

TUGAS AKHIR - SF091321

### SINTESIS MAGNESIUM OKSIDA MENGGUNAKAN METODE LOGAM-TERLARUT ASAM

DIEN ROSMA DIANA NRP 1110 100 001

Dosen Pembimbing Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.

Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2015



TUGAS AKHIR - SF091321

### SINTESIS MAGNESIUM OKSIDA MENGGUNAKAN METODE LOGAM-TERLARUT ASAM

DIEN ROSMA DIANA NRP 1110 100 001

Dosen Pembimbing Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.

Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2015



FINAL PROJECT - SF091321

# SYNTHESIS OF MAGNESIUM OXIDE USING DISSOLVED-METAL MIXING METHOD

DIEN ROSMA DIANA NRP 1110 100 001

Advisor Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.

Department of Physics Faculty of Mathematics and Science Sepuluh Nopember Institute of Technology Surabaya 2014



FINAL PROJECT - SF091321

# SYNTHESIS OF MAGNESIUM OXIDE USING DISSOLVED-METAL MIXING METHOD

DIEN ROSMA DIANA NRP 1110 100 001

Advisor Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.

Department of Physics Faculty of Mathematics and Science Sepuluh Nopember Institute of Technology Surabaya 2014

#### **LEMBAR PENGESAHAN**

SINTESIS MAGNESIUM OKSIDA MENGGUNAKAN METODE LOGAM-TERLARUT ASAM

#### **TUGAS AKHIR**

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Sains

pada

Bidang Studi Material program Studi S-1 Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember

> Oleh: DIEN ROSMA DIANA Nrp. 1110 100 001

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir:

Drs. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.

(Pembimbing)

Surabaya, Januari 2015

111

FISIKA

#### SINTESIS MAGNESIUM OKSIDA MENGGUNAKAN METODE LOGAM – TERLARUT ASAM

Nama	: Dien Rosma Diana	
NRP	: 1110100001	
Jurusan	: Fisika, FMIPA – ITS	
Pembimbing	: Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D	

#### Abstrak

Telah dilakukan sintesis MgO dengan metode logamterlarut asam dan penambahan 2 jenis polietilen glikol (PEG), vaitu PEG400 dan PEG1000. Serbuk murni Mg digunakan sebagai bahan dasar yang dilarutkan dalam HCl 37% untuk menyiapkan sampel tanpa PEG (MgONP) dan beberapa sampel lain disiapkan dengan menambahkan PEG400 (MgOP4) dan PEG1000 (MgOP10). Bahan-bahan dasar dicampur dengan cara diaduk selama 1 jam pada temperatur kamar, lalu dikeringkan pada temperatur 80°C. Serbuk yang telah dikeringkan diuji dengan DTA-TGA untuk mengetahui fenomena termal dari sampel yang sebagai dasar memilih temperatur kalsinasi. digunakan Temperatur kalsinasi vang digunakan adalah 400, 500, 600, 700 dan 800°C. Serbuk-serbuk terkalsinasi dikarakterisasi menggunakan XRD dan, secara umum, diketahui bahwa fasa-fasa vang terbentuk adalah periklas dan bikosfit. Analisis komposisi fasa menunjukkan bahwa penambahan PEG mempengaruhi terbentuknya fasa periklas, secara umum fasa periklas terbentuk pada temperatur 600°C tetapi pada MgOP4 dan MgOP10 pada temperatur 600°C terdapat fasa biskosfit. Analisis data difraksi lanjutan untuk estimasi ukuran kristal menunjukkan bahwa ukuran kristal periklas rata-rata adalah 98-119nm dan biskosfit 90nm untuk berbagai temperatur kalsinasi. Sementara itu distribusi ukuran kristal pada sampel dengan penambahan PEG lebih homogen daripada sampel tanpa penambahan PEG.

## Kata kunci: MgO, periklas, biskosfit, metode logam-terlarut asam, PEG

## SYNTHESIS OF MAGNESIUM OXIDE USING THE DISSOLVED-METAL MIXING METHOD

Name	: Dien Rosma Diana
NRP	: 1110100001
Major	: Fisika, FMIPA – ITS
Advisor	: Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D

#### Abstrack

The synthesize of MgO has been carried out by using the dissolved-metal mixing method and with the addition of two types of polvethylene glycol (PEG), i.e. PEG400 and PEG1000. Pure Mg metal powder was prepared as the raw material which was dissolved in 37% HCl (namely MgONP) and two other samples were prepared by adding PEG400 (namely MgOP4) and PEG1000 (namely MgOP10). The raw materials were mixed by stirring for 1 hour at room temperature, then dried at a temperature of 80°C. The dried powder was tested by DTA-TGA to determine the thermal phenomena of the sample used as the basic of selecting the calcination temperature, which were 400, 500, 600, 700, and 800°C. The calcined powders were characterized using XRD and, in general, it is known that the phases formed are periclase (MgO) and bischosfite. The analysis of phase composition indicated that the addition of PEG influenced the formation of periclase. In general, periclase was formed at a temperature of 600°C, but in MgOP4 and MgOP10 samples sintered at 600°C, bischosfite was found. Further analysis of diffraction data to estimate the size of the crystals showed that the periclase crystal size was in the range of 98-114 nm and bischosfite was constant at around 90 nm for various calcination temperatures. Meanwhile, the periclase crystal size distribution in the samples with the addition of PEG is more homogeneous than those without the addition of PEG.

### Keywords: MgO, periclase, bischosfite, dissolved-metal mixing method, PEG.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

#### KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat serta hidayah-Nya, sehinggah dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir sebagai syarat wajib untuk memperoleh gelar kesarjanaan pada Jurusan Fisika FMIPA ITS dengan judul :

#### "Sintesis Magnesium Oksida Menggunakan Metode Logam Terlarut-Asam"

Penulis menyadari bahwa terselesaikannya penyusunan Tugas Akhir ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimah kasih kepada :

- Kedua orang tua tercinta Ibu Maslakhah dan Ayah M.nasich, serta ke dua saudaraku farli Rafsanjani dan intan fahdiana yang senang tiasa memberikan dukungan, moral dan spiritual terhadap keberhasilan penulis menyelesaikan Tugas Akhir ini.
- Bapak Suminar Pratapa, M.SC.,Ph.D. selaku dosen pembimbing Tugas Akhir sekaligus sebagai dosen wali yang senantiasa memberikan bimbingan, wawasan, dan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir ini.
- Dr. Yono Hadi Pramono dan Dr. Melania Suweni Muntini selaku ketua jurusan dan sekertaris jurusan Fisika ITS.

- 4. Bapak dan Ibu Dosen Fisika FMIPA ITS yang selama ini telah memberikan ilmu dan pengetahuan.
- 5. Teman seperjuangan, Cosmic Fisika ITS Angkatan 2010 terimah kasih atas kebersamaan,dukungan dan bantuan selama ini.
- Teman, sahabat, keluarga Dhita Azzahra Pancorowati, Ella Agustin Dwi Kiswanti, Ella Nurkumala dan Meladia Elok Purbarani. Terimah kasih selalu ada dalam suka duka canda dan tawa.
- Teman-teman 1 tim Tugas akhir Mbak Aini, Mbak Ofa, Bu Upik. Terimah kasih untuk semangat dan bantuannya.
- 8. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari sepenuhnya atas keterbatasan ilmu pengetahuan dan kemampuan yang dimiliki, oleh karena itu penulis berharap akan menerima kritik dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan penulis Tugas Akhir ini. Semoga Tugas Akhir ini bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan serta memberikan inspirasi bagi pembaca untuk perkembangan lebih lanjut.

Surabaya,30 Desember 2014

Penulis

#### DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
COVER PAGE	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	V
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	XV
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian	2
1.4 Batasan Msalah	2
1.5 Manfaat Penelitian	3
1.6 Sistematika Penulisan	
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Magnesium Oksida	5
2.2 Polietilen Glikol (PEG)	6
2.3 Analisis Komposisi Fasa	8

2.4 Analisis Menggunakan Metode Rietveld	8
BAR III METODOLOCI	11
3 1 Alat dan Bahan	11
3.2 Metode Sintesis MgO	
3 3 Karakterisasi Samnel	12
3 3 1 Differential Scanning Calorimetry	12
Thermogravimetric Analysis (DSC/TGA)	12
3 3 2 Difraksi Sinar X (XRD)	12
3 4 Diagram Alur Penelitian	14
5 Diagram Filar Fononiau	
BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN	. 17
4.1 Hasil Sintesis Serbuk Magnesium Oksida	17
4.2 Analisis DSC/TGA	19
4.3 Analisis Difraksi Sinar X	20
4.4 Analisis Kuantitatif Fasa Menggunakan Metode	
Rietveld	25
4.4.1 Analisis Pola Difraksi Sinar X Menggunakan	
Rietica	26
4.4.2 Analisis Pola Difraksi Sinar X Menggunakan	
MAUD	30
BAB V KESIMPULAN	37
5.1 Kesimpulan	
5.2 Saran	37
DAFTAR PUSTAKA	39
LAMPIRAN	42
BIOGRAFI PENULIS	64

#### DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Karakteristik fisis periklas	6
Tabel 4.1	Hasil luaran <i>Figures-of-Merits</i> (FoM) sampel-sampel serbuk magnesium oksida2	7
Tabel 4.2	Data hasil perhitungan komposisi fasa periklas dan biskosfit dengan <i>Rietica</i>	0
Tabel 4.3	Nilai <i>Figure of Merits</i> (FoM) hasil penghalusan menggunakan perangkat lunak MAUD3	2
Tabel 4.4	Estimasi ukuran kristal sampel-sampel serbuk MgO hasil penghalusan menggunakan perangkat lunak MAUD	

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

#### DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur kristal Magnesium Oksida periklas
Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian15
Gambar 4.1 Hasil pencampuran serbuk magnesium tanpa PEG dan HCl setelah diaduk selama 1 jam17
Gambar 4.2 Contoh campuran serbuk magnesium tanpa penambahan PEG dengan HCl setelah dikeringkan pada temperature 80°C17
Gambar 4.3 Serbuk-serbuk hasil pengeringan setelah dimortar (a) serbuk MgONP (b) MgOP4 (c) MgOP10.Sesuai dengan numenklatur yang ditunjukkan pada Bab III 
Gambar 4.4 Hasil DSC/TGA serbuk prekrusor magnesium pada rentang temperature 100°C-1000°C19
<ul> <li>Gambar 4.5 Pola difraksi sinar-X (radiasi CuKα<sub>1,2</sub>)sampel-sampel serbuk hasil sintesis (a) MgONP (b) MgOP10 dan (c) MgOP4 pada variasi temperature kalsinasi21</li> </ul>
Gambar 4.6 Hubungan temperatur terhadap kristanilitas (a) MgONP (b) MgOP4 (c) MgOP1024
Gambar 4.7 Contoh pola difraksi terhitung fasa periklas (ICSD <i>periklas 9863</i> ) untuk sampel MgONP26

- Gambar 4.8 Hasil penghalusan menggunakan perangkat lunak *Rietica* serbuk MgONP pada kalsinasi 700<sup>o</sup>C,nilai GoF 2.38, R<sub>p</sub> 16.45%, dan R<sub>wp</sub> = 23.84......28

Gambar 4.10 Plot hasil penghalusan MAUD sampel MgOP10 setelah kalsinasi pada temperatur 600°C. Nilai FoM sampel MgOP10 600°C adalah sig = 1.6,  $R_w = 23\%$ ,  $R_{wnb} = 22.6\%$ ,  $R_B = 17.6\%$ ,  $R_{exp} = 14.3\%$ . Pola difraksi terukur digambarkan dengan warna biru dan pola difraksi terhitung dengan garis hitam. Kurva paling bawah adalah plot selisih antara pola difraksi terhitung dan pola difraksi terukur. 31

Gambar 4.11 Distribusi ukuran Kristal pada sampel MgONP....34

Gambar 4.12 Distribusi ukuran pada sampel MgOP4 ......35

Gambar 4.13 Distribusi ukuran pada sampel MgOP10......35

#### BAB I PENDAHULUAN

#### 1.1. Latar Belakang

Pembuatan bahan keramik tidak pernah berhenti baik untuk pemanfaatan rekayasa material maupun penerapan dalam bidang medis, karena bahan keramik mempunyai ketahanan terhadap panas, tahan korosi, dan sifat listrik yang spesifik. Para peneliti telah berusaha mengembangkan bahan komposit untuk meningkatkan sifat bahan yang lebih unggul dan lebih aplikatif. Salah satunya adalah magnesium oksida (MgO). Magnesium oksida, atau magnesia, adalah mineral padat higroskopis putih vang terjadi secara alami sebagai periklas (periclase). Material ini memiliki konduktivitas stabil pada suhu tinggi, tahan korosi pada suhu tinggi serta tersedia secara melimpah di alam. Sifat-sifat ini membuatnya banyak dikembangkan untuk industri dan teknologi.. Terkait dengan hal ini para peneliti terus mengembangkan metode fabrikasi periklas, agar periklas yang dibuat memiliki ukuran nanometrik (10<sup>-9</sup>m).

Nanomaterial merupakan material yang setidaknya salah satu komponen dimensinya berukuran nanometer. Secara umum material berukuran nanometrik diharapkan dapat memperbaiki sifat dari material baik listrik maupun mekanik (Smallman dan Bishop, 2000). Karena sifat nanomaterial yang khas campuran nanomaterial juga berakibat pada perbedaan sifat fisik dan kimia. Campuran yang mengandung nanomaterial diperoleh dengan berbagai metode yang sudah dikembangkan seperti *solid-state*, *optimizing*, *mixing* dan kopresipitasi. Namun beberapa metode tersebut memiliki beberapa kelemahan, seperti: suhu sinter tinggi, waktu proses yang panjang adanya pengotor mengakibatkan ketakmurnian, ketidakseragaman distribusi ukuran partikel dan ketidakteraturan morfologi.

Dalam penelitian ini dilakukan sintesis menggunakan metode pencampuran logam-terlarut asam *(metal-dissolved method)*. Keunggulan menggunakan metode ini, yaitu metodenya

sederhana dan telah berhasil membuat material berukuran nanometer misalnya MgTiO<sub>3</sub> (Haryani, 2014) dan TiO<sub>2</sub> (Kiswanti, 2014). Hasil eksperimen yang telah dilakukan didapatkan ukuran partikel material MgTiO<sub>3</sub> yang terkecil adalah 19 nm dan TiO<sub>2</sub> yang terkecil adalah 6 nm. Mempertimbangkan keberhasilan kedua sintesis ini, penelitian mengenai sintesis periklas menggunakan metode logam-terlarut asam dipandang perlu dilakukan.

#### 1.2 Permasalahan

Berdasarkan latar belakang di atas permasalahan yang dipecahkan dalam penelitian ini adalah:

- 1. Seberapa efektif metode pencampuran logam-terlarut dalam menghasilkan serbuk magnesium oksida dengan kemurnian tinggi?
- 2. Bagaimana karakterisasi pengaruh penambahan PEG terhadap pembentukan magnesium oksida dan ukuran kristalinnya?

#### 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini yaitu untuk membuat magnesium oksida dari hasil pencampuran logam-terlarut asam dengan kemurnian tinggi, serta mengetahui pengaruh penambahan PEG terhadap pembentukan magnesium oksida.

#### 1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini yaitu serbuk yang didapat dari metode logam-terlarut asam merupakan serbuk magnesium oksida dan dengan penambahan PEG400 dan PEG1000 yang diberi perlakuan pemanasan dengan variasi temperatur serta karakterisasi dari MgO berapa ukuran kristalnya.

#### 1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini yaitu diharapkan dapat memperdalam dan menguasai pengetahuan tentang teknologi sintesis dan aplikasi material magnesium oksida yang sekarang ini banyak dikembangkan oleh para peneliti.

#### 1.6 Sistematika Laporan

Sistematika penulisan Tugas Akhir ini secara garis besar adalah sebagai berikut:

- Bab I Pendahuluan, berisi latar belakang, perumusan masalah, batasan masalah,tujuan Tugas Akhir, manfaat Tugas Akhir dan sistematika penulisan laporan.
- Bab II Dasar Teori, meliputi teori yang digunakan sebagai landasan penyusunan Tugas Akhir.
- Bab III Metodologi, merupakan prosedur kerja yang ditempuh untuk menyelesaikan Tugas Akhir ini.
- Bab IV Analisa Data dan Pembahasan, berisi analisa data dan pembahasan hasil pengukuran berdasarkan teori-teori yang ada.
- Bab V Penutup, merupakan bagian penutup Tugas Akhir yang meliputi kesimpulan dan saran

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

#### BAB II TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Magnesium Oksida (periklas)

Periklas merupakan salah satu senyawa keramik yang paling sederhana ditinjau dari aom-atom penyusunnya, karena hanya terdiri dari satu atom logam dan satu atom non logam dalam jumlah yang sama. Sifatnya memiliki konduktivitas stabil pada suhu tinggi, tahan korosi pada suhu tinggi serta tersedia secara melimpah dialam. Sehinggah membuat material ini banyak dikembangkan untuk industry dan teknologi. Periklas banyak digunakan sebagai material konstruksi yang tahan panas dan sebagai wadah atau tempat ubtuk melebur lapisan logam (Sutrisno, 2006).

Karakteristik periklas yaitu berbentuk serbuk campuran berwarna putih, tidak berbau dan sangat halus dan struktur kristalnya pada Gambar 2.2 Periklas mempunyai titik lebur yang tinggi yaitu sekitar 3073 K, dan densitas 3.58 gcm<sup>-3</sup>, dari tingginya temperature leleh ini mengakibatkan periklas menjadi salah satu material tahan panas. Digunakan pada temperature refractory yang tinggi, electrical insulation, pembungkus makanan, kosmetik, dan hal-hal yang berkenaan dengan bidang farmasi. Periklas merupakan salah satu bahan keramik yang banyak digunakan dalam bahan komposit yaitu sebgai penguat yang dapat memperbaiki sifat mekanik dan fisis dari suatu material (Fajarin, 2008; Kumar, 2008).

