

**PENGARUH VARIASI H_2SO_4 PADA PEMBENTUKAN NANOSILIKA
BERBASIS BATU APUNG**

(Skripsi)

Oleh
Riska Trisna Nuraini



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

ABSTRAK

PENGARUH VARIASI H₂SO₄ PADA PEMBENTUKAN NANOSILIKA BERBASIS BATU APUNG

Oleh

RISKA TRISNA NURAINI

Abstrak. Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh variasi H₂SO₄ pada pembentukan nanosilika berbasis batu apung. Nanosilika diekstraksi menggunakan NaOH, H₂SO₄ dan HCl. Jumlah NaOH dan HCl yang digunakan masing-masing adalah 4,0 M dan 1,0 M. Titrasi menggunakan H₂SO₄ dengan variasi 4,0 M; 4,5 M; 5,0 M; 5,5 M dan 6,0 M. Serbuk batu apung dikalsinasi selama 4 jam pada suhu 500 °C dan serbuk nanosilika dikalsinasi selama 5,5 jam pada suhu 800 °C. Hasil *X-Ray Fluorescence* (XRF) menunjukkan nanosilika dengan kemurnian tertinggi pada variasi H₂SO₄ 5,0 M sebesar 95,32 %. Hasil *X-Ray Diffractometer* (XRD) menunjukkan serbuk batu apung membentuk fasa anorthite dan fasa albite, serta variasi H₂SO₄ 5,0 M menghasilkan fasa amorf. Hasil *Transmission Electron Microscopy* (TEM) menunjukkan ukuran partikel nanosilika dengan variasi H₂SO₄ 5,0 M berada pada kisaran 4,8 - 11,3 nm dengan rata-rata (7,62 ± 2,15) nm.

Kata kunci: Batu apung, Nanosilika, dan H₂SO₄

ABSTRACT

THE EFFECT OF H_2SO_4 VARIATION ON THE ESTABLISHMENT OF PUMICE STONE BASED NANOSILICA

By

RISKA TRISNA NURAINI

Abstract. Nanosilica was extracted by using NaOH, H_2SO_4 and HCl. The amount of NaOH and HCl are 4,0 M and 1,0 M respectively. The titration using H_2SO_4 was varied of 4,0 M; 4,5 M; 5,0 M; 5,5 M; 6,0 M. The pumice powder was calcined for 4 hours at 500 °C and the nanosilica powder was calcined for 5,5 hours at 800 °C. The results of X-Ray Fluorescence (XRF) showed nanosilica with the highest purity in variation of H_2SO_4 5,0 M at 95,32%. The results of the X-Ray Diffractometer (XRD) showed that pumice consistent the anorthite and albite phase. The variation of H_2SO_4 5,0 M produced an amorphous phase. The results of Transmission Electron Microscopy (TEM) show nanosilica particle size with variations of H_2SO_4 5,0 M in the range 4,8-11,3 nm with an average $(7,62 \pm 2,15)$ nm.

Keywords: Pumice, Nanosilica, H_2SO_4

**PENGARUH VARIASI H₂SO₄ PADA PEMBENTUKAN NANOSILIKA
BERBASIS BATU APUNG**

Oleh

RISKA TRISNA NURAINI

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 H_2SO_4 PADA
PEMBENTUKAN NANOSILIKA BERBASIS
BATU APUNG**

Nama Mahasiswa : **Riska Trisna Nuraini**

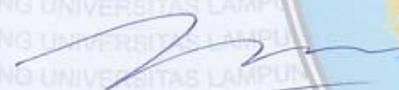
Nomor Pokok Mahasiswa : 1417041072

Jurusan : Fisika

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

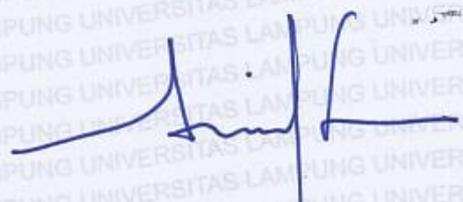
MENYETUJUI,

1. Komisi Pembimbing


Prof. Posman Manurung, M.Si., Ph.D.
NIP. 195903091991031001


Suprihatin S.Si, M.Si.
NIP. 197304141997022001

2. Ketua Jurusan Fisika FMIPA

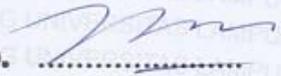

Arif Surtano, M.Si., M.Eng.
NIP. 197109092000121001

MENGESAHKAN

1. Tim penguji

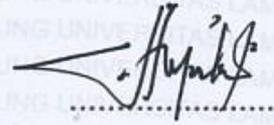
Ketua

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



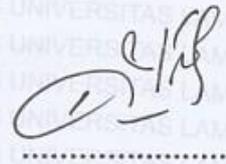
Sekretaris

: Suprihatin S.Si., M.Si.



Penguji

Bukan pembimbing : Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D.



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, 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



Riska Trisna Nuraini
Riska Trisna Nuraini
NPM. 1417041072

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di kota Bandar Lampung tanggal 24 November 1995. Penulis merupakan anak kedua dari pasangan Bapak Sutrisyanto dan Ibu Siti Aminah. Penulis menyelesaikan pendidikan di SDN 2 Surabaya tahun 2008, SMPN 1 Bandar Lampung pada tahun 2011, dan SMA Gajah Mada Bandar Lampung pada tahun 2014.

Selanjutnya pada tahun 2014 penulis diterima sebagai mahasiswa Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung melalui Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SNMPTN). Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif di kegiatan kampus yaitu Himpunan Mahasiswa Fisika sebagai anggota bidang Sosial dan Masyarakat (SOSMAS) dari tahun 2015-2016 dan anggota bidang Minat dan Bakat (MINBAK) dari tahun 2016-2017. Penulis melakukan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Pusat Sains dan Teknologi Akselerator-Badan Tenaga Nuklir Nasional (PSTA-BATAN) Yogyakarta dengan judul “Pelapisan TiN pada Substrat *Stainless Steel* dengan Teknik DC *Sputtering*”. Kemudian penulis melakukan penelitian berjudul “Pengaruh Variasi H_2SO_4 pada Pembentukan Nanosilika Berbasis Batu Apung” sebagai tugas akhir di Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

MOTTO

“Jika kamu ingin merubah hidupmu dan tidak tahu darimana harus memulai, mulailah dari SHOLAT”

“Maka sesungguhnya bersama kesulitan itu ada kemudahan”

“Sukses adalah suatu persiapan dan kesempatan bertemu”

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 kehadirat Allah SWT, yang telah memberikan kesehatan dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“PENGARUH VARIASI H₂SO₄ PADA PEMBENTUKAN NANOSILIKA BERBASIS BATU APUNG”**. Tujuan penulisan skripsi ini adalah sebagai salah satu persyaratan untuk mendapatkan gelar S1 dan melatih mahasiswa untuk berpikir cerdas dan kreatif dalam menulis karya ilmiah. Penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Akhir kata, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua. Aamiin.

Bandar Lampung, 27 Mei 2019
Penulis,

Riska Trisna Nuraini

SANWACANA

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT, karena atas kuasa-Nya penulis masih diberikan kesempatan untuk mengucapkan terima kasih kepada pihak yang telah banyak membantu dalam menyelesaikan penelitian dan skripsi ini, terutama kepada:

1. Bapak Prof. Posman Manurung, M.Si., Ph.D., sebagai Pembimbing I yang telah memberikan bimbingan dan arahan yang mendukung dari awal sampai akhir penulisan.
2. Ibu Suprihatin S.Si., M.Si., sebagai Pembimbing II dan Pembimbing Akademik yang senantiasa sabar dalam mengoreksi skripsi dan memberikan masukan-masukan serta nasehat untuk menyelesaikan skripsi ini dari awal sampai akhir penulisan.
3. Ibu Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D., sebagai Penguji yang telah mengoreksi kekurangan, memberi kritik dan saran selama penulisan skripsi.
4. Kedua orangtuaku Bapak Sutrisyanto dan Ibu Siti Aminah, Kakak Eko Wahyu Saputra, Adik Ilham Saputa, Teteh Hanna, Husna, Dila, Tika, Adi dan seluruh keluarga besarku yang luar biasa selalu menyemangatiku. Terimakasih untuk kehadirannya dalam hidupku yang senantiasa memberikan dukungan, do'a dan semangat yang luar biasa, serta kebersamaan sampai penulis menyelesaikan skripsi.

5. Bapak Arif Surtono, M.Si., M.Eng., selaku Ketua Jurusan dan para dosen serta karyawan di Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.
6. Bapak Drs. Suratman, M.Sc., selaku Dekan dan seluruh staf pegawai di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.
7. Sahabat-sahabatku tersayang Rika, Ismi, Ciput, Lusi, Kiky, Dias, Yulia, dan teman-teman Fisika angkatan 2014 yang selama ini memberikan semangat.
8. Kakak-kakak tingkat serta adik-adik tingkat dan semua teman-teman yang pernah hadir dalam hidup penulis dan turut memberikan semangat.

