

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Abu Dasar Batubara (*Bottom Ash*)

Salah satu sumber energi yang digunakan untuk produksi pupuk adalah batubara, pemakaian pembangkit steam listrik berbahan bakar batubara untuk menghemat pemakaian gas alam. Dalam proses produksi perusahaan pupuk membutuhkan rata-rata 4.364 ton batubara per hari dan sekitar 1,44 juta ton/tahun.

Penggunaan batubara sebagai salah satu sumber energi menghasilkan residu padat berupa abu dasar (*bottom ash*) dan abu terbang (*fly ash*). Abu dasar merupakan hasil pembakaran batubara yang jatuh pada dasar tungku pembakar yang terkumpul pada penampung debu (*ash hopper*). Selanjutnya abu dasar akan dikeluarkan dari tungku dengan cara menyemprotkan air, kemudian dibuang atau dipakai untuk keperluan tertentu (Wahyuni, 2010). Abu dasar memiliki ukuran partikel dan berat jenis yang lebih besar dari pada abu terbang. Secara umum abu bawah berukuran 20-50 mesh dan abu layang berukuran 100-200 mesh (Wardani, 2012).

Residu pembakaran batubara berupa padatan yaitu abu layang (*Fly Ash*) dan abu bawah (*Bottom Ash*), dimana dari limbah tersebut, sekitar 80-90% adalah abu layang dan 10-20% adalah abu bawah (Perera dan Trautman, 2006). Namun, sampai saat ini abu bawah hanya dimanfaatkan sebagai material urugan tanah karena memiliki heterogenitas yang tinggi. Abu batubara memiliki komposisi yang berbeda-beda, hal ini tergantung dengan asal batubara yang digunakan dan proses pembakaran batubara tersebut di dalam tungku pembakaran yang digunakan. Pada awalnya abu bawah terdiri atas beberapa bahan anorganik yaitu silicon dioksida (SiO_2), alumunium oksida (Al_2O_3), besi oksida (Fe_2O_3) dan kalsium oksida (CaO) (Kurama dan Kaya, 2007). Kandungan karbon pada bara juga cukup tinggi, hal ini disebabkan oleh proses pembakaran batubara yang belum sempurna, sehingga masih tersisa batubara yang belum terbakar. Pemanfaatan abu dasar masih sangat kurang dilakukan, hal ini berbeda dengan abu terbang yang sudah banyak dikelola lebih lanjut, hal ini dikarenakan kandungan karbon dari batubara yang tidak terbakar masih relative tinggi.

Sifat dari *bottom ash* sangat bervariasi karena dipengaruhi oleh jenis batubara dan sistem pembakarannya. Beberapa sifat fisik dan kimia yang penting dari *bottom ash* adalah sebagai berikut: Sifat fisik *bottom ash* berdasarkan bentuk, warna, tampilan, ukuran, *specific gravity*, *dry unit weight* dan penyerapan dari *wet* dan *dry bottom ash* dapat dilihat pada Tabel 2.1

Tabel 2.1 Sifat Fisik Khas *Bottom Ash*

Sifat Fisik <i>Bottom Ash</i>	<i>Wet</i>	<i>Dry</i>
Bentuk	Angular/bersiku	Berbutir Kecil/granular
Warna	Hitam	Abu-abu gelap
Tampilan	Keras mengkilap	Seperti pasir halus, sangat berpori
Ukuran	No. 4 (90 – 100%)	1,5 s/d 3/4 in (100%)
(% lolos ayak)	No.10 (40 – 60%)	No. 4 (50 – 90%)
	No. 40 (10%)	No.10 (10 – 60%)
	No. 200 (5%)	No. 40 (0 – 10%)
<i>Spesific gravity</i>	2,3 – 2,9	2,1 – 2,7
<i>Dry unit weight</i>	960 – 1440 kg/m ³	720 – 1600 kg/m ³
Penyerapan	0,3 – 1,1 %	0,8 – 2,0 %

Sumber : Arinata, 2013

Komposisi kimia dari *bottom ash* sebagian besar tersusun dari unsur-unsur Si, Al, Fe, Ca, serta Mg, S, Na dan unsur kimia yang lain. Komposisi dari *bottom ash* dapat dilihat pada Tabel 2.2

Tabel 2.2 Komposisi *Bottom ash*

No	Parameter Uji	Satuan	Hasil Uji	Syarat Mutu
1	Silicium di-Oxide, SiO ₂	%db	64,30	
2	Alumunium Oxide, Al ₂ O ₃	%db	2,22	
3	Ferri Oxide, Fe ₂ O ₃	%db	0,82	
4	Total Oksida = SiO ₂ +Al ₂ O ₃ +Fe ₂ O ₃	%db	67,34	Min, 75%
5	Calcium Oxide, CaO	%db	2,43	
6	Magnesium Oxide, MgO	%db	0,00	
7	Moisture content, H ₂ O	%db	16,25	Max, 1%
8	Lost of ignition, Lol	%db	30,85	Max, 5%

Sumber : PT Semen Baturaja (Persero) Tbk, 2020

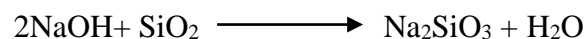
Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Moulton (1973), didapat bahwa kandungan garam dan pH yang rendah dari *bottom ash* dapat menimbulkan sifat korosi pada struktur baja yang bersentuhan dengan campuran yang mengandung *bottom ash*. Selain itu rendahnya nilai pH yang ditunjukkan oleh tingginya kandungan sulfat yang terlarut menunjukkan adanya kandungan pyrite (*iron sulfide*) yang besar.

2.2 Natrium Hidroksida (NaOH)

Sepanjang sejarah industri kimia, persediaan Natrium Hidroksida (NaOH), soda kaustik, Natrium Hidroksida terbentuk dari oksida basa Natrium Oksida dilarutkan dalam air. Natrium hidroksida membentuk larutan alkalin yang kuat ketika dilarutkan ke dalam air. Natrium Hidroksida murni berbentuk putih padat dan tersedia dalam bentuk pelet, serpihan, butiran ataupun larutan jenuh 50 %. Natrium Hidroksida sangat larut dalam air dan akan melepaskan panas ketika dilarutkan (menimbulkan reaksi eksotermis), Natrium Hidroksida juga larut dalam etanol dan metanol, walaupun kelarutan NaOH dalam kedua cairan ini lebih kecil daripada kelarutan KOH (Kirk & Othmer, 1981).

NaOH bersifat sangat korosif terhadap kulit. NaOH merupakan zat berwarna putih dan rapuh dengan cepat dapat mengabsorpsi uap air dan CO₂ dari udara, kristal NaOH berserat membentuk anyaman. NaOH mudah larut dalam air, jika kontak dengan udara akan mencair dan jika dibakar akan meleleh (Kirk & Othmer, 1981).