Secara alami periklas bersifat higroskopis. Oleh sebab itu periklas harus diletakkan dalam sebuah wadah yang dapat melindunginya dari embun. Jika tidak maka terbentuk magnesium hidroksida (Mg(OH)<sub>2</sub>) atau dikenal sebagai brusit yang mengandung air. Untuk mengembalikan brusit menjadi periklas, maka harus dilakukan pemanasan untuk menghilangkan kandungan air didalamnya. Periklas adalah suatu mineral padat putih yang dapat terbentuk secara alami dari magnesium dan oksida, dibentuk oleh suatu ikatan ionic antara satu atom

magnesium dan satu atom okida yang membentuk struktur Kristal FCC (Carp, 2004).



Gambar 2.1 struktur Kristal periklas

 Tabel 2.1 Karakteristik fisis periclasse (Web element 2008)

No	Sifat-sifat	Nilai
1	Struktur Kristal	FCC
2	Warna	Putih
3	Bentuk	Kristal Padat
4	Densitas	3600 Kg.m-3
5	Titik didih	3600 <sup>°</sup> C
6	Titik leleh	2830 <sup>°</sup> C

#### 2.2 Polietilen Glikol (PEG

Polyethylene Glycol atau Polietilen Glikol (PEG) adalah salah satu jenis polimer yang memiliki bentuk polyester garis

lurus atau bercabang dan memiliki struktur kimia yang diakhiri dengan gugus hidroksil primer pada ujung rantai polyester. Struktur umum polietilen glikol adalah sebagai berikut:

 $HO-(CH_2 CH_2 O)_n - CH_2 CH_2 - OH$  2.1

PEG yang mempunyai berat molekul 1000 atau lebih larut dalam air atau pelarut organic seperti alkohol, klorofom, dan hidrokarbon aromatik. PEG tidak larut dalam eter dan kebanyakan alifiatik hidrokarbon. Semakin besar berat molekul maka kelarutan dalam air dan pelarut organik akan menurun. PEG melapisi permukaan partikel-partikel dan mencegah partikel-partikel membentuk gumpalan (*agglomerate*) sehingga tersebar merata dalam supensi. Beberapa sifat utama dari PEG adalah stabil, tersebar merata, higroskopik (mudah menguap), dan dapat mengikat pigment, dll (Kuixiong, 1993).

PEG pada sintesis material memiliki beeberapa fungsi. yaitu PEG sebagai template dapat diartikan sebagai dies atau cetakan untuk membentuk partikel nano dengan bentuk rod (memanjang seperti jarum). Sebagai surfaktan yang mengandung sebuah hidrofilik atau kelompok pencari air (kepala) pada salah satu ujungnya dan sebuah hidrofobik atau kelompok penolak air (ekor) pada ujung yang lain. Ketika PEG sebagai surfaktan dicampurkan dengan sistem MgO nantinya dapat memodifikasi struktur mikro dari partikel nano MgO yang dapat meningkatkan luas permukaan partikel nano MgO dan meningkatkan aktifitas potokatalitik di bawah penyinaran radiasi sinar UV(Chen, 2011). PEG sebagai dispersant atau zat pendispersi adalah bahan yang mendispersi kan partikel-partikel berfungsi untuk dalam supensi(Kusmahetiningsih, 2012).

Angka-angka yang sering termasuk dalam nama PEG menunjukkan berat molekul rata-rata, PEG dengan n = 9 akan memiliki berat molekul rata-rata sekitar 400 *daltons* dan akan diberi label dengan PEG400.

Peranan penambahan Polietilen Glikol dipercaya berperan dalam dua hal, yaitu mencegah penggumpalan dari partikel berukuran nanometer pada fasa-fasa awal dan secara kinetik mengontrol laju pertumbuhan dan bidang-bidang kristalografi sepanjang bidang tertentu. (Jin Du, 2006)

#### 2.3 Analisis Komposisi Fasa

Analisis komposisi fasa dibagi menjadi dua yaitu analisis kualitatif dan analisis kuantitatif. Analisis kualitatif digunakan untuk menentukan fasa apa saja yang terdapat dalam suatu material atau biasa disebut dengan Identifikasi Fasa. Identifikasi fasa didapatkan dari pola hasil difraksi sinar-x atau XRD, dari pola-pola hasil difraksi sinar-X suatu material didapatkan puncakpuncak dari fasa yang terbentuk sehingga dapat diketahui ada atau tidaknya fasa kristal ataupun fasa amorf yang terbentuk. Proses identifikasi fasa selanjutnya dilakukan dengan pencocokan pola difraksi terhitung atau puncak hasil difraksi material yang diuji dengan data terukur yang didapat dari database menggunakan Powder Diffraction File (PDF) untuk mengetahui fasa apa yang terbentuk dari material yang kita uji. Identifikasi fasa dapat dilakukan dengan menggunakan software yaitu dengan peak search (menentukan posisi puncak) dan search match! (pencarian posisi puncak dan pencocokan terhadap basis data (Pratapa, 2004).

Analisis kuantitatif digunakan untuk mengetahui informasi lebih lanjut mengenai material yang kita uji dengan data difraksi sinar-x, misalnya intensitas pola difraksi suatu fasa dalam suatu campuran bergantung pada konsentrasi fasa dalam suatu campuran. Analisa kuantitatif dapat dilakukan secara fisika dan kimia. Analisis secara fisika misalnya dengan difraksi sinar-x, sedangkan analisis kimia dapat memberikan informasi tentang komposisi material tersebut namun memiliki kesulitan dalam membedakan identitas kimiawi dari berbagai fasa dalam material campuran.(Sutrisno, 2006)

#### 2.4 Analisis Menggunakan Metode Rietveld

Metode *Rietveld* pertama kali disusun oleh H.M. *Rietveld* dan digunakan untuk mempelajari struktur kristal dari campuran

uranium oksida (*Rietveld*, 1969) dan selanjutnya metodeini digunakan sebagai alat bantu karakterisasi material kristalin yang berfungsi untuk mengekstrasi berbagai informasi kimiawi maupun struktur mikro (Pratapa, 2004). Metode ini adalah metode pencocokkan tak-linier kurva pola difraksi terhitung (model) dengan pola difraksi terukur yang didasarkan pada data struktur kristal dengan menggunakan metode kuadrat terkecil (*lesast squares*). Apabila telah dicapai keadaan dengan harga simpangan terkecil, berarti telah dicapai kesesuaian antara data difraksi pengamtan dan perhitungan. Pendekatan (penghalusan) antara kurva teoritis dan kurva eksperimen dapat diamati dengan:

$$S = \sum_{i} w_i (Y_{io} - Y_{ic})^2 \qquad 2.3$$

Dengan I menyatakan indeks sebuah titik yang sedang dihitung, intensitas yang diamati  $W_i$  adalah faktor pembobot pada setiap pengamtan,  $Y_{i\sigma}$  adalah pada langkah ke-I, dan  $Y_{i\sigma}$  adalah intensitas yang dihitung pada langkah ke-i.

Tahapan analisis *Rietveld* dilakukan melalui beberapa langkah yang saling berkesinambungan. Pertama, pengumpulan data difraksi sampel. Kedua, pengidentifikasian fas dalam sampel dari data difraksi eksperimen berdasarkan referensi (data ICsD/PDF) yang sesuai dengan data kimia sampel. Ketiga, penyusunan model (pola terhitung). Keempat, penghalusan parameter-parameter hingga diperoleh selisih kuadrat terkecil antara pola difraksi eksperimen dengan pola terhitung.

Indeks keberhasilan atau nilai nilai R banyak digunakan dalam kristalografi untuk menilai keberhasilan penghalusan dengan metode *Rietved*. Hasil *refinement* dapat diterima bila telah memenuhi nilai-nilai dari indeks reabilitas (R) yang terdiri dari *Figures of Merits* (FoM) yaitu *R-profile* ( $R_p$ ), *R-weighted profile* ( $R_{wp}$ ), *R-expected* ( $R_{exp}$ ), *Goodness of Fit* (GoF). Parameter-parameter tersebut adalah tolak ukur kesesuaian antara pola difraksi yang dibuat dengan hasil eksperimen. Nilai FoM akan

berubah selama penghalusan, semakin kecil hargaindeks yang diperoleh maka semakin tinggi tingkat kesesuaian antara model penghitungan dan pengamatan.

Untuk menghitung komposisi masing-masing fasa dari material maka parameter-parameter keluaran hasil penghalusan dengan metode *Rietveld* dimanfaatkan. Metode 'ZMV' relative (Hill dan Howard, 1987) merupakan salah satu metode yang sering digunakan untuk analisis komposisi fasa, dengan persamaan:

$$W_{i} = \frac{s_{1}(ZMV)_{i}}{\sum_{k=1}^{n} s_{k}(ZMV)_{k}}$$
 2.4

dengan Wi fraksi berat relatif fasa I (%), s faktor skala *Rietveld*, Z adalah rumus kimia dalam sel satuan, M adalah berat fasa dan V adalah volum sel satuan.

#### BAB III METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Alat dan Bahan

Peralatan dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah HCl 37%, serbuk Magnesium (MgO) *Merck*, polietilen glikol (PEG) 400 dan 1000.

