



**TUGAS AKHIR - SF 141501**

**AKTIVASI MEKANIK PADA SINTESIS SERBUK  
FORSTERIT ( $Mg_2SiO_4$ ) DENGAN BAHAN  
DASAR SERBUK PERIKLAS ( $MgO$ ) DAN  
SERBUK SILIKA AMORF ( $SiO_2$ )**

**AFIDA KHOLIFATUNNISA  
NRP 1111 100 011**

**Dosen Pembimbing  
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.**

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



FINAL PROJECT - SF 141501

**MECHANICAL ACTIVATION IN THE  
SYNTHESIS OF FORSTERITE POWDER  
( $Mg_2SiO_4$ ) USING PERICLASE POWDER ( $MgO$ )  
AND AMORPHOUS SILICA POWDER ( $SiO_2$ )  
AS THE RAW MATERIALS**

**AFIDA KHOLIFATUNNISA  
NRP 1111 100 011**

**Advisor  
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.**

**Physics Departement  
Faculty Mathematics and Natural Science  
Sepuluh Nopember Institute of Technology  
Surabaya 2015**

**AKTIVASI MEKANIK PADA SINTESIS SERBUK  
FORSTERIT ( $Mg_2SiO_4$ ) DENGAN BAHAN DASAR  
SERBUK PERIKLAS ( $MgO$ ) DAN SERBUK SILIKA  
AMORF ( $SiO_2$ )**

**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 :  
AFIDA KHOLIFATUNNISA  
NRP. 1111 100 011**

**Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir :**

**Prof. Suminar Pratapa, Ph.D. (.....)**



# MECHANICAL ACTIVATION IN THE SYNTHESIS OF FORSTERITE POWDER ( $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ ) USING PERICLASE POWDER ( $\text{MgO}$ ) AND AMORPHOUS SILICA POWDER ( $\text{SiO}_2$ ) AS THE RAW MATERIALS

**Name** : Afida Kholifatunnisa  
**NRP** : 1111100011  
**Major** : Fisika, FMIPA – ITS  
**Advisor** : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

## Abstract

*The synthesise of forsterite powder has been carried out by mechanical activation of periclase powder ( $\text{MgO}$ ) and amorphous silica powder ( $\text{SiO}_2$ ) as the raw materials. The silica and magnesia powder were thoroughly mixed using planetary ball mill apparatus with milling time of 1, 2, 3 hours and without mechanical activation. The mixture were then calcined at temperature 950, 1050, and 1150°C for 4 hours to produce forsterite powder. Phase characterizations were done using X-Ray Diffraction (XRD) technique, while the crystal size was determined using Transmission Electron Microscopy (TEM). Analysis of the diffraction data was carried out using Rietica software based on the Rietveld method. Overall phase formed after the synthesis were forsterite, periclase, cristobalite, and protoenstatite. The highest of forsterite content in the sample using mechanical activation was at milling time 3 hours by calcination at 950 °C - reaching 87,9 %wt. For all temperatures, the content of forsterite increased with increasing mechanical activation time, the temperature of calcination to form forsterite decreased by the time. The crystallite size decreased with increasing mechanical activation time. The TEM-based size for sample calcined at 950°C after 3 hours mechanical activation time was around 81 nm, while that of 1050°C without milling was around 94 nm .*

**Keywords:** *forsterite, amorphous silica, periclase, mechanical activation.*

# AKTIVASI MEKANIK PADA SINTESIS SERBUK FORSTERIT ( $Mg_2SiO_4$ ) DENGAN BAHAN DASAR SERBUK PERIKLAS ( $MgO$ ) DAN SERBUK SILIKA AMORF ( $SiO_2$ )

**Nama** : Afida Kholifatunnisa  
**NRP** : 1111100011  
**Jurusan** : Fisika, FMIPA – ITS  
**Pembimbing** : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