Semoga Allah SWT memberikan nikmat sehat kepada kita semua. Aamiin.

Bandar Lampung, 27 Mei 2019

Penulis,

Riska Trisna Nuraini

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
<i>ABSTRACT</i>	ii
HALAMAN JUDUL	iii
HALAMAN PERSETUJUAN	iv
HALAMAN PENGESAHAN	v
HALAMAN PERNYATAAN	vi
RIWAYAT HIDUP	vii
MOTTO	viii
HALAMAN PERSEMBAHAN	ix
KATA PENGANTAR	x
SANWACANA	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvi
I. PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	3
1.3. Tujuan Penelitian	3
1.4. Batasan Masalah	4
1.5. Manfaat Penelitian	4

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Batu Apung	5
2.2. Silika	6
2.3. Silika Amorf	8
2.4. Nanosilika	9
2.5. Metode Ekstraksi dan Titrasi	10
2.6. Pemanfaatan Asam Sulfat (H ₂ SO ₄)	12
2.7. Kalsinasi Silika Amorf	13
2.8. <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	14
2.9. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	15
2.10. <i>Transmission Electron Microscopy</i> (TEM)	18

III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian	21
3.2. Alat dan Bahan Penelitian	21
3.3. Prsedur Penelitian	21
3.4. Diagram Alir Penelitian	27

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Hasil Sintesis Silika (SiO ₂) Batu Apung	29
4.2. Hasil Karakterisasi XRF	30
4.3. Hasil Karakterisasi XRD	34
4.4. Hasil Karakterisasi TEM	37

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan	40
5.2. Saran	40

DAFTAR PUSTAKA

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1. Komposisi kimia batu apung Turki	6
Tabel 3.1. Komposisi bahan	24
Tabel 4.2. Komponen penyusun pada batu apung dan pada berbagai variasi H ₂ SO ₄	30
Tabel 4.4. Perbandingan data sampel batu apung dengan data standar PCPDFWIN	36

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Batu apung	5
Gambar 2.2. Silika batu apung	7
Gambar 2.3. Skema titrasi	12
Gambar 2.4. Prinsip kerja XRF	14
Gambar 2.5. Skema difraksi sinar-X pada alat XRD	16
Gambar 2.6. <i>Transmission Electron Microscopy</i> (TEM)	19
Gambar 3.1. Diagram alir preparasi batu apung	27
Gambar 3.2. Diagram alir ekstraksi dan titrasi batu apung	28
Gambar 4.1. Hubungan konsentrasi H_2SO_4 terhadap SiO_2	31
Gambar 4.2. Hubungan konsentrasi H_2SO_4 terhadap Al_2O_3	33
Gambar 4.3. Hubungan konsentrasi H_2SO_4 terhadap SO_3	34
Gambar 4.4. Difraktogram hasil karakterisasi XRD batu apung dan nanosilika H_2SO_4 5,0 M	35
Gambar 4.5. Hasil TEM H_2SO_4 5,0 M	37

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Silika atau *silicon dioxide* terdapat di alam dalam keadaan tidak murni. Silika terbentuk ketika unsur silikon (Si) teroksidasi secara termal. Lapisan yang sangat tipis terbentuk di permukaan silikon ketika silikon kontak dengan udara. Temperatur tinggi adalah kondisi yang baik dalam pembentukan lapisan silika (Jones, 2000). Silika mempunyai sifat kimia yaitu berwarna putih (ketika murni), berat molekul 60,1 dan densitas $2,2 \text{ g/cm}^3$. Silika tidak mudah terbakar, memiliki stabilitas yang baik pada suhu tinggi, dan material yang tidak menghantarkan listrik atau bersifat osilator (Coniwanti dkk., 2008).

Silika (SiO_2) merupakan salah satu jenis material berpori yang dapat digunakan secara luas dalam proses adsorpsi, katalis, pembuatan membran, pembuatan komposit baik dengan material anorganik seperti TiO_2 (Hendrix *et al.*, 2015) maupun dengan material organik seperti polisakarida, dan elektrokimia (Demilecamps, 2016). Aplikasi silika banyak digunakan dalam kehidupan sehari-hari misalnya, untuk pengampelasan material bahan IC, fiber optic, bahan cat, pasta gigi, kosmetik, kertas, makanan suplemen, mekanik, medis, hingga penyerap kadar air di udara agar memperpanjang masa simpan bahan dan sebagai bahan campuran untuk membuat keramik seni (Im, 2011).

Silika dapat diperoleh dari berbagai sumber alam seperti ampas tebu (Hanafi dan Nandang, 2010), tanaman *Cymbopogon citratus* (*lemon grass*) (Firdaus *et al.*, 2016), sekam padi (Handayani dkk., 2014), batuan *perlite* (Srivastava *et al.*, 2013), batu apung dari Moroko (Mourhly *et al.*, 2015) dan batu apung dari Turki (Ersoy *et al.*, 2010). Batu apung adalah salah satu sumber alam yang memiliki kandungan silika yang cukup banyak (Komandoko, 2010).

Batu apung atau batu timbul, merupakan jenis batu yang berasal dari gunung berapi yang tidak tenggelam di dalam air. Indonesia salah satu negara yang terkenal mempunyai gunung api aktif terbanyak di dunia, yaitu sekitar 30% gunung aktif di dunia berada di Indonesia (Pratomo, 2006). Menurut Zamroni (2011) gunung api aktif di Indonesia berjumlah 127 dan 70 diantaranya dikategorikan sangat mengancam. Salah satu letusan terbesar sepanjang sejarah letusan gunung berapi adalah gunung Krakatau yang letusannya terjadi pada tahun 1883 dan terdengar hingga jarak 4600 km dari pusat letusan (Keys, 1999).

Letusan tersebut mengakibatkan adanya endapan vulkanik yang tersebar di kawasan yang terkena dampak letusan. Beberapa daerah di Lampung yang terkena dampak letusan tersebut yaitu Kabupaten Lampung Selatan (Putra dan Yulianto, 2017) dan tersebar ke beberapa daerah di Lampung termasuk Kabupaten Tanggamus melalui letusan material-material vulkanik ataupun tsunami yang terjadi (Putra dan Yulianto, 2016). Sebagai pemanfaatan dari batu apung yang cukup melimpah di Lampung, maka dilakukanlah penelitian untuk mensintesis nanosilika dari batu apung yang diketahui memiliki kandungan silika yang cukup tinggi.

Penelitian sebelumnya telah dilakukan oleh Mourhly *et al.* (2015) mengenai sintesis silika dari batu apung Maroko menggunakan metode sol gel. Penelitian ini terdiri dari tiga tahapan yaitu, ekstraksi menggunakan NaOH (3 M), titrasi dengan H₂SO₄ (5 M), dan pemurnian menggunakan HCL (1 M) lalu dikalsinasi pada suhu 800 °C. Dari pengujian yang telah dilakukan didapatkan hasil bahwa kandungan silika meningkat menjadi 94 % dengan diameter ukuran partikel 5-15 nm.

Berdasarkan latar belakang tersebut, dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai sintesis nanosilika batu apung yang berasal dari Kabupaten Tanggamus dengan memvariasikan H₂SO₄ sebanyak 4,0 M; 4,5 M; 5,0 M; 5,5 M; dan 6,0 M, kemudian dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM) untuk mengetahui komposisi kimia, fasa serta ukuran partikel yang terbentuk.

1.2. Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh variasi penambahan H₂SO₄ terhadap komposisi kimia hasil ekstraksi nanosilika batu apung?
2. Bagaimana fasa yang terbentuk dalam nanosilika batu apung setelah ekstraksi?
3. Bagaimana ukuran partikel nanosilika yang dihasilkan setelah ekstraksi?

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh variasi penambahan H₂SO₄ terhadap komposisi kimia hasil ekstraksi nanosilika batu apung.

2. Mengetahui fasa nanosilika yang terbentuk dalam nanosilika batu apung setelah ekstraksi.
3. Mengetahui ukuran partikel nanosilika yang dihasilkan setelah ekstraksi.

1.4. Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Sampel yang digunakan adalah batu apung dari daerah Tanggamus yang diekstraksi dengan larutan NaOH 99 % Merck, kemudian dititrasi dengan larutan H₂SO₄ 99 % Merck dan dimurnikan dengan larutan HCl 37 % Merck.
2. NaOH yang digunakan sebanyak 4,0 M, HCl 1,0 M, dan variasi H₂SO₄ sebanyak 4,0 M; 4,5 M; 5,0 M; 5,5 M, dan 6,0 M.
3. Karakterisasi yang dilakukan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM).