#### 3.2 Metode sintesis MgO

Sintesis pertama dilakukan tanpa menggunakan PEG, pertama dilakukan dengan melarutkan serbuk Mg 1gr tanpa dengan pemanasan dalam larutan asam HCL 37% 17 ml diaduk dengan magnetic stirrer selama 1 jam hinggah serbuk benar-benar larut berwarna jernih kekuningan, lalu setelah terbentuk larutan, dimana warna larutan yang dibentuk adalah bening, diperkirakan terbentuk larutan MgCl<sub>2</sub>. Kemudian larutan itu di keringkan sampai mengerak dengan suhu konstan dan kecepatan stirrer yang juga konstan. Setelah itu larutan yang mengerak dihaluskan menggunakan mortar dan diayak untuk mendapatkan precursor yang lembut berbentuk serbuk kemudian dikalsinasi dengan variasi suhu antara 200-800<sup>o</sup>C dengan waktu tahan masing-masing 1jam.

Dengan menggunakan PEG, pertama Mg dilarutkan dalam HCl sebanyak 17mL tanpa dengan pemanasan dan diaduk dengan magnetic stirrer selama 1 jam. Setelah larutan terbentuk kemudian ditambahkan PEG400 Dan PEG1000 Kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer kemudian larutan itu di keringkan sampai mengerak dengan suhu konstan, setelah itu larutan yang mengerak dihaluskan menggunakan mortar kemudian dikalsinasi dengan variasi suhu antara 400-800°C dengan waktu tahan masing-masing 1 jam. Sampel yang telah dikalsinasi dianaliis lebih lanjut secara kuantitatif dan kualitatif.

#### 3.3 Karakterisasi Sampel

#### 3.3.1 Differential Scanning Calorimetry-Thermogravimetric Analysis (DSC/TGA)

Differential Scanning Calorimetry-Thermogravimetric Analysis (DSC/TGA) adalah perangkat untuk mengukur perubahan temperatur antara sampel dan referensi yang terkena pemanasan yang sama melalui penempatan simetri terhadap furnish. Material referensi adalah substansi dengan massa thermal yang sama dengan sampel, yang tidak mengalami transformasi dalam rentang temperatur tertentu. Perbedaan temperatur antara sampel dan referensi diukur dengan diferensial termokopel dimana salah satu persimpangannya terhubung dengan bagian bawah krusibel sampel dan sisi lainnya terhubung dengan bagian bawah krusibel referensi. Ketika sampel mengalami transformasi, salah satunya akan menyerap (endotermik) atau melepas (eksotermik) panas. Thermogravimetric Analysis (TGA) adalah analisis untuk mengetahui perubahan berat dari specimen terhadap perubahan temperatur (Speyer, 1994).

Hasil pengamatan terhadap temperatur pada dekomposisi berat suatu keluaran akan memberikan informasi mengenai sifat cuplikan tersebut. Hasil pengamatan dapat digunakan untuk memilih temperatur kalsinasi.Dengan uji DSC/TGA dapat diketahui temperatur transformasi fasa dari sampel serbuk yang keluarannya berupa data dan grafik. Pengujian DSC/TGA dilakukan di Laboratorium Jurusan Material dan Metalurgi ITS. Uji DSC/TGA dilakukan pada rentang suhu 100-1000°C.

#### 3.3.2 Difraksi Sinar-X (XRD)

Metode karakterisasi selanjutnya adalah menggunakan difraksi sinar-x yang bertujuan untuk menganalisis secara kualitatif suatu sampel. Pengujian difraksi sinar-x dilakukan di Laboratorium Difraksi Sinar-X LPPM ITS Surabaya tipe *Philips X'Pert MPD (Multi Purpose Diffraction) system.* Hasil uji difraksi sinar-x adalah berupa pola difraksi yang selanjutnya dilakukan pencocokkan menggunakan data referensi untuk

fasa apa yang terbentuk menggunakan software mengetahui X'Pert HighScore Plus (HSP). Analisis selanjutanya vaitu secara kuantitatif menggunakan perangkat lunak Rietica dan MAUD yang menggunakan prinsip metode Rietveld. Metode Rietveld adalah metode penghalusan (refinement) yang menggunakan pencocokkan pola difraksi terhitung (model) dan pola difraksi (eksperimen) pada data struktur kristal terukur dengan menggunakan metode kuadrat terkecil. Pada penelitian ini dibuat model fasa periklas dari ICSD nomor 9863 yang selanjutnya dilakukan pencocokan pola difraksi terhitung dan terhitung atau biasa disebut dengan proses refinement dengan mengubah parameter-parameter dalam model terhitung diantaranya parameter tersebut adalah sampel (sample pergeseran displacement), fungsi latar (background parameter  $B_0, B_1, B_2, B_3$ ), parameter kisi pada masing-masing sampel (a, b, dan c), faktor skala dan parameter termal isotropis, parameter bentuk kurva Uuntuk Gaussian, parameter Lorentzian terkait ukuran kristal, serta faktor asimetri. Hasil *refinement* yang dilakukan dapat dinyatakan acceptable atau diterima apabila nilai-nilai kesesuaian parameter (Figure of Merits, FoM) vaitu nilai  $R_{wp} < 20\%$  dan nilai kesesuaian antara pola difraksi terhitung dan pola difraksi terukur (Goodness of Fit, GoF) < 4% sesuai dengan pernyataan Kisi (1994).

Ukuran kristal suatu dapat diperkirakan menggunakan perangkat lunak MAUD yang juga menggunakan prinsip metode Rietveld seperti halnya *Rietica*. Pada proses *refinement* parameter-parameter yang diubah meliputi posisi puncak, parameter termal, *microstrain*, parameter kisi fraksi volum dan *cryst size*. Tinggi puncak meliputi *background, cryst size, distribution size variance,* dan *distribution strain decay*. Lebar dan bentuk puncak meliputi *intensity incident,* dan parameter termal. Dalam menggunakan perangkat linak MAUD, untuk menunjukkan bahwa penghalusan *Rietveld* dapat diterima apabila nilai sig (*sigma values*) < 2%.

Tabel 3.1 Nomenklatur pengujian XRD sampel Mgo tanpa penambahan PEG dan dengan penambahan PEG400 dan PEG1000.

Nama	Keterangan	Penjelasan	
MgONP	MgO Non PEG	Serbuk magnesium oksida tanpa penambahan PEG400 atau PEG 1000	
MgOP4	MgO+PEG400	Serbuk magnesium oksida dengan penambahan PEG400	
MgOP10	MgO+PEG1000	Serbuk mahnesium oksida dengan penambahan peg1000	

Misal :

- MgONP 400°C = Serbuk magnesium oksida tanpa Penambahan PEG400 atau PEG1000 setelah dikalsinasi Pada temperatur  $400^{\circ}$ C.

- MgOP4 400°C = Serbuk magnesium oksida dengan penambahan PEG400 setelah dikalsinasi pada temperatur  $400^{\circ}$ C.

- MgOP10  $400^{\circ}$ C = Serbuk magnesium oksida dengan penambahan PEG100 setelah diklasinasi pada temperatur  $400^{\circ}$ C.

#### 3.4 Diagram Alur Penelitian

Secara singkat alur penelitian ini dapat dilihat melalui gambar diagram alur yang disajikan pada Gambar 3.1 di bawah in



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

meningkatnya faktor skala pada temperatur tersebut berkaitan dengan puncak-puncak difraksi yang semakin tinggi, sedangkan pada serbuk MgOP4 dan MgOP10 pada suhu 600°C ke 700°C mengalami kenaikan tapi pada akhirnya pada suhu 700°C ke 800°C mengalami sedikit penurunan. Puncak-puncak difraksi yang semakin tinggi tersebut menandakan kemungkinan kristalinitas yang meningkat. Hasil luaran parameter kisi dan faktor skala secara keseluruhan dapat dilihat pada Lampiran E.



Gambar 4.9 Grafik hubungan faktor skala fasa fungsi temperatur kalsinasi.

Sarbul	Temperatur	Komposisi fasa %	
Serbuk		Periklas	Biskosfit
MgONP	400°C	-	100
	500°C	18.5	81.5
	600°C	100	-
	700°C	100	-
	800°C	100	-
	400°C	-	100
	500°C	-	100
MgOP4	600°C	80.4	19.6
C	700°C	100	-
	800°C	100	-
MgOP10	400°C	-	100
	500°C	-	100
	600°C	87.5	12.5
	700°C	100	-
	800°C	100	-

 Tabel 4.2 Data hasil perhitungan komposisi fasa periklas dan biskosfit dengan *Rietica*.

Tabel 4.2 menunjukkan bahwa PEG berpengaruh dalam mempercepat pembentukan periklas.

#### 4.4.2 Analisis Data Difraksi Sinar-X Menggunakan MAUD

Perangkat lunak MAUD dapat digunakan untuk menentukan estimasi ukuran kristal dari suatu sampel menggunakan hasil pola difraksi sinar-x Lutteroti (2006). Sama halnya dengan perangkat lunak *Rietica*, pada perangkat lunak MAUD juga dilakukan pengubahan parameter-parameter untuk pencocokan pola difraksi terhitung terhadap pola difraksi terukur. Parameter-parameter yang diubah meliputi parameter kisi, *cryst size, microstrain,* fraksi volum, *background, distribution size variance,* dan *distribution strain decay* serta *intensity accident.* Penghalusan parameter terhadap hasil pola difraksi sinar-x dapat
diterima apabila memenuhi nilai kesesuaian yaitu apabila nilai sigma < 2% menurut Lutteroti (2006) seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.3. Selain nilai sigma < 2% hasil penghalusan juga ditandai dengan tidak adanya nilai fluktuatif pada plot selisih yang signifikan antara pola difraksi terhitung dengan pola difraksi terukur yang seperti yang ditunjukkan pada Gambar 410.



