

**PENGARUH VARIASI KONSENTRASI NaOH OPTIMUM PADA
PEMBUATAN NANOSILIKA DARI BATU APUNG**

(Skripsi)

Oleh
Zahra Maria Ulfa



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

ABSTRACT

THE INFLUENCE OF OPTIMUM NaOH CONCENTRATION VARIATION ON THE MANUFACTURE OF NANOSILICA FROM PUMICE

BY

ZAHRA MARIA ULFA

Technological advances in the nanomaterials have made silica processing industries have begun to produce silica nanoparticles so that the search for new sources capable of producing silica has been in great demand. One mineral resource that has the potential to be developed is silica (SiO₂). Pumice is an amorphous porous volcanic rock consisting of silica. In this study nanosilica from pumice was made by extracting it using NaOH solution at various concentrations of 2.5 M, 2.7 M, 2.9 M, 3.1 M and 3.3 M to observe the effect on the amount and chemical composition of the powder nanosilica produced, nanosilic phase formed and nanosilic size. This silica extraction is made by the sol-gel method using reflux. The formation of silica gel was carried out using 5M H₂SO₄ and silica powder purification using 1.25 M HCl then calcined at 800°C for 6 hours and characterized by XRF, XRD, TEM and FTIR. The results obtained in this study indicate the effect of NaOH concentration on the amount of powder produced, which increases with the increase in NaOH concentration used. The composition of SiO₂ from all samples showed optimum results in samples with 2.7 M NaOH concentration which was 97.1%. Si-O-Si and Si-OH bonds indicate silica which also had an amorphous phase with average particle size was (11.9 ± 2 , 6) nm.

Keywords: *Pumice, Nanosilica, NaOH*

ABSTRAK

PENGARUH VARIASI KONSENTRASI NaOH OPTIMUM PADA PEMBUATAN NANOSILIKADARI BATU APUNG

Oleh

ZAHRA MARIA ULFA

Kemajuan teknologi di bidang nanomaterial membuat beberapa industri pengolahan silika sudah mulai memproduksi nanopartikel silika sehingga pencarian sumber-sumber baru yang mampu memproduksi silika telah banyak diminati. Salah satu sumber daya mineral yang berpotensi untuk dikembangkan adalah silika (SiO_2). Batu apung adalah batu vulkanik berpori amorf yang terdiri dari silika. Pada penelitian ini dibuat nanosilika dari batu apung dengan diekstraksi menggunakan larutan NaOH pada variasi konsentrasi 2,5 M, 2,7 M, 2,9 M, 3,1 M dan 3,3 M untuk mengamati pengaruhnya pada jumlah dan komposisi kimia serbuk nanosilika yang dihasilkan, fasa nanosilika yang terbentuk dan ukuran nanosilika. Ekstraksi silika ini dibuat dengan metode sol-gel menggunakan refluks. Pembentukan gel silika dilakukan menggunakan H_2SO_4 5M dan proses pemurnian serbuk silika menggunakan HCl 1,25 M kemudian dikalsinasi pada suhu 800°C selama 6 jam dan dikarakterisasi dengan XRF, XRD, TEM dan FTIR. Hasil yang diperoleh pada penelitian ini menunjukkan pengaruh konsentrasi NaOH pada jumlah serbuk yang dihasilkan yaitu meningkat seiring peningkatan konsentrasi NaOH yang digunakan. Komposisi SiO_2 dari semua sampel menunjukkan hasil optimum pada sampel dengan konsentrasi NaOH 2,7 M yaitu 97,1%. Adanya ikatan Si-O-Si dan Si-OH juga mengindikasikan bahwa pada sampel telah terbentuk silika yang juga memiliki fasa amorf dengan rata-rata ukuran partikel adalah $(11,9 \pm 2,6)$ nm.

Kata kunci: Batuapung, Nanosilika, NaOH

**PENGARUH VARIASI KONSENTRASI NaOH
OPTIMUM PADA PEMBUATAN NANOSILIKA DARI
BATU APUNG**

Oleh

ZAHRA MARIA ULFA

Skripsi

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

Pada

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



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

**Judul Skripsi : Pengaruh Variasi Konsentrasi NaOH
Optimum pada Pembuatan Nanosilika dari
Batu Apung**

Nama Mahasiswa : Zahra Maria Ulfa

Nomor Pokok Mahasiswa : 1417041097

Jurusan : Fisika

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Prof. Posman Manurung, M.Si., Ph.D.
NIP. 19590308 199103 1 001

Drs. Pulung Karo Karo, M.Si.
NIP. 196107231986031003

2. Ketua Jurusan Fisika FMIPA

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Arif Surtano', is written over the text of the department head's name.

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

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

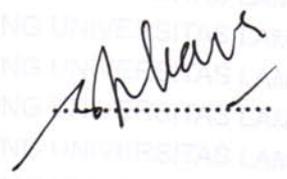
Ketua

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



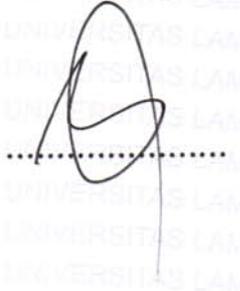
Sekretaris

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



Penguji

Bukan Pembimbing : **Prof. Simon Sembiring, Ph.D.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Drs. Suratman, M.Sc.

NIP. 19640604199003 1 002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi: **9 Oktober 2019**

PERNYATAAN

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

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

Bandar Lampung, 09 Oktober 2019


Zahra Maria Ulfa
NPM. 1417041097

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Zahra Maria Ulfa, dilahirkan pada tanggal 9 Oktober 1995 di Gunung Madu Kabupaten Lampung Tengah. Penulis merupakan anak kedua dari dua bersaudara dari pasangan Bapak Alimi dan Ibu Sufitrah.

Pendidikan yang telah ditempuh oleh penulis adalah Sekolah Dasar Negeri 02 GMP pada tahun 2008, Sekolah Menengah Pertama Satya Dharma Sudjana GMP pada tahun 2011, Madrasah Aliyah Negeri 01 Lampung Timur 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, penulis menyelesaikan Praktek Kerja lapangan (PKL) di Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju-Badan Tenaga Nuklir Nasional (PSTBM-BATAN) Serpong, yang berjudul “Deposisi Baja Austenik dengan Bahan Keramik YSZ (*Yttria Stabilized Zirconia*) $Y_2O_3-ZrO_2$ Menggunakan PLD”. Penulis juga melakukan pengabdian terhadap masyarakat dengan mengikuti program Kuliah Kerja Nyata (KKN) Universitas Lampung tahun 2018 di desa Budi Jaya, Tulang Bawang Barat. Dalam organisasi penulis di percaya sebagai anggota bidang Sosial dan Masyarakat (SOSMAS) HIMAFI FMIPA Unila (2015-2017).

PERSEMBAHAN

Dengan rasa syukur kepada Allah Subhannahu Wata'ala, kupersembahkan karya kecil ini kepada

Mama tercinta
dan
Ayah tercinta

Keluarga besar yang selalu memberi dukungan doa dan semangat

Rekan-rekan seperjuangan FISIKA FMIPA UNILA 2014

Serta Almamater Tercinta
“UNIVERSITAS LAMPUNG”

MOTTO

مع العسر يسرا إنّ مع العسر يسرا

**“Maka sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan,
sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan”**

(QS. Insyirah: 5-6)

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah memberi hikmah, karunia serta rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Variasi Konsentrasi NaOH Optimum pada Pembuatan Nanosilika dari 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 pembuatan silika berskala nano dari batu apung Tanggamus Lampung. Pada skripsi ini dilakukan analisis serbuk batu apung beserta silika yang diekstrak dari batu apung dengan menggunakan XRF, XRD TEM dan FTIR.

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, 09 Oktober 2019

Zahra Maria Ulfa

SANWACANA

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah memberi hikmah, karunia serta rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Variasi Konsentrasi NaOH Optimum pada Pembuatan Nanosilika dari 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. Drs. Posman Manurung, M.Si. Ph.D. selaku pembimbing pertama yang telah banyak member bimbingan, motivasi nasihat serta ilmunya.
2. Bapak Drs. Pulung Karo Karo, M.Si. selaku pembimbing kedua yang telah memberikan saran dalam penulisan skripsi ini.
3. Bapak Prof. Drs. Simon Sembiring, Ph.D. selaku penguji yang telah memberikan koreksi selama penulisan skripsi ini.
4. Bapak Arif Surtono, S.Si., M.Si., M.Eng. selaku ketua Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung.
5. Bapak Drs. Suratman, M.Sc. selaku Dekan FMIPA Universitas Lampung.
6. Bapak dan Ibu dosen serta staf Jurusan Fisika FMIPA universitas Lampung.
7. Orangtuaku, Ibu Sufitrah dan Bapak Alimi serta keluargaku yang selalu member dukungan doa serta semangat.

8. Hafid Abdul Aziz yang telah membantu banyak hal dan memberikan semangat selama proses penelitian hingga skripsi ini selesai.
9. Para teman-temanku, Kiky, Putri, Karlina, Lusi, Riska Trisna, Nina, Erika, Sofhia, Retno, Fitria, dan Rasyid atas dukungan dan bantuannya selama penyelesaian skripsi ini.
10. Keluarga besar Fisika FMIPA Universitas Lampung
11. Semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian tugas akhir ini yang tidak bias penulis sebutkan satu persatu.

Semoga Tuhan akan membalas dengan hal yang lebih baik.

Bandar Lampung, 09 Oktober 2019

Zahra Maria Ulfa

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRACT	i
ABSTRAK	ii
HALAMAN SAMPUL	iii
HALAMAN PERSETUJUAN	iv
HALAMAN PENGESAHAN	v
PERNYATAAN	vi
RIWAYAT HIDUP	vii
PERSEMBAHAN	viii
MOTO	ix
KATA PENGANTAR	x
SANWACANA	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvi
BAB I PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	3
C. Tujuan Penelitian	4
D. Batasan Masalah	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
A. Nanosilika	5

B. Silika	6
C. Silika Amorf.....	7
D. Batu Apung	8
E. Sumber Sinar-X	11
F. <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF).....	13
G. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	15
H. <i>Transmission Electron Microscopy</i> (TEM).....	20
I. <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	21

BAB III METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat	25
B. Alat dan Bahan Penelitian.....	25
C. Prosedur Penelitian	25
D. Diagram Alir Penelitian	32

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Ekstraksi Serbuk Batu Apung	34
B. Hasil Karakterisasi Serbuk Nanosilika dari Batu Apung.....	36