Pada saat silika (SiO₂) bereaksi dengan natrium hidroksida (NaOH) akan membentuk reaksi kimia :



Mekanisme pembentukan natrium silikat adalah senyawa NaOH terpisah menjadi ion Na⁺ dan OH⁻ dimana ion hidroksil (OH⁻) akan mengikat ion Si pada SiO₂ sehingga membentuk SiO₂OH⁻ kemudian ion H⁺ dilepas sehingga pada atom O akan terjadi pemutusan ikatan rangkap dan kembali menjadi SiO₃²⁻. Ion hidroksil yang kedua (OH⁻) akan berikatan dengan ion hidrogen (H⁺) akan membentuk

molekul H₂O. Molekul SiO₃²⁻ yang terbentuk akan diseimbangkan dengan dua ion Na⁺ akan membentuk natrium silikat Na₂SiO₃. Selain itu Natrium Hidroksida memiliki sifat fisika dan kimia yang dapat disesuaikan dalam penanganan atau penggunaannya maupun penyimpanannya, sifat fisika dan kimia dapat dilihat pada Tabel 2.3

Tabel 2.3 Sifat Fisik dan Kimia NaOH

Sifat Fisika dan Kimia	
Rumus molekul	NaOH
Bentuk	Solid
Penampilan	Putih
Bau	Tidak berbau
Titik Lebur	318 ⁰
Titik Didih	1388 ⁰ C

Sumber :Dewi, dkk., 2010

Natrium Hidroksida digunakan di berbagai macam bidang industri, kebanyakan digunakan sebagai basa dalam proses produksi *pulp* dan kertas, tekstil, air minum, sabun dan deterjen. Industri *pulp* dan kertas Industri pulp dan kertas merupakan salah satu pengguna terbesar produk NaOH di seluruh dunia, dimana NaOH digunakan sebagai bahan baku dalam proses pulping dan bleaching, dalam industri tekstil, NaOH digunakan dalam pemrosesan kapas dan proses pewarnaan serat sintetis seperti nilon dan polyester, pada industri sabun dan deterjen NaOH digunakan dalam reaksi saponifikasi, yaitu reaksi konversi minyak nabati menjadi sabun. NaOH juga digunakan dalam pembuatan surfaktan anionik yang merupakan komponen penting dalam produk deterjen maupun produk pembersih dan pada Industri kimia, NaOH digunakan sebagai bahan baku atau bahan kimia proses yang menghasilkan berbagai produk kimia hilir, seperti bahan plastik, obat-obatan, pelarut, kain sintetis, adesif, zat pewarna, cat, tinta, dan lain-lain. NaOH juga digunakan secara luas untuk menetralkan limbah yang bersifat asam dan juga untuk menyerap komponen dalam gas buang yang bersifat asam.

2.3 Asam Klorida (HCl)

Asam klorida adalah asam kuat, dan terbuat dari atom hidrogen dan klorin. Atom Hidrogen dan klorin berpartisipasi dalam ikatan kovalen, yang berarti bahwa hidrogen akan berbagi sepasang elektron dengan klorin. Ini ikatan kovalen hadir sampai air ditambahkan ke HCl. Setelah ditambahkan ke dalam air, HCl akan terpisah menjadi ion hidrogen (yang positif dan akan melakat pada molekul air) dan ion klorida (yang negatif).

HCl bening dan tidak berwarna ketika ditambahkan ke air. Namun, asam klorida memiliki bau yang kuat, dan mengandung rasa asam yang khas dari

kebanyakan asam. Asam klorida mudah larut dalam air pada semua konsentrasi, dan memiliki titik didih sekitar 110 derajat Celcius.

Asam klorida bersifat korosif, yang berarti akan merusak dan mengikis jaringan biologis bila tersentuh. Selanjutnya, HCl dapat menyebabkan kerusakan besar internal jika terhirup atau tertelan. Untuk alasan ini, disarankan bahwa seseorang yang menangani HCl harus menggunakan sarung tangan, kacamata, dan masker saat bekerja dengan asam ini. Asam klorida memiliki sifat fisika dan kimia yang dapat memberikan informasi agar tepat dalam cara penggunaan dan penyimpanan, sifat fisika dan kimia dapat dilihat pada Tabel 2.4

Tabel 2.4 Sifat Fisik dan Kimia HCl

Sifat Fisik dan Sifat Kimia HCl	
Rumus Molekul	HCl
Bentuk	Cairan
Warna	Bening (Tak Berwarna)
Bau	Berbau Khas
pH	1
Titik Lebur	-27,32 °C
Titik Didih	110 °C
Densitas	1,18 g/cm ³
Berat Molekul	36,46 g/mol

Sumber : Fahnur, 2018

2.4 Silika (SiO₂)

Silika atau nama lainnya yaitu *particulate* silika dapat terbentuk dari fase uap maupun dari presipitasi larutan. Silika yang berbentuk *powder* atau bubuk memiliki struktur yang lebih terbuka dengan volume pori yang lebih besar dari pada silika gel dalam bentuk yang sama. Silika dinotasikan sebagai senyawa silikon dioksida (SiO₂). Silika relatif tidak reaktif terhadap Cl₂, H₂, asam- asam dan sebagian logam pada suhu 25°C atau pada suhu yang lebih tinggi, tetapi dapat bereaksi pada F₂, HF aqua, hidroksida alkali dan leburan-leburan karbonat (Cotton, 1989).

Bentuk-bentuk silika merupakan beberapa struktur kristal yang penting bukan saja karena silika merupakan zat yang melimpah dan berguna, tetapi karena strukturnya (SiO₄) adalah unit yang mendasar dalam kebanyakan mineral. Kristal silika memiliki dua ciri utama yaitu:

1. setiap atom silikon berada pada pusat suatu tetrahedron yang terdiri dari empat atom oksigen.
2. setiap atom oksigen berada ditengah-ditengah antara dua atom silikon (Keenan,1992).

2.4.1 Sifat Fisika dan Kimia Silika

a. Sifat Fisika

Nama IUPAC	: Silikon dioksida
Nama lain	: Kuarsa, Silika, Silikat oksida, Silikon (IV) oksida
Rumus molekul	: SiO ₂
Massa molar	: 60,08 g mol ⁻¹
Penampilan	: Kristal Transparan
Kepadatan	: 2,648 g cm ⁻³
Titik lebur	: 1600-1725 ° C
Titik didih	: 2230 ° C

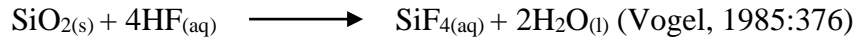
(Masramdhani, 2011).

b. Sifat Kimia Silika

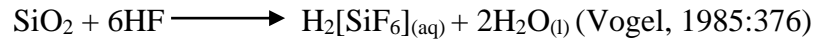
Mineral silika mempunyai berbagai sifat kimia antara lain sebagai berikut :

1. Reaksi Asam

Silika relatif tidak reaktif terhadap asam kecuali terhadap asam hidrofluorida dan asam fosfat.