Gambar 4.10 Plot hasil penghalusan MAUD sampel MgOP10 setelah kalsinasi pada temperatur 600°C. Nilai FoM

sampel MgOP10 600°C adalah sig = 1.6, R<sub>w</sub> = 23%, R<sub>wnb</sub>

= 22.6%,  $R_B = 17.6$ %,  $R_{exp} = 14.3$ %. Pola difraksi terukur digambarkan dengan warna biru dan pola difraksi terhitung dengan garis hitam. Kurva paling bawah adalah plot selisih antara pola difraksi terhitung dan pola difraksi terukur.

Hasil luaran penghalusan oleh perangkat lunak MAUD dapat digunakan untuk mengestimasi ukuran kristal dari sampel periklas seperti yang disajikan dalam Tabel 4.4.

00	Temperatur	FoM				
Serbuk		Sig	R <sub>w</sub> (%)	R <sub>wnb</sub> (%)	R <sub>b</sub> (%)	R <sub>exp</sub> (%)
	400°C	2.5	26.1	25.3	19	15.1
	500°C	2.5	38.1	25.12	28.1	14.8
MgONP	600°C	1.5	22.8	21.5	17.2	14.4
	700°C	1.6	26	29	19	15.4
	800°C	1.5	23.3	23.3	19	15.4
	400°C	2.5	27.4	25.7	29.7	14.8
	500°C	2.8	29.7	25.4	28.7	19.9
MgOP4	600°C	1.8	25.2	25	20	13.7
	700°C	1.6	24.4	25.7	19	15
	800°C	1.4	21.9	24.3	16	15.5
MgOP1	400°C	2.3	26.8	25.9	28	15.9
	500°C	2.7	24.22	24.4	24.5	14.9
	600°C	1.6	23	22.6	18	14.3
	700°C	1.5	24.3	28.5	18	15.4
	800°C	1.4	21.8	20	15	15.2

**Tabel 4.3** Nilai Figure of Merits (FoM) hasil penghalusanmenggunakan perangkat lunak MAUD

Dari hasil estimasi perhitungan ukuran kristal ditunjukkan pada Tabel 4.4. Rentang ukuran kristal serbuk periklas yang dihasilkan adalah sekitar 100 nm. Variasi ukuran terjadi akibat adanya perlakuan pemberian variasi temperatur kalsinasi yang menyebabkan ukuran kristal yang dihasilkan semakin bertambah besar seiring naiknya temperatur kalsinasi yang diberikan. Tabel 4.4 memperlihatkan pada sampel MgONP dan MgOP1 ukuran kristal periklas tidak berubah secara signifikan terhadap peningkatan temperatur kalsinasi. Pada sampel MgOP4 ukuran kristal periklas sedikit meningkat terhadap peningkatann temperatur. Hasil iuran dari penghalusan yang telah dilakukan menggunakan perangkat lunak MAUD dapat dilihat secara langsung melalui distribusi ukuran kristal yang dilihat pada Gambar-gambar 4.11-4.13.

**Tabel 4.4** Estimasi ukuran kristal sampel-sampel serbuk MgO hasil penghalusan menggunakan perangkat lunak MAUD. Angka di dalam tanda kurung adalah kiraan standar deviasi angka di depannya.

Sarbult	Tomporatur	Ukuran Kristal		
Serbuk	remperatur	Periklas(nm)	Biskosfit (nm)	
	400°C		90(12)	
MgONP	500°C	99	97	
	600°C	97(2)		
	700°C	98(5)		
	800°C	98(3)		
	400°C		90(5)	
	500°C		101	
MgOP4	600°C	98(8)	100	
	700°C	106(4)		
	800°C	119(17)		
	400°C		90	
	500°C		90	
MgOP10	600°C	99(20)	100	
	700°C	98(13)		
	800°C	99(19)		

Distribusi ukuran kristal sampel MgONP, MgOP4 dan MgOP10 terlihat pada Gambar-gambar 4.11, 4.12 dan 4.13. Distribusi ukuran kristal pada sampel MgONP terlihat kehomogenan distribusi kristal dari temperatur 400°C-700°C dan dengan meningkatnya temperatur kalsinasi menyebabkan ukuran kristal fasa periklas semakin membesar dan menyebabkan

distribusi ukuran kristal semakin tidak homogen. Pada serbuk MgOP4 adalah heterogen, distribusi ukuran kristal yang paling heterogen diperoleh pada temperatur 800°C, pada temperatur 400°C-600°C terlihat lebar puncak cenderung lebih sempit, penyempitan lebar puncak menunjukkan bahwa pada temperatur tersebut memiliki kehomogenan ukuran yang tinggi. Sedangkan pada sampel MgOP10 mengindikasikan keseragaman ukuran yang semakin tinggi (monodispersif). Bila ukuran kristal pada suatu sampel beragam maka disebut polidispersif dan sebaliknya disebut monodispersif (Zhang, 2005).



Gambar 4.11 Distribusi ukuran kristal periklas pada sampel MgONP.



Gambar 4.12 Distribusi ukuran kristal periklas pada sampel MgOP4.



Gambar 4.13 Distribusi ukuran kristal periklas pada sampel MgOP10.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

### BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Hasil Sintesis Serbuk Magnesium Oksida

Sintesis serbuk magnesium menggunakan metode logam-terlarut asam dihasilkan sampel-sampel dengan wujud seperti ditunjukkan Gambar-gambar 4.1-4.3 di bawah ini.



Gambar 4.1 Hasil pencampuran serbuk magnesium tanpa PEG dan HCl setelah diaduk selama 1 jam.



**Gambar 4.2** Contoh campuran serbuk magnesium tanpa penambahan PEG dengan HCl setelah dikeringkan pada temperatur 80°C.







(b)

(c)

Gambar 4.3 Serbuk-serbuk hasil pengeringan setelah dimortar serbuk MgONP (b) MgOP4 (c) MgOP10 sesuai dengan numenklatur yang ditunjukkan pada Bab III.

Gambar 4.1 menunjukkan serbuk hasil pencampuran dari serbuk magnesium terlarut HCl tanpa penambahan PEG. Terlihat larutan berwarna kekuningan yang setelah dikeringkan pada temperatur 80°C menjadi berwarna putih seperti tampak pada Gambar 4.2. Setelah dikeringkan, sampel hasil sintesis dimortar seperti ditunjukkan Gambar 4.3. Serbuk MgONP setelah dikeringkan dan dimortar terlihat berwana putih sedangkan serbuk MgOP1 dan MgOP4 berwarna putih agak kecoklatan. Selanjutnya pada serbuk-serbuk hasil sintesis ini dilakukan analisis lebih lanjut guna mengetahui fasa-fasa yang terbentuk dengan memberikan variasi temperatur kalsinasi, karena diperlukan pemanasan untuk membentuk fasa pada serbuk periklas seperti yang dipelajari dari analisis DTA/TGA berikut ini.

#### 4.2 Analisis DTA/TGA

Gambar 4.4 menunjukkan hasil uji DTA/TGA yang bertujuan untuk mengetahui sifat termal dari suatu material melalui massa yang hilang atau muncul ketika diberi perlakuan pemanasan. Garis merah adalah kurva DTA dan warna hitam adalah kurva TGA.



Gambar 4.4 Hasil DSC/TGA serbuk prekrusor magnesium pada rentang temperatur 100°C-1000°C.

Terlihat bahwa pengurangan massa berlangsung melalui tiga tahap. Tahap pertama terjadi pengurangan massa yang sangat signifikan pada temperatur 100°C-230°C sebesar 30%. Rentang

temperatur 100°C-200°C biasanya menunjukkan dekomposisi air yang hilang. Hilangnya molekul air tersebut ditandai adanya puncak eksotermis yang menunjukkan bahwa sistem melepaskan panas. Tahap kedua pada temperatur 230°C-430°C juga terjadi pengurangan massa sebesar 23%. Tahap ketiga pada 430°C-567°C juga terjadi pengurangan massa sebesar 11% yang menuju konstan. Fenomena ini diduga berkaitan dengan terjadinya transformasi fasa dari fasa biskosfit ke periklas. Pada kurva DTA tersebut terlihat bahwa pada temperatur 567°C-1000°C tidak menunjukkan fenomena perubahan massa, tetapi kurva DTA menviratkan terjadinya reaksi eksoterm yang berkaitan dengan pembentukan MgO (periklas). Hasil ini menunjukkan bahwa fasa MgO dapat diperoleh mulai sekitar suhu 567°C. Itulah sebabnya temperatur sintesis yang dipilih dalam riset ini adalah 400, 500, 600, 700, dan 800°C untuk dapat menelusuri pembentukan MgO secara cukup komprehensif.