## Abstrak

Telah dilakukan aktivasi mekanik pada sintesis forsterit ( $Mg_2SiO_4$ ) menggunakan bahan dasar serbuk periklas ( $MgO$ ) dan serbuk silika amorf ( $SiO_2$ ). Serbuk silika dan magnesia dicampurkan dengan aktivasi mekanik menggunakan planetary ball mill selama 1, 2, 3 jam dan tanpa aktivasi mekanik. Campuran tersebut kemudian dilakukan kalsinasi pada temperatur 950, 1050, dan 1150°C selama 4 jam untuk membentuk serbuk forsterit. Karakterisasi fase dilakukan dengan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD), sementara ukuran kristal ditentukan dengan menggunakan Transmission Electron Microscopy (TEM). Analisis data difraksi dilakukan dengan menggunakan Rietica berbasis metode Rietveld. Secara keseluruhan fase yang terbentuk setelah sintesis adalah forsterit, periklas, kristobalit, dan protoenstatit. Presentase berat forsterit tertinggi dengan perlakuan aktivasi mekanik terbentuk pada aktivasi mekanik 3 jam dengan temperatur kalsinasi 950°C – 87,9 %wt. Pada semua temperatur, kandungan forsterit meningkat seiring dengan peningkatan waktu aktivasi mekanik, forsterit dapat terbentuk pada temperatur kalsinasi yang lebih rendah. Ukuran kristal berkurang seiring dengan peningkatan waktu aktivasi mekanik. Berdasarkan hasil TEM ukuran kristal untuk sampel dengan temperatur kalsinasi 950°C setelah aktivasi mekanik selama 3 jam adalah sekitar 81 nm, sedangkan sampel dengan temperatur kalsinasi 1050°C tanpa aktivasi mekanik adalah sekitar 94 nm.

**Kata kunci:** forsterit, silika amorf, periklas, aktivasi mekanik

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah yang Maha Esa atas limpahan rahmat-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir sebagai syarat wajib untuk memperoleh gelar sarjana jurusan Fisika FMIPA ITS dengan judul :

### **Aktivasi Mekanik pada Sintesis Serbuk Forsterit ( $Mg_2SiO_4$ ) dengan Bahan Dasar Serbuk Periklas ( $MgO$ ) dan Serbuk Silika Amorf ( $SiO_2$ )**

Penulis menyadari dengan terselesaikannya penyusunan tugas akhir ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Prof. Suminar Pratapa, Ph.D., selaku dosen pembimbing Tugas Akhir yang senantiasa memberikan bimbingan, wawasan, pemantauan, dan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir.
2. Bapak, ibu, dan nenek tercinta yang senantiasa memberikan do'a serta dukungan moral dan spiritual terhadap keberhasilan penulis menyelesaikan Tugas Akhir ini.
3. Kakak-kakak tercinta, Chamid Nahrowi dan Hanis Miftahkul Hidayah, serta adik tercinta Mahfudz 'Abidush Shidqi atas dukungan dan motivasi yang selalu diberikan dalam suka dan duka.
4. Dr. Yono Hadi Pramono, M. Eng dan Dr. Melania Suweni Muntini, M.T selaku Ketua Jurusan dan Sekretaris Jurusan Fisika FMIPA ITS.
5. Seluruh Staf Pengajar di Jurusan Fisika ITS.

6. Seluruh karyawan Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika ITS.
7. Tim penelitian dan teman-teman satu dosen pembimbing, Bu Upik Nur Baiti, Fikriyatul Azizah Su'ud, dan Filza Amalina, Humaatul Islam, Kunti Nailazzulfa, Gita Ayu Aptiliyana, Tri Wahyuni, Mbak Nur Aini, dan Mbak Musyarofah yang turut membantu dalam penelitian dan diskusi di laboratorium.
8. Teman-teman FOTON 2011, FOSIF 13-14, SPR G-12, dan RJ, atas kekeluargaan dan kebersamaan dalam suka dan duka.