Dalam asam berlebih reaksinya adalah:

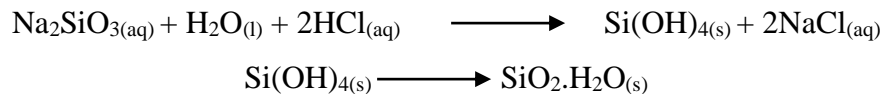


2. Reaksi basa

Silika dapat bereaksi dengan basa, terutama dengan basa kuat, seperti dengan hidroksida alkali.



Secara komersial, silika dibuat dengan mencampur larutan natrium silikat dengan suatu asam mineral. Reaksi ini menghasilkan suatu dispersi pekat yang akhirnya memisahkan partikel dari silika terhidrat, yang dikenal sebagai silica hidrosol atau asam silikat yang kemudian dikeringkan pada suhu 110°C agar terbentuk silika gel. Reaksi yang terjadi :



(Bakri, 2008).

2.4.2 Silika Presipitasi

Silika dapat dipresipitasi dari larutan natrium silikat dengan menggunakan konsentrasi yang lebih rendah daripada dalam pembuatan gel. Proses presipitasi terjadi dalam beberapa langkah diantaranya adalah nukleasi partikel, pertumbuhan partikel menjadi ukuran yang diinginkan, koagulasi untuk membentuk akumulasi dengan kontrol pH dan konsentrasi ion natrium, serta penguatan kumpulan partikel tanpa nukleasi lebih lanjut. Silika banyak digunakan di industri karena sifat dan morfologinya yang unik, meliputi antara lain : luas permukaan dan volume porinya yang besar, dan kemampuan untuk menyerap berbagai zat seperti air, oli serta bahan radioaktif. Silika memiliki sifat hidrofobik atau sifat hidrofilik. Pada umumnya silika bisa bersifat hidrofobik ataupun hidrofilik sesuai dengan struktur dan morfologinya. (Vlack, 1989).

2.4.3 Sifat Fisika dan Sifat Kimia Silika Presipitasi

a. Sifat Fisika :

Bentuk	: <i>powder</i>
Warna	: putih
<i>Solubility in water</i>	: 0,012 g/100ml
Kandungan silika	: ± 99 %
<i>Density</i>	: 2,634 g/cm ³
<i>Surface area</i>	: 5-100 m ² /g
<i>Spesific gravity</i>	: 2

b. Sifat Kimia :

Silika presipitasi memiliki dua gugus fungsi yang berbeda pada permukaannya, yaitu gugus (Si-OH) dan gugus siloxane (Si-O-Si). Kedua gugus fungsi ini mempengaruhi properti pada permukaan sekaligus aplikasi dari silika presipitasi itu sendiri. Suatu permukaan dengan 5-6 gugus silanol per nm², menghasilkan silika presipitasi yang hidrofilik. Sedangkan gugus siloksan bersifat inert secara kimiawi dan kereaktifannya menghasilkan silika presipitasi dengan permukaan yang beragam. Sehingga reaksinya dengan organosilanes atau silikon membuatnya bersifat hidrofobik. Kandungan silika dapat diketahui secara gravimetri menggunakan *hydrofluoric acid*.

Silika memiliki sifat non konduktor, memiliki ketahanan terhadap oksidasi dan degresi termal yang baik (Hildayati, 2009). Secara teoritis, unsur silika mempunyai sifat menambah kekutan lentur adonan keramik dan kekuatan produk keramik. 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).

2.5 Silika Amorf

Kandungan silika banyak ditemukan di alam seperti di tanah, batu-batuan dan pasir. Secara umum ada dua bentuk silika yaitu silika kristalin maupun non kristalin (amorf), Silika kristalin sangat bersifat karsiogenik, oleh karena itu silika

non kristalin (amorf) lebih aman dan banyak digunakan dalam industry. Silika amorf telah diklasifikasikan sebagai material tidak beracun (Krik dan Othmer, 1984). Silika amorf tidak menyebabkan silikosis bahkan bagi penggunaanya walaupun telah terpapar lama oleh silika amorf. Akan tetapi silika amorf yang terhirup selama 12 hingga 18 bulaan dengan kadar 6,9-9,9 mg/m³ dapat menyebabkan gangguan pada pernapasan (Trianasari, 2017).

Berdasarkan dari cara pembuatan silika amorf terdiri atas dua bagian yaitu silika tipe proses basah dan silika tipe pirogenik. Silika amorf tipe proses basah meliputi silika endapan dan silika gel. Sedangkan silika tipe pirogenik dibuat dengan temperatur tinggi.

Dalam berbagai kondisi silika amorf memiliki tingkat kereaktifan lebih tinggi dibandingkan silika kristalin. Hal ini disebabkan karena adanya gugus silanol yang didapat setelah pemanasan mencapai temperature 400°C. Gugus silanol (Si-OH) ini dapat ditemukan di atas permukaan dari sampel silika yang menyebabkan terbentuknya daerah yang reaktif (Krik and Othmer, 1984).

Silika non kristalin (amorf) memiliki luas permukaan yang tinggi. Hal ini dikarenakan silika amorf memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak yang tidak beraturan. Struktur rumit tersebut menyebabkan luas area permukaan yang tinggi, biasanya diatas 3 m²/g (Krik dan Othmer, 1984). Karakteristik dari silika amorf dapat dilihat dalam tabel 2.5

Tabel 2.5 Karakteristik Silika Amorf

Nama lain	Silikon dioksida
Rumus molekul	SiO ₂
Massa jenis (g/cm ³)	2,6
Bentuk	Padat
Titik cair (°C)	1610
Titik didih (°C)	2230
Kekuatan tarik (MPa)	110
Modulus elastisitas (GPa)	70-75
Resistivitas (Ωm)	>10 ¹⁴
Kekerasan (kg/mm ²)	650
Koordinasi geometri	Tertrahedral
Struktur Kristal	Kristobalit, Tridimit, kuarsa

Sumber : Surdia dan Saito, 2000

2.5.1 Jenis Silik Amorf

Berdasarkan bentuk ukuran partikel serta metode pembuatannya, silika amorf terdiri atas silika sol, silika endapan, dan silika pirogenik. Berikut penjelasan mengenai jenis-jenis silika amorf :

a. Silika sol

Silika sol atau yang disebut dengan silika klorida memiliki sifat – sifat koloid seperti Gerak Brown. Silika sol merumpakan partikel silika amorf yang terdispersi dalam cairan, terutama air. Memiliki ukuran diameter partikel 3 – 100 nm, luas permukaan spesifik 50 – 270 m²/g. Produk silika sol komersil biasanya mengandung 15 – 50 % berat silika serta kurang dari 1 % berat *stabilizer*, yang berguna untuk mencegah pengendapan. Biasanya dibuat dengan cara mengalirkan sodium silikat ke dalam resin penukar ion hydrogen untuk menghilangkan sodium kemudian polimerisasi terbentuk.