Hasil DTA/TGA serbuk magnesium tersebut selanjutnya dipadukan dengan hasil XRD pada sub Bab 4.3 untuk lebih meyakinkan fasa-fasa yang terbentuk pada periklas.

#### 4.3 Analisis Data Difraksi Sinar-X (X-Ray Diffraction, XRD)

Setelah pengukuran dengan difraktometer sinar-X dilakukan, diperoleh hasil berupa pola-pola difraksi seperti yang ditunjukkan Gambar 4.5 Hasil XRD serbuk periklas tanpa penambahan PEG (MgONP), serbuk periklas dengan penambahan PEG400 (MgOP4), dan serbuk periklas dengan penambahan PEG1000 (MgOP10) ditunjukkan pada Gambar-gambar 4.5. Adanya fasa kristalin ditunjukkan dengan puncak-puncak difraksi. Hasil identifikasi fasa ditandai dengan simbol-simbol tertentu. Secara umum, fasa periklas terbentuk pada temperatur 600°C. Namun hasil sedikit berbeda tampak saat PEG ditambahkan, yaitu pada temperatur sintesis 600°C teridentifikasi fasa biskosfit. Jadi PEG mempengaruhi reaksi pembentukan periklas pada temperatur 600°C.



21

(b)



<sup>(</sup>c)

Gambar 4.5 Pola difraksi sinar-X (radiasi CuKα<sub>1,2</sub>) sampelsampel serbuk hasil sintesis (a) MgONP (b) MgOP10 dan (c) MgOP4 pada variasi temperatur kalsinasi.

Data DTA/TGA yang ditunjukkan oleh Gambar 4.4 dapat dikonfirmasikan oleh data XRD dalam hal adanya pembentukan fasa kristal periklas yang dimulai pada temperatur kalsinasi 600°C. Terlihat dari pola XRD pada serbuk MgONP pada temperatur 400°C fasa yang terbentuk adalah biskosfit, pada temperatur 500°C mulai terjadi transformasi fasa dari biskosfit ke periklas, hal ini ditandai dengan kemunculan puncak MgO pada posisi  $2\theta$  yaitu 42 meskipun demikian masih terdapat fasa biskosfit. Fasa periklas murni terbentuk pada suhu 600°C. Sedangkan pada serbuk MgONP4 dan MgONP10. Pada kalsinasi 600°C terlihat adanya transformasi fasa dari biskosfit ke periklas

yang ditandai dengan kemunculan puncak utama MgO pada posisi  $2\theta$ , yaitu 36 dan 43°20. Pada semua sampel, fasa periklas murni terbentuk pada kalsinasi temperatur 700°C.

Penambahan PEG berpengaruh pada intensitas fasa periklas, terlihat pada pola xrd sampel MgONP intensitas fasa periklas lebih rendah dibandingkan dengan sampel MgOP10 dan MgOP4. Pada MgONP terlihat bahwa semakin tinggi temperatur maka intensitas fasa periklas juga semakin tinggi. Hal ini berbeda dengan sampel MgOP4 dan MgOP1 pada temperatur 700°C intensitas fasa periklas lebih meninggi daripada pada temperatur 800°C.

Dilihat dari puncak-puncak yang terbentuk pada pola XRD Gambar 4.5(a) secara umum terlihat pada temperatur yang semakin meninggi puncak yang ditunjukkan semakin meninggi dan lebarnya sedikit menyempit, sedangkan pada temperatur kalsinasi rendah puncak yang terlihat cenderung rendah dan sedikit agak melebar. Menurut Pratapa dkk. (2010), lebar puncak dan tinggi puncak dapat mengindikasikan ukuran kristal nanometrik dan kristalinitas suatu material. Secara umum, hasil analisis kekristalan seperti ditunjukkan Gambar 4.6 menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur maka kristalinitas juga meningkat.

Energi termal yang terus meningkat dapat mengakibatkan pertumbuhan kristal yang terus menerus hingga transformasi akhir, yaitu amorf menjadi kristal. Laju pertumbuhan kristal akan semakin tinggi dengan meningkatnya temperatur pemanasan yang dikenai pada bahan tersebut. Gambar 4.6 juga menunjukkan bahwa keberadaan PEG tidak secara signifikan mengubah perilaku kristalisasi periklas.

Analisis selanjutnya untuk mengetahui komposisi fasa suatu material dilakukan menggunakan perangkat lunak *Rietica* sedangkan ukuran kristalnya diperoleh dengan menggunakan perangkat lunak MAUD.





Gambar 4.6 Hubungan temperatur terhadap kristanilitas (a) MgONP, (b) MgOP4, (c) MgOP10

#### 4.4 Analisis Kuantitatif Fasa menggunakan Metode Rietveld 4.4.1 Analisis Data Difraksi Sinar-X menggunakan *Rietica*

Langkah awal yang dilakukan untuk memulai dalam penghalusan (*refinement*) menggunakan perangkat lunak *Rietica* adalah dengan membuat model data terhitung yang dipilih dari data struktur kristal ICSD yang sesuai dengan fasa pada periklas, yaitu data ICSD *Periklas* 9863 dan *Bischofite*. Salah satu contoh pola difraksi terhitung yang digunakan sebagai model pada sampel MgONP ditunjukkan pada Gambar 4.7. Model pola difraksi terhitung selengkapnya disajikan pada Lampiran B. Gambar 4.7 memperlihatkan posisi-posisi puncak yang sesuai dengan posisi puncak periklas pada pola XRD serbuk periklas. Hal ini menunjukkan bahwa model-model tersebut dapat diterima dan bisa digunakan untuk menghaluskan nilai parameter-parameter data difraksi terhitung terhadap data difraksi terukur sampel-sampel serbuk dengan mengubahnya berdasar algoritme

pencocokan kurva sebagaimana yang telah dilakukan oleh Pratapa (1997). Parameter-parameter yang diubah nilainya meliputi latar belakang *(background)*, parameter kisi, parameter termal, parameter *Lorentzian, sample displacement, lattice parameter, scale factor*. Hasil penghalusan yang dilakukan pada data difraksi sinar-x tersebut dapat diterima apabila kesesuaian nilai-nilai parameter (*Figures-of-Merit, FoM*) telah tercapai, yaitu nilai *R-profile* ( $R_p$ ), *R-weighted profile* ( $R_{wp}$ ), *R-expected* ( $R_{exp}$ ) kurang dari 20% dan nilai *GoF* kurang dari 4% yang sesuai dengan pernyataan Kisi (1994) dan ditampilkan Tabel 4.1.

Selain itu tingkat kesesuaian antara pola difraksi terukur dan pola difraksi terhitung dikatakan cukup baik apabila tidak terjadi fluktuasi yang signifikan pada plot selisih antara pola difraksi data terukur dan terhitung sebagaimana contoh yang ditunjukkan pada Gambar 4.7. Nilai-nilai FoMs dan rendahnya fluktuasi plot menandakan bahwa proses penghalusan selesai dan parameterparameter yang dihasilkan dapat digunakan untuk analisis lanjut. Hasil penghalusan secara lengkap untuk semua sampel disajikan pada Lampiran C.



**Gambar 4.7** Contoh model pola difraksi terhitung fasa periklas (ICSD *periklas* 9863) untuk sampel MgONP.

Serbuk	Temperatur	FoM				
Scibuk	remperatur	GoF	Rp	Rwp	Rexp	
MgONP	400°C	3.90	19.76	23.78	14.36	
	500°C	3.01	15.1	23.75	14.86	
	600°C	1.87	14.8	19.88	14.51	
	700°C	2.38	16.45	23.84	15.44	
	800°C	2.19	15.08	22.07	15.47	
	400°C	3.43	19.72	23.98	14.60	
	500°C	2.91	19.23	22.34	14.92	
MgOP4	600°C	3.34	19.55	25.21	13.79	
	700°C	2.42	17.46	23.48	15.09	
	800°C	2.03	15.08	21.41	15.5	
MgOP10	400°C	3.49	19.56	25.76	14.56	
	500°C	2.33	19.72	24.41	14.97	
	600°C	2.63	17.68	23.31	14.35	
	700°C	2.92	16.14	22.88	15.45	
	800°C	1.9	14.46	20.9	15.24	

**Tabel 4.1** Hasil luaran *Figures-of-Merits* (FoM) hasil analisis dengan *Rietica* dari data XRD sampel-sampel serbuk periklas.

Dari luaran *Rietica* diperoleh hasil yang dapat dilihat secara langsung berupa komposisi fasa, parameter kisi dan skala parameter. Dapat diketahui perbedaan komposisi fasa pada MgONP, MgOP1 dan MgOP4. Pada MgONP Pada MgONP terjadi komposisi fasa pada temperatur 500°C yaitu fasa biskosfit dan periklas. Pada MgOP1 dan MgOP4 pada temperatur 500°C hanya teridentifikasi fasa biskosfit saja sedangkan pada temperatur 600°C terjadi komposisi fasa pada biskosfit dan periklas. Komposisi fasa pada biskosfit dan periklas dapat dilihat pada Tabel 4.2.