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

Surabaya, Juni 2015

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>Halaman Judul</b> .....	<b>i</b>
<b>Halaman Pengesahan</b> .....	<b>iii</b>
<b>Abstrak</b> .....	<b>iv</b>
<b>Abstract</b> .....	<b>v</b>
<b>Kata Pengantar</b> .....	<b>vi</b>
<b>Daftar Isi</b> .....	<b>viii</b>
<b>Daftar Gambar</b> .....	<b>x</b>
<b>Daftar Tabel</b> .....	<b>xi</b>
<b>Daftar Lampiran</b> .....	<b>xii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Batasan Masalah.....	3
1.4 Tujuan Penelitian.....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	3
1.6 Sistematika Penulisan.....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>5</b>
2.1 Pasir Silika, SiO <sub>2</sub> .....	5
2.2 Periklas (MgO).....	6
2.3 Forsterit (Mg <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub> ).....	8
2.4 Sintesis Forsterit dengan Aktivasi Mekanik.....	10
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b> .....	<b>13</b>
3.1 Desain Penelitian.....	13
3.2 Prosedur Kerja.....	13
3.2.1 Ekstraksi SiO <sub>2</sub> .....	13
3.2.2 Sintesis SiO <sub>2</sub> Amorf.....	14
3.2.3 Sintesis Forsterit (Mg <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub> ).....	14
3.3 Pengujian XRD (X-Rays Diffraction).....	15
3.4 Diagram Alir Penelitian.....	17
3.4.1 Ekstraksi SiO <sub>2</sub> .....	17
3.4.2 Sintesis SiO <sub>2</sub> amorf.....	18
3.4.3 Sintesis Forsterit (Mg <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub> ).....	19
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	<b>21</b>

4.1	Penyiapan Sampel.....	21
4.2	Analisis Kualitatif dan Kuantitatif.....	23
4.3	Analisis Ukuran Kristal .....	30
<b>BAB V KESIMPULAN .....</b>		<b>31</b>
5.1	Kesimpulan .....	31
5.2	Saran .....	31
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>		<b>33</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>		<b>37</b>

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Karakteristik Fisis Periklas .....	7
Tabel 4.1	Kandungan Unsur Si pada Sampel-sampel Setelah Tahap Pemurnian dari Pasir Silika Tanah Laut berdasarkan Pengujian XRF .....	21
Tabel 4.2	Hasil Luaran <i>Figures-of-Merits</i> (FoM) Berdasarkan Analisis dengan <i>Rietica</i> dari Data XRD pada Masing-Masing Sampel .....	27
Tabel 4.3	Persentase Berat yang Terbentuk pada Masing-Masing Sampel .....	28

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Pasir Silika Tanah Laut.....	5
Gambar 2.2 Struktur Kristal Periklas.....	7
Gambar 2.3 Struktur Kristal Forsterit.....	8
Gambar 2.4 <i>Planetary Ball Mill</i> .....	10
Gambar 4.1 Serbuk Silika Amorf yang Siap untuk Sintesis Forsterit.....	21
Gambar 4.2 Pola Difraksi Sinar-X Serbuk MgO Awal .....	22
Gambar 4.3 Sampel yang Telah Dikalsinasi .....	23
Gambar 4.4 Diagram Perubahan Fasa pada MgSiO <sub>3</sub> .....	24
Gambar 4.5 Pola-Pola Difraksi Sinar-X pada Sampel .....	24
Gambar 4.6 Contoh Pola Penghalusan Sampel Tanpa Aktivasi Mekanik dengan Temperatur Kalsinasi 1150°C ...	27
Gambar 4.7 Citra TEM .....	30

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A	AMCSD untuk Pemodelan dari <i>Database</i> .....	37
Lampiran B	Pola Hasil Penghalusan pada Perangkat Lunak <i>Rietica</i> .....	41
Lampiran C	Keluaran Penghalusan dengan Menggunakan Metode <i>Rietveld</i> .....	47