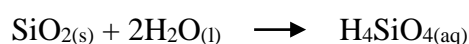
b. Silika Endapan

Silika endapan merupakan bubuk yang diperoleh dari hasil pengendapan partikel silika dalam larutan medium (biasanya larutan sodium silikat), dengan konsentrasi garam yang tinggi. Prinsip pembuatannya berlawanan dengan silika sol. Jalur pembuatannya yaitu dari silicon tetraflorida yang merupakan produk samping dari industri pupuk.

c. Silika Perogenik

Silika pirogenik atau bisa juga disebut sebagai *fumed silica*, memiliki nam produk komersilnya yaitu Aerosil (Degussa), Cab-O-Sil (Cabot). Silika jenis ini dibuat dengan cara menghidrolisis uap SiCl₄ pada temperatur 1000 °C. walaupun dibentuk pada suhu dimana silika kristal stabil, tetapi melalui hasil analisa X-Ray menunjukkan kalau silika pirogenik adalah amorf.

Silika amorf bersifat amfoter dalam air, yang artinya silika juga dapat melarut dengan membentuk Si(OH)₄. Dalam air silika amorf akan larut dengan reaksi sebagai berikut :



Kelarutan ini dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu ukuran partikel, suhu, tekanan, derajat hidraasi dan jumlah pengotor. Kelarutan silika amorf bertambah

seiring dengan kenaikan suhu dan tekanan. Silika amorf hidrat lebih muda larut daripada silika anhidratnya. Keberadaan pengotor seperti logam akan mengurangi kelarutannya.

2.6 Silika Gel

Silika gel merupakan suatu bentuk dari silika yang dihasilkan melalui penggumpalan sol natrium silikat (NaSiO_2). Sol mirip agar-agar ini dapat didehidrasi sehingga berubah menjadi padatan atau butiran mirip kaca yang bersifat tidak elastis. Sifat ini menjadikan silika gel dimanfaatkan sebagai zat penyerap, pengering dan penopang katalis. Garam-garam kobalt dapat diabsorpsi oleh gel ini. Silika gel mencegah terbentuknya kelembaban yang berlebihan sebelum terjadi.

Silika gel adalah bentuk hidrat silikon oksida, $\text{SiO}_2 \cdot x \text{H}_2\text{O}$ yang digunakan sebagai agen pengering terhadap kelembaban udara, baik dalam laboratorium maupun dalam penyimpanan obat-obatan maupun alat-alat elektronik. Silika gel mempunyai kemampuan menyerap yang sangat besar terhadap molekul-molekul air, tetapi molekul-molekul air ini dapat dilepaskan kembali pada pemanasan hingga diperoleh silika gel yang dapat dipakai ulang sebagai agen pengering.

Luas permukaan silika gel yang besar (lebih dari 800 m^2) adalah akibat dari banyaknya pori yang dimiliki. Sifat yang paling penting dari silika gel adalah sebagai adsorben yang dapat diregenerasi (dapat dipakai ulang sebagai agen pengering). Silika mempunyai kelebihan tersendiri dibanding bahan lain, karena secara kimia silika bersifat inert hidrofobik dan transparan. Silika juga memiliki kekuatan mekanik dan stabilitas termal yang tinggi, dan silika tidak mengembang dalam pelarut organik (Trianasari, 2017).

Silika gel sering ditemukan dalam kotak paket dan pengiriman film, kamera, teropong, alat-alat komputer, sepatu kulit, pakaian, makanan, obat-obatan, dan peralatan peralatan lainnya. Ketika suatu barang dikeluarkan dari kotak-kotak pengiriman (Welveni, 2010).

Silika gel dapat digolongkan menjadi 3, yaitu :

- a. Hidrogel yaitu silika gel yang pori-porinya terisi oleh air
- b. Serogel yaitu silika gel kering yang dihasilkan dengan mengeringkan air

dalam pori-pori melalui proses evaporasi

- c. Aerogel yaitu silika gel yang dihasilkan dengan mengeringkan fase air dalam pori-pori melalui ekstraksi superkritikal.

2.6.1 Jenis – Jenis Silika Gel

Silika gel memiliki beberapa jenis, jenis silika gel terbagi atas :

- a. Silika Gel G

Silika gel G adalah silika gel yang mengandung kalsium sulfat (CaSO_4) 5-15% sebagai zat pengikat. Jenis silika gel ini biasanya mengandung ion logam, terutama ion besi. Kandungan ion besi ini dapat dihilangkan dengan mengembangkan plat TLC silika gel G dengan sistem pelarut metanol : HCl pekat 9 : 1. Ion besi akan bergerak bersama zat pelarut sampai ke ujung plat. Untuk selanjutnya plat tersebut dikeringkan dan diaktifkan kembali.

- b. Silika Gel S

Silika gel S adalah silika gel yang menggunakan zat tepung (pati) sebagai zat pengikat. Tetapi penggunaan pati sebagai pengikat mempunyai kelemahan, terutama jika penentuan lokasi bercak dengan asam sulfat dan atau Iodium.

- c. Silika Gel H

Silika gel H adalah silika gel tanpa zat pengikat atau tidak mengandung kalsium sulfat. Silika gel H menunjukkan hasil yang lebih stabil daripada silika gel yang mengandung Kalsium Sulfat .Silika gel H dipakai untuk memisahkan yang bersifat spesifik, terutama lipida netral . Dengan menggunakan silika gel ini dapat dipisahkan berbagai digliserida, seperti 1,2-digliserida dari 1,3-digliserida. Begitu juga Fosfatidil gliserol dari polifliserida fosfat.

- d. Silika Gel GF 254

Silika Gel GF 254 adalah silika gel dengan zat pengikat dan indikator fluoresensi. Jenis silika gel ini biasanya berfluoresensi kehijauan jika dilihat pada sinar ultra violet panjang gelombang pendek. Sebagai indikator biasanya digunakan Timah Kadmium Sulfida atau Mangan Timah Silika aktif.

- e. Silika gel HF 254

Silika gel HF 254 adalah silika gel tanpa pengikat tetapi dengan indikator fluoresensi.

f. Silika Gel PF

Silika gel PF adalah silika gel untuk keperluan pemisahan preparatif. Jenis silika gel ini dibuat sedemikian rupa sehingga senyawa – senyawa organik yang terikat pada plat ini dapat mengadakan fluoresensi. Oleh karena itu visualisasinya dapat dikerjakan dengan menempatkan plat yang telah dikembangkan di dalam ruangan gelap atau dengan sinar ultra violet yang bergelombang pendek.