**Gambar 4.8** Hasil penghalusan perangkat lunak *Rietica* serbuk MgONP pada kalsinasi suhu 700°C nilai Gof 2.38 R<sub>p</sub> 16.45% dan R<sub>wp</sub> 23.84

Analisis melalui parameter kisi, MgO merupakan bahan keramik yang susunan kristalnya berbentuk kubik dengan panjang kisi yang sama a=b=c. Parameter kisi pada pada sampel MgONP mengalami penurunan pada temperatur 600°C ke 800°C dan tidak banyak berubah. Sedangkan pada sampel MgOP4 mengalami kenaikan yang menanjak dari temperatur 600°C-800°C Dan pada sampel MgOP1 pada temperatur 600°C ke 700°C mengalami kenaikan sebesar 0.0017 sedangkan pada temperatur 700°C ke 800°C mengalami penurunan sebesar 0.0005. Secara umum parameter kisi turun terhadap kenaikan suhu untuk semua sampel. Dalam hal ini penambahan PEG berpengaruh pada parameter kisi.

Analisis melalui faktor skala, parameter ini dapat digunakan untuk menganalisis tinggi puncak. Gambar 4.9 memperlihatkan hubungan parameter ini dengan peningkatan temperatur kalsinasi. Pada serbuk MgONP faktor skala meningkat seiring dengan kenaikan temperatur yaitu pada temperatur 400°C sampai 800°C,

### BAB V KESIMPULAN

#### 5.1 Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan:

- 1. Sintesis magnesium oksida dengan metode logam-terlarut asam telah berhasil dilakukan dan menghasilkan dua fasa, yaitu periklas dan biskosfit.
- 2. Fasa periklas terbentuk dengan kemurnian tertinggi hingga 100% pada temperatur kalsinasi 600°C tanpa menggunakan PEG.
- 3. Ukuran kristal periklas dan biskosfit yang didapatkan tanpa penambahan PEG adalah pada rentang 90-98 nm.
- 4. Penambahan PEG400 dan PEG1000:
  - a. tidak secara signifikan berpengaruh pada pembentukan periklas; Secara umum fasa periklas terbentuk pada temperatur 600°C, tetapi pada sampelsampel MgOP4 dan MgOP10 pada temperatur kalsinasi tersebut juga terdapat fasa biskosfit.
  - b. tidak berpengaruh pada ukuran kristal periklas, yaitu sekitar 90-99 nm, bahkan pada sampel MgOP4 ukuran kristal periklas mencapai nilai lebih dari 110 nm.
  - c. berpengaruh pada distribusi ukuran kristal, sampel MgOP10 lebih monodispersif dibandingkan sampel MgONP dan MgOP4.

### 5.2 Saran

Dari Hasil penulisan tugas akhir ini disarankan untuk dilakukan pengujian *Transmission Electron Microscopy* (TEM) untuk mengkonfirmasi ukuran kristal yang sebenarnya dari serbuk magnesium oksida yang disintesis menggunakan metode logam-terlarut asam.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

### LAMPIRAN A

ICSD untuk pemodelan dari database

Data ICSD untuk Periklas

COL ICSD Collection Code 9863

DATE Recorded Jan 1, 1980; updated Jan 19, 1999

NAME Magnesium oxide

**MINR** Periclase

FORM Mg O

= Mg O

TITL X-ray determination of electron-density distributions in oxides,

Mg O, Mn O, Co O, and Ni O, and atomic scattering factors of their

constituent atoms

REF Proceedings of the Japan Academy

PJACA 55 (1979) 43-48

AUT Sasaki S, FujinoK, TakeuchiY

CELL a=4.217(1) b=4.217(1) c=4.217(1) à=90.0 á=90.0 c=90.0 V=75.0 D=3.56 Z=4

SGR F m -3 m (225) - cubic

CLAS m-3m (Hermann-Mauguin) - Oh (Schoenflies)

PRS cF8

ANX AX

 Mg
 1
 2.000
 4a
 0.
 0.
 0.

 O
 1
 -2.000
 4b
 1/2
 1/2
 1/2

 WYCK b a
 ITF
 Mg
 1
 B=0.312
 ITF
 O
 1
 B=0.362

 REM
 M PDF
 43-1022
 RVAL
 0.013
 0.
 0.
 0.

Data ICSD untuk Bikosfit

COL ICSD Collection Code 9011352

DATE Recorded Jan 1, 1980; updated Jan 19, 1999

NAME Magnesium chlorida

**MINR** Bischofite

FORM MgCl<sub>2</sub> (H<sub>2</sub>O)<sub>6</sub>

= MgCl<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>6</sub>

TITL X-ray determination of electron-density distributions in bichosfite crystal

AUT Sasaki S, FujinoK, TakeuchiY

CELL a=9.9(1) b=7.15(1) c=6.1(1) à=90.0 á=94.0 ç=90.0 Z=2

SGR C 2/m -monoclinic

Mg	1 2.000	4a	0.	0.	0.
Cl			0.318	0	0.615
01			0.2	0	0.11
02			0.96	0.2	0.225

### Lampiran B

### Pola Hasil Penghalusan pada Perangkat Lunak Rietica

### A. Sampel serbuk MgONP 600°C



B. Sampel serbuk MgOP4 600°C



## C. Sampel serbuk MgOP10 600°C



### D. Sampel serbuk MgONP $700^{\circ}C$



44

## E. Sampel serbuk MgONP4 700°C



## F. Sampel serbuk MgOP10 700°C



## G. Sampel serbuk MgONP 800°C



## H. Sampel serbuk MgOP4 $800^{\circ}C$





# I. Sampel serbuk MgOP10 800°C

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

### LAMPIRAN C

### Pola Hasil Refinement MAUD

A. MgONP  $600^{\circ}C$ 



**B.** MgOP4 600°C



C. MgOP10 600°C



D. MgONP 700°C



E. MgOP4 700°C



**F.** MgOP10 700°C





**G.** MgO 800°C





**I.** MgOP10 800°C



### LAMPIRAN D

Hasil Keluaran Rietica Sampel Serbuk MgO

	MgONP	
Parameter	MgO	
	600 <sup>o</sup> C	
	Rp (%)	14.89
FOM	Rwp(%)	19.90
1 0101	Rexp(%)	14.51
	Gof (%)	1.88
	1.5176	
	B1	2.1555
Background	BJ	-0.46800E-
Duckground	D2	01
	D2	0.226092E-
	D5	03
Sample dispalcement	0.05210	
Phase Scale		0.51357
	а	4.212388
Parameter Kisi	b	4.212388
	с	4.212388
Cell Volume		74.745483
Density	3.580	
Asymetri	0.02(3)	
U	0.070313	
Gamma 0	0.31523	
Derived Bragg R-factor	1.70	

Parameter		MgOPEG10_600°C					
		Periklas	Bischofite				
	Rp (%)	17.68					
EOM	Rwp(%)	23.31					
FOM	Rexp(%)	14.35					
	Gof (%)	2.63					
	B0	22.9025	22.9025				
Background	B1	-0.182227E-01	- 0.182227E- 01				
	B2	0.174585E-01	0.174585E- 01				
	В3	-0.333926E-03	- 0.333926E- 03				
Sample Diplacement		0.24741					
Phase S	Scale	0.475796E-020	0.500092E- 04				
D (	а	4.212593	9.873992				
<i>Faranieter</i>	b	4.212593	7.121498				
K151	с	4.212593	6.081964				
Cell Vo	lume	74.756	426.63				
Dens	ity	161.2	1.488				
Asym	etri	0.0200	0.0100				
U		0.065243	0.680000				
Gamma 0		0.379047	0.977029				
Derived Bragg R Factor		3.43	4.29				
Doromator		MgOPEG4_600°C					
---------------------------	---------	---------------	-----------------------	--	--	--	--
Param	eter	Periklas	Bischofite				
Rp (%)		19.56					
FOM Rexp(%) Rexp(%)		25.22					
		13.79					
	Gof (%)	3.34					
	B0	12.5429	12.5429				
	B1	1.40599	1.40599				
Background	B2	-0.195126E-01	- 0.195126E- 01				
	В3	-0.425234E-04	- 0.425234E- 04				
Sample Diplacement		0.24268					
Phase Scale		0.387970E-020	0.700655E- 040				
Demonster	а	4.210530	9.870355				
Vigi	b	4.210530	7.115600				
K151	с	4.210530	6.072845				
Cell Vo	lume	74.646660	425.493317				
Density		3.585	1.492				
Asymetri		0.0200	0.0100				
Ū		0.134284	0.289482				
Gamm	na O	0.335503	0.389877				
Derived Bragg R Factor		2.36	3.39				

Parameter	MgONP	
	16 45	
	$\frac{\text{Kp}(76)}{\text{D}(76)}$	10.43
FOM	Rwp(%)	23.84
	Rexp(%)	15.44
	Gof (%)	2.38
	B0	28.9
Background	B1	0.996
Dackground	B2	0.104496E-01
	B3	-
Sample dispalcement	0.20951	
Phase Scale	0.73938	
	а	4.215318
Parameter Kisi	b	4.215318
	с	4.215318
Cell Volume	•	74.901573
Density	3.572	
Asymetri	0.02(3)	
U	0.122771	
Gamma 0	0.25639	
Derived Brag R-factor	3.01	

