang terdapat dalam serbuk batu apung. Sintesis dilakukan dengan NaOH (4 M), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (5 M), dan variasi konsentrasi HCl. Variasi HCl yang digunakan yaitu 0,5; 0,75; 1; 1,25 dan 1,5 M. Serbuk batu apung dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 4 jam dan serbuk nanosilika dikalsinasi pada suhu 800°C selama 5,5 jam. Karakterisasi dilakukan dengan *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffractometer* (XRD), dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM). Hasil pemurnian nanosilika didapatkan semakin meningkat komposisi nanosilika yang didapatkan seiring dengan meningkatnya konsentrasi HCl. Analisis XRF menunjukkan nanosilika dengan kemurnian tertinggi terjadi pada nanosilika HCl 1,25 M. Difraktogram XRD menunjukkan bahwa serbuk batu apung membentuk fasa anorthite dan fasa albite, serta nanosilika HCl 1,25 M menghasilkan fasa amorf. Ukuran partikel terkecil nanosilika HCl 1,25 M yaitu 5 nm dengan rata-rata (12,02 ± 3,23) nm.

**Kata kunci:** Nanosilika, batu apung, pemurnian, HCl dan solgel.

## **ABSTRACT**

### **THE EFFECT OF HCl CONCENTRATION ON SYNTHESIS OF NANOSILICA BASED PUMICE**

**By**

**LUSI VUSFITA SARI**

*Research has been carried out entitled the effect of variations in HCl concentration on the synthesis of pumice-based nanosilica. This study aims to determine the effect of adding variations in HCl concentration to the chemical composition in pumice powder, knowing the phase formed in pumice and knowing the size of particles contained in pumice powder. Synthesis was carried out with NaOH (4 M), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (5 M), and variations in HCl concentration. The variation of HCl used is 0,5; 0,75; 1; 1,25 and 1,5 M. Pumice powder was calcined at 500 °C for 4 hours and nanosilica powder was calcined at 800 °C for 5,5 hours. Characterization was done by X-Ray Fluorescence (XRF), X-Ray Diffraction (XRD), and Transmission Electron Microscopy (TEM). The results of nanosilica purification were found to increase the nanosilica composition obtained in line with the increase in HCl concentration. XRF analysis showed that the highest purity nanosilica occurred in 1,25 M. XRD showed that pumice powder formed the anorthite and albite phase, and 1,25 M HCl nanosilica produced an amorphous phase. The smallest particle size of nanosilica HCl is 1.25 M which is 5 nm with an average (12,02 ± 3,23) nm.*

**Key words.** *Nanosilica, pumice, leaching, HCl, and solgel*

**PENGARUH VARIASI KONSENTRASI HCI PADA PEMBUATAN  
NANOSILIKA BERBASIS BATU APUNG**

**Oleh**

**LUSI VUSFITA SARI**

**Skripsi**

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

**Pada**

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



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2019**

Judul Skripsi : **PENGARUH VARIASI KONSENTRASI HCL  
PADA PEMBUATAN NANOSILIKA  
BERBASIS BATU APUNG**

Nama Mahasiswa : **Lusi Ousfita Sari**


Nomor Pokok Mahasiswa : **1417041048**

Jurusan : **Fisika**

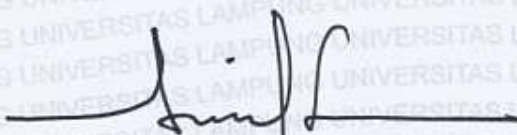
Fakultas : **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



  
**Prof. Posman Manurung, M.Si., Ph.D.**  
NIP. 195903081991031001

  
**Dr. Yanti Yulianti, S.Si., M.Si.**  
NIP. 197512192000122003

**2. Ketua Jurusan Fisika**



**Arif Surtono, M.Si., M.Eng.**  
NIP. 19710909 200012 1 001



**MENGESAHKAN**

**1. Tim penguji**

**Ketua**

**: Prof. Posman Manurung, M.Si., Ph.D.**



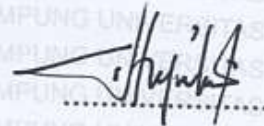
**Sekretaris**

**: Dr. Yanti Yulianti, S.Si., M.Si.**



**Penguji**

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



**2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**Drs. Suratman, M. Sc.**

**NIP. 196406041990031002**

**Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 27 Mei 2019**

## PERNYATAAN

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

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

Bandar Lampung, 27 Mei 2019



**Lusi Vusfita Sari**  
NPM. 1417041048

## RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di kota Bandar Lampung tanggal 24 Januari 1997. Penulis merupakan anak ketiga dari pasangan Bapak Sutrisno dan Ibu Betianah. Penulis menyelesaikan pendidikan di SDN 2 Kedamaian pada tahun 2008, SMPN 5 Bandar Lampung pada tahun 2011, dan SMA Al Azhar 3 Bandar Lampung pada tahun 2014. Penulis diterima di Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung pada tahun 2014 melalui jalur SNMPTN. Selama menempuh pendidikan, penulis pernah menjadi asisten praktikum Sains Dasar Fisika pada tahun 2015/2016, dan asisten praktikum Fisika Eksperimen pada tahun 2016/2017. Pada tahun 2017, penulis menyelesaikan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Pusat Sains dan Teknologi Akselerator-Badan Tenaga Nuklir Nasional (PSTA-BATAN) Yogyakarta, yang berjudul “Pelapisan  $TiO_2$  pada Substrat *Stainless Steel* dengan Teknik DC *Sputtering*”. Penulis juga melakukan pengabdian terhadap masyarakat dengan mengikuti program Kuliah Kerja Nyata (KKN) Universitas Lampung tahun 2017 di desa Way Sidomukti, Ketapang, Lampung Selatan. Dalam bidang organisasi penulis sebagai anggota Bidang Dana dan Usaha HIMAFI FMIPA Unila (2014-2015). Anggota Kaderisasi HIMAFI FMIPA Unila (2015-2016). Anggota Minat dan Bakat HIMAFI FMIPA Unila (2016-2017). Kemudian penulis melakukan



penelitian berjudul “Pengaruh Variasi Konsentrasi HCl pada Pembuatan Nanosilika Berbasis Batu Apung” sebagai tugas akhir di Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

**MOTTO**

**“The more I pray, the more Allah show me the way”**

***“Always be thankful for everything you have”***

**“The very things that hold you down are going to lift you  
up”**

Aku persembahkan karya kecilku ini kepada

**ALLAH SWT**

Kedua Orang Tuaku, yang selalu mendo'akanku, mengasihiku,  
mendukungku, menyemangatiku, dan sebagai motivator  
terbesar dalam hidupku

Kakak - kakakku serta keluarga besar yang menjadi  
penyemangatku

Sahabat dan teman seperjuangan Angkatan '14

Almamater Tercinta.

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT yang telah memberi hikmat, karunia serta rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Variasi Konsentrasi HCl pada Pembuatan Nanosilika Berbasis Batu Apung”** yang merupakan syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) pada bidang Material Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

Skripsi ini menjelaskan tentang pemurnian silika berskala nano dari batu apung Tanggamus. Pada skripsi ini dilakukan analisis serbuk batu apung beserta silika dari batu apung dengan menggunakan XRF, XRD dan TEM.

Penulis menyadari bahwa 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. Semoga skripsi ini dapat menjadi rujukan untuk penelitian selanjutnya agar lebih sempurna dan dapat memperkaya ilmu pengetahuan.

Bandar Lampung, 27 Mei 2019

Penulis,

**Lusi Vusfita Sari**

## SANWACANA

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah memberi hikmat, karunia serta rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Variasi Konsentrasi HCl pada Pembuatan Nanosilika Berbasis Batu Apung”**. Terwujudnya skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Dengan segala kerendahan hati dan rasa hormat, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Posman Manurung, M.Si. Ph.D. selaku pembimbing pertama yang telah banyak memberi bimbingan, motivasi nasihat serta ilmunya dari awal sampai akhir penulisan.
2. Ibu Dr. Yanti Yulianti, S.Si., M.Si. selaku pembimbing kedua yang telah memberikan saran, mengoreksi skripsi dan memberikan masukan-masukan serta nasehat untuk menyelesaikan skripsi ini.
3. Ibu Suprihatin, S. Si., M.Si. selaku penguji yang telah memberikan koreksi, kritik dan saran selama penulisan skripsi.
4. Bapak Arif Surtono, S.Si., M.Si., M.Eng. sebagai Ketua Jurusan Fisika.
5. Bapak Prof. Dr. Sutopo Hadi, S.Si., M.Si., sebagai Wakil Dekan Bidang Akademik dan Kerjasama serta staf dan karyawan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.