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Forsterit ( $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ ) adalah kristal magnesium silikat dengan struktur kristal orthorombik (Fathi dan Karaziha, 2008). Forsterit memiliki beberapa karakteristik di antaranya yaitu memiliki konduktivitas listrik yang rendah, konstanta dielektrik yang kecil ( $\epsilon_r = 6.8$ ), bersifat stabil secara kimia (Sabari et al., 2007), bahan insulasi listrik yang baik (resistivitas listrik  $\sim 10^{13}$ - $10^{15} \Omega\text{cm}$ ), koefisien ekspansi termal yang rendah dan titik lebur  $1890^\circ\text{C}$  (Lin et al., 2008).

Beberapa aplikasi forsterit di bidang teknologi adalah sebagai bahan dielektrik untuk gelombang millimeter (Tavangarian dan Emadi, 2011) dan digunakan dalam aplikasi SOFC (*Solid Oxide Fuel Cell*) karena memiliki koefisien ekspansi termal yang baik dan stabilitas yang tinggi yang memenuhi syarat sebagai fuel cell (Kasaovic et al., 2006). Dalam bidang medis forsterit digunakan untuk aplikasi rekayasa jaringan (Diba et al. 2011; Yazdanpanah et al. 2012), radio terapi (Cheng et al. 2002), dan sebagai implant tulang (Ramesh et al., 2013). Oleh karena itu berbagai upaya dilakukan untuk memproduksi forsterit dengan kemurnian yang tinggi, baik dari sisi material dasar maupun metode pembuatan.

Beberapa metode telah dilakukan pada sintesis forsterit di antaranya yaitu sol gel (Sanosh et al., 2010), kopresipitasi (Wahsh et al., 2014), reaksi padat (Ramesh et al., 2013), polimer prekursor (Martin et al., 1992), dan aktivasi mekanik (Tavangarian dan Emadi, 2010; Fathi dan Kharaziha, 2008). Dalam penelitian ini dilakukan sintesis forsterit menggunakan metode reaksi padatan dengan pengaruh aktivasi mekanik.

Beberapa penelitian sebelumnya aktivasi mekanik telah digunakan dalam sintesis material. Nugroho dan Fajarin (2009) telah melakukan sintesis  $\text{PbTiO}_3$  dengan bahan dasar serbuk oksida timbal  $\text{PbO}$  dan oksida titanium  $\text{TiO}_2$  dengan penambahan

PCA etanol dan pada atmosfer udara. Variabel penelitian adalah *milling time* 10, 20 dan 30 jam. Selain itu dilakukan pula sintering dengan variasi temperatur 850, 900 dan 1000°C pada masing-masing variasi sampel yang telah diaktivasi mekanik. Pengaruh aktivasi mekanik menyebabkan senyawa dari PbO dan TiO<sub>2</sub> menjadi berkurang intensitasnya sehingga menginisiasi pembentukan fasa baru PbTiO<sub>2</sub>. Sedangkan hasil dari aktivasi mekanik yang kemudian dilakukan sintering dapat membentuk fasa PbTiO<sub>3</sub> murni. Selain itu aktivasi mekanik juga berpengaruh terhadap ukuran partikel.

Astutik et al (2011) telah melakukan sintesis MgTiO<sub>3</sub> dan MgTi<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dengan bahan dasar MgO dan TiO<sub>2</sub> menggunakan metode reaksi padat. Aktivasi mekanik dilakukan dengan variasi waktu penggilingan 10, 14, dan 18 jam serta variasi kecepatan penggilingan, yaitu 100 dan 150 rpm. Hasil dari sintesis tersebut yaitu fasa MgTiO<sub>3</sub> yang mengalami peningkatan presentase berat dengan meningkatnya waktu penggilingan dan fasa Mg<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub> yang meningkat dengan meningkatnya kecepatan penggilingan. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa variasi aktivasi mekanik berpengaruh terhadap pembentukan suatu material.