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan	48
B. Saran	49

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. (a) Susunan atom kristal, (b) Susunan atom amorf.....	8
Gambar 2.2. Batu apung	9
Gambar 2.3. Siklus batuan.....	10
Gambar 2.4. Pembentukan Sinar-X.....	11
Gambar 2.5. Proses <i>X-ray Fluorescence</i>	14
Gambar 2.6. Skema difraksi sinar-X	17
Gambar 2.7. Hasil XRD (a) batu apung dan (b) silika amorf.....	19
Gambar 2.8. Skema operasi TEM	20
Gambar 2.9. Spektrum FTIR (a) batu apung (b) silica amorf	23
Gambar 3.1. Diagram alir preparasi serbuk batu apung	32
Gambar 3.2. Diagram alir ekstraksi nanosilika batu apung.....	33
Gambar 4.1. Serbuk batu apung	34
Gambar 4.2. Serbuk hasil ekstraksi dengan variasi konsentrasi NaOH	34
Gambar 4.3. Grafik pengaruh konsentrasi NaOH terhadap SiO ₂	37
Gambar 4.4. Grafik pengaruh konsentrasi NaOH terhadap Al ₂ O ₃	38
Gambar 4.5. Difraktogram hasil XRD serbuk batu apung	40
Gambar 4.6. Difraktogram hasil XRD nanosilika batu apung	41
Gambar 4.7. Hasil uji TEM nanosilika batu apung NaOH 2,7 M	43
Gambar 4.8. Spektrum FTIR nanosilika batu apung	44

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1. Komposisi kimia dari batu apung.....	9
Tabel 3.1. Bahan dengan variasi konsentrasi NaOH.....	26
Tabel 4.1. Massa serbuk nanosilika batu apung.....	35
Tabel 4.2. Hasil analisis XRF.....	36
Tabel 4.3. Perbandingan data sampel serbuk batu apung setelah preparasi dengan standar PCPDFWIN	40

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Pada saat ini, pengembangan nanoteknologi terus dilakukan oleh para peneliti dari dunia akademik maupun dari dunia industri. Semua peneliti seolah berlomba untuk mewujudkan karya baru dalam dunia nanoteknologi (Abdullah *et al*, 2008). Pada periode 2010 sampai 2020 ditengarai akan terjadi percepatan luar biasa dalam penerapan nanoteknologi di dunia industri. Ada tiga isu penting dalam pengembangan nanomaterial yakni bagaimana membuat partikel berukuran nano sebagai bahan baku produk nano, bagaimana mengkarakterisasi partikel nano yang telah dibuat dan bagaimana menyusun partikel nano menjadi produk akhir yang diinginkan. Indonesia sangat kaya dengan berbagai material, teknologi penghalusan materi menjadi seukuran nano ini harus dikuasai, untuk peningkatan nilai tambah hingga 4000 kali lipat (Rahman, 2007).

Nanoteknologi adalah rekayasa ulang bahan dan perangkat dengan mengendalikannya pada tingkat atom (Roco *et al*, 1999). Dengan katalain, nanoteknologi merupakan bidang yang didominasi oleh perkembangan fisika dasar dan penelitian kimia (Chong, 2004). Definisi yang lebih akurat nanoteknologi disajikan oleh Drexler (1981), melibatkan studi di skala mikroskopik ($1 \text{ nm} = 1 \times 10^{-9} \text{ m}$). Ukuran untuk teknologi skala nano berada pada kisaran 10 sampai 100 nm (Kanchanawong *et al*, 2012). Dengan kemajuan

nanoteknologi dan peningkatan permintaan, beberapa industri pengolahan silika sudah mulai memproduksi nanopartikel silika. Akibatnya, pencarian sumber-sumber baru yang mampu memproduksi bahan ini telah menarik minat banyak peneliti (Carneiro *et al*, 2015).

Keberadaan sumber daya alam khususnya sumber daya mineral di muka bumi ini sangat melimpah. Salah satu sumber daya mineral yang berpotensi untuk dikembangkan adalah silika (Susilo *et al*, 2016). Berdasarkan penelitian Rosda (2011) yang menggunakan batu apung untuk pengolahan limbah cair menemukan bahwa batu apung merupakan batuan yang mengandung banyak mineral silikat dan berpori-pori berukuran mikro yang sangat baik dalam proses peyerapan. Batu apung adalah batu vulkanik berpori amorf yang terdiri dari silika dan struktur berpori yang dibentuk oleh gas-gas terlarut yang diendapkan sehingga merupakan salah satu batuan sedimen berwarna terang atau kuning keputih-putihan. Batu apung juga sudah banyak dipakai sejak zaman romawi kuno, dengan cara diambil, dicuci lalu digunakan (Lura *et al*, 2004). Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Ersoy *et al*. (2010), kandungan silika pada batu apung adalah 70,21%. Oleh karena itu, batu apung sangat berpotensi menjadi sumber silika. Di wilayah Lampung, batu apung dapat dengan mudah ditemukan di sepanjang daerah pesisir pantai.

Silika terbentuk dari hasil pelapukan batuan yang mengandung mineral utama, seperti kuarsa dan feldspar, yang berwujud bubuk putih. Silika merupakan senyawa yang tidak reaktif dan hanya dapat dilarutkan dalam asam kuat. Silika mempunyai tiga bentuk kristal yaitu *quartz*, *crystalite* dan *trydimite* (Hadi *et al*, 2011). Nanopartikel silika memiliki beberapa sifat diantaranya besar luas

permukaan, ketahanan panas yang baik, kekuatan mekanik yang tinggi dan elastisitasnya rendah. Nanopartikel dapat terjadi secara alamiah ataupun melalui proses sintesis oleh manusia. Sintesis nanopartikel bermakna pembuatan partikel dengan ukuran yang kurang dari 100 nm dan sekaligus mengubah sifat atau fungsinya (Abdullah *et al*, 2008). Penggunaan silika semakin meningkat terutama dalam ukuran nanometer yang disebut juga dengan nanosilika. Nanosilika telah dimanfaatkan dalam berbagai bidang (Susilo *et al*, 2016).

Menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Mourhly *et al*. (2015), ekstraksi nanosilika berbahan dasar batu apung menghasilkan silika 94% pada konsentrasi NaOH 3 M dan pada penelitian Ginting (2018) pada variasi NaOH 2 M; 2,5 M; 3 M; 3,5 M dan 4 M menghasilkan persentase silika tertinggi pada NaOH 3 M yaitu 96,3%. Penelitian tersebut menjadi acuan penelitian ini untuk melakukan ekstraksi nanosilika dari bahan batu apung dengan menggunakan variasi konsentrasi NaOH optimum dan dengan meningkatkan konsentrasi HCl dari penelitian sebelumnya. Variasi konsentrasi NaOH yang digunakan yaitu 2,5 M, 2,7 M, 2,9 M, 3,1 M dan 3,3 M. Batu apung yang digunakan merupakan batu apung yang berasal dari Kabupaten Tanggamus, Lampung.

B. Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh variasi NaOH optimum terhadap jumlah dan komposisi kimia nanosilika?
2. Bagaimana fasa nanosilika yang terbentuk?
3. Bagaimana ukuran nanosilika yang terbentuk?

C. Tujuan Penelitian

Tujuan dari dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh variasi NaOH optimum terhadap jumlah dan komposisi kimia nanosilika.
2. Mengetahui fasa nanosilika yang terbentuk.
3. Mengetahui ukuran nanosilika yang terbentuk.

D. Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Batu apung yang digunakan dalam pembuatan nanosilika berasal dari kabupaten Tanggamus Lampung.
2. Kalsinasi dilakukan pada suhu 500°C dan 800°C.
3. Variasi NaOH yang digunakan adalah 2,5 M: 2,7 M: 2,9 M: 3,1 M: 3,3 M, H₂SO₄ 5 M dan HCL 1,25 M.
4. Uji yang digunakan adalah *X-Ray Fluorescence (XRF)*, *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Transmission Electron Microscopy (TEM)*, dan *Fourier Transform Infrared (FTIR)*.

E. Manfaat

Manfaat yang didapatkan dari penelitian ini adalah:

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

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Nanosilika

Nanosilika merupakan bahan amorf yang terdiri dari atom silikon dan oksigen yang terhubung dalam jaringan ikatan Si-O-Si yang tidak beraturan dengan kelompok silanol (Si-OH) yang ada di dalam dan di permukaan (Miloskovska, 2013). Di antara banyak partikel nano yang diproduksi, Silika Nanopartikel (SNP) telah mendapat perhatian yang lebih besar dalam penggunaannya di beberapa kawasan ilmiah dan di segmen industri (Carneiro *et al*, 2015). Nanosilika dapat dikatakan sebagai produk penting dalam industri mineral seperti dalam produksi keramik (Fauzan *et al*, 2013). Sintesis silika memerlukan perlakuan khusus untuk sampai pada skala nano, yaitu menggunakan beberapa metode seperti metode sol-gel, metode proses masa gas, metode kopresipitasi, metode teknik emulsi, dan metode penyemprotan plasma dan proses pengasapan (polimerisasi silika terlarut menjadi organo silika) (Jayanti, 2014).

Nanopartikel silika memiliki kestabilan yang bagus, bersifat biokompatibel yang mampu bekerja selaras dengan sistem kerja tubuh dan membentuk sperik tunggal (Yuan *et al*, 2010). Nanopartikel SiO₂ amorf bisa digunakan dalam proses pembuatan substrat elektronik, substrat lapisan tipis, insulator listrik dan insulator termal. Selain itu juga diungkapkan bahwa nanopartikel SiO₂ 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 (Zawra *et al*, 2009).

B. Silika

Silika atau silikon dioksida adalah senyawa kimia yang terbentuk dari atom silikon dan oksigen. Karena oksigen adalah unsur yang paling melimpah di kulit bumi, sementara silikon adalah unsur kedua terbanyak, maka bentuk silika merupakan bentuk yang sangat umum ditemukan di alam. Silika banyak terdapat pada tumbuhan sebagai diatom dan pada hewan sebagai radiolarian. Silika yang terakumulasi di dalam makhluk hidup, baik hewan atau tumbuhan memiliki bentuk amorf, berbeda dengan silika yang tidak berasal dari makhluk hidup seperti batuan dan debu yang memiliki struktur silika kristalin. Silikat sendiri merupakan bentuk mineral dari silika atau dengan kata lain senyawa silika yang bereaksi dengan unsur lain. Dari ikatan bangunnya dapat dibedakan menjadi *nesosilicat* (tetrahedron), *sorosilicat* (dua ujung tetrahedron yang bertumpuk), *cyclosilicat* (silikat cincin), *inosilicat* (silikat rantai tunggal dan rantai ganda), *phyllosilicat* (silikat lembaran), dan *tectosilicat* (silikat bingkai) (Jones, 2000).

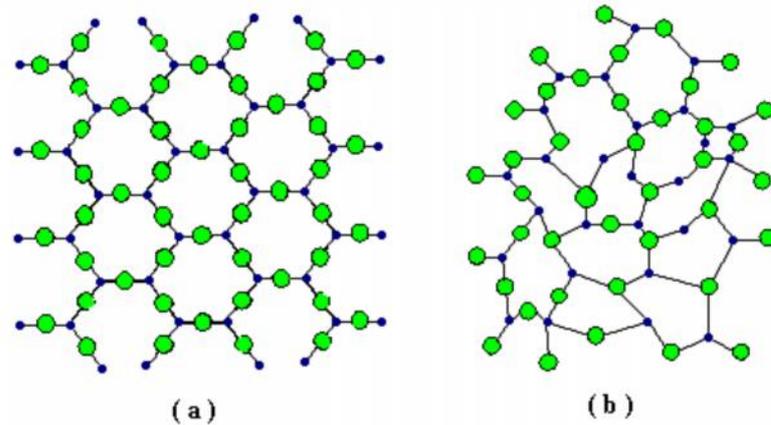
Ekstraksi silika dengan larutan NaOH akan menghasilkan natrium silikat. Secara komersial, silika dibuat dengan mencampur larutan natrium silikat dengan suatu asam mineral. Reaksi ini menghilangkan suatu disperse pekat yang akhirnya memisahkan partikel dari silika terhidrat, yang dikenal sebagai *silica hydrosol* atau asam silikat. Semakin meningkatnya konsentrasi pelarut NaOH yang digunakan dalam proses ekstraksi maka semakin meningkat pula endapan silika.