6. Para Dosen Jurusan Fisika atas ilmu pengetahuan yang diberikan sebagai penunjang bagi penulis menyelesaikan pendidikan di Universitas Lampung dan bekal untuk masa mendatang.
7. Orangtuaku, Bapak Sutrisno, Ibu Betianah dan kakak-kakakku Candra Putra dan Budi Kurniawan yang selalu memberi dukungan doa serta semangat.
8. Riska Trisna Nuraini dan Erika Sempana br Ginting sebagai tim seperjuangan dalam menyelesaikan tugas akhir ini.
9. Para sahabatku Rika Rahayu, Rizky Damayanti, Rizki Putri Surahman, Ismi Nurhayati, Elza Fitrianita dan Restu Anindia Mustika Dewi.
10. Mba Jayanti Pusvitasari dan Mba Nurqori Setiawan atas ilmu serta saran yang diberikan.
11. Semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian tugas akhir ini yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu.

Bandar Lampung 27 Mei 2019

Penulis,

Lusi Vusfita Sari

## DAFTAR ISI

	<b>Halaman</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	i
<b>ABSTRACT</b> .....	ii
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	iii
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	iv
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	v
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	vi
<b>RIWAYAT HIDUP</b> .....	vii
<b>MOTTO</b> .....	ix
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	x
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	xi
<b>SANWACANA</b> .....	xii
<b>DAFTAR ISI</b> .....	xiv
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xvi
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xvii
<b>I. PENDAHULUAN</b>	
A. Latar Belakang .....	1
B. Rumusan Masalah .....	3
C. Tujuan Penelitian .....	3
D. Batasan Masalah .....	3
E. Manfaat Penelitian .....	4

## II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Batu Apung.....	5
B. Silika.....	7
C. Silika Amorf.....	9
D. Pemurnian Nanosilika .....	10
E. Pemanfaatan Asam Klorida (HCl) .....	12
F. <i>X-Ray Fluoresence</i> (XRF).....	13
G. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	14
H. <i>Transmission Electron Microscopy</i> (TEM).....	18

## III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian .....	20
B. Alat dan Bahan Penelitian .....	20
C. Prosedur Penelitian.....	21
D. Diagram Alir Penelitian.....	23
E. Karakterisasi .....	25

## IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Sintesis Serbuk Silika Batu Apung.....	27
B. Hasil Analisis XRF .....	28
C. Hasil Analisis XRD.....	33
D. Hasil Analisis TEM .....	38

## V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan .....	41
B. Saran .....	42

## DAFTAR PUSTAKA

## LAMPIRAN

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel</b>	<b>Halaman</b>
1. Komposisi kimia dari batu apung .....	6
2. Variasi konsentrasi HCl pada sampel serbuk batu apung .....	22
3. Massa serbuk batu apung sebelum disintesis dan setelah disintesis .....	27
4. Perbandingan komposisi kimia yang terdapat dalam sampel batu apung dan sampel nanosilika dengan variasi konsentrasi HCl .....	28
5. Perbandingan data serbuk batu apung setelah preparasi dengan data standar PCPDFWIN .....	35
6. Perbandingan data sampel nanosilika dengan konsentrasi HCl 1,25 M dengan standar PCPDFWIN .....	37

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar</b>	<b>Halaman</b>
1. Batu apung .....	6
2. Struktur silika kristalin (a) dan amorf (b) .....	8
3. Pengisian kekosongan elektron .....	14
4. Skema difraksi sinar-X pada alat XRD .....	15
5. Skema difraksi sinar-X .....	16
6. Skema alat TEM .....	19
7. Diagram alir proses preparasi serbuk batu apung .....	23
8. Diagram alir proses sintesis batu apung .....	24
9. Grafik perbandingan silika pada sampel variasi konsentrasi HCl .....	29
10. Grafik perbandingan SO <sub>3</sub> pada sampel variasi konsentrasi HCl .....	31
11. Grafik perbandingan Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> pada sampel variasi konsentrasi HCl .....	32
12. Difraktogram hasil karakterisasi XRD sampel serbuk batu apung Legenda: ■ = Albite (NaAlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> ), ● = (CaNa)(SiAl) <sub>4</sub> O <sub>8</sub> .....	34
13. Difraktogram hasil karakterisasi XRD sampel nanosilika dengan Konsentrasi HCl 1,25 M. Legenda: ● = Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	36
14. Hasil karakterisasi TEM sampel nanosilika dengan konsentrasi HCl 1,25 M .....	39



## I. PENDAHULUAN

### A. Latar Belakang

Provinsi Lampung memiliki gunung berapi yang hingga sekarang masih aktif, yaitu Gunung Anak Krakatau. Gunung Anak Krakatau terbentuk dari letusan besar Gunung Krakatau pada tahun 1883. Akibat letusan yang terjadi pada tahun 1883 vegetasi asli di kawasan Krakatau musnah, selain itu memunculkan bahan piroklastika seperti batu apung (*pumice*) (Stehn, 1932). Batu apung sudah tidak asing lagi ditelinga kita selain itu batu apung juga dapat dengan mudah kita temukan di daerah pesisir pantai. Pemanfaatan batu apung hanya dilakukan secara tradisional seperti untuk membersihkan alat masak atau dijual sebagai hiasan di taman maupun kolam ikan. Pengolahan dengan cara ini kurang efektif karena tidak menghasilkan material baru yang bernilai tinggi. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Mourhly dkk (2015) batu apung memiliki kandungan silika murni mencapai 94 % yang diperoleh dengan metode basa. Oleh karena itu batu apung merupakan bahan baku yang cukup potensial sebagai sumber silika.

Teknologi yang berkaitan dengan aplikasi silika telah banyak dipelajari dan dikembangkan di seluruh dunia termasuk dalam produksi nanomaterial

(Srivastava dkk, 2013). Dengan skala nano, material dapat didesain dan disusun dalam orde atom per atom atau molekul per molekul sedemikian rupa sehingga dapat meningkatkan sifat mekanik, struktur, dan daya tahan material (Fernandez, 2012). Pada tahun 2002 di pasar global, permintaan untuk silika mencapai \$1,7 juta, nilai tersebut diperkirakan akan naik sekitar 4 % per tahun (Mukunda dkk, 2004). Banyaknya permintaan akan silika tidak terlepas dari berbagai kelebihan yang dimiliki silika seperti stabilitas yang baik pada suhu tinggi, material yang tidak dapat menghantarkan listrik (isolator) (Coniwanti dkk, 2008), memiliki sifat tidak mudah terbakar dan ketahanan terhadap asam (Azhari dan Muchtar, 2016). Hal tersebut yang menyebabkan silika memiliki peran yang tak kalah penting dalam berbagai ruang lingkup seperti bioteknologi (Galliker dkk, 2010), komposit (Liu dkk, 2013), katalis, semikonduktor, isolator termal, kaca, keramik dan beton (Latif dkk, 2014).

Silika yang terdapat di alam, memiliki keadaan yang tidak murni sehingga untuk mendapatkan silika dalam suatu material dilakukan cara pemisahan dan dilanjutkan dengan pemurnian dari unsur-unsur lainnya yang terkandung dalam sampel. Pada dasarnya pemurnian silika dapat dilakukan dengan cara melarutkan kandungan unsur-unsur seperti Fe, Ca, dan Al menggunakan pelarut asam. Pelarut asam yang biasa digunakan untuk pelarutan unsur-unsur logam pada sampel adalah  $H_2SO_4$ ,  $HNO_3$  dan  $HCl$  yang telah dipelajari pada beberapa penelitian, seperti yang dilakukan oleh Adjiantoro pada tahun 2010 dengan menggunakan metode pelarutan asam menunjukkan bahwa keefektifan larutan asam yang paling tinggi untuk menurunkan kandungan pengotor logam adalah  $HCl$  (70,22%).

Melihat banyaknya kandungan silika yang terdapat dalam batu apung serta banyaknya batu apung yang terdapat di daerah pesisir pantai Provinsi Lampung maka pada penelitian ini dilakukanlah pemurnian nanosilika yang terdapat di dalam batu apung menggunakan variasi HCl dan dikarakterisasi dengan XRF, XRD dan TEM.

## **B. Rumusan Masalah**

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi HCl terhadap komposisi kimia dalam serbuk batu apung?
2. Bagaimana fasa yang terbentuk dalam serbuk batu apung?
3. Bagaimana ukuran partikel yang terdapat dalam serbuk batu apung?

## **C. Tujuan Penelitian**

Tujuan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:.

1. Mengetahui pengaruh penambahan variasi konsentrasi HCl terhadap komposisi kimia dalam serbuk batu apung.
2. Mengetahui fasa yang terbentuk dalam batu apung.
3. Mengetahui ukuran partikel yang terdapat dalam serbuk batu apung.

## **D. Batasan Masalah**

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Menggunakan batu apung yang berasal dari pesisir pantai Kabupaten Tanggamus.

2. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah NaOH 99 % Merck, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 97 % Merck dan HCl 37 % Merck.
3. Melakukan pemurnian silika dari batu apung dengan variasi konsentrasi HCl sebesar 0,50; 0,75; 1; 1,25 dan 1,50 M.
4. Mengekstraksi menggunakan NaOH sebesar 4 M dan mentitrasi menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sebesar 5 M.
5. Kalsinasi serbuk batu apung dengan suhu 800 °C selama 4 jam.
6. Karakterisasi sampel dengan *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM).

#### **E. Manfaat Penelitian**

Manfaat yang didapat dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Dapat digunakan sebagai referensi bagi penelitian selanjutnya.
2. Dapat menjadi landasan untuk penelitian selanjutnya.