1.5. Manfaat Penelitian

Manfaat dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Dapat digunakan sebagai referensi dan landasan bagi penelitian selanjutnya.
2. Dapat digunakan sebagai referensi di Jurusan Fisika FMIPA Unila.
3. Dapat memberikan informasi hasil penelitian.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Batu Apung

Batu apung merupakan jenis material alam yang berasal dari endapan material piroklastik hasil aktivitas vulkanik gunung api (Soekardi, 2004). Endapan piroklastik adalah endapan vulkaniklastik primer yang tersusun oleh partikel (piroklas) terbentuk oleh erupsi yang eksplosif dan terendapkan oleh proses vulkanik primer (Mc.Phie *et al.*, 1993). Contoh gambar batu apung ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Batu apung Tanggamus

Dari Gambar 2.1 terlihat bahwa struktur batu apung tersusun atas rongga-rongga yang terbentuk akibat gelembung udara yang terperangkap dalam lava saat terjadi pembekuan (Osman, 2010). Sebagai batuan yang terbentuk secara alami, batu apung secara umum tersusun dari senyawa-senyawa kimia berupa mineral oksida seperti SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , K_2O , CaO , Na_2O , TiO_2 , serta MgO yang menyatu membentuk komposit alam (Ridha dan Darminto, 2016).

Kandungan terbanyak pada batu apung adalah silika. Hal ini dibuktikan dari hasil penelitian yang dilakukan oleh Mourhly *et al.* (2015) dengan batu apung dari Maroko yang menghasilkan kadar silika sebesar 94 %, dan Ersoy *et al.* (2010) dengan batu apung dari Turki dengan kadar silika yang dihasilkan adalah sebesar 70,21 %. Komposisi batu apung ini dapat kita lihat seperti pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1. Komposisi kimia batu apung Turki (Ulusu *et al.*, 2016).

Komposisi Kimia	Persen berat (%)
CaO	5,20
SiO ₂	58,44
Al ₂ O ₃	15,96
Fe ₂ O ₃	4,69
MgO	6,30
SO ₃	0,04
K ₂ O	2,64

2.2. Silika

Silika atau kuarsa dengan rumus kimia SiO₂ merupakan mineral yang banyak di temukan pada permukaan kerak bumi dan memiliki sifat menonjol, yaitu kekerasannya yang tinggi, serta sangat tahan terhadap asam. Silika paling banyak ditemukan di alam dalam bentuk pasir, sering disebut pasir silika atau pasir kuarsa. Silika di alam berasal dari batuan beku (*igneous rocks*) dan batuan metamorf (*metamorphic rocks*) yang dihancurkan oleh proses pelapukan (*weathering process*), mengalami transportasi dan pengendapan. Contoh silika ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Silika batu apung

Silika memiliki sifat hidrofilik (dapat menyerap air) atau hidrofobik (tidak dapat menyerap air) sesuai dengan struktur atau morfologinya (Sriyanti dkk., 2005), bersifat non konduktor (Hildayati dkk., 2009). Secara teoritis, unsur silika mempunyai sifat menambah kekuatan lentur adonan keramik dan kekuatan produk keramik (Astuti *et al.*, 2012). Penguatan badan keramik terjadi karena adanya pengisian ruang kosong yang ditinggalkan akibat penguapan dari proses pembakaran adonan dengan leburan silika sedemikian rupa hingga produk menjadi lebih rapat (Hanafi dan Nandang, 2010).

Silika merupakan senyawa kimia yang telah banyak dimanfaatkan sebagai obat-obatan (Hacene *et al.*, 2016), keramik (Nien *et al.*, 2016) dan katalis (Liu *et al.*, 2016) karena memiliki stabilitas tinggi, fleksibilitas kimia, dan biokompatibilitas yang berperan penting bagi berbagai ruang lingkup (Nandiyanto, 2014).

Penelitian mengenai silika telah dilakukan melalui ekstraksi silika murni dari perlit (Sirivastava, *et al.*, 2013) diperoleh silika presipitat halus dengan kemurnian 70,6 % SiO_2 dan memiliki ukuran partikel 0.3-1 μm atau 300-1.000 nm. Kemudian Hadi (2011) melakukan ekstraksi silika dari bahan baku pasir kuarsa

dari pantai Bancar Tuban Jawa Timur diperoleh SiO_2 berkadar 95,33 % dengan ukuran partikel 100 nm. Selanjutnya, Mourhly *et al.* (2015) melakukan ekstraksi dari bahan batu apung (*pumice*) menghasilkan struktur silika berpori amorf dengan kadar silika 94 % serta ukuran partikel silika sangat halus mencapai 5-15 nm.

2.3. Silika Amorf

Baik silika kristalin maupun amorf banyak ditemukan di alam seperti di tanah, batu-batuan, dan pasir. Kedua bentuk silika ini banyak dimanfaatkan dalam industri kaca, bangunan, dan elektronik. Akan tetapi karena silika kristalin bersifat karsinogenik bagi manusia maka penggunaannya sangat dibatasi. Oleh karena itu silika amorf lebih aman dan banyak digunakan dalam industri (Kirk-Othmer, 1984).

Silika amorf biasanya terdapat dalam makhluk hidup seperti diatom, radiolarian, silicoflagellata, dan beberapa sponges. Susunan atom yang tidak beraturan pada silika amorf mengakibatkan silika amorf memiliki struktur bulat yang rumit. Struktur rumit tersebut menghasilkan luas area permukaan yang tinggi. Silika amorf dalam berbagai kondisi dianggap lebih reaktif dibanding silika kristalin. 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 dari sampel silika yang menyebabkan terbentuknya daerah yang reaktif (Kirk-Othmer, 1984).

Silika amorf telah diklasifikasikan sebagai material tidak beracun. Tidak seperti silika kristalin, silika amorf tidak menyebabkan penyakit paru-paru (*silicosis*)

bahkan bagi para pekerja yang telah terpapar lama oleh silika amorf. Akan tetapi silika amorf yang terhirup selama 12 hingga 18 bulan dengan kadar 6,9-9,9 mg/m³ dapat menyebabkan gangguan pada alat pernapasan (Kirk-Othmer, 1984).

2.4. Nanosilika

Nanopartikel adalah partikel berukuran 1-100 nanometer. Nanosilika memiliki beberapa sifat, antara lain luas permukaan besar, ketahanan panas yang baik, kekuatan mekanik yang tinggi dan inert sehingga digunakan sebagai prekursor katalis, adsorben dan filter komposit (Kalapathy *et al.*, 2000), juga memiliki kestabilan yang bagus, bersifat biokompatibel yang mampu bekerja selaras dengan sistem kerja tubuh dan membentuk sperik tunggal (Yuan *et al.*, 2010).

Nanosilika amorf bisa digunakan dalam proses pembuatan substrat elektronik, substrat lapisan tipis, insulator listrik dan insulator termal. Selain itu juga diungkapkan bahwa nanosilika dapat digunakan sebagai suatu material pendukung yang ideal untuk nanopartikel magnetik, karena sangat mudah untuk mencegah tarikan magnetik dipolar anisotropik ketika diberikan medan magnet luar dan meningkatkan daya tahan terhadap korosi dari nanopartikel magnetik.

Partikel silika memiliki peran yang berbeda-beda untuk masing-masing produk yang dihasilkan, dimana kualitas produk ditentukan dari ukuran dan distribusi ukuran partikel silika itu sendiri di dalam sistemnya (Zawrah *et al.*, 2009).

Sintesis nanosilika dapat dilakukan dengan 2 metode pendekatan utama, yaitu: *top-down* dan *bottom-up*. *Top-down* ditandai dengan mengurangi dimensi dari ukuran aslinya dengan memanfaatkan teknik reduksi (pendekatan fisik). *Bottom-*

up atau pendekatan kimia melibatkan rute umum yang digunakan untuk memproduksi nanosilika dari skala atom atau molekul. Metode yang banyak digunakan untuk mensintesis nanosilika diantaranya sol-gel. Sol-gel secara luas digunakan untuk memproduksi silika murni karena kemampuannya untuk mengontrol ukuran partikel, distribusi ukuran dan morfologi melalui pemantauan sistematis parameter reaksi (Rahman and Padavettan, 2012). Sintesis nanopartikel silika menjadi penelitian yang sangat menarik perhatian dikarenakan potensinya dalam berbagai aplikasi di industri (peralatan elektronik, isolator dan katalis) dan farmasi (enkapsulasi enzim, pengantar obat, dan penanda sel) (Jafarzadeh *et al.*, 2009).