2.6.2 Aplikasi Silika

Silika gel mengandung silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) yang sangat responsif terhadap proses adsorpsi. Silika gel telah banyak digunakan sebagai adsorben, umumnya digunakan sebagai adsorben untuk senyawa-senyawa polar. Silika gel dapat juga digunakan untuk menyerap ion-ion logam dengan prinsip pertukaran ion, namun kemampuannya untuk menyerap logam terbatas. Atom O sebagai situs aktif permukaan silika gel, dalam hal ini sebagai donor pasangan elektron, merupakan spesies yang mempunyai ukuran relatif kecil dan mempunyai polarisabilitas rendah atau bersifat basa keras, sehingga kecenderungannya untuk berinteraksi dengan logam berat yang pada umumnya memiliki ukuran yang besar dan mempunyai polarisabilitas tinggi atau asam lunak (Susanti, 2015). Berikut ini adalah manfaat dari silika gel, yaitu :

- a. Silika gel mencegah terbentuknya kelembapan yang berlebihan sebelum terjadi. Silika gel merupakan produk yang aman digunakan untuk menjaga kelembapan pada kemasan produk makanan, obat-obatan, bahan sensitif, elektronik dan film sekalipun. Silika gel sering ditemukan dalam kotak paket dan pengiriman film, kamera, teropong, alat-alat komputer, sepatu kulit, pakaian, makanan, obat-obatan, dan peralatan - peralatan lainnya.
- b. Produk anti lembap ini menyerap lembap tanpa merubah kondisi zatnya. Walaupun dipegang, butiran-butiran silika gel ini tetap kering. Silika gel adalah substansi-substansi yang digunakan untuk menyerap kelembapan dan cairan partikel dari ruang yang berudara/bersuhu. Silika gel juga membantu menahan kerusakan pada barang-barang yang mau disimpan.
- c. Silika Gel selain berfungsi untuk absorpsi kelembapan udara, fungi-jamuran dan bau-bauan serta ion-ion lainnya dan untuk menjaga kualitas produk

terutama untuk barang-barang yang diekspor, misalnya untuk *garment*, *textile*, computer, *pharmaceutical*, *electronic*, tas kulit, sepatu, *dry food*, buku, karet, ban, plastik, alat-alat laboratorium, dll.

Silika mempunyai kelebihan tersendiri dibanding bahan lain, karena secara kimia silika bersifat inert hidrofobik dan transparan. Silika juga memiliki kekuatan mekanik dan stabilitas termal yang tinggi dan silika tidak mengembang dalam pelarut organik. Proses penyerapan atau adsorpsi oleh suatu adsorben dipengaruhi banyak faktor dan juga memiliki pola isoterm adsorpsi tertentu yang spesifik. Faktor-faktor yang mempengaruhi dalam proses adsorpsi antara lain yaitu jenis adsorben, jenis zat yang diserap, luas permukaan adsorben, konsentrasi zat yang diadsorpsi dan suhu (Susanti, 2015).

Silika gel juga mempunyai beberapa kelemahan yaitu pada silika gel jenis situs aktif hanya berupa gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si). Gugus silanol ini mempunyai sifat keasaman yang rendah, disamping mempunyai oksigen sebagai atom donor yang sifatnya lemah. Namun demikian adanya gugus silanol ($\equiv\text{Si-OH}$) dan siloksan ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$) ini juga menguntungkan, karena memungkinkan terjadinya modifikasi. Pada modifikasi ini mungkin tidak terjadi perubahan jenis gugus fungsi pada situs aktif, walaupun perbandingan jumlahnya berbeda dengan sebelumnya (Sulastrri dan Susila, 2010).

Silika gel memiliki standar teknis untuk lembaga inspeksi nasional seperti MIL-D3464E, JIS-0701, DIN 55473 dan sebagainya. Berikut ini adalah Tabel Spesifikasi Silika Gel menurut Standar JIS-0701 dapat dilihat pada Tabel 2.6 berikut:

Tabel 2.6 Spesifikasi Silika Gel Standar JIS-0701

<i>Item Test</i>	Standar JISS A 0701
Butir diameter	2,0-5,0 (sesuai kebutuhan)
kerugian pengeringan pada 180 °C (%)	5,0 max.
pH	4,0-8,0
Kadar air (%)	2,5 max
Jelas density (g/ml)	0,73
Luas permukaan (m ² /g)	650
Pori volume (ml/g)	0,36
Av. Pori diameter (mm)	22

Lanjutan Tabel 2.6 Spesifikasi Silika Gel Standar JIS-0701

<i>Item Test</i>	Standar JISS A 0701
Bahan Jenis (kcal/Kg.C)	0,22
Konduktivitas Termal (kcal/m.Hr.C)	0,15
Spesific resistance (Ω/cm)	3000 min
Kelembaban :	
RH = 20%	8,0% min.
RH = 40%	20,0% min.
Penyerapan kadar air	41%

Sumber : Japanese Industrial Standard, 2010

2.7 Metode Sol – Gel

Metode *sol-gel* merupakan salah satu metode sintesis yang digunakan untuk menghasilkan nanopartikel silika. Kelebihan dari metode ini adalah proses berlangsung pada suhu rendah, prosesnya lebih mudah, menghasilkan tingkat kemurnian dan kehomogenan yang tinggi, biayanya relatif murah dan menghasilkan produk berupa *xerogel* silika yang tidak beracun (Sulastri dan Susila, 2010). Pada proses ini, larutan mengalami perubahan fase dari suspensi koloid (*sol*) membentuk fase cair kontinyu (*gel*). Partikel yang diperoleh berdiameter berkisar antara 1-100 nm. Proses sol - gel biasanya dibagi dalam beberapa tahapan: pembuatan larutan, pembentukan gel, aging, pengeringan, dan densifikasi (Elma, 2018). Proses sol-gel berlangsung melalui langkah-langkah sebagai berikut:

a. Hidrolisis

Hidrolisis menggantikan ligan (-OR) dengan gugus hidroksil (-OH) pada logam logam prekursor yang dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, netral, atau basa menghasilkan sol koloid. Faktor yang sangat mempengaruhi adalah rasio air/ prekursor dan jenis katalis hidrolisis yang digunakan. Peningkatan rasio pelarut akan meningkatkan reaksi hidrolisis yang mengakibatkan reaksi berlangsung cepat, sehingga waktu gelasi lebih cepat. Reaksi akan selesai saat semua gugus (O-CH₂CH₃) digantikan dengan gugus (-OH). Reaksi hidrolisis menghasilkan sol yang terdiri dari Si(OH)₄ dan CH₃CH₂OH.

b. Kondensasi

Pada tahapan ini terjadi proses transisi dari sol menjadi gel dengan terbentuknya fasa *anatase* tapi masih dalam keadaan amorf.

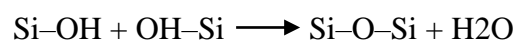
c. *Aging* (Pematangan)

Proses aging dilakukan dengan cara mendinginkan gel di dalam larutan untuk mengubah sifat gel agar lebih kaku, kuat dan menyusut.

d. Kalsinasi

Proses ini merupakan penguapan larutan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol-gel yang lebih rapat. (Alfaruqi, 2008).