Dengan demikian semakin tinggi konsentrasi pelarut NaOH yang digunakan akan menyebabkan meningkatnya serbuk silika yang dihasilkan. Endapan silika meningkat seiring dengan kenaikan NaOH. Hal ini membuktikan bahwa konsentrasi NaOH berpengaruh terhadap pembentukan endapan silika hasil ekstraksi (Raditya, 2014).

Bahan silika merupakan keramik bertemperatur tinggi yang banyak digunakan dalam industri baja dan gelas (Smallman *et al*, 1999). Saat ini telah banyak pemanfaatan silika selain sebagai bahan keramik maupun gelas, beberapa penelitian juga telah dilakukan untuk mengetahui potensi dari silika itu sendiri. Beberapa diantaranya adalah penelitian tentang penambahan dispersi SiO₂ sebagai penguat pada karet alam menjadi bahan komposit karet alam SiO₂ membuktikan terjadinya perbaikan pada sifat fisik dan mekanik untuk bahan jadi karet yang dihasilkan (Hildayati *et al*, 2009).

C. Silika Amorf

Silika amorf biasanya terdapat dalam makhluk hidup. Silika non kristalin atau amorf memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan. Akibat pola acak dan tidak beraturan tersebut, silika amorf memiliki struktur spherikal yang rumit. Struktur rumit tersebut menyebabkan luas area permukaan yang tinggi, biasanya diatas 3 m²/g. Silika amorf memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan seperti ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. (a) Susunan atom kristal, (b) Susunan atom (Smallman *et al*, 1999).

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 (Si-OH) ini dapat ditemukan di atas permukaan dari sampel silika yang menyebabkan terbentuknya daerah yang reaktif (Kirk-Othmer, 1984).

D. 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 (Phie *et al*, 1993). Batu apung berupa mineral alam yang berasal dari gunung berapi terbentuk akibat pendinginan secara cepat gas-gas dan material-material vulkanik. Strukturnya 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 *et al*, 2016). Berikut adalah komposisi kimia dengan persentase kandungannya pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1. Komposisi kimia dari batu apung (Ersoy *et al*, 2010).

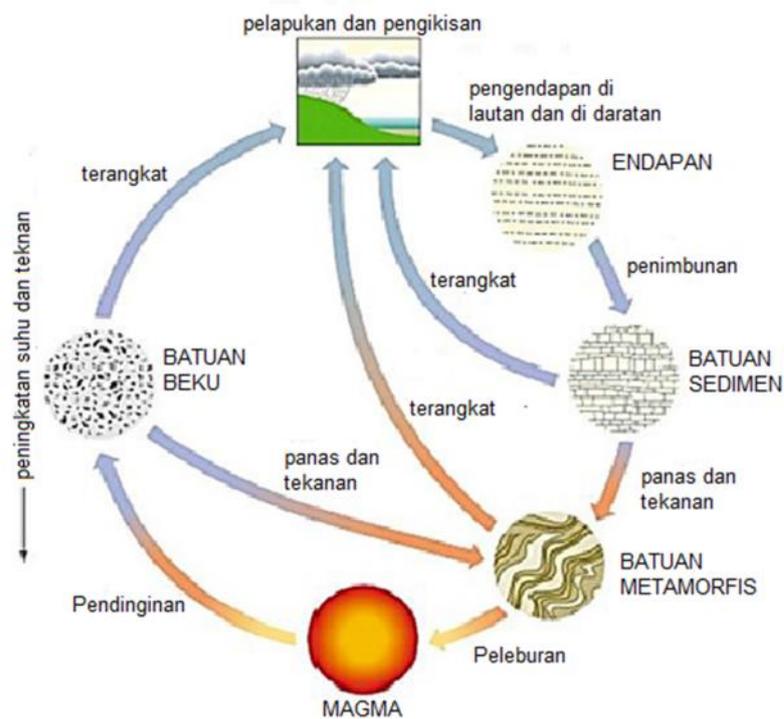
Komposisi Kimia	% Wt
SiO_2	70,21
Al_2O_3	13,63
K_2O	5,12
Na_2O	2,20
CaO	2,11
Fe_2O_3	1,72
MgO	0,60
MnO	0,26
TiO_2	0,16
SO_3	0,09
P_2O_5	0,08
LoI	3,82

Batu apung merupakan jenis batu yang berwarna terang, mengandung buih yang terbentuk dari gelembung berdinding gelas (Chandra *et al*, 2014) seperti dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Batu apung.

Batuan dari segi asal dan keterdapatannya di lapangan dapat digolongkan menjadi 3 golongan besar, yaitu batuan beku, batuan sedimen dan batuan metamorf. Perkembangan batuan mengikuti suatu siklus/daur batuan (Das, 2010). Siklus batuan yang secara sederhana dapat dilihat dalam Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Siklus batuan (Noor, 2012).

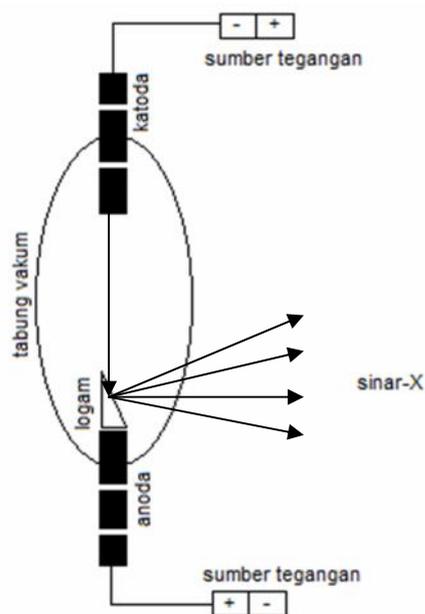
Batuan beku terbentuk sebagai akibat dari pendinginan dan pembekuan magma. Pendinginan magma yang berupa lelehan silikat, akan diikuti oleh proses penghabluran (perubahan wujud zat, dari gas menjadi padat) yang dapat berlangsung di bawah atau di atas permukaan bumi melalui erupsi gunung berapi. Panah-panah dalam Gambar 2.3, menunjukkan bahwa jalannya siklus dapat terganggu dengan adanya jalan-jalan pintas yang dapat ditempuh, seperti dari batuan beku menjadi batuan metamorfis, atau batuan metamorfis menjadi sedimen

tanpa melalui pembentukan magma dan batuan beku (Noor, 2012).

Batu apung adalah salah satu batuan yang tergolong dalam batuan beku ekstrusif vesikular yang terdiri dari fragmen kaca yang sangat berpori (Ersoy *et al*, 2010). Batu apung memiliki banyak karakteristik berbeda seperti porositas tinggi (volume pori hingga 85%), kepadatan rendah, luas permukaan spesifik yang besar, inersia kimia dan batu apung merupakan material yang ramah lingkungan (Veliev *et al*, 2006).

E. Sumber Sinar-X

Sinar-X adalah gelombang Elektromagnetik dengan panjang gelombang antara 0,5-2,5 Å . Sinar-X dihasilkan dari tumbukan elektron berkecepatan tinggi dengan logam sasaran. Oleh karena itu, suatu tabung sinar-X harus mempunyai suatu sumber elektron, voltase tinggi, dan logam sasaran. Sinar-X terjadi apabila satu berkas elektron bebas berenergi tinggi mengenai atau menumbuk logam dalam tabung vakum seperti yang dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4. Pembentukan sinar-X.

Dari gambar 2.4 dapat diketahui bahwa katoda yang dihubungkan dengan kutub negatif sumber tegangan tinggi dipanaskan dengan menggunakan filamen agar lebih mudah memancarkan elektron. Anoda dihubungkan dengan sumber tegangan tinggi pada kutub positif, dengan beda potensial yang tinggi menyebabkan elektron yang dipancarkan oleh katoda memiliki energi kinetik yang sangat besar sesampainya di anoda. Elektron-elektron tersebut akan menumbuk logam pada anoda dan menimbulkan pancaran sinar-X dengan daya tembus yang besar (Wiyatmo *et al*, 2003). Untuk dapat menghasilkan sinar-X dengan baik, maka logam yang digunakan sebagai target harus memiliki titik leleh tinggi dengan nomor atom (Z) yang tinggi agar tumbukan lebih efektif. Logam yang biasa digunakan sebagai target (*anoda*) adalah Cu, Cr, Fe, Co, Mo dan Ag (Suryanarayana, 2012). Fungsi tabung dalam keadaan vakum dengan katoda dan anoda didalamnya dimaksudkan agar elektron yang mengalir dari katoda ke anoda tidak mendapat gangguan dari lingkungan.

Interaksi sinar-X dengan materi pada prinsipnya dapat melalui dua proses yaitu efek fotolistrik dan hamburan Compton. Efek fotolistrik adalah interaksi sinar-X dengan elektron yang terikat kuat dalam atom, yaitu elektron yang berada pada kulit bagian dalam dari suatu atom, biasanya kulit K atau L. Sinar-X akan menumbuk elektron tersebut dan karena elektron itu terikat kuat maka energi sinar-X akan diserap seluruhnya oleh elektron. Kemudian elektron akan dipancarkan keluar dari atom dengan energi kinetik sebesar selisih energi sinar-X dan energi ikat elektron. Atom yang terionisasi akibat efek fotolistrik akan mengubah atom menjadi tidak stabil. Kekosongan elektron yang ditimbulkan akan diisi oleh elektron dari kulit yang lebih luar dan terjadi demikian untuk seterusnya. Peristiwa tersebut di atas akan mengakibatkan pancaran sinar-X dengan energi tertentu. Sedangkan hamburan Compton adalah interaksi sinar-X dengan elektron yang terikat paling lemah yaitu

elektron pada kulit paling luar dari suatu atom. Saat sinar-X menumbuk elektron, elektron akan menyerap sebagian energi sinar-X dan kemudian sinar-X akan terhambur keluar dengan sudut terhadap arah gerak sinar-X mula-mula (Compton and Allison, 1935).

F. X-Ray Fluorescence (XRF)

Fluoresensi sinar-X atau XRF telah diterapkan sejak tahun 1970 sebagai alat serbaguna untuk berbagai masalah analisis. Analisis pada elemen besar, kecil dan berbagai macam sampel dapat dilakukan secara kualitatif maupun kuantitatif. Prinsip kerja didasarkan pada eksitasi atom sampel dengan sinar-X energi tinggi, diikuti oleh emisi karakteristik foton dengan energi tertentu, dan korelasi yang baik dengan nomor atom Z dari setiap elemen (Hukum Moseley). Penentuan energi (atau panjang gelombang) dari foton yang dipancarkan memungkinkan analisis kualitatif sedangkan penentuan jumlah karakteristik foton yang dipancarkan memungkinkan analisis kuantitatif (Streli *et al*, 2017).