2.5. Metode Ekstraksi dan Titrasi

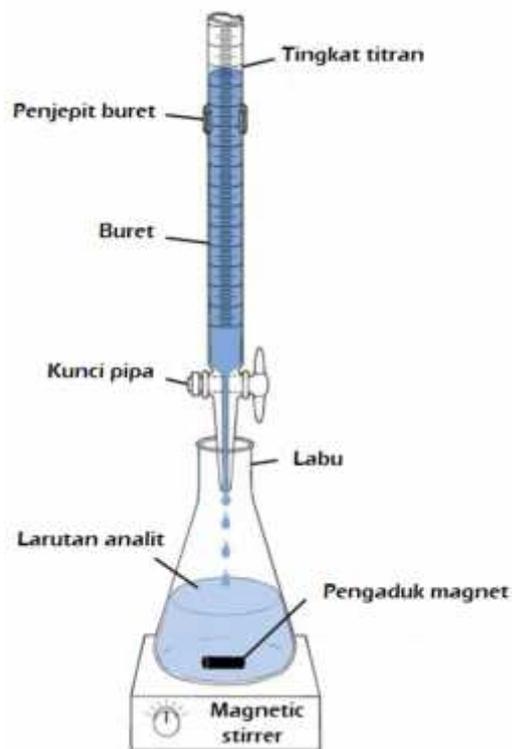
Ekstraksi merupakan pemisahan substansi dari campurannya atau zat lain menggunakan pelarut yang sesuai. Ekstraksi menjadi langkah penting dalam urutan menuju suatu produk murninya dalam Laboratorium Organik, Anorganik atau Biokimia (Day dan Underwood, 2002).

Proses ekstraksi dapat dilakukan secara panas dan secara kering. Ekstraksi secara panas yaitu dengan metode refluks dan destilasi uap air, sedangkan ekstraksi dingin yaitu dengan maserasi (perendaman), perkolasi (penyairan) dan soxhletasi (penyaringan) (Sudjadi, 1988).

Beberapa pelarut organik yang sering digunakan sebagai ekstraktan yaitu benzene, toluene, petroleum eter, metilenklorida, kloroform, karbon tetraklorida, etil asetat dan dietil eter. Dalam pemilihan pelarut, hal-hal yang perlu diperhatikan adalah selektifitas, sifat racun dan kemudahannya untuk diuapkan (Harborne, 1996).

Titration merupakan suatu metode untuk menentukan kadar suatu zat menggunakan zat lain yang sudah diketahui konsentrasinya. Indikator asam-basa ialah zat yang dapat berubah warna apabila pH lingkungannya berubah. Apabila dalam suatu titration, asam maupun basanya merupakan elektrolit kuat, larutan pada titik ekuivalen akan mempunyai $\text{pH} = 7$. Tetapi bila asamnya ataupun basanya merupakan elektrolit lemah, garam yang terjadi akan mengalami hidrolisis dan pada titik ekuivalen larutan akan mempunyai $\text{pH} > 7$ (bereaksi basa) atau $\text{pH} < 7$ (bereaksi asam).

Harga pH yang tepat dapat dihitung dari tetapan ionisasi dari asam atau basa lemah tersebut dan dari konsentrasi larutan yang diperoleh. Titik akhir titration asam basa dapat ditentukan dengan indikator asam basa (Underwood dan Day, 1984). Indikator yang digunakan harus memberikan perubahan warna yang nampak di sekitar pH titik ekuivalen titration yang dilakukan, sehingga titik akhirnya masih jatuh pada kisaran perubahan pH indikator tersebut. Skema titration ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Skema titrasi (Tong, 2017)

Harjadi (1986) menyebutkan bila suatu indikator digunakan untuk menunjukkan titik akhir titrasi, maka:

- a. Indikator harus berubah warna tepat pada saat titran (larutan penitrasi) menjadi ekuivalen dengan titrat (larutan yang dititrasi).
- b. Perubahan warna itu harus terjadi secara mendadak, agar tidak ada keraguan tentang kapan titrasi harus dihentikan.

2.6. Pemanfaatan Asam Sulfat (H_2SO_4)

Asam sulfat murni tidak berwarna, berupa cairan kental yang membeku pada suhu $10,4^{\circ} C$ dan mendidih pada suhu $279,6^{\circ} C$. Materi ini bereaksi keras dengan air dan dengan senyawa organik. Kekuatan asam dan harganya yang murah, menyebabkan asam sulfat ini digunakan secara luas di berbagai bidang. Dalam

pengolahan logam, asam sulfat digunakan untuk melindikan tembaga, uranium dan vanadium dari bijihnya dan untuk mengasamkan (*pickle*), atau menghilangkan kerak baja. Dalam pengasaman, lapisan oksida pada permukaan logam dilarutkan melalui reaksi dengan asam (Oxtoby dkk., 2001).

Asam sulfat juga digunakan sebagai zat pendehidrasi dalam sintesis bahan kimia organik dan dalam pengolahan petrokimia (Oxtoby dkk., 2001). Beberapa penelitian yang telah dilakukan dalam pemanfaatan H_2SO_4 ini diantaranya dilakukan oleh Muin dkk. (2014) mengenai pengaruh konsentrasi asam sulfat dan waktu fermentasi terhadap kadar bioetanol yang dihasilkan dari biji alpukat, lalu digunakan juga pada proses pengasaman atau pikel pada kulit domba Garut (Gumilar dkk., 2010) serta aktivasi batu padas sebagai penyerap limbah detergen (Laksmiwati dan Suarya, 2017)

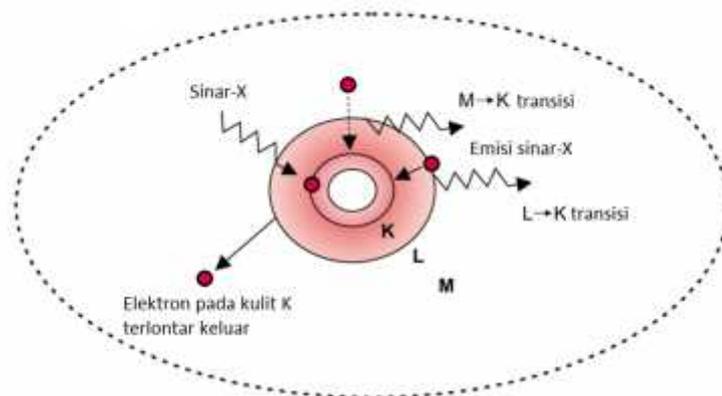
2.7. Kalsinasi Silika Amorf

Kalsinasi merupakan perlakuan panas terhadap campuran serbuk yang sudah dipelet pada suhu tertentu, tergantung pada jenis bahan. Peristiwa yang terjadi selama kalsinasi antara lain:

1. Pelepasan air bebas (H_2O) dan terikat (OH) berlangsung sekitar suhu $100^\circ C$ hingga $300^\circ C$.
2. Pelepasan gas-gas seperti: CO_2 berlangsung sekitar suhu $600^\circ C$ dan pada tahap ini disertai terjadinya pengurangan berat yang cukup berarti.
3. Pada suhu lebih tinggi, sekitar $800^\circ C$ struktur kristalnya sudah terbentuk, dimana pada kondisi ini ikatan diantara partikel serbuk belum kuat dan mudah lepas (James, 1988).

2.8. X-Ray Fluorescence (XRF)

XRF digunakan untuk menentukan komposisi kimia berbagai jenis material, dapat berupa padatan, cairan, bubuk, filter, dan *beads*. Metode XRF memiliki kelebihan yaitu cepat, akurat tidak merusak sampel, serta membutuhkan preparasi/persiapan sampel yang mudah (Duggal, 2008). Prinsip kerja XRF ditunjukkan pada Gambar 2.5.



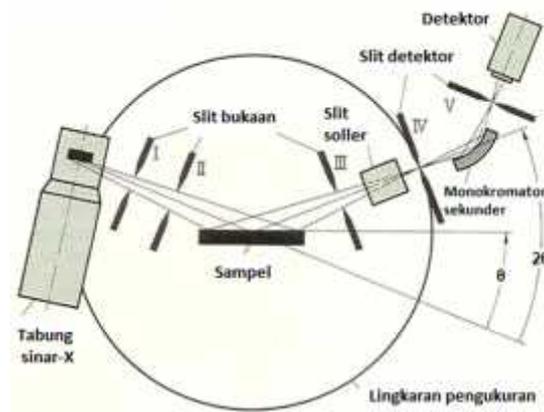
Gambar 2.5. Prinsip kerja XRF (Papachristodoulou, 2002)

Prinsip dasar XRF terjadi apabila eksitasi sinar-X primer yang berasal dari tabung sinar-X atau sumber radioaktif mengenai sampel, sinar-X dapat diabsorpsi atau dihamburkan oleh material. Proses absorpsi sinar-X oleh atom dengan mentransfer energinya pada elektron di kulit yang lebih dalam disebut efek fotolistrik. Selama proses ini, bila sinar-X primer memiliki cukup energi, elektron pada kulit dalam akan berpindah sehingga menimbulkan kekosongan. Kekosongan ini menghasilkan keadaan atom yang tidak stabil. Apabila atom kembali pada keadaan stabil, elektron dari kulit luar pindah ke kulit yang lebih dalam dan proses ini menghasilkan energi sinar-X tertentu dan berbeda antara dua energi ikatan pada kulit tersebut. Emisi sinar-X dihasilkan dari proses yang disebut XRF (Patty, 2013).

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 *et al.*, 2007).