Proses sol – gel memberikan keuntungan yang sama untuk memproduksi silika berpori dengan kemurnian yang tinggi dan densitas antara 1.7 – 2.2 g/cc. Proses yang dilakukan pada kondisi ruang memungkinkan terjadinya penyelubungan pada sejumlah zat organik, *organometallic*, dan molekul biologi serta zat inorganik. Dalam proses sol-gel khusus, *precursor* mengalami sejumlah reaksi hidrolisis dan polimerasi untuk membentuk suspensi koloidal atau sol, kemudian partikel terkondensasi dalam fase baru, gel, yang mana molekul makro solid terdispersi dalam *solvent*. Dalam proses sol - gel, *precursor* merupakan rangkaian reaksi *hydrolysis* dan polimerisasi untuk membentuk suspense koloid, kemudian suspensi diubah ke dalam fase baru, yaitu gel. Untuk pembuatan sol-gel silika, tahap pembentukan jaringan gel:



Dengan pengeringan dan *heat-treatment* yang lebih jauh, gel dapat dikonversi ke dalam padatan silika. Jika liquida dalam gel dipindahkan dibawah kondisi superkritis, didapatkan material dengan pori tinggi dan densitas rendah yang disebut "aerogel". Pengeringan pada gel dengan peralatan *treatment* suhu rendah (25-100 °C) ini memungkinkan diperolehnya hasil berupa matrik solid berpori yang disebut "xerogel". Gel berpori yang dihasilkan dapat dimurnikan secara kimia dan dikonversi pada temperatur tinggi ke dalam silika dengan kemurnian tinggi.

Kalsinasi merupakan proses *combustion* atau *drying* dengan suhu tinggi yang mana pada proses ini bertujuan untuk menghilangkan template dengan cara

menguapkannya. Akan tetapi proses ini mempunyai kelemahan, diantaranya: membutuhkan suhu yang tinggi sehingga membutuhkan energi yang besar pula, menyebabkan terjadinya *sintering* atau penyusutan jaringan, densifikasi struktur pori dan hilangnya mesostruktur (Alfaruqi, 2008).

2.8 Ekstraksi

Suatu proses pemisahan suatu zat berdasarkan perbedaan kelarutannya terhadap dua cairan tidak saling larut yang berbeda, biasanya air dan yang lainnya pelarut organik. Ekstraksi pelarut merupakan suatu langkah penting dalam urutan yang menuju ke suatu produk murninya dalam Laboratorium organik, anorganik atau biokimia (Day dan Underwood, 1986). Terdapat dua tipe ekstraksi pelarut yaitu ekstraksi padat-cair (*leaching*) dan ekstraksi cair-cair. Ekstraksi padat cair atau *leaching* adalah proses pemisahan bahan dari campuran zat padat dengan cara melarutkannya dalam suatu pelarut dimana bahan yang diinginkan untuk dipisahkan akan terlarut, sedangkan ekstraksi cair-cair adalah pemisahan larutan yang mengandung bahan terlarut dicampurkan dan diaduk dengan pelarut yang lain. Jika kedua cairan bersifat tidak dapat bercampur maka akan terbentuk lapisan pemisah antara kedua cairan setelah terbentuknya endapan dalam campuran. Cairan dengan bahan-bahan terlarut didalamnya dinyatakan dengan lapisan jenuh (ekstrak) dan lapisan yang bersisa dinyatakan dengan rafinat. Ekstraksi silika dari abu boiler akan dilakukan dengan ekstraksi padat-cair yakni dengan mencampurkan abu boiler dengan pelarut NaOH.

2.8.1 Ekstraksi Padat - Cair

Ekstraksi padat - cair atau *leaching* adalah transfer difusi komponen terlarut dari padatan inert ke dalam pelarutnya. Pada umumnya proses *leaching* berlangsung dalam tiga tahap, yaitu:

- a. Perubahan fasa dari zat terlarut yang diambil pada saat zat pelarut meresap masuk.
- b. Proses difusi pada cairan dalam partikel padat menuju keluar.
- c. Perpindahan zat terlarut dari padatan ke zat pelarut.

Ekstraksi silika dari abu boiler akan dilakukan dengan ekstraksi padat-cair yakni dengan mencampurkan abu boiler dengan pelarut NaOH. Untuk mempercepat pencampuran antara NaOH dan abu boiler, maka dilakukan pengadukan selama proses ekstraksi. Hasil dari proses ekstraksi adalah larutan natrium silikat, yang mana larutan ini selanjutnya akan dipresipitasi menggunakan larutan HCl agar membentuk gel. Untuk memperoleh efisiensi yang tinggi pada proses ekstraksi, perlu diusahakan agar kuantitas cairan yang tertinggal sedikit mungkin.

Ada empat faktor penting yang mempengaruhi proses operasi ekstraksi diantaranya :

1. Ukuran partikel

Ukuran partikel mempengaruhi kecepatan ekstraksi. Semakin kecil ukuran partikel maka areal terbesar antara padatan terhadap cairan memungkinkan terjadi kontak secara tepat. Semakin besar partikel, maka cairan yang akan mendifusi akan memerlukan waktu yang relative lama.

2. Faktor Pengaduk

Semakin cepat laju putaran pengaduk partikel akan semakin terdistribusi dalam permukaan kontak akan lebih luas terhadap pelarut. Semakin lama waktu pengadukan berarti difusi dapat berlangsung terus dan lama pengadukan harus dibatasi pada harga optimum agar dapat optimum agar konsumsi energi tak terlalu besar. Pengaruh faktor pengadukan ini hanya ada bila laju pelarutan memungkinkan.

3. Temperatur

Pada banyak kasus, kelarutan material akan diekstraksi akan meningkat dengan temperatur dan akan menambah kecepatan ekstraksi.

4. Pelarut

Pemilihan pelarut yang baik adalah pelarut yang sesuai dengan viskositas yang cukup rendah agar sirkulasinya bebas. Umumnya pelarut murni akan digunakan meskipun dalam operasi ekstraksi konsentrasi dari *solute* akan meningkat dan kecepatan reaksi akan melambat, karena gradien konsentrasi akan hilang dan cairan akan semakin viskos pada umumnya (Coulson, 1983).

Ekstraksi adalah proses pemisahan suatu zat dari campurannya dengan menggunakan pelarut. Pelarut yang digunakan harus dapat mengekstrak substansi yang diinginkan tanpa melarutkan material lainnya. Secara garis besar, proses pemisahan secara ekstraksi terdiri dari tiga langkah dasar yaitu :

1. Penambahan sejumlah massa pelarut untuk dikontakkan dengan sampel, biasanya melalui proses difusi.
2. Zat terlarut akan terpisah dari sampel dan larut oleh pelarut membentuk fase ekstrak.
3. Pemisahan fase ekstrak dengan sampel (Wilson, 2000).

Pemisahan zat-zat terlarut antara dua cairan yang tidak saling mencampur antara lain menggunakan alat corong pisah. Ada suatu jenis pemisahan lainnya dimana pada satu fase dapat berulang-ulang dikontakkan dengan fase yang lain, misalnya ekstraksi berulang-ulang suatu larutan dalam pelarut air dan pelarut organik, dalam hal ini digunakan suatu alat yaitu ekstraktor sokhlet. Metode sokhlet merupakan metode ekstraksi dari padatan dengan pelarut cair secara *kontinue*. Alatnya dinamakan sokhlet (ekstraktor sokhlet) yang digunakan untuk ekstraksi *kontinue* dari sejumlah kecil bahan. Istilah-istilah berikut ini umumnya digunakan dalam teknik ekstraksi:

1. Bahan ekstraksi : Campuran bahan yang akan diekstraksi
2. Ekstraktan (cairan penarik) : Pelarut yang digunakan untuk mengekstraksi
3. Pelarut (media ekstraksi) : Cairan yang digunakan untuk melangsungkan ekstraksi
4. Ekstrak : Bahan yang dipisahkan dari bahan ekstraksi
5. Larutan ekstrak : Pelarut setelah proses pengambilan ekstrak
6. Rafinat (residu ekstraksi) : Bahan ekstraksi setelah diambil ekstraknya
7. Ekstraktor : Alat ekstraksi (Wibawa, 2012).