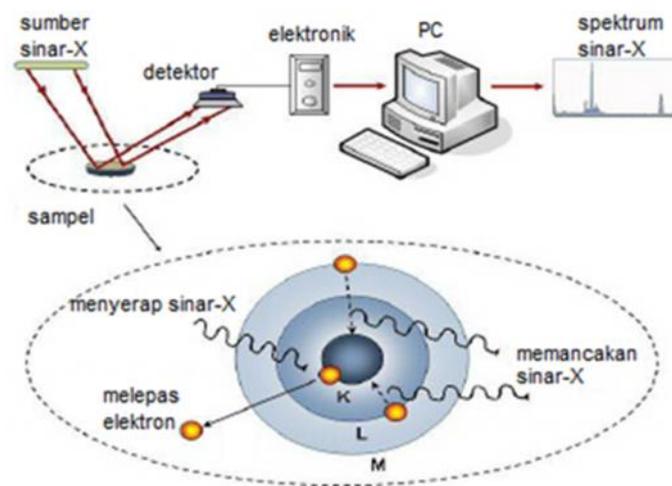
Untuk melakukan XRF spektrometer diperlukan sumber eksitasi, sampel dan sistem deteksi, yang dapat berupa panjang gelombang dispersif atau energi dispersif. Eksitasi ini kebanyakan dilakukan oleh sinar-X yang diproduksi dan dipancarkan oleh tabung *X-ray*. Intensitas radiasi yang dipancarkan tergantung pada nomor atom target dan tegangan yang diberikan. Intensitas sinyal fluoresensi diukur tergantung pada intensitas dan energi tarikan foton yang mengenai atom sampel (Streli *et al*, 2017).

Metode XRF 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 kimia dari berbagai bahan, non-destruktif dan handal, tidak memerlukan atau sangat sedikit preparasi sampel, dan cocok untuk sampel padat, cair maupun serbuk. XRF dapat digunakan untuk penentuan berbagai unsur dari kalium sampai uranium, dan memberikan batas deteksi tingkat ppm, tetapi dapat mengukur konsentrasi hingga 100% lebih mudah dan secara bersamaan (John *et al*, 2001).

Hasil analisis kualitatif ditunjukkan oleh puncak spektrum yang mewakili jenis unsur sesuai dengan energi sinar-X. Analisis kuantitatif diperoleh dengan cara membandingkan intensitas sampel dengan standar. Pada analisis kuantitatif, faktor-faktor yang mempengaruhi antara lain matriks bahan, kondisi kevakuman serta konsentrasi unsur dalam bahan, pengaruh unsur ini memiliki energi karakteristik yang berdekatan dengan energi karakteristik unsur yang dianalisis (Jenkin *et al.*, 1995).

Prinsip dasar XRF dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5. Proses *X-ray Fluorescence* (Girard, 2010).

Dari Gambar 2.5 sinar-X akan mengeluarkan elektron yang terdapat pada kulit bagian paling dalam (misal kulit K) dalam suatu atom, dan menyebabkan kekosongan elektron pada bagian ini, sehingga elektron pada kulit yang lebih luar

(misal kulit L, M, N) akan mengisi kekosongan elektron pada kulit bagian dalam yang menyebabkan pelepasan energi berupa energi foton atau pancaran sinar-X. Sinar-X dari tabung (atau 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 akan memancarkan sinar-X (Girard, 2010). Karakteristik Sinar-X terjadi karena elektron yang berada pada kulit K terionisasi sehingga terpelempar keluar. Kekosongan kulit K ini segera diisi oleh elektron dari kulit diluarnya. Jika kekosongan pada kulit K diisi oleh elektron dari kulit L, maka akan dipancarkan karakteristik sinar-X K_L. Jika kekosongan itu diisi oleh elektron dari kulit M, maka akan dipancarkan karakteristik Sinar-X K_M dan seterusnya (Beck, 1977). Sinar-X dari sampel akan dikirim ke detektor dan akan diproses oleh elektronik dan dikirim ke pc komputer yang kemudian akan ditampilkan dalam bentuk spektrum (Girard, 2010).

G. X-Ray Diffraction (XRD)

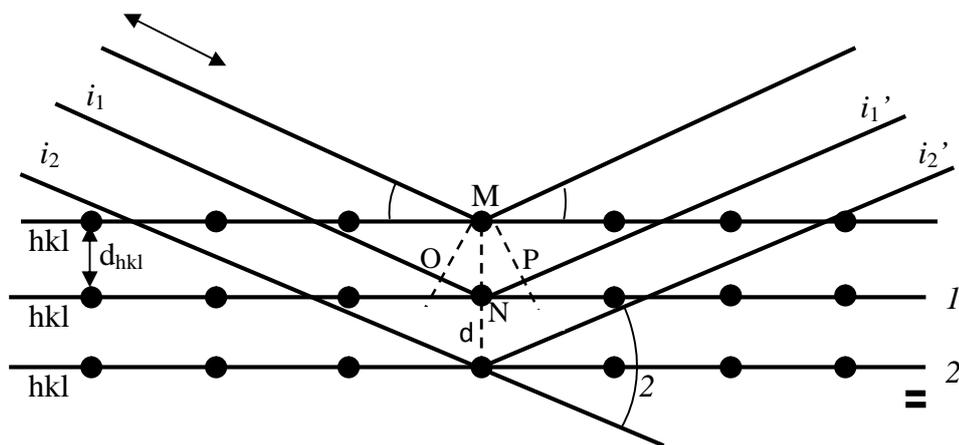
Pada tahun 1895 Wilhelm Roentgen menemukan radiasi berdaya tembus besar yang tidak diketahui dan dihasilkan jika elektron cepat menabrak suatu sasaran. Radiasi ini disebut sinar-X. Kemudian, sinar-X bergerak menjalar pada lintasan lurus, menembus benda tak bening, menyebabkan bahan fosfor berpendar, dan menghitamkan film. Semakin cepat elektron yang menabrak sasaran semakin tembus daya sinar-X yang dihasilkan, lalu semakin banyak elektron yang menabrak semakin besar intensitas sinar-X. Teori elektromagnetik mengatakan bahwa muatan listrik yang mengalami percepatan akan meradiasikan gelombang elektromagnetik. Dalam hal ini, elektron yang mula-mula bergerak dengan kecepatan tinggi tiba-tiba dihentikan, artinya mengalami perlambatan (percepatan negatif) (Kusminarto, 2011).

Jika seberkas sinar-X menumbuk partikel berukuran atom, sinar tersebut akan dipantulkan ke segala arah oleh setiap partikel atomik yang ditumbuknya. Peristiwa ini mirip dengan gelombang yang timbul apabila kita melemparkan batu ke permukaan air kolam yang tenang. Gelombang-gelombang yang ditimbulkan oleh batu yang kita lempar tadi ketika saling bertemu, kadang-kadang membentuk gelombang yang lebih besar dan kadang-kadang tampak saling meniadakan. Demikian pula dengan sinar-X, dapat saling memperkuat dan dapat pula saling meniadakan (Bird, 1993).

XRD digunakan untuk mengetahui fasa kristalin meliputi transformasi struktur fasa, ukuran partikel bahan seperti kramik, komposit, polimer, dan lain-lain. Pada awalnya, difraksi sinar-X hanya digunakan untuk penentuan struktur kristal. Kemudian, kegunaan lain dikembangkan, dan sekarang metode ini diterapkan tidak hanya untuk penentuan struktur, tapi untuk masalah beragam seperti analisis kimia dan pengukuran tekanan, untuk mempelajari kesetimbangan fasa dan pengukuran ukuran partikel, untuk penentuan orientasi Kristal tunggal atau ensambel dari orientasi dalam agregat polikristalin. Secara umum, pola difraksi mengandung informasi tentang simetri susunan atom, penentuan struktur bahan kristal amorf, orientasi kristal serta pengukuran berbagai sifat bahan. Sifat-sifat bahan tersebut diantaranya tegangan, vibrasi thermal, dan cacat kristal (Cullity, 1978). Struktur kristal dapat dikelompokkan menjadi tujuh, yaitu *kubik*, *monoklinik*, *triklinik*, *tetragonal*, *orthorhombik*, *trigonal*, dan *hexagonal*. Kebanyakan logam memiliki struktur kubik/kubus yang merupakan struktur paling simetri dan paling sederhana sehingga memudahkan dalam analisis dan perhitungan mengenai rincian ukuran geometrisnya. Ciri-ciri geometris yang penting antara lain jari-jari (r), jumlah atom per unit sel, dan bilangan koordinasi. Selain kubus, hexagonal juga merupakan salah

satu struktur kristal yang sering dijumpai pada logam (Suwitra, 1989).

Rancangan skematik spektrometer sinar-X yang didasarkan pada analisis Bragg ditunjukkan pada Gambar 2.6. Satuan panjang gelombang sinar-X adalah \AA , sama dengan 10^{-8} cm. Sinar-X yang digunakan dalam difraksi memiliki panjang gelombang berkisar antara 0,5 sampai dengan 2,5 \AA . Sementara itu, panjang gelombang cahaya tampak diketahui berada dalam orde 6000 \AA . Sinar-X menempati wilayah antara sinar gamma dan ultraviolet dalam spektrum elektromagnetik (Cullity, 1978).



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

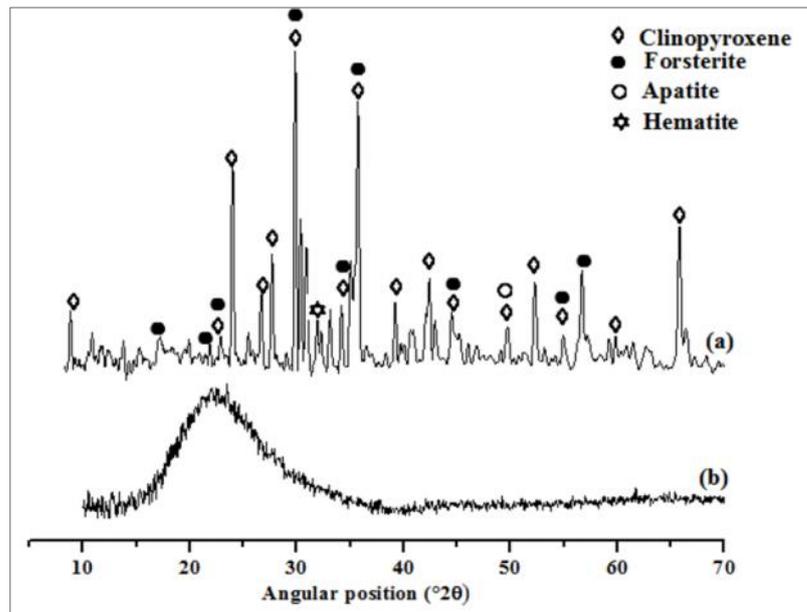
Gambar 2.6 menunjukkan seberkas sinar mengenai kisi pada bidang pertama dan pada bidang berikutnya. Menurut Smallman *et al* (1999), jarak antara bidang kisi adalah d , sedangkan θ adalah sudut difraksi. Berkas-berkas tersebut mempunyai panjang gelombang λ dan jatuh pada bidang kristal dengan jarak d dengan sudut θ . Agar mengalami interferensi konstruktif, kedua berkas tersebut harus memiliki beda jarak $n\lambda$. Beda jarak lintasan kedua berkas adalah $2d \sin \theta$. Persamaan ini dikenal dengan hukum Bragg, pemantulan Bragg dapat terjadi jika $2d \sin \theta = n\lambda$.

$$2d \sin \theta = n \quad (1)$$

Hukum Bragg merupakan perumusan matematik mengenai difraksi yang terjadi sebagai hasil interaksi antara sinar-X yang dipantulkan oleh material. Pantulan terjadi tanpa mengalami kehilangan energi sehingga menghasilkan pantulan elastis. Bragg menunjukkan bahwa bidang yang berisi atom-atom di dalam kristal akan memantulkan radiasi dengan cara yang sama persis dengan peristiwa pemantulan cahaya di bidang cermin. Jika sinar datang mengenai bidang yang tersusun secara paralel dan berjarak d satu sama lain maka terdapat kemungkinan bahwa sinar-sinar datang akan dipantulkan kembali oleh bidang dan saling berinterferensi secara konstruktif sehingga menghasilkan penguatan terhadap sinar pantul dan menyebabkan terjadinya difraksi. Berdasarkan hukum Bragg ($n\lambda = 2d \sin \theta$), terdapat dua variabel yang dapat divariasikan untuk menghasilkan pola difraksi, yakni panjang gelombang dan sudut difraksi. Nilai d tidak dapat divariasikan karena merupakan rusuk yang menghubungkan antara bidang kristal dan bernilai tetap bagi suatu sistem kristal tertentu, kecuali jika struktur kristal tersebut mengalami perubahan (misalnya karena proses interstisi/penyusupan pada material komposit) (Suryanarayana, 2012).