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### A. Batu Apung

Pada saat gunung berapi meletus, magma yang terdapat pada kerak bumi bagian bawah akan keluar dari mulut gunung berapi dan mengalami perbedaan suhu maupun tekanan sehingga terjadi kristalisasi. Material pada lava secara efektif memisahkan diri berdasarkan ukuran dan densitasnya, dimana material dengan densitas lebih besar akan tenggelam ke bagian bawah aliran lava. Sebaliknya, material dengan densitas lebih kecil dibandingkan air akan mengambang di permukaan lava membentuk pergerakan massa, seperti batu apung (Widyaningsih, 2016).

Batuan ini terbentuk dari magma asam oleh aksi letusan gunung berapi yang mengeluarkan materialnya ke udara, kemudian mengalami transportasi secara horizontal dan terakumulasi sebagai batuan piroklastik. Sehingga menyebabkan batu apung mempunyai sifat vesicular yang tinggi (Mahaddilla dan Adrian, 2013). Struktur batu apung tersusun atas rongga - rongga yang terbentuk akibat gelembung udara yang terperangkap dalam lava saat terjadi pembekuan (Bahri dan Rahmaniari, 2015) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.





**Gambar 1.** Batu apung (Soleman, 2014)

Buih tersebut terbuat dari gelembung berdinding gelas, biasanya disebut sebagai batuan gelas vulkanik silikat (Wibowo dan Adrian, 2013). Komposisi kimia dari batu apung dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Komposisi kimia dari batu apung (Ersoy dkk, 2010)

Komposisi Kimia	% Wt
SiO <sub>2</sub>	70,21
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	13,63
K <sub>2</sub> O	5,12
Na <sub>2</sub> O	2,20
CaO	2,11
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,72
MgO	0,60
MnO	0,26
TiO <sub>2</sub>	0,16
SO <sub>3</sub>	0,09
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,08
LoI	3,82

Humaedi (2012) telah mengamati media adsorpsi (serapan) dari batu apung yang telah di aktifasi mempunyai kemampuan menyerap ion - ion logam sebesar (66 - 99,5 %), sedangkan yang tidak di aktifasi sebesar (55 - 89 %). Pemanfaatan batu apung ini digunakan sebagai media adsorpsi yang mempunyai beberapa keunggulan yaitu ramah lingkungan, ekonomis, dan

aplikasi dilapangan yang mudah serta sederhana (Wibowo dan Adrian, 2013). Kandungan  $\text{SiO}_2$  yang ada di dalam batu apung dapat dijadikan pozzolan. Menurut Tjokrodinulio (2007) penggunaan pozzolan dapat mengurangi pemuaian beton dan retak - retak beton sebagai akibat proses reaksi alkali agregat dalam semen dengan silika. Pozzolan adalah bahan yang mempunyai kandungan unsur - unsur silikat ( $\text{SiO}_2$ ) dan aluminat ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) tinggi. Penggunaan pozzolan ini dapat digunakan dalam campuran beton (Nisa dan Munasir, 2015).

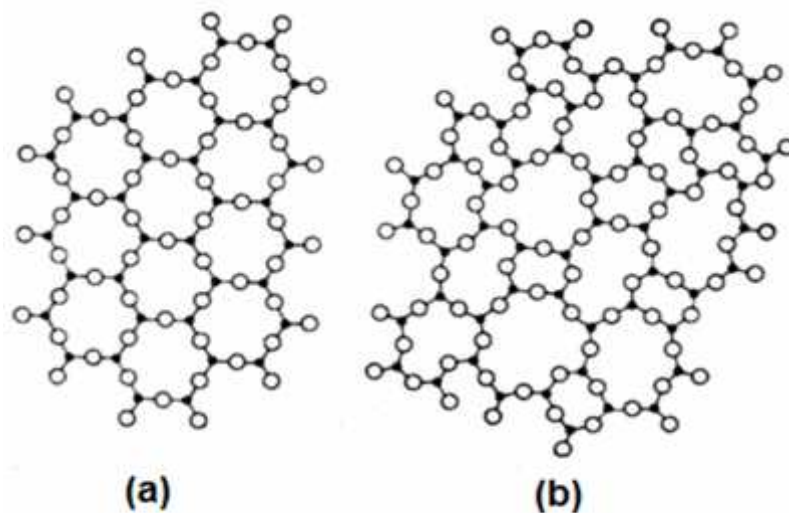
## **B. Silika**

Silika ( $\text{SiO}_2$ ) adalah mineral paling banyak di kerak bumi, baik dalam bentuk kristal dan non kristalin (amorf). Jenis utama silika kristal adalah *quartz*, sedangkan silika amorf yang terjadi secara alami meliputi batu api, opal dan tanah diatom. Silika amorf juga dapat ditemui di berbagai logam dasar dan endapan logam mulia namun biasanya terbungkalai karena kesulitan dalam mendeteksinya (Chen dkk, 2017). Silika dinotasikan sebagai senyawa silikon dioksida ( $\text{SiO}_2$ ) yang dalam penggunaannya dapat berupa berbagai macam bentuk, contohnya amorphous yang dalam variasi bentuknya. Silika sering digunakan sebagai *dessicant*, adsorben, media filter, dan komponen katalisator. Silika merupakan bahan baku utama pada *glass industry*, keramik, industri refraktori dan bahan baku yang penting untuk produksi larutan silikat, silicon dan *alloy* (Galang dkk, 2013).

Di alam senyawa silika ditemukan dalam beberapa bahan alam, seperti pasir, kuarsa, gelas, dan sebagainya. Silika sebagai senyawa yang terdapat di alam

berstruktur kristalin, sedangkan sebagai senyawa sintetis adalah amorf. Silika gel sebagai salah satu senyawa silika sintetis yang berstruktur amorf (Sulastridkk, 2010). Pemanfaatan silika yang paling familiar dan komersial adalah bahan utama industri gelas dan kaca. Pemanfaatan lain silika orde nano untuk aplikasi di industri yang berkaitan dengan produksi pigmen, *pharmaceutical*, keramik, dan katalis (Munasir dkk, 2013).

Di negara-negara maju, penelitian pemanfaatan silika saat ini sudah jauh berkembang, diantaranya ditujukan untuk pembuatan silika seperti silika gel, presipitat, silika asap dan koloid (Srivastava dkk, 2013). Silika presipitat berkemurnian tinggi juga telah digunakan secara luas, meliputi untuk memproduksi nano material diantaranya membran nano silika, memperkuat karet dan plastik, mengentalkan bahan pelapis dan cat, tinta cetak, plastik dan kosmetik, sebagai pengering, penstabil, penyerap, pengental makanan, serta sebagai pembawa pestisida dan katalis (Azhari dan Muchtar, 2016).



**Gambar 2.** Struktur silika kristalin (a) dan amorf (b) (Dreamstime, 2000)

Silika amorf dihasilkan dengan cara pemanasan silika sampai titik pelunakannya di bawah temperatur fusi sedangkan silika kristalin terutama kuarsa dibuat dengan metode kristalisasi larutan silika dalam natrium silikat atau natrium karbonat pada temperatur yang lebih tinggi untuk menghasilkan kristal kuarsa. Pada temperatur tinggi dan waktu yang lama silika amorf dengan sendirinya akan menjadi padatan kristalin (Fairus dkk, 2009).

### C. Silika Amorf

Silika yang terkandung dalam biomassa (tumbuhan), abu batu bara dan lumpur panas bumi umumnya bersifat amorph (*amorphous silica*). Dalam silika amorf penyusunan atom terjadi secara acak atau dengan derajat keteraturan yang rendah (Handayani, 2009). Silika dalam fasa amorf lebih mudah larut jika dibandingkan dengan fasa kristalin (Nizami dkk, 2001). Silika dalam bentuk amorf jauh lebih disukai untuk aplikasi di industri karena sifatnya yang jauh lebih reaktif dibandingkan dalam bentuk kristalnya (Christopher dkk, 2016). Di alam senyawa silika ditemukan dalam beberapa bahan alam, seperti pasir, kuarsa, gelas, dan sebagainya. Silika sebagai senyawa yang terdapat di alam berstruktur kristalin, sedangkan sebagai senyawa sintesis adalah amorph. Tingkat kereaktifan dari silika amorf disebabkan karena adanya gugus hidroksil (silanol) yang didapat setelah pemanasan mencapai temperatur 400°C. Gugus silanol (-SiOH) ini dapat ditemukan di atas permukaan sampel silika yang menyebabkan terbentuknya daerah yang reaktif (Kirk-Othmer, 1984).