2.9 Gravimetri

Analisis gravimetri merupakan cara analisis kuantitatif berdasarkan berat tetapnya (berat konstan). Dalam analisis ini, unsur atau senyawa yang dianalisis dipisahkan dari sejumlah bahan yang dianalisis. Bagian terbesar dari

analisis gravimetri menyangkut perubahan unsur atau gugus dari unsur atau senyawa yang dianalisis menjadi senyawa lain yang murni dan mantap (stabil) sehingga dapat diketahui berat tetapnya. Berat unsur atau gugus yang dianalisis dihitung dari rumus senyawa serta berat atom penyusunnya (Basset, 1994). Syarat yang harus dilalui agar metode *gravimetric* berjalan dengan baik antara lain :

1. Proses pemisahan hendaknya cukup sempurna sehingga kuantitas analit yang tak-terendapkan secara analitis tak-dapat dideteksi (biasanya 0,1 mg atau kurang, dan menetapkan penyusunan utama dari suatu makro).
2. Zat yang ditimbang hendaknya mempunyai susunan yang pasti dan hendaknya murni, atau sangat hampir murni.

Adapun beberapa tahap dalam analisa gravimetri adalah sebagai berikut:

1. Memilih pelarut sampel
Pelarut yang dipilih harus lah sesuai sifatnya dengan sampel yang akan dilarutkan.
Misalnya : HCl, H₂SO₄, dan HNO₃ digunakan untuk melarutkan sampel dari logam – logam.
2. Pengendapan analit
Pengendapan analit dilakukan dengan memisahkan analit dari larutan yang mengandungnya dengan membuat kelarutan analit semakin kecil, dan pengendapan ini dilakukan dengan sempurna.
Misalnya : $\text{Ca}^{+2} + \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \Rightarrow \text{CaC}_2\text{O}_4$ (endapan putih)
3. Pengeringan endapan
Pengeringan yang dilakukan dengan panas yang disesuaikan dengan analitnya dan dilakukan dengan sempurna. Disini kita menentukan apakah analit dibuat dalam bentuk oksida atau biasa pada karbon dinamakan pengabuan.
4. Menimbang endapan
Zat yang ditimbang haruslah memiliki rumus molekul yang jelas
Biasanya reagen R ditambahkan secara berlebih untuk menekan kelarutan endapan (Day and Underwood, 1986).

material, karena air dapat mempengaruhi penampakan, serta sifat fisis dari material tersebut (Winarno, 1997).

Analisis kadar air ini dilakukan dengan menggunakan oven. Kadar air dihitung dengan sebagai persen berat artinya berapa gram selisih berat dari sampel yang belum diuapkan dengan sampel yang telah (dikeringkan). Jadi kadar air dapat diperoleh dengan menghitung kehilangan berat sampel yang dipanaskan. Pengujian kadar air berdasarkan pada SNI:03-1971-1990. Untuk mendapatkan persen kadar air, dilakukan perhitungan dengan menggunakan rumus :

$$\text{Kadar Air (\%)} = \frac{A - B}{A} \times 100\%$$

Keterangan :

A = Massa Sampel sebelum dipanaskan (gr)

B = Massa sampel setelah dipanaskan (gr)

2.10.2 Daya Serap

Penyerapan air merupakan salah satu parameter yang sangat penting untuk memprediksi dan mengetahui kekuatan dan kualitas genteng polimer yang dihasilkan. Silika gel berkualitas baik memiliki daya serap air yang besar dimana jumlah pori pori pada permukaan tidak terlalu rapat. Semakin besar kerapatan dari permukaannya maka semakin kecil daya serapnya terhadap air.

a. Penyerapan secara fisika

Jenis adsorpsi ini hampir sama dengan proses kondensasi. Daya tarik cairan terhadap permukaan padatan relatif lemah dan terjadi panas yang menyelimuti selama terjadi proses adsorpsi yang besarnya sama dengan panas kondensasi yaitu sebesar 0,5 sampai 5 kkal/gmol. Kesetimbangan antara permukaan padatan dan molekulmolekul gas umumnya cepat dicapai dan mudah bolak-balik. Karena energi yang diperlukan cukup kecil Energi aktivasi untuk adsorpsi fisika umumnya tidak lebih dari 1 kkal/gmol. Ini menunjukkan bahwa tenaga yang melingkupi pada proses adsorpsi ini adalah lemah.

Adsorpsi fisika tidak tergantung dari bentuk ketidak teraturan permukaan, tetapi tergantung pada luas permukaan tertentu. Walaupun demikian luas dari

penyerapan tidak dibatasi oleh lapisan suatu molekul permukaan padatan, khususnya pada daerah yang dekat dengan suhu kondensasi. Seperti pada lapisan molekul-molekul yang terbentuk pada permukaan padatan, maka proses kondensasi akan semakin cepat. Penyerapan fisika mempelajari juga tentang sifatsifat fisika nonkatalisator padat. Sehingga kondisi dari permukaan dan distributor yang porous dapat diketahui dari ukuran-ukuran adsorpsi fisika. (Kriswarini, dkk., 2010)

b. Penyerapan secara kimia (*Chemisorption*)

Tipe penyerapan ini sangat spesifik dan dilingkupi oleh kondisi yang lebih kuat dari pada penyerapan fisika. Menurut Langmuir molekul-molekul bergerak ke ujung permukaan oleh adanya valensi gaya dari beberapajenis seperti yang terdapat pada atom-atom dalam molekul. Menurut Taylor dengan adanya penyerapan kimia (*chemisorption*) ini merupakan kombinasi dari molekul gas dengan permukaan padatan. Karena dengan adanya panas yang tinggi maka adsorpsi tenaga yang dimiliki oleh penyerapan kimia dari molekul-molekul dapat dibedakan secara mudah.

Pengujian daya serap air ini mengacu pada ASTM C-20-00-2005 tentang prosedur pengujian, dimana bertujuan untuk menentukan besarnya persentase air yang diserap oleh sampel yang didiamkan pada ruangan yang lembab selama 8 jam. Perhitungan daya serap air dilakukan menggunakan rumus berikut:

$$\text{Daya Serap (\%)} = \frac{m(b) - m(k)}{m(k)} \times 100\%$$

Keterangan :

m(a) = Massa basah sampel (gr)

m(b) = Massa kering sampel (gr)

2.11 Higroskopis

Higroskopis adalah kemampuan suatu zat untuk menyerap molekul air dari lingkungannya baik melalui absorpsi atau adsorpsi. Suatu zat disebut higroskopis jika zat itu mempunyai kemampuan menyerap molekul air yang baik. Karena bahan-bahan higroskopis memiliki afinitas yang kuat terhadap kelembapan udara, biasanya mereka disimpan dalam wadah tertutup rapat. (Dana dan Dasir, 2017).