Penelitian mengenai sifat sinar-X menunjukkan bahwa sinar ini bukan merupakan partikel bermuatan (seperti elektron) karena tidak dapat dibelokkan oleh medan listrik atau magnet. Diperkirakan bahwa sinar ini merupakan satu bentuk cahaya tak tampak. Bagaimanapun, sinar ini tidak menunjukkan efek difraksi atau interferensi dengan menggunakan kisi biasa. Tentu saja, jika panjang gelombang jauh lebih kecil dari jarak kisi biasa sekitar 10^{-6} m ($= 10^3$ nm), tidak ada efek yang diharapkan terjadi (Giancoli, 2001).

XRD ini dilakukan oleh beberapa peneliti untuk mengetahui fasa yang terbentuk pada sampel yang telah diteliti memiliki fasa kristal atau amorf. Morhly *et al* (2015) menggunakan XRD untuk menganalisis fasa dari serbuk batu apung mentah dan setelah ekstraksi menjadi nanosilika. Hasilnya dapat dilihat pada Gambar 2.7.



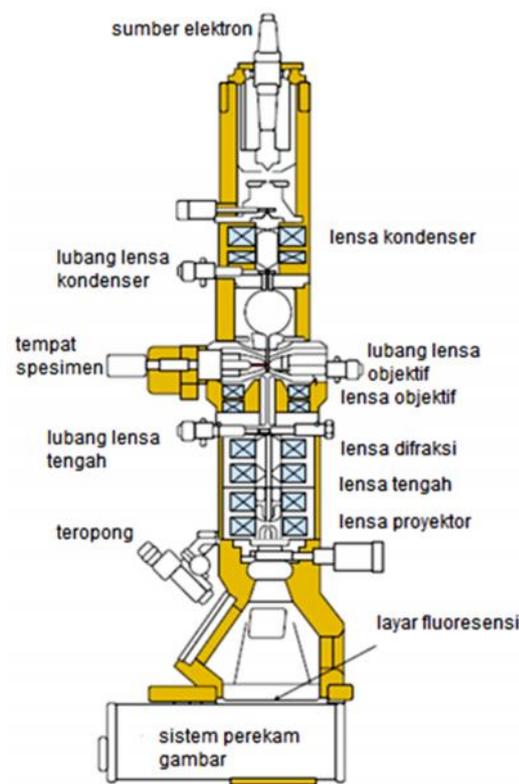
Gambar 2.7. Hasil XRD (a) batu apung dan (b) silika amorf (Mourhly *et al*, 2015).

Gambar 2.7 menampilkan pola difraksi sinar-X dari bahan baku batu apung dan silika yang diekstraksi pada 800°C selama dua jam. Gambar 2.7 menunjukkan bahwa batu apung yang tidak diolah mengandung mineral kristal (Gambar 2.7 (a)), seperti Clinopyroxen (jenis diopside, augite atau basanite), forsterit dan mineral lainnya dalam jumlah kecil, seperti apatit dan hematit (Sepehr *et al*, 2013; Nasser *et al*, 2012; Cekova *et al*, 2013). Puncuk lebar yang kuat antara 15° dan 30° (2θ) (Gambar 2.7 (b)) menunjukkan bahwa silika SiO₂ yang diekstraksi dari bubuk apung adalah amorf dan bahwa tidak ada struktur kristal yang muncul (Singh *et al*, 2011; Lu *et al*, 2012). Tidak adanya puncak yang menunjukkan kemungkinan kotoran, seperti

natrium sulfat dan logam alkali tanah lainnya, mengkonfirmasi kemurnian tinggi dari silika yang diturunkan (Mourhly *et al*, 2015).

H. *Transmission Electron Microscopy (TEM)*

TEM adalah alat yang paling teliti yang digunakan untuk menentukan ukuran partikel karena resolusinya yang sangat tinggi. Partikel dengan ukuran beberapa nanometer dapat diamati dengan jelas menggunakan TEM. Bahkan dengan *High Resolution TEM (HR-TEM)* kita dapat mengamati posisi atom-atom dalam partikel. Prinsip kerja TEM sangat mirip dengan prinsip kerja peralatan *rontgen* di rumah sakit. Pada peralatan *rontgen*, gelombang sinar-X menembus bagian lunak tubuh (daging) tetapi ditahan oleh bagian keras tubuh (tulang). Lapisan yang diletakkan di belakang tubuh hanya menangkap berkas sinar-X yang lolos pada bagian lunak tubuh. Akibatnya, film menghasilkan bayangan tulang (Wang and Richard, 2015). Skema alat TEM ditunjukkan pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8. Diagram komponen internal TEM (Perez-Arantegui, 2017).

Pada TEM, sampel yang sangat tipis ditembak dengan berkas elektron yang berenergi sangat tinggi (dipercepat pada tegangan ratusan kV). Berkas elektron dapat menembus bagian yang “lunak” pada sampel tetapi ditahan oleh bagian keras sampel (seperti partikel). Detektor yang berada di belakang sampel menangkap berkas elektron yang lolos dari bagian lunak sampel. Akibatnya detektor menangkap bayangan yang bentuknya sama dengan bentuk bagian keras sample (bentuk partikel) (Abdullah, 2009).

Dalam pengoperasian TEM yang paling sulit dilakukan adalah mempersiapkan sampel. Sampel harus setipis mungkin sehingga dapat ditembus elektron. Sampel ditempatkan di atas *grid* TEM yang terbuat dari tembaga atau karbon. Jika sample berbentuk partikel, biasanya partikel didispersi di dalam zat cair yang mudah menguap seperti etanol lalu diteteskan ke atas *grid* TEM. Jika sampel berupa komposit partikel di dalam material lunak seperti polimer, komposit tersebut harus diiris tipis (beberapa nanometer) (Abdullah, 2009).

TEM bekerja karena adanya elektron yang berenergi tinggi hingga 300 keV untuk mempercepat elektron. 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 *et al*, 2010).

I. *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

FTIR merupakan alat untuk menganalisis suatu material secara kualitatif maupun kuantitatif menggunakan spektra inframerah. Prinsip kerja alat FTIR adalah sinar inframerah/IR dengan rentang panjang gelombang (λ) 2,5 μm hingga 25 μm diradiasikan pada sampel uji. Penyinaran sinar inframerah pada λ tertentu akan

menghasilkan energi foton tertentu. Saat besarnya energi foton yang mengenai sampel sama besar dengan energi vibrasi dalam sampel maka energi foton akan terserap dan molekul sampel akan tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi. Perbedaan energi inilah yang kemudian direkam untuk mengetahui getaran ulur/*stretching vibration* dan getaran tekuk/*bending vibration* yang mengindikasikan gugus molekul tertentu. Molekul tertentu hanya akan menyerap energi foton yang identik dengan energi vibrasinya saja sehingga identifikasi FTIR dapat digunakan untuk mengindikasikan ikatan kimia yang terdapat dalam sampel (Theophanides, 2012). Besarnya energi yang terserap oleh ikatan gugus fungsi dapat dihitung dengan Persamaan (2). Jika bilangan gelombang k adalah $2\pi/\lambda$, maka energi serapan juga dapat dihitung dengan Persamaan (3).

$$E = \frac{hc}{\lambda} \quad (2)$$

$$E = \frac{hck}{2\pi} \quad (3)$$

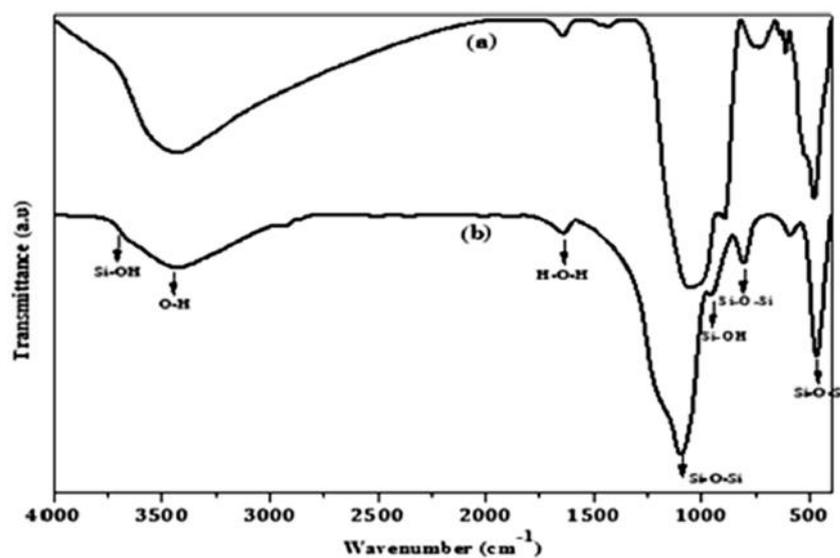
dengan E adalah energi yang diserap (Joule), h adalah tetapan Planck ($6,626 \times 10^{-34}$ Joule.detik), c adalah kecepatan cahaya (3×10^8 m/detik), λ adalah panjang gelombang (cm) dan k adalah bilangan gelombang (cm^{-1}).

Besarnya bilangan gelombang dapat diprediksi dengan menggunakan Persamaan (4). Meskipun demikian, perhitungan ini tidak selalu mutlak karena vibrasi molekul banyak dipengaruhi oleh faktor lain seperti kekuatan ikatan atom, berat atom yang berikatan, jenis getaran, hibridisasi, resonansi, dan ikatan hidrogen.

$$k = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{f}{m_1 m_2 / m_1 + m_2}} \quad (4)$$

dengan k adalah bilangan gelombang (cm^{-1}), c adalah kecepatan cahaya, f adalah konstanta kekuatan ikatan antar atom, m_1 dan m_2 adalah massa masing-masing atom yang berikatan (kg).