Silika amorf dapat dibuat menjadi berbagai macam produk komersil. Berdasarkan cara memproduksinya dan cara partikelnya membentuk agregat, silika amorf dapat dibuat menjadi silika sol, silika gel, silika endapan, dan silika pirogenik. Sekitar 40% silika amorf sintetik diproduksi di Eropa, 30% di Amerika Utara, dan 12% diproduksi di Jepang (Kirk-Othmer, 1984). Silika ( $\text{SiO}_2$ ) dalam bentuk amorf memiliki densitas sebesar  $2,21 \text{ gr/cm}^3$  dengan modulus elastisitas sebesar  $10 \times 10^6$  psi. Nilai kekerasan material ini pada pembebanan tegak lurus dengan menggunakan indentor intan (metode *vickers* atau *knoop*) adalah sebesar  $710 \text{ kg/mm}^2$  sedangkan pada arah pembebanan dengan sudut elevasi diketahui nilai kekerasannya adalah sebesar  $790 \text{ kg/mm}^2$  (Mantell, 1958).

#### **D. Pemurnian Nanosilika**

Pemurnian non termal dengan asam kuat seperti  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{HNO}_3$  efektif untuk menghilangkan zat - zat anorganik pengotor dalam batu apung yang biasanya terdapat dalam jumlah sedikit. Penggunaan asam kuat tidak hanya dapat menghilangkan pengotoran organik saja namun senyawa - senyawa organik seperti selulosa, hemi selulosa dan lignin akan turut terhidrolisis. Proses non termal menggunakan asam dapat dilakukan sebagai perlakuan awal sebelum proses termal sehingga dihasilkan silika dengan kemurnian tinggi (Salman, 2015).

Jumlah total logam yang terkandung dalam larutan asam hasil hidrolisis dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  lebih rendah dibandingkan larutan asam hasil hidrolisis dengan  $\text{HCl}$ , dan  $\text{HNO}_3$ . Hal ini menunjukkan bahwa  $\text{H}_2\text{SO}_4$  tidak cocok untuk

menghilangkan beberapa jenis logam yang terdapat dalam batu apung. Hal ini dapat disebabkan logam sulfat yang terbentuk tidak mudah larut dalam air. Perlakuan dengan  $\text{HNO}_3$  cenderung menghilangkan besi (Fe) namun tidak dapat menghilangkan semua logam yang terkandung dalam sampel. Berdasarkan hasil uji perlakuan dengan berbagai macam asam di atas, perlakuan dengan HCl terbukti paling efektif menghilangkan logam dalam sampel (Chakraverty, 1988).

Pemurnian dalam kondisi asam bertujuan untuk mengeliminasi kandungan logam dan non logam yang terkandung dalam batu apung. Asam yang digunakan untuk proses pemurnian adalah asam klorida (HCl) 37%. Hasil proses pengasaman ini kemudian dipanaskan menggunakan *furnance* pada temperatur 600 °C. proses pemanasan dilakukan untuk mempermudah reaksi penguraian dan pelepasan oksida logam dan nonlogam. Temperatur yang tinggi akan memberikan tambahan energi pada batu apung untuk memutuskan ikatan antar atom - atom pembangun unsur dan molekul. konsentrasi asam yang digunakan juga mempengaruhi kandungan silika hasil sintesis. Menurut Handayani (2015) konsentrasi asam yang lebih tinggi menyebabkan semakin banyak impuritas yang dieliminasi sehingga silika yang dihasilkan lebih murni. Pada proses pemurnian ini menggunakan asam klorida dengan konsentrasi tinggi yaitu 37%. Hal ini akan menguntungkan untuk mendapatkan silika dengan kadar yang murni dikarenakan kandungan unsur – unsur yang dianggap pengganggu dapat larut dalam pelarut asam sedangkan silika tidak dapat larut (Scherban, 1995).

### **E. Pemanfaatan Asam Klorida (HCl)**

Asam klorida merupakan asam kuat yang paling tidak berbahaya dibandingkan dengan asam kuat lainnya karena mengandung ion klorida yang tidak reaktif dan tidak beracun. Asam klorida dalam konsentrasi menengah cukup stabil untuk disimpan dan terus mempertahankan konsentrasinya (Supiaty dkk, 2012). Asam klorida diproduksi dalam bentuk larutan 38 % HCl (pekat). Konsentrasi yang lebih besar dari 40 % dimungkinkan secara kimiawi, namun laju penguapan sangatlah tinggi, sehingga penyimpanan dan penanganannya harus dilakukan dalam suhu rendah. Konsentrasi HCl yang sangat optimal untuk pengantar produk adalah 30 % sampai 34 %. Oleh sebab itu, asam klorida merupakan reagen pengasaman yang sangat baik (Yurida dkk, 2013).

Proses pemurnian bertujuan untuk memisahkan suatu senyawa kimia yang diinginkan dari senyawa kimia lain atau pengotor, biasanya menggunakan asam kuat seperti asam klorida. Asam klorida akan bereaksi dengan oksida logam menghasilkan garam dan air (Pratomo dkk, 2013). Asam klorida pekat melarutkan banyak jenis logam dan menghasilkan logam klorida dan gas hidrogen. Asam klorida juga bereaksi dengan senyawa dasar emacam kalsium karbonat dan tembaga. Asam klorida merupakan senyawa asam kuat yang stabil dan mudah larut atau dapat berdisosiasi penuh dalam air sehingga sering digunakan dalam analisis kimia untuk mendestruksi sampel analisis (Roy GM, 1985).

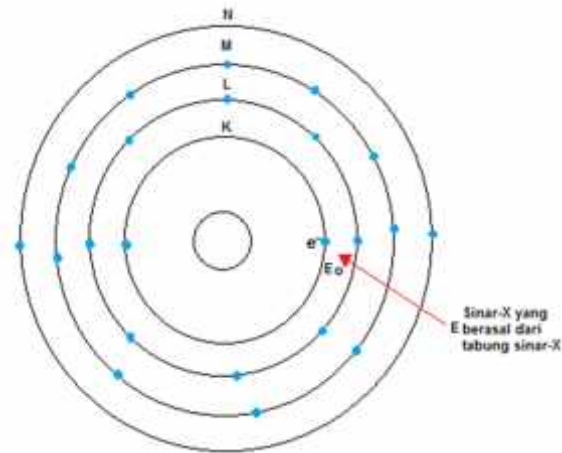
#### **F. *X-Ray Fluorescence (XRF)***

XRF adalah metode analisis berdasarkan pada deteksi radiasi sinar-X yang diemisikan dari sampel yang sedang dianalisis. Metode ini dapat digunakan untuk mengidentifikasi dan menentukan konsentrasi senyawa dalam sampel dengan mengukur intensitas karakteristik emisi. Metode ini sangat sederhana, paling akurat dan sangat ekonomis untuk penentuan komposisi dari berbagai bahan, nondestruktif dan handal, tidak memerlukan atau sangat sedikit preparasi sampel dan cocok untuk sampel padat, cair dan bubuk. Metode ini dapat digunakan untuk penentuan berbagai unsur dari kalium sampai uranium dan member batas deteksi tingkat ppm, tetapi dapat mengukur konsentrasi hingga 100 % lebih mudah dan secara bersamaan (John dkk, 2001).

Spektrometri XRF didasarkan pada ekstraksi sampel dengan sinar-X. Sinar-X primer mengeluarkan sinar-X sekunder yang memiliki karakterisasi panjang gelombang dari unsur - unsur yang ada dalam sampel. Intensitas sinar-X sekunder digunakan untuk menentukan konsentrasi unsur - unsur yang ada dengan mengacu pada standar kalibrasi sebagai alternative. Sinar-X dapat dideteksi tanpa dipisahkan ke dalam frekuensi yang berbeda, menggunakan detektor yang mengukur energi serta intensitas sinar-X. Metode ini dikenal sebagai dispersive sinar-X (Potts dkk, 1990). Fluoresensi terjadi bila terpancarnya sinar oleh suatu zat yang menyerap sinar atau radiasi elektromagnet lain. Sinar yang dipancarkan memiliki gelombang lebih panjang dan energi lebih rendah daripada radiasi yang diserap. Meski begitu, ketika radiasi elektromagnetik yang diserap begitu banyak, bias saja satu elektron menyerap dua foton. Penyerapan dua foton ini dapat memancarkan radiasi



dengan gelombang yang lebih pendek daripada radiasi yang diserap (Skoog dkk, 2007). Pengisian kekosongan elektron pada XRF dapat dilihat pada Gambar 3.



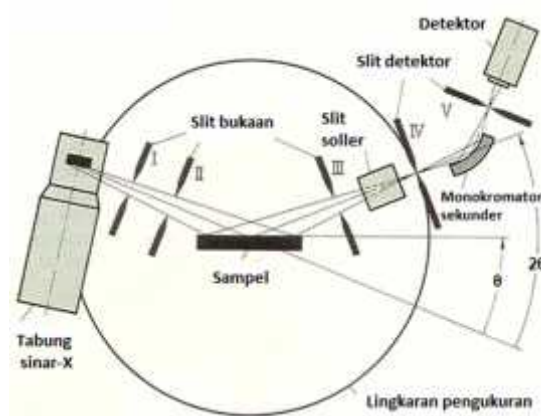
**Gambar 3.** Pengisian kekosongan elektron

Prinsip dasar XRF adalah sinar-X dari tabung sinar-X (sumber isotop) akan mengenai sampel. Dalam sampel akan terjadi pelepasan elektron pada kulit K dan elektron dari kulit L dan M akan mengisi kekosongan elektron pada kulit K yang menyebabkan pelepasan energi berupa foton atau memancarkan sinar-X. Sinar-X dari sampel akan dikirim ke detektor yang akan didinginkan baik secara elektrik atau dengan cairan nitrogen. Sinyal dari detektor akan diproses oleh elektronik dan dikirim ke pc komputer yang kemudian ditampilkan dalam bentuk spektrum (Girard, 2010).