Higroskopi adalah kemampuan suatu zat untuk menyerap molekul air dari lingkungannya baik melalui absorpsi atau adsorpsi. Proses adhesi yang terjadi pada permukaan sorbent yang berkontak dengan media minyak bumi tersebut menghasilkan akumulasi atau bertambahnya konsentrasi molekul-molekul (Asip dkk, 2018).

2.11.1 Sifat Higroskopis

Sifat higroskopis adalah kemudahan suatu zat dalam menyerap uap air. Beberapa zat dapat dikenali dari sifatnya yang mudah menyerap uap air, misalnya : CaCl_2 , FeCl_3 , MgCl_2 , NaCl . Adapun ciri-ciri zat padat higroskopis adalah apabila dibiarkan terbuka, padatan tersebut akan mudah basah bahkan bisa berubah menjadi cair (Sulistiyarti, 2017).

Adapun sifat higroskopis adalah kemampuan gel atau cairan untuk menarik molekul air dari lingkungannya, yang dicapai melalui absorpsi atau adsorpsi, sehingga sifat fisiknya akan berubah seperti peningkatan volume, sifat kaku, atau karakter fisik lainnya (Eriningsih dkk., 2011).

Secara khusus, sifat higroskopisitas dapat memiliki dampak yang signifikan pada fisik dan stabilitas kimia senyawa dan juga pada proses pembuatan untuk produk farmasi padat (granulasi basah, pelapisan film berair, pengeringan semprot). Senyawa higroskopis dalam bentuk sediaan padat sering bersentuhan dengan air berasal dari proses pengolahan dan, dalam beberapa kasus, dapat menyerap kelembaban dari udara selama penyimpanan. Dengan demikian, senyawa tersebut dapat mengubah bentuk kristal mereka, menghasilkan polimorf atau pseudo-polimorf yang berbeda. Transformasi semacam itu dapat menimbulkan masalah dalam proses pembuatan dan / atau sifat-sifat produk farmasi. Oleh karena itu penting untuk membandingkan dan mengevaluasi stabilitas fisikokimia dari kristal yang berbeda terbentuk pada berbagai kondisi kelembaban relatif. Secara khusus, itu berguna dan diinginkan, stabilitas fisikokimia zat obat harus dievaluasi pada tahap awal pengembangan obat, yaitu sebelum merencanakan bentuk sediaan padat, formulasi dan pengemasan (Uchida dkk., 2010).

Senyawa higroskopis menyerap kelembaban dari atmosfer. Dalam kasus ekstrim, senyawa higroskopis sebenarnya dapat membentuk larutan cair kadang disebut 'genangan air. Higroskopisitas kadang-kadang menjadi prekursor ketidakstabilan karena transformasi fisik atau kimia sering lebih cepat dalam keadaan cair daripada di keadaan padat (Byrin dan Henck, 2012).

Higroskopisitas dinamis dari suatu zat obat telah diklasifikasikan menjadi empat kategori: non-higroskopik, higroskopis sedikit-higroskopik, moderarely dan sangat-higroskopis. Higroskopisitas dapat diukur dengan DVS atau VTI, dengan memeriksa pertambahan berat badan / kerugian obat pada suhu kamar melalui setidaknya dua siklus gradien kelembaban relatif antara 0% dan 90%. Untuk obat-obatan higroskopis, dianjurkan untuk menyimpannya dalam wadah tertutup rapat, dengan desikator. Hal yang baik untuk obat-obatan terlarang adalah bahwa kebanyakan dari mereka relatif kurang higroskopik (Liu, 2018).

2.12 X-Ray Fluorescence (XRF)

X-Ray Fluoresensi (XRF) merupakan salah satu metode analisis yang tidak merusak bahan dan digunakan untuk analisis unsur secara kualitatif dan kuantitatif dalam sampel. Prinsip Kerja metode analisis XRF berdasarkan terjadinya tumbukan atom-atom pada permukaan sampel oleh sinar-X dari sumber sinar-X. Hasil analisis kualitatif ditunjukkan oleh puncak spektrum yang mewakili jenis unsur sesuai dengan energi sinar-X karakteristiknya, sedang analisis kuantitatif diperoleh dengan cara membandingkan intensitas sampel dengan standar. Dalam analisis kuantitatif, faktor-faktor yang berpengaruh dalam analisis antara lain matriks bahan, kondisi kevakuman dan konsentrasi unsur dalam bahan, pengaruh unsur yang mempunyai energi karakteristik berdekatan dengan energi karakteristik unsur yang dianalisis (Kriswarini, dkk., 2010).

Prinsip kerja alat XRF yaitu sinar-X fluoresensi yang dipancarkan oleh sampel dihasilkan dari penyinaran sampel dengan sinar-x primer dari tabung sinar-x (X-Ray Tube), yang dibangkitkan dengan energi listrik dari sumber tegangan sebesar 1200 volt. Bila radiasi dari tabung sinar-x mengenai suatu bahan maka elektron dalam bahan tersebut akan tereksitasi ke tingkat energi yang lebih rendah, sambil memancarkan sinar-x karakteristik. Sinar-x karakteristik ini

ditangkap oleh detektor diubah ke dalam sinyal tegangan, diperkuat oleh Preamp dan dimasukkan ke analyzer untuk diolah datanya. Energi maksimum sinar-x primer tergantung pada tegangan listrik dan kuat arus. Fluoresensi sinar-x tersebut dideteksi oleh detektor SiLi (Jamaludin dan Darma, 2012).

Teknik pengujian dengan X-Ray Fluoresence (XRF) digunakan untuk menentukan komposisi unsur suatu material. Karena teknik pengujian ini sangat cepat dan tidak merusak sampel yang akan diuji. Tergantung pada penggunaannya X-Ray Fluoresence (XRF) dapat dihasilkan tidak hanya oleh sinar sinar X tetapi juga sumber eksitasi primer yang lain seperti alpa, proton atau sumber elektron dengan energi yang tinggi (Krisnawan, 2009: 23).

X-Ray Fluoresence (XRF) memiliki beberapa kelebihan diantaranya multi unsur, mampu menganalisis unsur dari nomor atom rendah sampai dengan nomor atom tinggi dari range konsentrasi % sampai ppm, cepat, sensitif dan selektif serta peralatan yang mudah dioperasikan. Adapun kekurangan XRF antara lain sangat bergantung pada ukuran dan homogenitas sampel, pengaruh matriks sangat besar sehingga diperlukan kesesuaian yang tinggi antara matriks sampel dengan standar serta limit deteksinya kurang rendah (Kurniawati, dkk., 2013: 28).