2.9. X-Ray Diffraction (XRD)

Sinar-X ditemukan pertama kali oleh Wilhelm Conrad Rontgen pada tahun 1895. Karena asalnya tidak diketahui, maka disebut sinar-X. Sinar-X digunakan untuk tujuan pemeriksaan yang tidak merusak pada bahan maupun manusia. Disamping itu, sinar-X dapat menghasilkan pola difraksi tertentu untuk analisis kualitatif dan kuantitatif bahan. Pada waktu suatu bahan dikenai sinar-X, maka intensitas sinar yang ditransmisikan lebih rendah dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh bahan dan penghamburan oleh atom-atom dalam bahan tersebut. Berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasenya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasenya sama. Berkas sinar-X yang saling menguatkan itulah yang disebut sebagai berkas difraksi (Oktaviana, 2009). Skema difraksi sinar-X pada XRD ditunjukkan seperti pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4. Skema difraksi sinar-X pada alat XRD (Sumber: <http://ksanalytical.com/images/I-XRD-Diagram.gif>)

Prinsip kerja XRD menggunakan hukum Bragg, yaitu sinar-X yang menembus kristal dianggap sedang direflesi oleh lapisan partikel-partikel yang berulang-ulang dalam zatnya. Bragg menunjukkan bahwa untuk melihat adanya intensitas pada sinar-X yang keluar, suatu hubungan yang relatif sederhana harus dipenuhi. Hubungan ini yang dikenal sebagai persamaan Bragg seperti pada persamaan 2.1.

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

dengan:

$n = 1, 2, 3, \dots$ menunjukkan orde pertama, kedua, ketiga dan seterusnya

λ = panjang gelombang (Å)

d = jarak antar bidang (Å)

θ = 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 untuk hampir semua jenis bahan (Zakaria, 2003).

Sinar-X dihasilkan dari tumbukan antara elektron kecepatan tinggi dengan logam target. Dari prinsip dasar ini, maka alat untuk menghasilkan sinar-X harus terdiri dari beberapa komponen utama, yaitu: sumber elektron (katoda), tegangan tinggi untuk mempercepat elektron, dan logam target (anoda). Ketiga komponen tersebut merupakan komponen utama suatu tabung sinar-X (Oktaviana, 2009).

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui fase dan struktur kristal dari suatu bahan. XRD menggunakan sinar-X sebagai penghantar untuk menganalisis bahan. Sinar-X dengan panjang gelombang (λ) ini diarahkan pada permukaan kristal dengan sudut θ , kemudian sinar ini akan dihamburkan oleh bidang kristal. Besarnya sudut difraksi tergantung pada panjang gelombang berkas sinar-X dan jarak antara bidang penghamburan (d). Intensitas sinar-X yang terdifraksi dan mengenai permukaan bahan akan membentuk pola interferensi yang akan dianalisis untuk mengetahui struktur kristal, komposisi kimia, maupun sifat-sifat bahan (Glatzel, 2013).

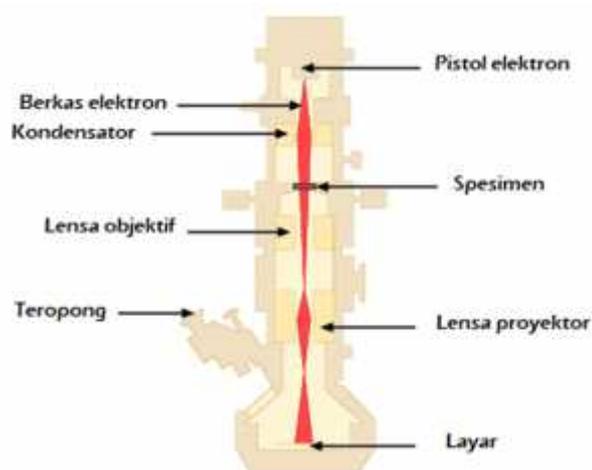
2.10. *Transmission Electron Microscopy (TEM)*

TEM merupakan suatu teknik mikroskopi yang bekerja dengan prinsip menembakkan elektron ke lapisan tipis sampel, yang selanjutnya informasi tentang komposisi struktur dalam sampel tersebut dapat terdeteksi dari analisis sifat tumbukan, pantulan maupun fase sinar elektron yang menembus lapisan tipis tersebut bahkan dari analisa lebih detail, bisa diketahui deretan struktur atom dan ada tidaknya cacat (*defect*) pada struktur tersebut. Sampel harus ditipiskan sampai ketebalan lebih tipis dari 100 nanometer untuk observasi menggunakan TEM (Apriandanu, 2013).

Kelebihan karakterisasi menggunakan TEM yaitu kedua pola difraksi dan perbesaran gambar dapat diperoleh dari daerah sampel yang sama, pola difraksi memberikan sel satuan dan ruang informasi kelompok menggunakan *High-Resolution Electron Microscope (HREM)* yang dapat digunakan untuk tujuan pencitraan kisi. Informasi mengenai morfologi, struktur kristal, cacat, fasa kristal, komposisi dan mikrostruktur secara magnetik dapat diperoleh dengan mengombinasikan antara *electron-optical imaging*, *electron diffraction* dan kemampuan dari *small probe* (pendeteksian ukuran kecil). Semua informasi tersebut sangat penting bergantung pada kemampuan sampel untuk ditembus *electron gun* (West, 2014).

Dalam pengoperasian TEM, salah satu tahap yang paling sulit dilakukan adalah mempersiapkan sampel. Sampel harus dibuat setipis mungkin sehingga dapat ditembus elektron. Sampel ditempatkan di atas *grid* TEM yang terbuat dari tembaga atau karbon. Jika sampel berbentuk partikel, biasanya partikel didispersi

di dalam zat cair yang mudah menguap seperti etanol lalu diteteskan ke atas grid TEM (Abdullah dan Khaerurijjal, 2010). Skema kerja TEM terlihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6. *Transmission Electron Microscopy* (TEM) (Ali, 2018)

Prinsip kerja TEM sama seperti *projector slide* dimana elektron ditransmisikan ke dalam objek pengamatan dan hasilnya diamati melalui layar. Mekanisme kerja TEM yaitu pistol elektron berupa lampu tungsten dihubungkan dengan sumber tegangan tinggi (100-300 kV) ditransmisikan pada sampel yang tipis, pistol akan memancarkan elektron secara termionik maupun emisis medan magnet ke sistem vakum.

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

3.1. 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.

3.2. Alat dan Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah batu apung (*pumice*) dari Kabupaten Tanggamus Provinsi Lampung, NaOH 99 % Merck, H₂SO₄ 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, *furnace* atau tungku pemanas, kertas saring, pipet mikro, *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.

3.3. Prosedur Penelitian

Prosedur pada penelitian ini terdiri dari beberapa langkah yaitu proses preparasi untuk mendapatkan serbuk batu apung, kemudian proses ekstraksi untuk

mendapatkan serbuk silika batu apung, titrasi, pemurnian dan melakukan karakterisasi dan analisis data sebagai tahap akhir. Karakterisasi XRF dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen FMIPA Universitas Negeri Padang dengan alat XRF merk PANalytical Epsilon 3. Uji XRD dilakukan di Jurusan Fisika FMIPA Universitas Negeri Padang dengan alat XRD merk XPERT PRO PANalytical, penembakan sampel dilakukan dengan kenaikan 2θ sebesar $0,026^\circ$ dari 10° sampai 100° , arus dan tegangan yang digunakan sebesar 30 mA dan 40 kV. Uji TEM dilakukan di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gadjah Mada Yogyakarta menggunakan alat TEM merk JEOL/EO JEM-1400 versi 1.0.

3.3.1. Preparasi serbuk batu apung

- a. Mencuci batu apung yang telah disiapkan menggunakan air destilasi (*aquabidest*).
- b. Mengeringkannya pada temperatur 100°C dalam waktu semalam.
- c. Batu apung yang telah kering digerus/dihancurkan menggunakan mortar porselen.
- d. Serbuk disaring menggunakan saringan siever $150\ \mu\text{m}$.
- e. Dicuci dengan *aquabidest*.
- f. Dipanaskan pada temperatur 500°C selama 5,5 jam.
- g. Menimbang serbuk batu apung sebanyak 2,5 gram sebagai sampel yang akan diekstraksi.

3.3.2. Ekstraksi silika batu apung

- a. Menyiapkan larutan NaOH, H_2SO_4 , dan HCl, dimana masing-masing larutan dibuat dengan campuran *aquabidest*.

- b. Mencampurkan 2,5 gram serbuk batu apung dengan 150 ml NaOH ke dalam gelas ukur.
- c. Memanaskannya dengan refluks kondensor pada temperatur 100 °C dengan distir 300 rpm selama 24 jam.
- d. Bubur hasil adukan (*slurry*) disaring menggunakan kertas saring Whatman No. 41.
- e. Mencuci dengan air destilasi yang hangat.
- f. Mengambil filtrat hasil penyaringan.