#### **G. X-Ray Diffraction (XRD)**

XRD merupakan metode analisis yang digunakan untuk mengidentifikasi material kristalit maupun non kristalit yang terkandung dalam suatu bahan. Metode ini menggunakan sinar-X yang terdifraksi seperti sinar yang

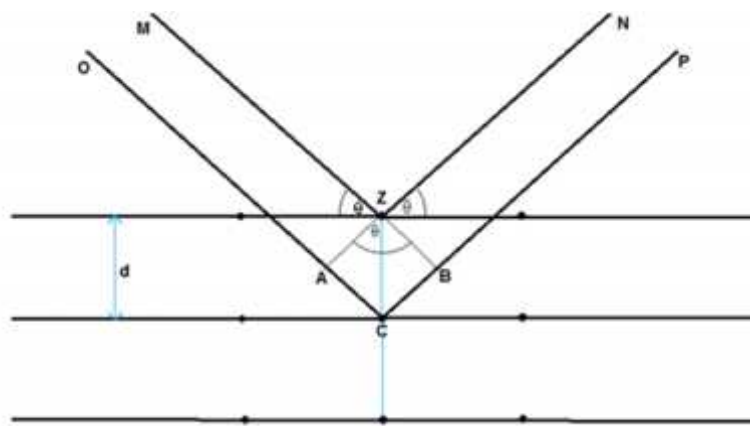
direfleksikan dari setiap bidang dibentuk oleh atom - atom. Kristal dari material tersebut. Dengan berbagai sudut timbul, pola difraksi yang terbentuk menyatakan karakteristik dari sampel. Susunan ini diidentifikasi dengan membandingkannya dengan sebuah database internasional. Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang yang pendek antara 0,5 - 2,5 Å (Suryanarayana dan Norton, 1998). Hal ini dipertegas dengan penelitian Friedsish dan Knipyng pada tahun 1912, yang mengemukakan bahwa panjang gelombang sinar-X sama dengan sinar ultraviolet yang merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang yang pendek. Interaksi dengan materi terjadi bila sinar-X ditembakkan pada suatu bahan. Sinar-X yang ditembakkan mempunyai energi yang lebih tinggi sehingga mampu mengeksitasi elektron-elektron dalam atom sarasannya (Plaats, 1972). Skema tabung sinar-X ditunjukkan pada Gambar 4.



**Gambar 4.** Skema difraksi sinar-X pada alat XRD (Jiscmail, 2012)

Apabila sinar-X jatuh pada kisi kristal, sinar tersebut akan didifraksikan artinya sinar yang sefase akan saling menguatkan dan tidak sefase akan saling meniadakan atau melemahkan (Cullity, 1992). Jika seberkas sinar-X dengan

panjang gelombang diarahkan pada permukaan kristal dengan sudut  $\theta$ , maka sinar tersebut akan dihamburkan oleh bidang atom kristal dan akan menghasilkan puncak difraksi. Difraksi terjadi bila gerak gelombang mengenai satu set benda yang akan menghamburkan cahaya dan harus dalam orde besar. Besar sudut difraksi  $\theta$  tergantung pada panjang gelombang berkas sinar-X dan jarak  $d$  antar bidang. Skema difraksi sinar-X ditunjukkan pada Gambar 5.



**Gambar 5.** Skema difraksi sinar-X (Cullity, 1992)

Gambar 5 terlihat bahwa sinar datang M akan menumbuk titik Z dan kemudian sinar dipantulkan. Begitu juga dengan sinar datang O akan menumbuk titik C dengan jarak  $AC + CB$ . Dimana jarak tempuh sinar  $MZN =$  jarak tempuh sinar  $OCP$ , maka:

$$n\lambda = AC + CB \quad (1)$$

$$\sin \theta = \frac{AC}{ZC} = \frac{AC}{d}$$

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

Berdasarkan Gambar 5 dapat dilihat bahwa  $AC = CB$  sebesar  $d \sin \theta$  sehingga hubungan interferensi dari sinar dengan sudut datang akan memenuhi persamaan Bragg sebagai berikut:

$$\begin{aligned} n\lambda &= AC + CB \\ n\lambda &= 2 AC \end{aligned} \quad (3)$$

Persamaan 3 disubstitusikan ke persamaan 2 maka:

$$\begin{aligned} d \sin \theta &= AC \\ d \sin \theta &= \frac{1}{2} n\lambda \\ 2d \sin \theta &= n\lambda \end{aligned} \quad (4)$$

dengan:

$\lambda$  = panjang gelombang (Å)

$d$  = jarak antar bidang (m)

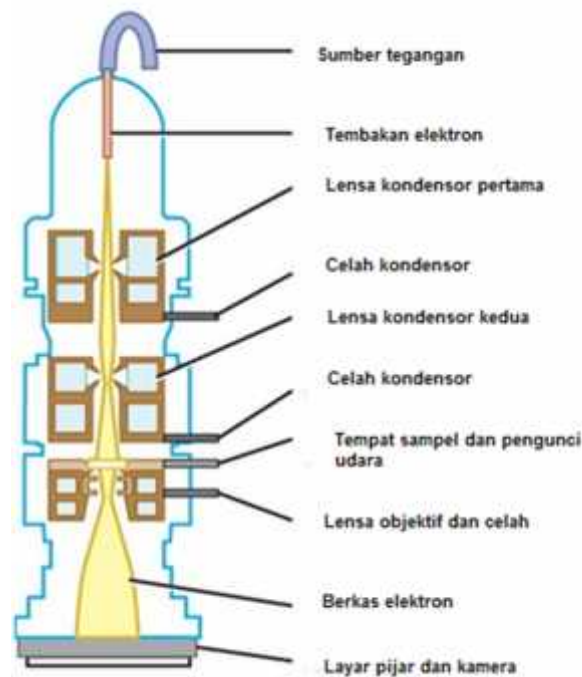
$\theta$  = sudut difraksi

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada bahan kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antarkisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam bahan, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak – puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X yang disebut PCPDFWIN (Cullity, 1978).

## H. *Transmission Electron Microscopy (TEM)*

TEM adalah sebuah mikroskop yang dapat membentuk pembesaran objek hingga dua juta kali dengan menggunakan elektrostatik dan elektromagnetik yang digunakan untuk melihat pencahayaan dan tampilan gambar serta resolusi yang sangat jelas. TEM memiliki fungsi untuk analisis morfologi, struktur Kristal dan komposisi specimen (Lubis, 2015). TEM bekerja karena adanya elektron yang berenergi tinggi hingga 300 keV untuk mempercepat electron. Elektron yang dipercepat pada daerah vakum berperilaku seperti cahaya dimana bergerak lurus dan memiliki sifat seperti gelombang dengan panjang gelombang 100.000 kali lebih pendek dari cahaya tampak (Beniac dkk, 2010).

TEM memanfaatkan sifat dualisme elektron sebagai gelombang dan partikel. TEM menembakan elektron dengan voltage tinggi kearah objek yang ingin diamati. Dengan sifat elektron sebagai gelombang, gelombang elektron akan menabrak objek yang sebagiannya lagi akan diteruskan. Elektron yang diteruskan ataupun dibelokan akan ditangkap dan diperbesar pada bidang gambar (layar *fluoresens*) membentuk pola objek dan menghasilkan gambar dengan perbesaran dan resolusi yang tinggi (David, 2009). Sampel harus ditipiskan sampai ketebalan lebih tipis dari 100 nanometer untuk observasi menggunakan TEM (Apriandanu, 2013). Skema alat TEM ditunjukkan pada Gambar 6.



**Gambar 6.** Skema alat TEM (Lumen, 2015)

Ketika sebuah elektron melewati bagian sampel tipis suatu material, maka elektron tersebar. Sebuah sistem lensa elektromagnetik canggih kemudian memfokuskan elektron yang tersebar menjadi sebuah gambar atau pola difraksi maupun spektrum nanoanalitis yang tergantung pada sistem atau mode pengoperasiannya. Masing-masing mode memberikan penyajian yang berbeda-beda tentang sampel. Mode pencitraan memberikan gambar yang mampu memperbesar ukuran baik mikro maupun nano sehingga struktur atom langsung bisa diperoleh. Mode difraksi memberikan informasi akurat mengenai struktur kristal pada bagian tertentu. Mode nanoanalitik menunjukkan elemen-elemen yang terdapat pada sampel. Ketiga mode tersebut berguna untuk mencari material yang lebih kuat, keping berukuran mikro yang bekerja lebih cepat atau nanokristal yang lebih kecil berdasarkan pada informasi yang diberikan pada alat (Hofer, 2014).

### III. METODOLOGI PENELITIAN

#### A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan April sampai Agustus 2018 di Laboratorium Fisika Material Universitas Lampung, Laboratorium Pusat Sains dan Teknologi Universitas Lampung, Laboratorium Kimia Instrumen FMIPA Universitas Negeri Padang dan Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.