Deremeter		MgO PEG 1000		
Parameter	MgOP10 700 <sup>o</sup> C			
	Rp (%)	16.14		
FOM	Rwp(%)	2288		
	Rexp(%)	15.45		
	Gof (%)	2.92		
	B0	48.3540		
Background	B1	-3.03135		
Dackground	B2	0.727002E-01		
	B3	-0.572491E-03		
Sample dispalcement	0.22786			
Phase Scale	;	0.75141		
	а	4.2146		
Parameter Kisi	b	4.2146		
	с	4.2146		
Cell Volume	74.865944			
Density	3.574			
Asymetri	0.02 (3)			
U	0.111			
Gamma 0	0.3798			
Derived Brag R-factor	3.04			

Parameter	MgO PEG 400	
	MgOP4 700 <sup>o</sup> C	
	Rp (%)	17.46
FOM	Rwp(%)	23.48
	Rexp(%)	15.09
	Gof (%)	2.42
	B0	43.6
Background	B1	-2.596
Dackground	B2	0.605161E-01
	B3	-0.464628E-03
Sample dispalcement	0.0700	
Phase Scale		0.7686
	а	4.2148
Parameter Kisi	b	4.2148
	с	4.2148
Cell Volume		74.877197
Density	3.574	
Asymetri	0.02(3)	
U	0.109307	
Gamma 0	0.2674	
Derived Bragg R-factor	3.45	

	MaOND		
Parameter			
	MgO 800°C		
	Rp (%)	15.08	
FOM	Rwp(%)	22.07	
	Rexp(%)	15.47	
	Gof (%)	2.19	
	B0	47.8	
Background	B1	3.03	
Dackground	B2	0.734873E-01	
	B3	0.582195E-03	
Sample dispalcement		0.14355	
Phase Scale		0.73182	
	а	4.2176	
Parameter Kisi	b	4.2176	
	с	4.2176	
Cell Volume	75.023293		
Density	3.567		
Asymetri	0.166(3)		
U	0.001		
Gamma 0	0.3374		
Derived Bragg	1 0 1		
R-factor	1.01		

Parameter		MgO PEG1000		
	MgOP10 800°C			
	Rp (%)	14.46		
FOM	Rwp(%)	20.9		
I OIVI	Rexp(%)	15.24		
	Gof (%)	1.9		
	B0	43.80		
Background	B1	-2.4352		
Dackground	B2	0.618458E-01		
	B3	-0.475819E-03		
Sample dispalcement	0.12246			
Phase Scale	;	0.778302		
	а	4.2141		
Parameter Kisi	b	4.2141		
	с	4.2141		
Cell Volume	e	74.8383		
Density	3.575			
Asymetri	0.02(3)			
U	0.0932			
Gamma 0	0.2871			
Derived Brag R-factor	2.23			

Parameter		MgO PEG400		
r arameter	MgOP4 800 <sup>o</sup> C			
	Rp (%)	15.08		
FOM	Rwp(%)	21.41		
	Rexp(%)	15.5		
	Gof (%)	2.03		
	B0	44.9536		
Background	B1	-2.66055		
Dackground	B2	0.617751E-01		
	B3	-0.476766E-03		
Sample dispalcement		0.09662		
Phase Scale		0.84329		
	а	4.2186		
Parameter Kisi	b	4.2186		
	с	4.2186		
Cell Volume		75.080612		
Density	3.564			
Asymetri	0.02(3)			
U	0.08752			
Gamma 0	0.2925			
Derived Brag	2 30			
R-factor	2.50			

## LAMPIRAN E

Hasil Keluaran Rietica Komposisi Fasa, Parameter kisi dan Factor skala

Serbuk Temperatur		Periklas		Biskosfit					
	1	%	a=b=c	SF	%	а	b	с	SF
	400°C	-	-	-	100	9.862	7.109	6.106	0.1306
	500°C	18.45	4.211	0.307	81.55	9.841	7.102	6.081	0.1026
MgONP	600°C	100	4.212	0.514	-	-	-	-	-
	700°C	100	4.215	0.731	-	-	-	-	-
	800°C	100	4.214	0.74	-	-	-	-	-
	400°C	-	-	-	100	9.845	7.116	6.103	0.1353
MgOP4	500°C	I	-	-	100	9.851	7.114	6.085	0.1118
	600°C	99.83	4.211	0.388	0.17	9.87	7.116	6.073	0.7006
	700°C	100	4.215	0.843	-	-	-	-	-
	800°C	100	4.219	0.769	-	-	-	-	-
	400°C	-	-	-	100	9.861	7.13	6.14	0.137
	500°C	-	-	-	100	9.869	7.125	6.093	0.1062
MgOP10	600°C	87.54	4.213	0.476	12.46	9.874	7.121	6.082	0.5
-	700°C	100	4.215	0.778	-	-	-	-	-
	800°C	100	4.214	0.751	-	-	-	-	-

## DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A Data ICSD untuk pemodelan dari database41
LAMPIRAN B Pola hasil refinement dengan Rietica43
LAMPIRAN C Pola hasil refinement dengan MAUD49
LAMPIRAN D Hasil keluaran Rietica serbuk MgO54
LAMPIRAN E Hasil keluaran Rietica parameter kisi dan factor
Skala63

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

## DAFTAR PUSTAKA

- Afra Juwita, (2009). Preparasi Mangan Oksida Hasil Pertukaran Kation Mg<sup>2+</sup> dengan K-Birnesssite yang Disintesis Menggunakan Reduktor Glukosa. Jurusan Kimia FMIPA Bina widya. Pekanbaru.
- Binar dan Nurhayati, A., (2009). Analisis Data Difraksi Presentasi Software, Tugas Kuliah, Jurusan Fisika FMIPA ITS, Surabaya.
- Carp, O., C. L. (2004). "Photoinduced Reactivity of Titanium Dioxide." Elsevier : Germany: 33-177.
- Fajrin, R. (2008). Analisis pembentukan material nanokristal dari material amorf berbasis zirconium pada temperatur 390-410C. Fisika FMIPA. Surabaya, ITS.
- Kuixiong, Gao. (1993). Polyethilen Glykol as an Embadment for Microcopy and Histochemistry. CRC Press. ISBN 978-0-8493-4323-0. Page 1-10
- Kusmahetiningsih, Nining. (2012). Aplikasi TiO<sub>2</sub> sebagai self Cleaning Pada Cat Tembok Dengan Dispersant Polietilen Glikol (PEG). Jurusan Teknik fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya.
- Lutterotti, L. (2006). *MAUD tutorial-instrumental Broadening Determination*. Trento, Universitas Trento.
- Nourma safarina, (2009). Sintesis Senyawa Kompleks Ion Logam Mn(II) dengan Ligan 2-Feniletilamin. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya.

- Pratapa, S., (2004). *Bahan Kuliah Difraksi Sinar-X*. Jurusan FMIPA ITS.Surabaya.
- Pratapa, S. (2009). *Bahan Kuliah Difraksi Sinar-X*. Jurusan Fisika. Surabaya.
- Rietvield, H. M. (1969). "A profile refinement method for nuclear and magnetic structures." Journal of Applied Crystallography vol.2: pp.65-71.
- Sartono (2006). "Nanoteknologi." Fisika FMIPA. Universitas Indonesia.
- Speyer, F Robert. (1993). *Thermal Analysis of Materials*. Maecel Dekker, New York.
- Suasmoro, (2000). *Fisika Keramik*. Jurusan FMIPA ITS. Surabaya
- Sutrisno (2006). Analisis kuantitatif untuk campuran korundum dan periklas dengan efek mikroabsorbsi. Fisika-FMIPA Surabaya, ITS.
- Smallman, R.E dan Bishop, R.J.(2000). Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material. Erlangga. Jakarta
- Van vlack, L.H.,(1992), *Material Science and Engineering*. John Willey and Sons, New York.
- Young, R.A.(1993), Introduction to The Rietveld Method in the Rietveld method, ed. Young, R.A, Oxford University Press, Oxford,pp. 1-38.

## **BIODATA PENULIS**



Diana" Penulis "Dien Rosma merupakan anak dari 3 pertama bersaudara, lahir di Gresik pada tanggal 16 Februari tahun 1993. Semasa kecil penulis menempuh pendidikan formal antara lain di TK Aisyiyah Bustanul Athfal, SD Muhammadiyah 10, SMP Muhammadiyah 10 dan SMA Negeri 1 Sidayu. Penulis adalah seorang gadis vang lebih suka menghitungdaripada menghafal sehingga pada saat sekolah di tingkat SMA penulis sekolah dijurusan Sehingga IPA. pada saat PMDK

mengambil jurusan FISIKA di ITS Surabaya. Penulis merupakan mahasiswa FISIKA-ITS angkatan tahun 2010 dengan bidang minat Fisika Material. Semasa menjadi mahasiswa, penulis aktif dalam organisasi HIMASIKA ITS sebagai staff Departemen Dagri periode 2011-2012. Harapan besar penulis adalah bisa memanfaatkan usia yang masih muda ini untuk terus belajar dan berkarya. Untuk mendapatkan informasi lebih lanjut mengenai Tugas Akhir ini dapat menghubungi penulis melalui email (dien.capin@gmail.com).