3.3.3. Titrasi

- a. H₂SO₄ dicampur dengan 150 ml air destilasi (*aquabidest*). Dilakukan variasi H₂SO₄ yaitu 4,0 M; 4,5 M; 5,0 M; 5,5 M, dan 6,0 M.
- b. Filtrat dicampur dengan larutan H₂SO₄ serta distir kuat hingga pH = 7.
- c. Hasil dari proses *stir* tersebut dibiarkan pada temperatur kamar selama 24 jam.
- d. Menyaring dan mencuci menggunakan air destilasi (*aquabidest*).
- e. Mengoven pada temperatur 80 °C selama 24 jam.
- f. Menggerus menggunakan mortar.
- g. Mencampurkan bubuk nanosilika yang telah digerus dengan HCl 1,0 M yang dicampur dengan air destilasi (*aquabidest*).
- h. Merefluks selama 4 jam sambil distir kuat pada suhu 100 °C.
- i. Menyaring sambil mencuci dengan air destilasi.
- j. Mengeringkannya dalam waktu semalam dengan suhu 110 °C.
- k. Menggerus dengan mortar.

Komposisi bahan yang digunakan dalam penelitian ini ditunjukkan seperti pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Komposisi bahan

No	Nama sampel	Batu apung (gr)	H ₂ SO ₄ (M)	NaOH (M)	HCL (M)
1	H ₂ SO ₄ 4,0 M	2,5	4,0	4,0	1,0
2	H ₂ SO ₄ 4,5 M	2,5	4,5	4,0	1,0
3	H ₂ SO ₄ 5,0 M	2,5	5,0	4,0	1,0
4	H ₂ SO ₄ 5,5 M	2,5	5,5	4,0	1,0
5	H ₂ SO ₄ 6,0 M	2,5	6,0	4,0	1,0

3.3.4. Kalsinasi dan Karakterisasi

- a. Serbuk nanosilika dikalsinasi pada suhu 800 °C selama 5,5 jam.
- b. Menggerus serbuk nanosilika menggunakan mortar akik maka akan dihasilkan serbuk nanosilika berwarna putih bersih.
- c. Serbuk ditimbang lalu dikarakterisasi menggunakan alat XRF, XRD dan TEM. Karakterisasi XRF dilakukan untuk mengetahui komposisi kimia yang terkandung dalam sampel. XRD adalah uji yang dilakukan untuk mengetahui fasa yang terbentuk dari hasil ekstraksi batu apung, dan TEM digunakan untuk mengidentifikasi ukuran nanonanosilika.

3.3.4.1. 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.

3.3.4.2 Karakterisasi XRD

Karakterisasi XRD adalah proses yang dilakukan 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 100° , dengan modus *scanning continue* dan *step size* sebesar $2\theta = 0,01$ serta waktu 2 detik per *step*. Dari spektrum XRD terlihat adanya puncak-puncak intensitas yang terdeteksi tiap sudut difraksi 2θ . Data yang diperoleh kemudian digunakan untuk menggambar grafik dengan Matlab versi R2015b. Selanjutnya data tersebut diolah menggunakan perangkat lunak PCPDFWIN.

3.3.4.3 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. Proses karakterisasi TEM yaitu:

- a. Mencampurkan sampel dengan dispersan seperti aquabides, etanol dan aseton.
- b. Sampel diletakkan pada grid atau substrat yang diketahui memiliki lubang-lubang tak kasat mata.

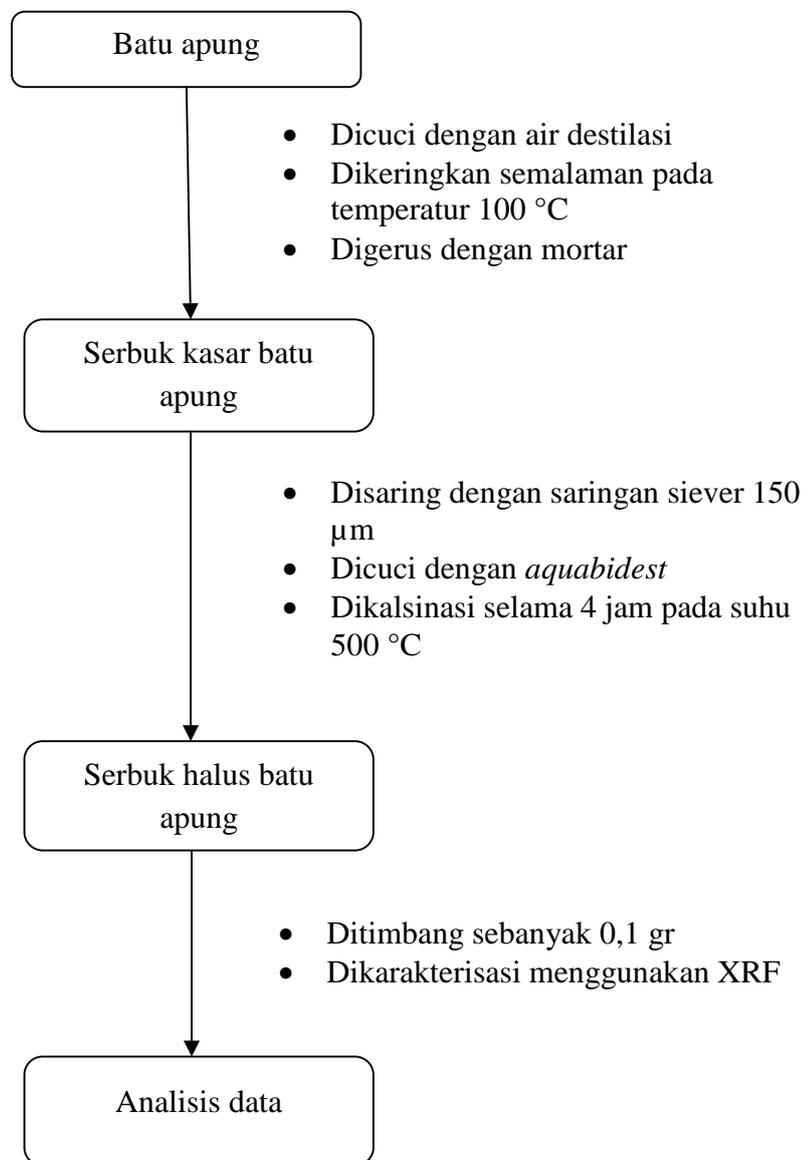
- c. Selanjutnya siap untuk dikarakterisasi dengan alat TEM yang dilengkapi SAED merk JEOL/EO JEM-1400 versi 1.0.
- d. Sampel dimasukkan ke dalam alat TEM yang telah divakumkan sebelumnya.
- e. Mengatur tegangan sehingga elektron mampu menembus daerah terang atau lubang-lubang tak kasat mata pada grid.
- f. Menentukan fokus dan daerah yang akan dilakukan pengujian sehingga diperoleh hasil foto dengan skala pengukuran tertentu.
- g. Hasil foto tersebut diolah untuk menentukan distribusi ukuran partikel menggunakan *software* ImageJ.