Metode analisis gugus fungsi dengan FTIR banyak diterapkan untuk berbagai jenis ikatan pada material tertentu. Grafik spektrum FTIR hasil penelitian Mourhy *et al.* (2015) ditunjukkan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9. Spektrum FTIR (a) batu apung (b) silika amorf (Mourhly *et al.*, 2015).

Mourhly *et al.* (2015) menggunakan FTIR untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada sampel dari batu apung mentah dan silika amorf yang diekstraksi yang diperoleh setelah kalsinasi pada 800°C selama dua jam. Hasilnya dapat diamati antara 1300 dan 820 cm^{-1} yang dikaitkan pada berbagai mineral oksida yang ada dalam material batu apung. Pita sempit yang berpusat pada 1039 cm^{-1} dapat dikaitkan dengan adanya silika. Pita ini mengkonfirmasi persentase tertinggi dari silika pada batu apung (Sepehr *et al.*, 2013). Pita pada 1101 cm^{-1} dan pundak pada 1193 cm^{-1} dikaitkan dengan getaran peregangan asimetris dari siloksan $_{as}(\text{Si-O-Si})$. Kehadiran

pita pada 470 cm^{-1} dan 810 cm^{-1} adalah karena adanya kelompok siloksan simetris (Si-O-Si). Keberadaan sebuah pita pada 950 cm^{-1} dikaitkan dengan kelompok Si-OH, keberadaan pita ini adalah karena konsentrasi tinggi dari kelompok silanol dengan ukuran partikel yang lebih kecil (Rahman *et al*, 2009). Bahu muncul di 3750 cm^{-1} , menunjukkan adanya ikatan hidrogen yang dihasilkan dari interaksi antara gugus silanol (Si-OH) terletak di permukaan bahan nanosilika (Yang *et al*, 2006).

Dalam kedua bahan, pita yang terletak pada 1640 cm^{-1} ini dikaitkan dengan getaran lentur O-H dari molekul air teradsorpsi dan getaran peregangan yang sesuai pada 3456 cm^{-1} . Kehadiran molekul air menunjukkan bahwa formula kimia silika amorf dekat dengan rumus $\text{SiO}_x \cdot y\text{H}_2\text{O}$. Data ini memberikan bukti yang jelas bahwa silika amorf yang diekstraksi dari batu apung dengan perlakuan asam basa dapat menjadi metode yang reaktif secara kimiawi untuk preparasi katalis (Lai, 2013).

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Februari 2019 sampai Mei 2019 di Laboratorium Fisika Material Universitas Lampung dan Laboratorium Pusat Sains dan Teknologi Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah batu apung (*pumice*) dari Kabupaten Tanggamus, NaOH 99% Merck, H₂SO₄ 96% Merck, HCl 37% Merck, kertas pH meter, air destilasi (*aquades* dan *aquabides*). Sedangkan alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *hot plate* dengan *stirrer* serta batang magnet, termometer, timbangan digital, oven, kertas saring whatman no. 41, pipet mikro, *beaker glass*, tabung refluks dengan kondenser, corong, spatula kaca dan spatula besi, mortar serta pastel biasa, mortar serta pastel Agate dan alat-alat gelas lainnya. Karakterisasi dilakukan menggunakan alat XRF, XRD, TEM dan FTIR.

C. Prosedur Penelitian

Prosedur yang dilakukan pada penelitian ini mengacu pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Mourhly *et al* (2015) dan Ginting (2018), terdiri dari beberapa langkah yaitu proses preparasi untuk mendapatkan serbuk batu apung, ekstraksi silika dari batu apung, serta karakterisasi, XRF, XRD, TEM dan FTIR.

1. Preparasi Serbuk Batu Apung

Preparasi serbuk batu apung yang akan digunakan sebagai sampel ini mulanya dilakukan dengan mencuci batu apung menggunakan aquabides hingga bersih, kemudian mengeringkannya menggunakan oven pada suhu 100°C selama 24 jam. Selanjutnya, menggerus batu apung yang sudah kering menggunakan mortar hingga menghasikan serbuk batu apung yang masih berbentuk kasar. Kemudian mengayak atau menyaring serbuk kasar batu apung tersebut dengan menggunakan alat ayakan berukuran 150 µm hingga mendapatkan serbuk halus dan kemudian mencucinya kembali dengan aquabides hingga air rendamannya terlihat lebih jernih. Setelah itu serbuk halus batu apung tadi dikeringkan dengan suhu pemanasan 500°C selama 4 jam. Terakhir adalah menimbang serbuk halus batu apung sebanyak 2,5 gram untuk setiap sampel yang akan diekstraksi.

2. Ekstraksi Nanosilika

Proses ekstraksi ini merupakan proses yang dilakukan untuk mendapatkan nanosilika dari serbuk batu apung yang sudah dipreparasi. Tabel 3.1 merupakan variasi bahan yang digunakan dalam penelitian ini.

Tabel 3.1. Bahan dengan variasi konsentrasi NaOH.

No	NaOH (M)	Batu apung (gr)	H ₂ SO ₄ (M)	HCl (M)
1.	2,5	2,5	5	1,25
2.	2,7	2,5	5	1,25
3.	2,9	2,5	5	1,25
4.	3,1	2,5	5	1,25
5.	3,3	2,5	5	1,25

Proses ekstraksi nanosilika ini dimulai dengan menyiapkan 150 mL NaOH dengan variasi konsentrasi, yaitu 2,5 M; 2,7 M; 2,9 M; 3,1 M dan 3,3 M.

Setelah larutan selesai disiapkan, selanjutnya mencampurkan 2,5 gram serbuk batu apung ke dalam masing-masing larutan NaOH yang sudah disiapkan. Masing-masing larutan kemudian direfluks selama 24 jam sembari diaduk dan dipanaskan pada temperatur 80-100°C untuk melepaskan silika yang terkandung di dalam serbuk batu apung. Selanjutnya yaitu menyaring hasil refluks dengan menggunakan whatman no. 41. Filtrat hasil penyaringan kemudian dititrasi, tetes demi tetes dengan menggunakan larutan H₂SO₄ 5 M sebanyak 150 mL sambil diaduk kuat hingga mencapai pH 7. Pada pH 7 didapatkan gel jernih yang kemudian didiamkan selama 24 jam. Gel selanjutnya disaring dengan whatman no. 41 dan diambil gel-nya sambil melakukan pencucian menggunakan aquabides hangat dan gel tersebut dikeringkan dengan menggunakan oven selama 24 jam dengan suhu 80-100°C. Setelah itu, nanosilika kering tersebut kemudian digerus dengan mortar selama 30 menit.. Tahap berikutnya yaitu pemurnian serbuk nanosilika kering dengan larutan HCl.

3. Pemurnian Nanosilika

Pemurnian nanosilika ini menggunakan HCl 1,25 M sebanyak 150 mL. Tahap ini bertujuan untuk menghilangkan pengotor yang masih terkandung dalam nanosilika. Pemurnian non termal dengan asam kuat seperti H₂SO₄, HCL, HNO₃ efektif untuk menghilangkan zat – zat anorganik pengotor dalam batu apung yang biasanya terdapat dalam jumlah sedikit. Proses non termal menggunakan asam dapat dilakukan sebagai perlakuan awal sebelum proses termal sehingga dihasilkan silika dengan kemurnian tinggi (Salman, 2015). Berdasarkan hasil uji perlakuan dengan berbagai macam asam di atas,

perlakuan dengan HCl terbukti paling efektif menghilangkan logam dalam sampel (Chakraverty, 1988). 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%. Pemurnian dilakukan dengan mencampurkan larutan HCl tersebut dengan serbuk nanosilika kemudian refluks 4 jam dengan suhu 110°C. Hasil refluks setelah 4 jam kemudian disaring menggunakan whatman no. 41 dan dicuci dengan aquabides hangat lalu diambil residunya. Selanjutnya residu tersebut dikeringkan selama 24 jam pada suhu 110°C dan nanosilika kering digerus kembali dengan mortar untuk selanjutnya dikalsinasi pada suhu 800°C selama 6 jam, sehingga dihasilkan serbuk nanosilika berwarna putih bersih dan digerus kembali dengan mortar agate selama 30 menit. Kemudian serbuk tersebut dikarakterisasi menggunakan alat XRF, XRD, TEM dan FTIR. 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° 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. Uji FTIR dilakukan di Laboratorium Biomassa jurusan kimia Universitas Lampung dengan merk alat Agilent/Cary 630 pada *range* 4000-650 cm^{-1} .

4. Karakterisasi

Dengan karakterisasi dapat diketahui material yang disintesis sudah memenuhi kriteria nanostruktur atau tidak, yaitu salah satu dimensinya berukuran nanometer. Karakterisasi memberikan informasi tentang sifat-sifat fisis maupun kimiawi nanomaterial tersebut. Pada penelitian ini dilakukan karakterisasi pada sampel serbuk batu apung sebelum dan sesudah ekstraksi. Karakterisasi yang digunakan pada penelitian ini adalah XRF, XRD TEM dan FTIR. XRF dilakukan untuk mengetahui komposisi kimia yang terkandung dalam sampel, XRD adalah uji yang dilakukan untuk mengetahui struktur nanosilika yang terbentuk dari hasil ekstraksi batu apung, TEM digunakan untuk mengidentifikasi ukuran nanosilika, dan FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada sampel, pada penelitian ini FTIR dilakukan pada sampel serbuk silika sebelum di kalsinasi pada suhu 800°C.

a. Karakterisasi XRF

Karakterisasi XRF digunakan untuk mengetahui kandungan unsur-unsur yang terkandung dalam sampel baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Sampel yang dapat dianalisis menggunakan XRF yaitu:

1. Menyiapkan sampel yang akan diuji, apakah sampel berbentuk serbuk, cair atau padatan.
2. Meletakkan sampel di dalam sampel *holder*. Memastikan bagian bawah *holder* tertutupi seluruhnya oleh sampel karena bagian inilah yang akan ditembaki oleh sinar-X.