#### B. Alat dan Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah batu apung (*pumice*) dari Kabupaten Tanggamus Provinsi Lampung, NaOH 99 % Merck, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Merck, HCl Merck, kertas pH meter, dan air destilasi atau *aquabidest* serta *aquades*.

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *magnetic stirrer* serta batang magnet, timbangan digital, oven, saring *siever* 150  $\mu$ m, pipet mikro, *aluminium foil*, *mortal* dan *pestle*, *beaker glass*, dan alat-alat gelas lainnya. Karakterisasi menggunakan alat XRF merk PANalytical Epsilon 3, XRD merk XPERT PRO PANalytical dan TEM merk JEOL/EO JEM-1400 versi 1.0.

### C. Prosedur Penelitian

Prosedur pada penelitian ini terdiri dari beberapa langkah yaitu proses preparasi untuk mendapatkan serbuk batu apung mentah. Selanjutnya ekstraksi, titrasi dan pemurnian untuk mendapatkan serbuk nanosilika batu apung kemudian melakukan karakterisasi XRF, XRD, TEM dan analisis data.

#### a. Preparasi serbuk batu apung

- a) Cuci batu apung yang telah disiapkan menggunakan air destilasi.
- b) Keringkannya pada temperatur 100 °C dalam waktu semalam.
- c) Gerus batu apung yang telah kering menggunakan *mortar pestle*.
- d) Saring serbuk batu apung menggunakan saringan siever 150 µm
- e) Cuci serbuk batu apung dengan air destilasi.
- f) keringkan pada temperatur 500 °C selama 4 jam.
- g) Timbang serbuk batu apung sebanyak 2,5 gram sebagai sampel yang akan diekstraksi.

#### b. Ekstraksi silika batu apung

- a) Siapkan larutan NaOH (4 M), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (5 M) dan variasi konsentrasi HCl.
- b) Campurkan 2,5 gram serbuk batu apung dengan 150 ml NaOH ke dalam gelas ukur.
- c) Refluks pada temperatur 100 °C sambil distir 300 rpm selama 24 jam.
- d) Saring bubur hasil adukan menggunakan kertas saring *Whatsman* no 41.
- e) Cuci bubur hasil adukan dengan air destilasi yang hangat.
- f) Ambil filtrat hasil penyaringan.

#### c. Titrasi filtrat hasil saringan

- a) Campur H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (5 M) dengan 150 ml air destilasi.



- b) Campur filtrate sedikit demi sedikit dengan 150 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> serta distir kuat hingga pH 7.
- c) Gel yang terbentuk dibiarkan pada temperatur kamar selama 24 jam.
- d) Saring dan cuci menggunakan air destilasi untuk menghilangkan garam sulfat.
- e) Keringkan gel pada temperatur 80 °C selama 24 jam.
- f) Gerus menggunakan *mortar* dan *pestle*.

#### d. Pemurnian Nanosilika

- a) HCl dicampurkan dengan 150 ml air destilasi dengan variasi konsentrasi HCl yaitu 0,5 M; 0,75 M; 1 M; 1,25 M dan 1,5 M.
- b) Campurkan bubuk nanosilika yang telah digerus dengan larutan HCl.
- c) Refluks selama 4 jam dengan temperatur 110 °C.
- d) Saring dan cuci bubuk nanosilika hasil refluks dengan air destilasi
- e) Keringkan dalam temperatur 110 °C semalaman.
- f) Gerus menggunakan *mortar agate*.
- g) Kalsinasi pada temperatur 800 °C.

Variasi konsentrasi HCl yang digunakan dalam penelitian ini ditunjukkan pada Tabel 2.

**Tabel 2.** Variasi konsentrasi HCl pada sampel serbuk batu apung

Nama sampel	Batu apung (gr)	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (M)	NaOH (M)	HCl (M)
HCl050	2,5	5	4	0,50
HCl075	2,5	5	4	0,75
HCl100	2,5	5	4	1,00
HCl125	2,5	5	4	1,25
HCl150	2,5	5	4	1,50

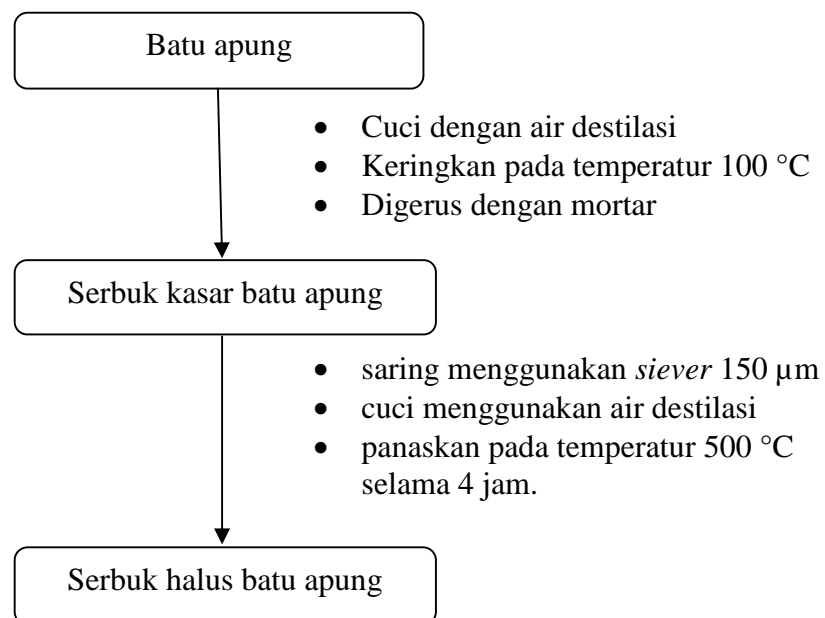
#### D. Diagram Alir Penelitian

Diagram alir untuk penelitian ini terdiri dari proses preparasi serbuk batu apung dan ekstraksi silika dari serbuk batu apung hasil preparasi.

##### a. Preparasi serbuk batu apung

Diagram alir ini merupakan skema dari proses preparasi batu apung untuk mendapatkan serbuk batu apung sebagai bahan uji dalam proses ekstraksi.

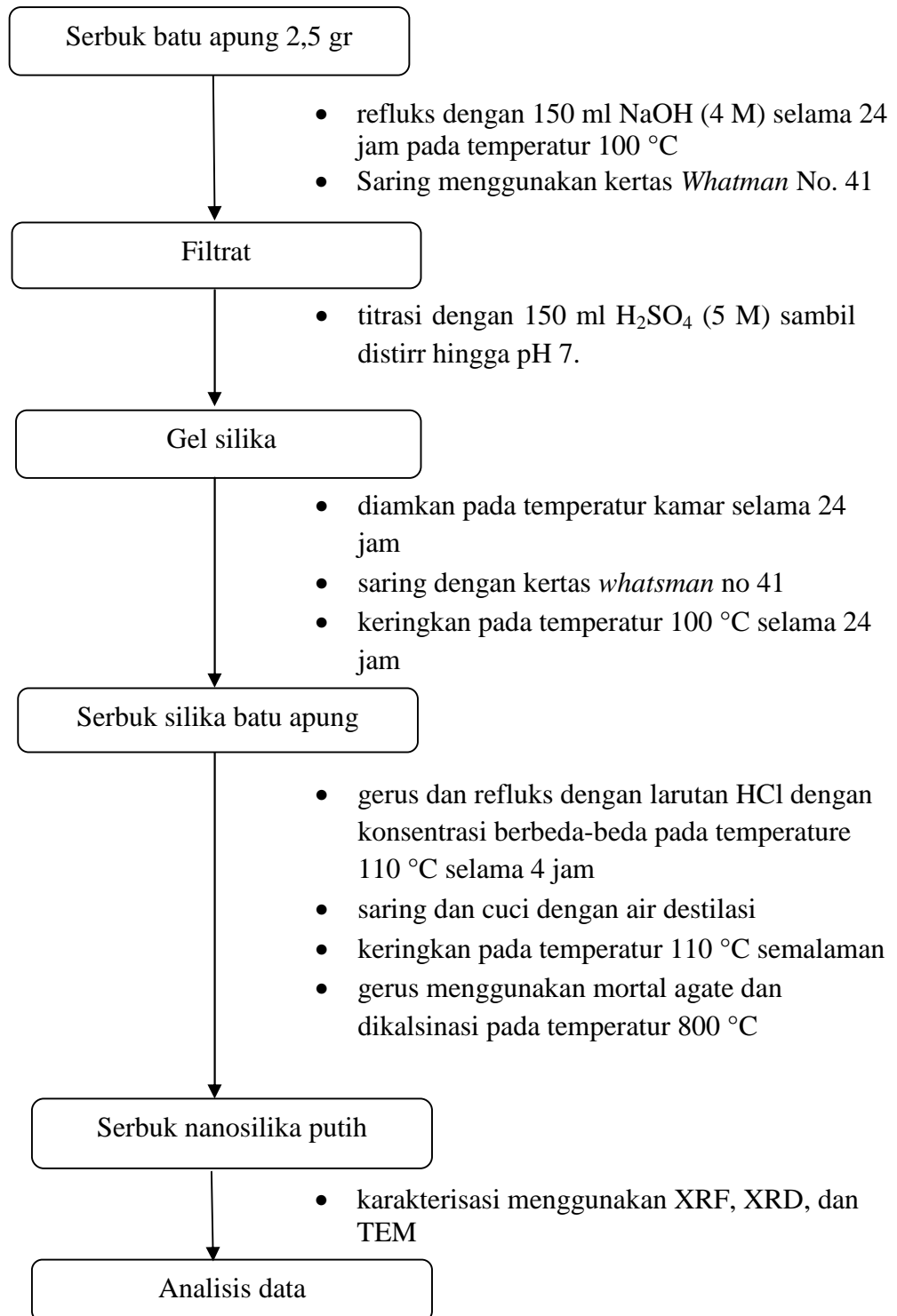
Diagram alir preparasi batu apung dapat dilihat pada Gambar 7.