3.4. Diagram Alir Penelitian

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

3.4.1. Preparasi serbuk batu apung

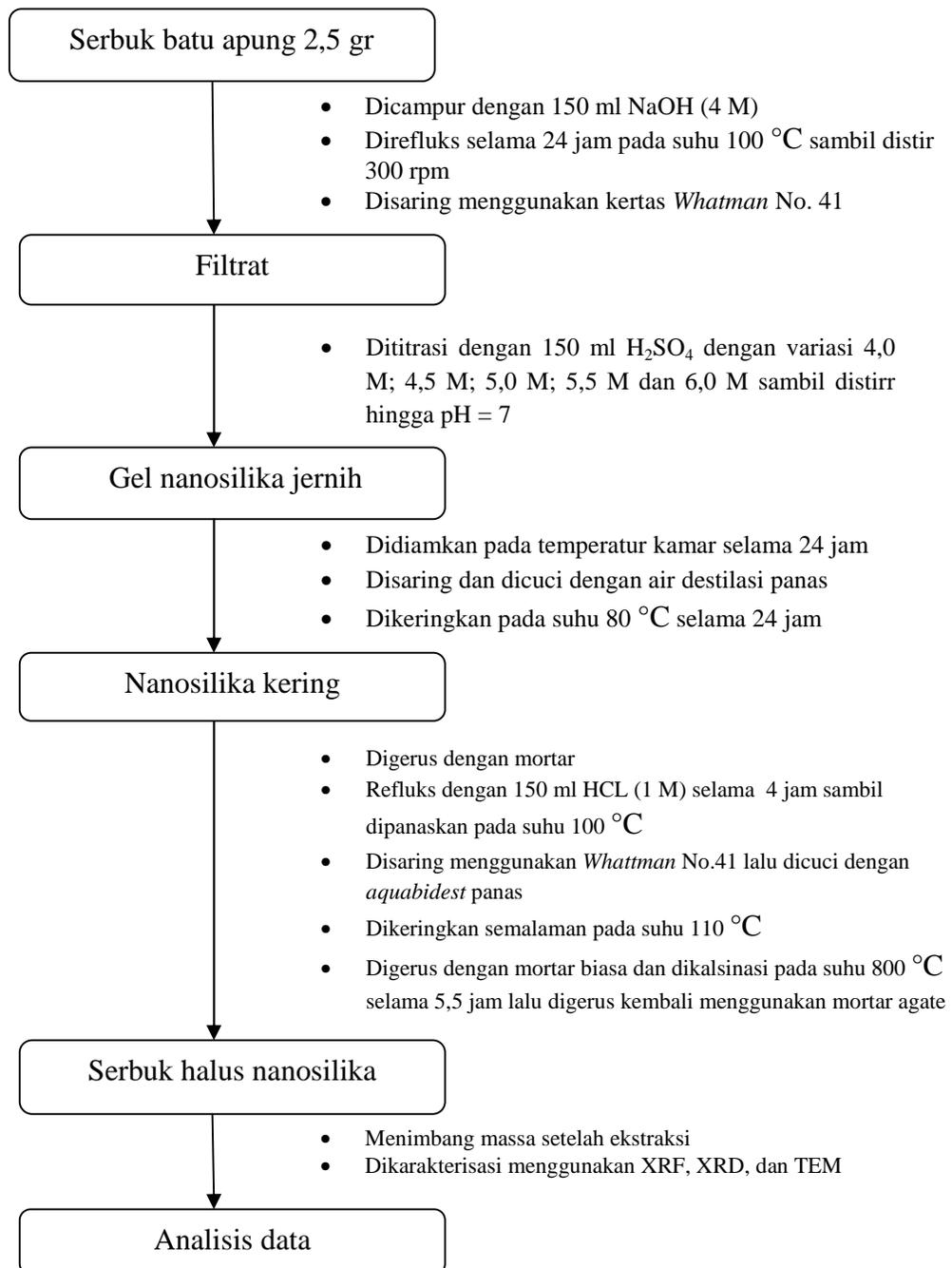
Diagram alir ini merupakan skema dari proses preparasi batu apung untuk mendapatkan serbuk batu apung sebagai bahan uji dalam proses ekstraksi. Diagram alir preparasi batu apung dapat dilihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram alir preparasi batu apung

3.4.2. Ekstraksi dan Titrasi Batu Apung

Diagram alir dari ekstraksi dan titrasi batu apung dapat dilihat pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Diagram alir ekstraksi dan titrasi batu apung.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang diperoleh dari penelitian ini adalah:

1. Variasi H_2SO_4 terbukti mampu meningkatkan persentase SiO_2 rata-rata hingga 18 %, dengan persentase silika tertinggi dihasilkan pada H_2SO_4 5,0 M yaitu sebesar 95,32 % serta menurunkan kadar kimia lain seperti Al_2O_3 , K_2O , CaO , MgO , Fe_2O_3 , P_2O_5 , TiO dan Ag_2O .
2. Fasa yang dihasilkan pada sampel awal batu apung adalah fasa anorthite dan albite, sementara pada H_2SO_4 5,0 M fasa yang dihasilkan berupa fasa amorf dan tidak ada puncak yang terbentuk pada variasi ini.
3. Ukuran partikel terkecil pada H_2SO_4 5,0 M adalah 4,8 nm, sementara ukuran partikel terbesar yaitu 11,3 nm dengan ukuran rata-rata yang dihasilkan adalah $7,62 \pm 2,15$ nm.

5.2. Saran

Dari penelitian yang telah dilakukan diharapkan pada penelitian selanjutnya menggunakan refluks dengan bahan yang tidak mudah terkikis atau bahan borosilikat

serta dapat mengganti pelarutnya, misal dengan KOH dan HNO₃. Selain itu bisa juga dengan memvariasikan suhu kalsinasi dan waktu penahanannya.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., dan Khaerurijjal. 2010. Karakterisasi nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*. Vol. 2. No. 1. Pp. 1-9.
- Ali, M. A. 2018. https://www.researchgate.net/figure/12-Schematic-image-of-TEM_fig29_281348323. Diakses Tanggal 21 November 2018 Pukul 20.19 WIB.
- Astuti, M. D., Radna, N., and Dwi, R. M. 2012. Immobilization of silica gel onto 1-8-dihydroxyanthraquinone through sol-gel process. *Journal of Sains and Chemical*. Vol. 6. No.1. Pp. 25-34.
- Coniawanti, P., Srikandhy, R., dan Apriliyanni. 2008. Pengaruh proses pengeringan, normalitas HCl, dan temperatur pembakaran pada pembuatan silika dari sekam padi. *Jurnal Teknik Kimia*. Vol. 15. No. 1. Pp. 1-7.
- Day, R.A., and Underwood, A.L. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi ke-6*. Erlangga. Jakarta. Pp. 457.
- Demilecamps, A. 2016. Synthesis and characterization of polysaccharide-silica composite aerogels for thermal superinsulation. *Thesis*. Institut Des Sciences Et Technologies Paris Institute of Technology. Paris.
- Duggal, S. K. 2008. *Building Materials Third Revised Edition*. New Age International Publisher. New Delhi.
- Ersoy, B., Sariisik, A., Dimen, S., and Sariisik, G. 2010. Characterization of acidic pumice and determination of its electrokinetic properties in water. *Journal Powder Technology* 197. Pp. 129-135.
- Firdaus, M.Y.N., Osman, H., Metselaar, H.S.C., and Rozyanty, A.R. 2016. A simple methode for the production pure crystalline silica from lemon grass. *BioResources*. Universiti Malaysia Perlis. Malaysia. Vol. 11. No. 1. Pp. 1270-1279.
- Glatzel. 2013. *X-Ray Diffraction*. Universitas Basel. Raum. Pp. 1.

- Gumilar, J., Putranto, W.S., dan Wulandari, E. 2010. Pengaruh penggunaan asam sulfat (H_2SO_4) dan asam formiat ($HCOOH$) pada proses piksel terhadap kualitas kulit jadi (leather) domba garut. *Jurnal Ilmu Ternak*. Vol. 10. No. 1. Pp. 1-6.
- Girard, J.E. 2010. *Principles of Environmental Chemistry*. Jones and Bartlett Publishers. USA.
- Hacene, Y., Singh, A., and Van den Mooter, G. 2016. Drug loaded and ethylcellulose coated mesoporous silica for controlled drug release prepared using a pilot scale fluid bed system international. *Journal of Pharmaceutics*. Vol. 506. No. 1. Pp. 138-147.
- Hadi, S., Munasir dan Triwikantoro. 2011. Sintesis silika berbasis pasir alam bancar menggunakan metode kopresipitasi. *Jurnal Fisika dan Aplikasinya*. Vol. 7. No. 2. Pp 1-4.
- Hanafi, A. S., dan Nandang, A. R. 2010. Studi pengaruh bentuk silika dari abu ampas tebu terhadap kekuatan produk keramik. *Jurnal Kimia Indonesia*. Vol. 5. Pp. 35-38.
- Handayani, P. A., Nurjanah, E., dan Rengga, W. D. P. 2014. Pemanfaatan limbah sekam padi menjadi silika gel. *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*. Vol. 3. No. 2. Pp. 19-24.
- Harbone, J. B. 1996. *Metode Fitokimia Penuntun Cara Menganalisis Tumbuhan*. ITB. Bandung.
- Harjadi. 1986. *Ilmu Kimia Analitik Dasar*. Gramedia. Jakarta. Pp. 160-169.
- Hendrix, Y., Lazaro, A., Yu, Q., and Brouwers, J. 2015. Titania-silica composites: a review on the photocatalytic activity and synthesis methods. *World Journal of Nano Science and Engineering*. Vol. 5. Pp. 161-177.
- Hildayati, Triwikantoro, Faisal, H., dan Sudirman. 2009. Sintesis dan karakterisasi bahan komposit karet alam silika. *Seminar Nasional Pasca Sarjana IX*. Departemen Fisika MIPA Institut Teknologi Sepuluh November. Surabaya.
- Hofer, F. 2014. *Transmission Electron Microscopy and Nanoanalysis. FELMI-ZFE: Electron Microscopy And Nanoanalysis*. portal.tugraz.at/portal/page/portal/felmi/research/TEManNanoanalysis. Diakses pada tanggal 19 Januari 2019 Pukul 19.00 WIB.
- Im, Marita. 2011. Pembuatan dan karakterisasi komposit membran peek silika/clay untuk aplikasi direct methanol fuel cell (DMFC). *Thesis*. Pascasarjana Universitas Diponegoro Semarang. Pp. 27-30.