3. Setelah sampel siap pada sampel *holder*, menutup Lid dan menjalankan XRF menggunakan tombol *on*.
4. Analisis akan langsung berjalan dengan menggunakan tombol penyinaran sinar-X. Sinar-X akan mengenai sampel untuk beberapa saat.
5. Sinar-X yang mengenai sampel akan meneruskan ke detektor dan selanjutnya menganalisis unsur-unsur yang terkandung dalam sampel.
6. Pemotretan hasil.

b. 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. Kemudian sampel dimasukkan ke dalam difraktometer yang akan menembakkan sinar-X melalui berbagai sudut hingga didapatkan data kuantitatif pada setiap sudutnya. Data tersebut kemudian digunakan untuk menggambar grafik dengan matlab versi R2015b.

c. Karakterisasi TEM

Karakterisasi TEM merupakan suatu proses yang 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 ditembus elektron. Material yang terlalu tebal menyebabkan elektron tidak mampu menembus sampel sehingga

gambar yang diperoleh tidak ada. Proses karakterisasi diawali dengan mencampurkan sampel dengan dispersan. Terdapat tiga dispersan yang umumnya digunakan antara lain aquabides, etanol dan aseton yang disesuaikan dengan identitas sampel. Selanjutnya, sampel diletakkan pada *grid* atau substrat yang diketahui memiliki lubang-lubang tak kasat mata. Setelah sampel selesai dipersiapkan maka sampel telah siap untuk dikarakterisasi dengan alat TEM yang dilengkapi SAED merk JEOL/EO JEM-1400 versi 1.0. Mula-mula sampel dimasukkan ke dalam alat TEM yang telah divakumkan sebelumnya. Kemudian dilakukan pengaturan tegangan sehingga elektron mampu menembus daerah terang atau lubang-lubang tak kasat mata pada *grid*. Kemampuan elektron tersebut yang selanjutnya digunakan untuk menunjukkan daerah sampel. Setelah itu, dilakukan penentuan fokus dan daerah yang akan dilakukan pengujian sehingga diperoleh hasil foto dengan skala pengukuran tertentu. Hasil foto tersebut dapat diolah untuk menentukan distribusi ukuran partikel menggunakan *software Image-J*.

d. Karakterisasi FTIR

Karakterisasi FTIR ini digunakan untuk mengetahui berbagai ikatan antaratom yang terdapat dalam sampel. Prinsip kerja spektroskopi FTIR adalah adanya interaksi energi dengan materi. Interaksi antara materi berupa molekul senyawa kompleks dengan energi berupa sinar infrared mengakibatkan molekul-molekul bervariasi dimana besarnya energi vibrasi tiap komponen molekul berbeda-beda tergantung pada atom-atom dan kekuatan ikatan yang menghubungkan sehingga akan dihasilkan

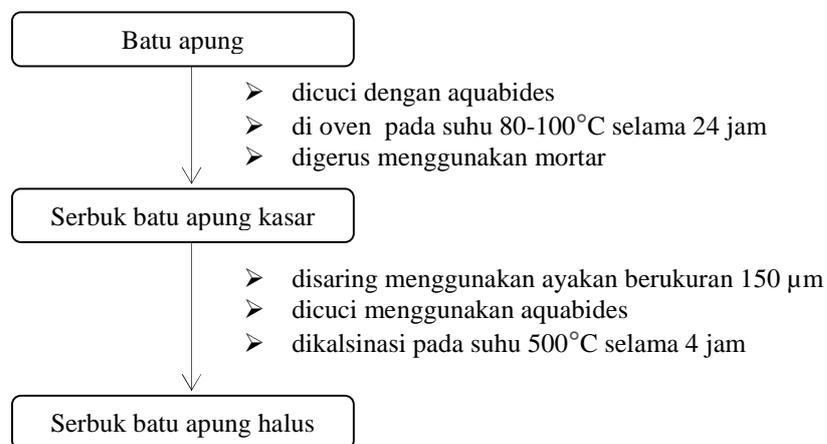
frekuensi yang berbeda. Spektroskopi inframerah berfokus pada radiasi elektromagnetik pada rentang frekuensi $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ dimana cm^{-1} disebut sebagai *wavenumber* ($1/\text{wavelength}$) yakni suatu ukuran unit untuk frekuensi. Daerah panjang gelombang yang digunakan pada penelitian ini yaitu $650\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$.

D. Diagram Alir Penelitian

Diagram alir penelitian ini meliputi proses preparasi sampel dan ekstraksi nanosilika dari serbuk batu apung.

1. Preparasi Serbuk Batu Apung

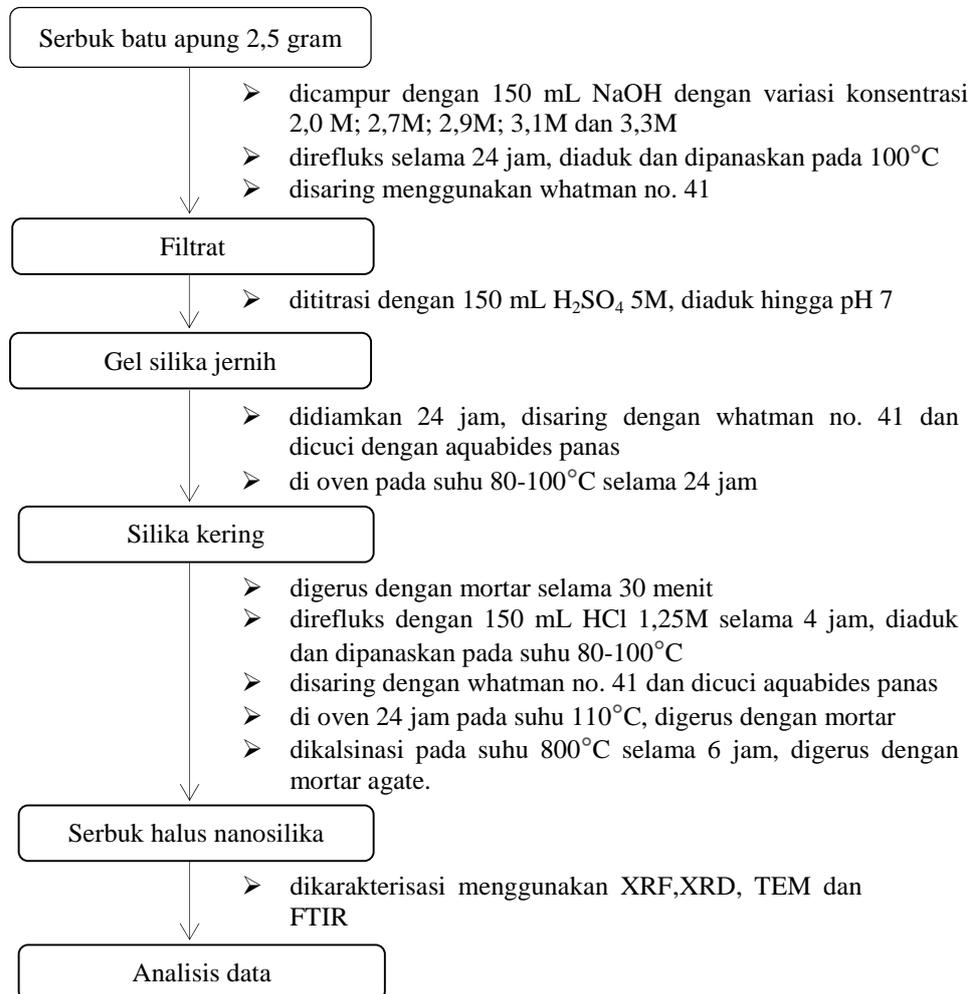
Diagram alir proses preparasi serbuk batu apung dapat dilihat dari Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Diagram alir preparasi serbuk batu apung

2. Ekstraksi Nanosilika Batu Apung

Proses ekstraksi nanosilika batu apung dapat diamati pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2. Diagram alir ekstraksi nanosilika batu apung

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

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

1. Pengaruh NaOH terhadap jumlah nanosilika pada variasi NaOH 2,5 M; 2,7 M; 2,9 M; 3,1 M dan 3,3 M secara berturut-turut yaitu 0,448 gram, 1,047 gram, 1,066 gram, 1,176 gram, dan 1,578 gram yang menunjukkan semakin tinggi konsentrasi NaOH, maka semakin meningkat jumlah nanosilika yang dihasilkan. Komposisi silika tertinggi terjadi pada NaOH 2,7 M dengan persentase 97,1% dan terendah pada NaOH 3,1 M sebesar 94,1% berdasarkan hasil XRF. Dari uji FTIR sampel dengan NaOH 2,7 M sebelum dikalsinasi juga menunjukkan adanya ikatan Si-O-Si serta Si-OH yang mengindikasikan sudah terbentuk silika pada sampel.
2. Nanosilika batu apung dengan NaOH 2,5 M, 2,7 M, 2,9 M dan 3,1M dari hasil XRD menunjukkan hasil yang sama yaitu memiliki fasa amorf dengan puncak tertinggi pada sudut 22° .
3. Ukuran partikel terkecil pada silika NaOH 2,7 M adalah 6,9 nm dan ukuran terbesar yaitu 16,9 nm, sedangkan rata-rata ukuran partikel nanosilika ($11,9 \pm 2,6$) nm.

B. Saran

Dari penelitian yang telah dilakukan ini, diharapkan untuk penelitian selanjutnya untuk lebih memperhatikan proses pencucian gel setelah titrasi (H_2SO_4) dengan air destilasi panas agar kandungan pengotor yang terdapat dalam nanosilika dapat dihilangkan dengan maksimal.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., Virgus, Y., Nirmin, dan Khairurrijal. 2008. Review :Sintesis Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*.Vol. 1.No. 2.Hal.33–57.
- Abdullah, M., dan Khairurrijal. 2009. Review :Karakterisai Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*.Vol. 2.No. 1.Hal.1-9.
- Almalkawi, A.T., Hamadna, S., Soroushian, P. 2017. One-part alkali activated cement based volcanic pumice. *Construction and Building Materials* 152. Hal 367-374.
- Aman dan Utama, P. S. 2013.Pengaruh Suhu dan Waktu pada Ekstraksi Silika dari Abu Terbang (Fly Ash) Batu Bara. *Prosiding SNTK TOPI 2013*.ISSN. 1907-0500.
- Beiser, A. 1992. *Modern Technical Physics*. Reading, Massachusetts: Addison-Wesley Publishing.
- 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. dan Kisielowski, N. C. 2010. *An Introduction of Microscopy Electron*. Vol 24. No 2. Hal. 163 - 171.
- Bird, T. 1993. *Kimia Fisik untuk Universitas*. PT. Gramedia Pustaka Utama. Jakarta. Hal. 34-40.
- Brinker, C.J. Scherer, G.W. Sol–gel Science. The Physics and Chemistry of Sol–gel Processing, Academic, New York, 1990, pp. 581–585.
- Carneiro, M.E., Washington L.M., Graciela I.D., Silvana N and Kesture G.S. 2015. Preparation and Characterization of Nano Silica from Equisetum Arvense. *Journal of Bioprocessing & Biotechniques*. ISSN:2155-9821 JBPBT.
- Chandra, A. Budiastuti, S dan Sunarto. 2014. Strategi Pengelolaan Lingkungan Akibat Dampak Penambangan Breksi Batu Apung di Desa Segoroyoso, Kecamatan Pleret, Kabupaten Bantul, Provinsi DIY. *Jurnal Ekosains*. VI(2): 1-13.