**Gambar 7.** Diagram alir proses preparasi serbuk batu apung

##### b. Sintesis silika batu apung

Diagram alir ini dibuat untuk melihat skema kerja dari sintesis silika serbuk batu apung yang diperoleh melalui proses preparasi yang telah dilakukan sebelumnya. Diagram alir dari sintesis silika dapat dilihat pada Gambar 8.



**Gambar 8.** Diagram alir sintesis batu apung

## **E. Karakterisasi**

pada penelitian ini dilakukan karakterisasi dengan menggunakan XRF, XRD, dan TEM pada sampel serbuk batu apung setelah di ekstraksi, titrasi, dan pemurnian nanosilika dengan variasi konsentrasi HCl 0,5; 0,75; 1; 1,25 dan 1,5 M.

### **a. Karakterisasi XRF**

Karakterisasi XRF digunakan untuk mengukur unsur-unsur yang membentuk suatu material. Teknik ini dapat digunakan untuk mengukur unsur-unsur terutama yang banyak terdapat pada batuan atau mineral. Sampel yang digunakan biasanya berupa serbuk hasil penggilingan atau pengepresan. Identifikasi dengan XRF menggunakan difraksi sinar-X. Pembentukan difraksi sinar-X pada XRF menggunakan prinsip pembentukan sinar-X yaitu transisi elektron. Peristiwa penghasilan sinar-X ini terjadi pada tabung sinar-X. Sinar-X dari tabung digunakan untuk melepaskan elektron pada kulit dalam untuk menghasilkan sinar-X baru.

### **b. Karakterisasi XRD**

Karakterisasi XRD bertujuan untuk mengetahui fasa kristal dari suatu sampel. Proses karakterisasi dimulai dengan meletakkan sampel serbuk yang telah dibuat pada tempat cuplikan dan diratakan. Pola difraksi sinar-X diperoleh dengan menembak bahan dengan sumber Cu-K dengan panjang gelombang  $1,54\text{\AA}$ . Data difraksi diambil dalam rentang  $2\theta = 10^\circ$  sampai  $80^\circ$ , dengan modus *scanning continue* dan *step size* sebesar  $2\theta = 0,05$  serta waktu 2 detik per *step*. Dari

spektrum XRD terlihat adanya puncak-puncak intensitas yang terdeteksi tiap sudut difraksi  $2\theta$ . Data yang diperoleh kemudian digunakan untuk menggambar grafik dengan Matlab versi R2015b. Selanjutnya data tersebut diolah menggunakan perangkat lunak PCPDFWIN.

**c. Karakterisasi TEM**

Karakterisasi TEM bertujuan untuk mengetahui distribusi ukuran kuantitatif struktur mikro dari suatu material. Resolusi TEM yang tinggi mampu menunjukkan ukuran material hingga skala nano. Sampel yang dikarakterisasi harus dibuat setipis mungkin agar mampu tertembus elektron. Material yang terlalu tebal menyebabkan elektron tidak mampu menembus sampel sehingga gambar yang diperoleh tidak ada. Karakterisasi diawali dengan mencampurkan sampel dengan dispersan seperti aquabides, etanol dan aseton. Sampel diletakkan pada grid atau substrat yang diketahui memiliki lubang-lubang tak kasat mata. Selanjutnya siap untuk dikarakterisasi dengan alat TEM yang dilengkapi SAED merk JEOL/EO JEM-1400 versi 1.0. Sampel dimasukkan ke dalam alat TEM yang telah divakumkan sebelumnya. Mengatur tegangan sehingga elektron mampu menembus daerah terang atau lubang-lubang tak kasat mata pada grid. Menentukan fokus dan daerah yang akan dilakukan pengujian sehingga diperoleh hasil foto dengan skala pengukuran tertentu. Hasil foto tersebut diolah untuk menentukan distribusi ukuran partikel menggunakan *software* ImageJ.

## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### A. Kesimpulan

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

1. Meningkatnya komponen silika tertinggi terjadi pada sampel konsentrasi HCl 1,25 M sebesar 87,05 % dari sampel batu apung mentah mencapai 9,25 %.
2. Sampel batu apung dan sampel nanosilika dengan konsentrasi HCl 1,25 M memiliki fasa dominan yaitu fasa amorf. Namun terdapat juga fasa kristalin yaitu anorthite dan albite pada sampel batu apung dan fasa sodium sulfat pada sampel serbuk nanosilika dengan konsentrasi HCl 1,25 M.
3. Ukuran partikel terkecil pada sampel serbuk nanosilika dengan konsentrasi HCl 1,25 M yaitu 5 nm dan ukuran partikel terbesar yaitu 17,8 nm.

### B. Saran

Dari penelitian yang telah dilakukan ini, diharapkan untuk penelitian selanjutnya menggunakan alat refluks dengan bahan borosilikat agar tidak

mudah terkikis serta mengganti pelarut seperti KOH, HNO<sub>3</sub> dan memvariasikan suhu kalsinasi.

## DAFTAR PUSTAKA

- Azhari dan Muchtar Aziz. 2016. Sintesis dan Karakterisasi Material Berpori Berbasis Mineral Silika Pulau Belitung. *Jurnal Teknologi Mineral dan Batubara*. Vol. 12. No. 3. Hal 161 – 170.
- Bahri, S. dan Rahmaniar. 2015. Komposit Batu Apung dan Clay sebagai Bahan Pengisi pada Pembuatan Kompon Lis Kaca Mobil. *Jurnal Dinamika dan Penelitian Industri*. Vol 26. No 1. Hal 59 – 65.
- Bakar, R. A., Rosiyah Y., and Seng N. G. 2016. Production of High Purity Amorphous Silica from Rice Husk. *Journal Procedia Chemistry*. Vol. 19. Hal. 189 - 195.
- 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*. Vol 24. No 2. Hal. 163 - 171.
- Chakraverty, A., Mishra, P. and Banerjee, D. 1988. Investigation of Combustion of Raw and Acid Leached Rice Husk for Production of Pure Amorphous White Silica. *Journal of Material Science*. Vol. 23. Hal. 21-24.
- Chen, X., Enrico H., Shiqi L., and Yonghun P. 2017. The Effect of Amorphous Silica on Pulp Rheology and Copper Flotation. *Journal Minerals Engineers*. Hal. 41 - 46.
- Chakraverty, A., Mishra, P. and Banerjee, D. 1988. Investigation of Combustion of Raw and Acid Leached Rice Husk for Production of Pure Amorphous White Silica. *Journal of Material Science*. Vol. 23. Hal. 21-24.
- Christopher S. E., Gotz V., Joseph J. M., J. Karl J., and Daniel S. L. 2016. Predicting Catalyst-Support Interactions between Metal Nanoparticles and Amorphous Silica Supports. *Journal Surface Science*. Hal. 134 - 140.