- Jafarzadeh, M., I.A. Rahman, C.S., and Sipaut. 2009. Synthesis of silica nanoparticles by modified sol-gel process: the effect of mixing modes of the reactants and drying techniques. *Journal of Sol-Gel Science Technology*. Vol. 50. Pp. 328-336.
- James, S.R. 1988. *Introduction to The Principles of Ceramics Processing*. John Wiley and Sons, Inc. Singapore. Pp. 521.
- Jones, T.S. 2000. *Silicon*. Geological Survey Minerals Yearbook. US.
- Kalapathy., Proctor, A., and Shultz, J. 2000. A simple method for production of pure silica from rice hull ash. *Journal Bioresource Technology*. Vol. 7. Pp. 257-262.
- Keys. 1999. *A Quest for The Origins of The Modern World*. Ballentine Books. New York. Pp. 218-223.
- Kirk, R.E., and Othmer. 1984. *Encyclopedia of Chemical Technology, Fourth Edition Vol. 21*. John Wiley and Sons, Inc. New York.
- Komandoko, G. 2010. *Ensiklopedian Pelajar dan Umum*. Pustaka Widyatama. Yogyakarta. Pp. 80.
- Laksmiwati, M., dan Suarya, P. Aktivasi batu padas dengan asam dan pemanfaatannya sebagai penyerap limbah deterjen. *Jurnal Media Sains*. Vol. 1. No. 1. Pp. 1-6.
- Liu, S., You, K., Jian, J., Zhao, F., and Zhong, W. 2016. Mesoporous silica gel as an effective and eco-friendly catalyst for highly selective preparation of cyclohexanone oxime by vapor phase oxidation of cyclohexylamine with air. *Journal of Catalysis*. Vol. 338. Pp. 239-249.
- Muin, R., Lestari, D., dan Sari, T. W. 2014. Pengaruh konsentrasi asam sulfat dan waktu fermentasi terhadap kadar bioetanol yang dihasilkan dari biji alpukat. *Jurnal Teknik Kimia*. Vol. 20. No. 4. Pp. 1-7.
- Mc.Phie, J., Doyle., and Allen. 1993. *Volcanic Texture Centre for Ore Deposit and Exploration Studies*. University Tasmania. Australian.
- Miskah, S. 2010. Pemanfaatan batu apung (*pumice*) sebagai bahan pemucat crude palm oil. *Jurnal Teknik Kimia*. Vol. 17. No. 2. Pp. 3.
- Mittal, D. 1997. Silica from ash: a valuable product from waste material. *Resonance*. Vol. 2. No. 7. Pp. 64-66.

- Mourhly, A., Khachani, M., Hamidi, A. E., Kacimi, M., Halim, M., and Arsalane, S. 2015. The synthesis and characterization of low-cost mesoporous silica SiO₂ from local pumice rock. *Journal Nanomaterials and Nanotechnology*. Vol. 5. No. 35. Pp. 1-7.
- Nandiyanto, A., Suhendi, A., Ogi, T., Umemoto, R., and Okuyama, K. 2014. Size- and charge-controllable polystyrene spheres for templates in the preparation of porous silica particles with tunable internal hole configurations. *Journal Chemical Engineering*. Vol. 256. Pp. 421-430.
- Nien, Y., and You, J. 2016. Improved thermal quenching of Y₃Al₅O₁₂: Ce phosphor ceramics with silica addition. *Journal of Alloys and Compounds*. Vol. 678. Pp. 1-4.
- Oktaviana, A. 2009. *Tugas Makalah Teknologi Penginderaan Mikroskopi*. Universitas Sebelas Maret. Surakarta. Pp. 14-18.
- Osman, I. 2010. Use of pumice in mortar and rendering for lightweight building blocks. *Essay*. Eastern Mediterranean University.
- Oxtoby, W. D., Gillis, H. P., dan Nachtrieb., H., N. 2001. *Prinsip-prinsip Kimia Modern Edisi ke 4 Jilid 2*. Erlangga. Jakarta.
- Papachristodoulou, C. 2002. *The XRF Laboratory*. http://omega.physics.uoi.gr/xrf/english/the_xrf_technique.htm. Diakses Tanggal 21 November 2018 Pukul 19.33 WIB.
- Patty, D.J. 2013. Penentuan unsur dalam rambut berdasarkan karakteristik pola fluoresensi sinar-X (XRF). *Prosiding FMIPA Universitas Pattimura*. Universitas Pattimura. Ambon.
- Pratomo, I. 2006. Klasifikasi gunung api aktif indonesia, studi kasus dari beberapa letusan gunung api dalam sejarah. *Jurnal Geologi Indonesia*. Vol. 1. No. 4. Pp. 209-227.
- Putra, P. S., dan Yulianto, E. 2016. Stratigrafi endapan tsunami Krakatau 1883 di daerah limus, pantai barat teluk Semangko, Lampung. *Jurnal Lingkungan Dan Bencana Geologi (JLBG)*. Vol. 7. No. 1. Pp. 35-44.
- Putra, P. S., dan Yulianto, E. 2017. Karakteristik endapan tsunami Krakatau 1883 di daerah tarahan, Lampung. *RISSET Geologi dan Pertambangan*. Vol. 27. No. 1. Pp. 83-95.
- Rahman, I. A., and V. Padavettan. 2012. Synthesis of silica nanoparticles by sol gel: size-dependent properties, surface modification, and applications in silica-polymer nanocomposites in review. *Journal of Nanomaterials*. Vol. 2012. Pp. 1-15.

- Ramadhan, N. I., Munasir dan Triwikantoro. 2014. Sintesis dan karakterisasi serbuk SiO₂ dengan variasi ph dan molaritas berbahan dasar pasir bancar tuban. *Jurnal Sains dan Seni POMITS*. Vol. 3. No. 1. Pp. 2337-3520.
- Ridha, Mohammad dan Darminto. 2016. Analisis densitas, porositas, dan struktur mikro batu apung lombok dengan variasi lokasi menggunakan metode archimedes dan software image-j. *Jurnal Fisika dan Aplikasinya*. Vol. 12. No. 3. Pp. 2.
- Sarikaya, M., Depci, T., Aydogmus, R., and Yucel, A. 2016. Production of nano amorphous SiO₂ from malatya pyrophyllite. *Journal Earth and Environmental Science*. Vol. 44. Pp. 052004
- Sepehr, M. N., Zarrabi, M., Kazemian, H., Amrane, A., Yaghmain, 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. *Journal of Applied Surface Science*. Vol 274. Pp 295– 305.
- Skoog, D. A., Holler, F. J., and Crouch, S. R. 2007. *Principles of Instrumental Analysis*. Thomson Corporation. Canada. Pp. 400-426.
- Soekardi, M. 2004. *Petrologi Batuan Piroklastik*. UGM. Yogyakarta.
- 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*. Vol. 2. No 7. Pp. 2936-2942.
- Sriyanti, Taslimah, Nuryono and Narsito. 2005. Sintesis bahan hibrida aminosilika dari abu sekam padi melalui proses sol gel. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. Vol. 8. No 1.
- Stewart, D. B., Walker, G. W., Wright, T. L., and Fahey, J. J. 1966. Physical properti of calcic labradorite from lake country, oregon. *Journal The American Minerologist*. Vol. 31. No. 141.
- Sudjadi. 2009. *Metode Pemisahan Edisi I*. Kanisius. Yogyakarta.
- Technisch Physische Dienst-Delft. 1967. *ICDD Grant-in Aid*. The Netherland.
- Tong, L. 2017. <https://www.quora.com/What-is-the-use-of-titration-How-do-you-explain-back-titration>. Diakses Tanggal 21 November 2018 Pukul 19.03 WIB.
- Ulusu, H., Aruntas, H.Y., and Gencil, O. 2016. Investigation on characteristics of blended cements containing pumice. *Journal Construction and Building Materials*. Vol. 118. Pp. 11-19.

- Underwood, A. L., dan Day, R.A. 1984. *Analisa Kimia Kwantitatif, Edisi 4*. Erlangga. Jakarta. Pp. 90-91.
- West, A. R. 1984. *Basi Solid State Chemistry Second Edition*. Willey. New York.
- Yuan, H., Gao, F., Zhang, Z., Miao, L., Yu, R., Zhao, H., and Lan, M. 2010. Study of controllable preparation of silica nanoparticles with multi-sized and their size-dependent cytotoxicity in pheochromocytoma cells and human embryonic kidney cells. *Journal of Health Science*. Vol. 56. No. 6. Pp. 632-640.
- Zakaria. 2003. Analisis kandungan mineral magnetik pada batuan beku dari daerah istimewa yogyakarta dengan metode x-ray diffraction. *Skripsi*. Universitas Haluoleo. Kendari.
- Zamroni, M.I. 2011. Islam dan kearifan lokal dalam penanggulangan bencana di jawa. *Jurnal Dialog Penanggulangan Bencana*. Vol. 2. No. 1. Pp. 1-10.
- Zawrah, M.F. and EL-Kheshen. 2009. Facile and economic synthesis of silica nanoparticles. *Journal Ovonic Research*. Vol. 5. Pp. 129-133.