- Chong, K.P. 2004. Nanoscience and Engineering in Mechanics and Materials. *Journal of Physics & Chemistry of Solids*. Vol.65,p.1501-1506.
- Compton and Allison. 1935. *X-Rays in Theory and Experiment*. D.Van Nostrand Company, Inc. Newyork.
- Cullity, B. D. 1978. *Element of X-Ray Diffraction*. Department of Metallurgical Engeenering and Materials Science. Eddison-wesley Publishing Company: Inc. USA
- Das, B. M. 2010. *Principles of Geotechnical Engineering 7 Edition*. United States of America. Cengage Learning. Hal 478-480.
- Drexler, K. 1981. Molecular Engineering: An Approach to The Development of General Capabilities for Molecular Manipulation.*Proc Natl Acad Sci USA*. Vol.78, pp.5275–5278.
- Duran, A., J.M. Fernandez-Navarro, P. Casariego, A. Joglar, J. Non-Cryst. Solids 82(1986) 69.
- Ersoy, B., Ali, S., Sedef, D. dan Gencay, S. 2010. Characterization of Acidic Pumice and Determination of Its Electrokinetic Properties in Water. *Journal Power Technology*. Hal. 129 – 135.
- Fauzan, A., Adziimaa, Risanti, D. D., dan Mawarni, J. 2013. Sintesis Natrium Nanosilikat dari Lumpur Lapindo sebagai Inhibitor Korosi. *Jurnal Teknik POMITS*. Vol. 2. No. 1. Hal. 1-6.
- Giancoli, D.C. 2001. *Physics Fifth Edition*. Erlangga. Jakarta. Hal. 357-358.
- Girard, J.E. 2010. *Principles of Environmental Chemistry*. USA: Jones and Bartlett Publisher.
- Ginting, E.S.B. 2018. *Pengaruh Konsentrasi NaOH pada Ekstrak Nanosilika Berbasis Batu Apung*. Skripsi. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Gopal, N.O. Narasimhulu, K.V. Rao, J.L. Acta Part A 60 (2004) 2441.
- Hadi, S., Munasir., dan Triwikantoro. 2011. Sintesis Silika Berbasis Pasir Alam Bancar Menggunakan Metode Kopresipitasi.*Jurnal Fisika dan Aplikasinya*, Vol.7. No 2. Jurusan Fisika ITS.
- Handke, M. and Kwaśny, M. 2014. Infrared Spectroscopic Study of Octahydridoctasilsesquioxane Hydrolytic Polycondensation. *Vibrational Spectroscopy*.p. 1–14.
- He, J., Jiang, L., Sun, J.H., and Lo, S. 2016. Li₂SiO₃ Coating to Improve the High-Voltage Performance of LiNi_{1/3}Co_{1/3}Mn_{1/3}O₂ Cathode. *International Journal of Electrochemical Science*. 11. p. 6902–6913.

- Hildayati, Triwikantoro, Faisal, H., dan Sudirman. 2009. Sintesis dan Karakterisasi Bahan Komposit Karet Alam-Silika. *Seminar Nasional Pascasarjana IXITS*. ITS. Surabaya.
- Jayanti, D.N. 2014. *Optimalisasi Parameter pH Pada Sintesis Nanosilika dari Pasir Besi Merapi dengan Ekstraksi Magnet Permanen Menggunakan Metode Kopresipitas*. Skripsi. Yogyakarta.
- Jenkin, R., Gould, R.W., dan Genke, D. 1995. X-Ray Diffraction. *Quantitative X-Ray Spectrometry Second Edition*. Marcel Dekker, Inc.
- John, A., Alexandra, S. And Larry, A. 2001. Approaching a Universal Sample Preparation Method for XRF Analysis of Powder Materials. International Center for Diffraction Data 2001. *Advances in X-Ray Analysis* 44: 368-370.
- Jones, T.S. 2000. 'Silicon', *U.S. Geological Survey Minerals Yearbook*.
- Kanchanawong, P., and Waterman, C. M., 2012. Advances in Light-Based Imaging of Three-Dimensional Cellular Ultrastructure. *Current Opinion in Cell Biology*. Vol. 24. No.1. p. 125-133.
- Kirk, R.E., and Othmer. 1984. 'Encyclopedia of Chemical Technology', *Fouth Edition*. Vol. 21. John Wiley and Sons. Inc., New York.
- Kusminarto. 2011. *Esensi Fisika Modern*. C.V Andi Offset. Yogyakarta. Hal. 71-73.
- Lai C Y (2013) Mesoporous nanomaterials applications in catalysis. *Journal of Thermodynamics & Catalysis* 5:1–3. DOI: 10.4172/2157-7544.1000e124.
- Lisovskyy, I P., Litovchenko, V. G., Mazunov, D. O., Kaschieva, S., Koprinarova, J., and Dmitriev, S. N. 2005. Infrared Spectroscopy Study of Si-SiO₂ Structures Irradiated with High-Energy Electrons. *Optoelectronics and Advanced Materials*. 7. 1. p. 325–328.
- Lura, P., D.P. Bentz, D.A. Lange, K. Kovler, A. Bantor. 2004. Pumice aggregates for internal water curing. *International RILEM Symposium*. p 22–24, 137–151.
- Miloskovska, E. 2013. *Structure-Property Relationships of Rubber/Silica Nanocomposites Via Sol-Gel Reaction*. The Dutch Polymer Institute (DPI). Netherland. p 1-164.
- 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. *Nanomaterials and Nanotechnology*. Vol. 5. No. 35. p. 1-7.
- Noor, D. 2012. *Pengantar Geologi*. Bogor: CV Graha Ilmu.

- Osman, I. 2010. *Use of Pumice in Mortar and Rendering for Lightweight Building Blocks*. Eastern Mediterranean University.
- Paul, A. and Zaman, M. S. 1978. The Relative Influences of Al_2O_3 and Fe_2O_3 on The Chemical Durability of Silicate Glasses at different pH Values. *Journal of Material Science*. Vol. 13. p 1499-1502.
- Perez-Arategui, J. 2017. *Electron Microscopy*. Encyclopedia of Analytical Science (Second Edition). University of Zaragoza. p 1-11.
- Phie, J. Mc., Doyle, and Allen. 1993. *Volcanic Texture (Centre for Ore Deposit and Exploration Studies)*. University Tasmania.
- Pusvitasari, J. 2018. *Pengaruh Variasi HCl pada Pemurnian Silika Berbasis Batu Apung*. Skripsi. Universitas Lampung, Bandar Lampung.
- Raditya, G. R. 2014. Ekstraksi Silika Dari Abu Sekam Padi Menggunakan Pelarut NaOH. *Prosiding Seminar Nasional Hasil – Hasil Penelitian dan Pengabdian LPPM UMP*. Hal 306 – 312.
- Rahman I A, Vejayakumar P, Sipaut C S, Ismail J, Chee C K (2009) Size dependent physicochemical and optical properties of silica nanoparticles. *Materials Chemistry and Physics* 114:328–332. DOI:10.1016/j.matchemphys.2008.09.068.
- Rahman, NT. 2007. *Indonesia Potensial Menjadi Pemasok Material Nano*. Antara News: Indonesia One Click Away. Indonesia.
- Retnosari, A. 2013. *Ekstraksi dan Penentuan Kadar Silika (SiO_2) Hasil Ekstraksi dari Abu Terbang (Fly Ash) Batu Bara*. Skripsi. Universitas Jember. Jember.
- Ridha, M., 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. Hal 124-130.
- Roco, M. C. Williams R. S., and Alivisatos P. 1999. *Nanotechnology Research Directions: IWGN Research Report, Committee on Technology, Interagency Working Group on Nanoscience, Engineering and Technology (IWGN), National Science and Technology Council*.
- Rosda, D. 2011. *Hubungan Porositas dan Densitas Mortar Berbasis Batu Apung*. Skripsi. Jurusan Fisika, Universitas Andalas, Padang.
- Samin dan Susana. 2002. Kajian Adsorpsi Cr^{3+} pada Breksi Batu Apung Wukisari. *Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi*. ISSN 0216.-3128. Hal. 56-63.

- Srikaya, M., Depci, T., Aydogmus, R., and Yucel, A. 2016. Production of Nano Amorphous SiO₂ from Malatya Pyrophyllite. *Earth and Environmental Science*. Vol. 44. p. 052004.
- Sepehr M N, Zarrabi M, Kazemian H, Amrane A, Yaghmaian K, Ghaffari H R. 2013. Removal of hardness agents, calcium and magnesium, by natural and alkaline modified pumice stones in single and binary systems. *Applied Surface Science* 274:295–305. DOI: 10.1016/j.apsusc.2013.03.042.
- Setiabudi, A., Hardian, R., Muzakir, A. 2012. Karakterisasi Material: Prinsip Aplikasinya dalam Penelitian Kimia. UPI Press. Bandung. Hal. 40-44.
- Smallman, R.E. and Bishop, R.J. 1999. *Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering 6th Edition*. Butterworth Heinemann. Oxford. p. 24-25, 143.
- Silverstein, Robert M., Francis X. Webster, & David J. Kiemle. 2006. *Spektrometric Identification of Organic Compound (7th ed.)*. John Wiley & Sons, inc. New York.
- Skoog, D.A., Holler, F.J., Nieman, T.A., 1998. Principles of Instrumental Analysis. 3rd ed. Saunders College Publishing, New York, pp. 837-847.
- Soekardi, M. 2004. *Petrologi Batuan Piroklastik*. 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 on Science, Engineering and Technology*. IJRSET. Vol.2. no. 7.
- Stewart, D. B., Walker, G. W., Wright, T. L., and Fahey, J. J. 1966. Physical Properties of Calcic Labradorite from Lake Country, Oregon. *The American Mineralogist*. Vol. 31 No 141.
- Strel, C., P Wobruschek., and P Kregsamer. 2017. *X-Ray Fluorescence Spectroscopy, Applications*. Atom institut of the Austrian Universities, Wien, Austria.
- Suryanarayana, C. 2012. Mechanical Behavior of Emerging Material. *Materials Today*. Vol. 15. No. 11. p. 485-498.
- Susilo, H., dan Putra, A. 2016. Pengaruh Konsentrasi NaOH pada Sintesis Nanonanosilika dari Sinter Nanosilika Mata Air Panas Sentral, Solok Selatan, Sumatera Barat dengan Metode Kopersipitasi. *Jurnal Fisika Unand*. Vol. 5. No. 4. Hal. 334-338.
- Suwitra, M.S., Drs. N. 1989. *Pengantar Fisika Zat Padat*. Departemen Pendidikan dan Kebudayaan. Jakarta.
- Technisch Physische Dienst-Delft. 1967. *ICDD Grant-in Aid*. The Netherland.

- Theophanides, Theophile. 2012. Introductory Chapter Introduction to Infrared Spectroscopy. Pp. 1–510 in *Infrared Spectroscopy – Materials Science, Engineering and Technology*. Shanghai: InTech.
- Veliev, V.E.V., Ozturk, T., Veli, S., Fatullayev, A, G. 2006. Application of Diffusion Model For Adsorption of Azore Activated Yeon Pumice. *Pol. J. Environ. Stud.* Vol. 15. Hal 347–353.
- Wang, S., Wang, D. K., Smart, S., and Diniz, J. C. 2015. Ternary Phase-Separation Investigation of Sol-Gel Derived Silica from Ethyl Silicate 40. *Nature Publishing Group*.5. p. 1–11.
- Wang, Z.W., and Richard E.P. 2015. Atomic-Scale Structure Analysis by Advanced Transmission Electron Microscopy. *Frontiers of Nanoscience*. Vol. 9. Hal 127-154.
- Wiyatmo, Y. 2003. *Fisika Modern*. Pustaka pelajar. Yogyakarta,.
- Yang J, Wang E (2006) Reaction of water on silica surfaces. *Current Opinion in Solid State and Materials Science* 10:33–39. DOI: 10.1016/j.cossms.2006.02.001.
- Yuan, H., Gao, F., Zhang, Z., Miao, L., Yu, R., Zhao, H., 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, hal 632-640.
- Zawrah, M.F., EL-Kheshen. 2009. Facile And Economic Synthesis of Silica Nanoparticles, *JOvonic Research*, Vol. 5, hal 129-133.