- Coniwanti P., S. Rasmiah, dan Apriliyanni. 2008. Pengaruh Proses Pengeringan, Normalitas HCl dan Temperatur Pembakaran Pada Pembuatan Silika Dari Sekam Padi. *Jurnal Teknik Kimia*. Vol. 1. No. 15. Hal 5 - 11.
- Cullity, B. D. 1978. *Elemen of X-Ray Diffraction*. Departement of Metallurgical Engeneering and Material Science. Addison-Wesley Publishing Company Inc. USA. Hal. 277-281.
- Cullity, B. D. 1992. *Elemen of X-Ray Diffraction*. Departement of Metallurgical Engeneering and Material Science. Addison-Wesley Publishing Company Inc. USA. Hal. 84-102.
- David B. W. 2009. *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*. Springer
- Dreamstime. 2000. *Quartz Glass Structure*. <https://www.dreamstime.com/stock-illustration-quartz-glass-structure-word-oyster-used-as-common-name-number-different-families-saltwater-clams-bivalve/>. Diakses Pada 25 Maret 2018 Pukul 19.17 WIB.
- Ersoy, B., Sariisik, A., Dimen, S., and Sariisik, G. 2010. Characterization of Acidic Pumice and Determination of its Electrokinetic Properties in Water. *Powder Technology 197*. Hal. 129-135.
- Fairuz, S., Haryono, M. H. Sugita dan Agus S. 2009. Proses Pembuatan Waterglass dari Pasir Silika dengan Pelebur Natrium Hidroksida. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*. Vol. 8. No. 2. Hal 56 - 62.
- Fernandez, B. R. 2012. Sintesis Nanopartikel SiO<sub>2</sub> Menggunakan Metode Sol-Gel dan Aplikasinya terhadap Aktifitas Sitotoksik Sel. *Jurnal Nanoteknologi*. Vol. 3. No. 2. Hal. 384 - 389.
- Galang F. A., Muhammad Rizal Hanafie, dan Primata Mardina. 2013. Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi dengan Pelarut KOH. *Konversi Teknik Kimia*. Vol 2. No 1. Hal. 28 - 31.
- Galliker, P., Hommes, G. Schlasser, D., Corvini, P. F. X and Shahgaldin, P. 2010. Laccase Modified Silica Nanoparticles Efficiently Catalyze The Transformation of Phenolic Compounds. *Journal of Colloid and Interface Science*. Vol. 349. Hal. 99 - 105.
- Girard, J. E. 2010. Principles of Environtmental Chemistery. Jones and Bartlett Publishers. USA.
- Handayani, E. 2009. Sintesis Membran Nanokomposit Berbasis Nanopartikel Biosilika dari Sekam Padi dan Kitosan sebagai Matriks Biopolimer. *Makalah Penelitian IPB*. Semarang.

- Handayani, P. A., Nurjannah, E., dan Rengga, W. D. P. 2014. Pemanfaatan Limbah Sekam Padi Menjadi Silika Gel. *Jurnal Penelitian Fisika dan Aplikasinya*. Vol. 3. No. 2. Hal 19 - 24.
- Humaedi, A. 2012, Pemanfaatan Batu Apung (Pumice) sebagai Media Adsorpsi Limbah Cair. *Makalah Ilmiah*. Universitas Mathla'ul Anwar. Banten. Hal. 49 - 55.
- Hofer, F. 2014. *Transmission Electron Microscopy and Nanoanalysis. FELMI-ZFE: Electron Microscopy And Nanoanalysis*. [portal.tugraz.at/portal/page/portal/felmi/research/TEMandNanoanalysis](http://portal.tugraz.at/portal/page/portal/felmi/research/TEMandNanoanalysis). Diakses pada tanggal 1 Februari 2019 Pukul 15.40 WIB.
- Jiscmail. 2012. *XRD Archives*. <https://ksanalytical.com/images/I-XRD-Diagram.gif>. Diakses pada 25 Maret 2018 Pukul 20.37 WIB.
- John, A., Alexandra, S. dan Larry, A. 2001. Approching A Universal Sampel Preparation Method for XRF Analysis of Power Material. Internasional Center for Diffraction Data 2001. Hal. 368 - 370.
- Kirk, R.E., and Othmer. 1984. *Encyclopedia of Chemical Technology*. Fourth Edition Vol. 21. John Wiley and Sons, Inc. New York.
- Latif, C., Triwikantoro dan Munasir. 2014. Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi pada Struktur Silika. *Jurnal Sains dan Seni POMITS*. Vol. 3. No. 1. Hal. 4 -7.
- Lubis, K. 2015. Metoda - Metoda Karakterisasi Nanopartikel Perak. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*. Vol. 21. No. 79. Hal. 50 - 51.
- Liu, V. H., Thuc, H. H. 2013. Synthesis of Silica Nanoparticles From Vietnamese Rice Husk by Solgel Method. *Journal Power Technology*. Hal 1 - 10.
- Lumen, L. 2015. *Instrumen of Microscopy*. <https://courses.lumenlearning.com/microbiology/chapter/instruments-of-microscopy/>. Diakses pada 25 Maret 2018 Pukul 17.37 WIB.
- Mahaddilla, F. M. dan Adrian Putra. 2013. Pemanfaatan Batu Apung sebagai Sumber Silika dan Pembuatan Zeolit Sintetis. *Jurnal Fisika Unand*. Vol. 2. No. 4. Hal. 262 – 268.
- Mantell, C. L. 1958. *Engineering Material Handbook*. Hill Book Company. New York.
- Miskah, S. 2010. Pemanfaatan Batu Apung (Pumice sebagai Bahan Pemucat Crude Palm Oil. *Jurnal Teknik Kimia*. Vol. 17. No. Hal. 3.

- Mourhly, A., Mariam K., Adnane El H., Mohammed K., Mohammed H and Said Arsalane. 2015. The Synthesis And Characterization Of Low-cost Mesoporous Silica SiO<sub>2</sub> From Local Pumice Rock. *Journal Nanomaterial and Nanotechnology*. Vol. 5. No. 35. Hal 1 – 7.
- Mukunda, H, Suryanaranaya dan Avadani. 2004. A Novel Process and Apparatus for The Manufacturer of Precipitated Silica from Rice Hull. Internasional Aplication Published under The Patent Cooperation Treaty (PCT)WO.
- Munasir, Surahmat. H., Triwikantoro, Moch. Zainuri dan Darminto. 2013. *Jurnal Penelitian Fisika dan Aplikasinya*. Vol. 3. No. 2. Hal. 12 – 17.
- Nisa, Z dan Munasir. 2015. Studi Morfologi Silika Hasil Kalsinasi dengan Metode Sintesis Hidrotermal - Kopresipitasi. *Jurnal Fisika*. Vol. 4. No. 1. Hal 41 - 44.
- Nizami, M.S and Iqbal M.Z. 2001. Chemical Kinetic Aspects of Solid State Reaction Producing Wellastonite from Rice Husk Silica and Limestone. *Journal Material Science Technology*. Hal. 243 - 246.
- Plaats, V. D. 1972. Medical X-Ray Technique Third Edition. Philips Technical Library. Eindhoven.
- Potts, P. J. 1987. *A Handbook of Silicate Rock Analysis*. Chapman dan Hall.
- Pratomo I, Wardhani S. dan Purwonugroho D. 2013. Pengaruh Teknik Ekstraksi dan konsentrasi HCl dalam Ekstraksi Silika dari Sekam Padi untuk Sintesis Silika Xerogel. *Jurnal Kimia*. Hal 358 - 364.
- Respati, S. M. B. 2008. Macam - Macam Mikroskop dan Cara Penggunaanya. *Momentum*. Vol. 4. No. 2. Hal. 42 - 44.
- Roy G. M., 1985. *Actived Carbon Sppllication in The Food and Pharmaceutical Industries*. Lancaster: Tanchnomic.
- Shcherban S., Rayzman V. and Pevzner I. 1995. Technology of Coal Fly Ash Processing into Metallurgical Properties of Fly Ash-Based Geopolymers. Colloids and Surfaces. *Physicochemistry Engineering Aspects*. Accepted Manuscript.
- Srivasta, 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*. Vol. 2. No. 7. Hal. 2936-2937.
- Stehn, C. H. E. 1932. *Karakatau*. Netherlands East Indie Volcanology Survey. Hal 44 – 48.

- Sulastris, S. dan Susila Kristianingrum. 2010. Berbagai Macam Senyawa Silika: Sintesis, Karakterisasi dan Pemanfaatan. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian*. Universitas Negeri Yogyakarta. Hal 211 – 216.
- Supiati, H., Yudi, M. dan Sitti, C. 2012. Pengaruh konsentrasi activator asam klorida (HCl) terhadap kapasitas adsorpsi arang aktif kulit durian (*durio Zabethinus*) pada Zat Warna Methanil Yellow. *Jurnal Kimia*. Hal 53 – 54.
- Suryanarayana C. dan Norton M. G. 1998. *X-Ray Diffraction*. Plenum Press: New York.
- Skoog, D. A., Holler, F. J., and Crouch, S. R. 2007. *Principles of Instrumental Analysis*. Thomson Corporation. Canada. Hal. 400-426.
- Tjokrodimuljo, K. 2007. *Teknologi Beton*. Universitas Gadjah Mada. Yogyakarta.
- Wibowo, A. Y. dan Ardian Putra. 2013. Pengaruh Ukuran Partikel Batu Apung Terhadap Kemampuan Serapan Cairan Limbah Logam Berat. *Jurnal Fisika*. Vol. 2. No 3. Hal. 151 – 161.
- Widyaningsih, Triatmi Sri. 2016. Breksi Batu Apung sebagai Alternatif Teknologi Tepat Guna untuk Menurunkan Kadar TSS dan BOD Dalam Limbah Cair Domestik. *Jurnal Teknologi Technoscientia*. Vol. 8. No. 2. Hal. 194 – 201.
- Yurida, M., Evi, A. dan Susila, A. R. 2013. Pengaruh Kandungan CaO dari Jenis Adsorben Semen terhadap Kemurnian Gliserol. *Jurnal Teknik Kimia*. Vol. 19. No. 2. Hal. 33.
- Zukira. 2012. Analisis Kandungan Mineral Magnetik pada Batuan Beku dari Daerah Istimewa Yogyakarta dengan Metode X-Ray Diffraction. *Skripsi*. Universitas Haluoleo. Kendari.