Fathi dan Kharaziha (2008) telah melakukan sintesis forsterit dengan aktivasi mekanik menggunakan bahan dasar magnesium carbonate (MgCO<sub>3</sub>) dan SiO<sub>2</sub> amorf. Tavangarian dan Emadi (2009) telah melakukan sintesis forsterit dengan aktivasi mekanik menggunakan bahan dasar talc (Mg<sub>3</sub>Si<sub>4</sub>O<sub>10</sub>(OH)<sub>2</sub>) dan magnesium carbonate (MgCO<sub>3</sub>). Hasil penelitian yang telah dilakukan tersebut dapat menghasilkan forsterit dengan kemurnian yang tinggi. Penelitian ini menggunakan metode reaksi padat untuk sintesis forsterit dengan variasi aktivasi mekanik dengan bahan dasar SiO<sub>2</sub> amorf hasil pemurnian dari pasir silika Tanah Laut, Kalimantan Selatan dan serbuk MgO (periklas) komersial.

## **1.2 Perumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh aktivasi mekanik terhadap pembentukan forsterit?
2. Bagaimana efektivitas metode aktivasi mekanik untuk menghasilkan forsterit dengan kemurnian yang tinggi?

## **1.3 Tujuan Penelitian**

Berdasarkan perumusan permasalahan di atas, maka tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mengetahui pengaruh aktivasi mekanik terhadap pembentukan forsterit.
2. Mengetahui efektivitas aktivasi mekanik untuk menghasilkan forsterit dengan kemurnian yang tinggi.

## **1.4 Batasan Masalah**

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah studi fasa forsterit dengan bahan dasar serbuk silika amorf dari hasil pemurnian pasir silika Tanah Laut dan serbuk MgO dengan atau tanpa aktivasi mekanik. Variasi aktivasi mekanik dilakukan selama 1,2, dan 3 jam pada temperatur kalsinasi 950, 1050, dan 1150°C.

## **1.5 Manfaat Penelitian**

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan pengetahuan tentang metode sintesis forsterit dengan pengaruh aktivasi mekanik. Selain itu, penelitian ini memberikan peluang untuk lebih memanfaatkan bahan alam di wilayah Indonesia yang masih belum termanfaatkan secara maksimal, dalam hal ini misalnya pasir silika Tanah Laut, Kalimantan Selatan.

## **1.6 Sistematika Penulisan**

Penulisan tugas akhir ini terdiri dari abstrak yang berisi gambaran umum dari penelitian ini. Bab I pendahuluan yang

memuat latar belakang, perumusan masalah, tujuan penelitian, manfaat penelitian, serta sistematika penulisan. Bab II tinjauan pustaka berisi tentang dasar-dasar teori yang digunakan sebagai acuan dari penelitian. Bab III metodologi penelitian yang memuat prosedur kerja dalam pelaksanaan penelitian . Bab IV hasil dan pembahasan terkait apa yang diperoleh dalam penelitian. Bab V kesimpulan dari hasil penelitian serta saran untuk penelitian lebih lanjut.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Pasir Silika, SiO<sub>2</sub>**

Pasir merupakan butiran-butiran kecil yang berasal dari batuan yang hancur digerus oleh alam. Butiran pasir berukuran antara 0,06 mm sampai 2 mm. Kandungan pasir berbeda-beda sesuai dengan tempatnya dan memiliki warna sesuai dengan asal pembentuknya. Pasir yang banyak mengandung silika disebut pasir silika atau pasir kuarsa. Pada umumnya, silika digunakan untuk manufaktur gelas, keramik dan penggunaan tradisional lainnya (Haus et al., 2012). Untuk memproduksi produk silika untuk industri, seperti silika gel, presipitat silika, silika sol (koloid silika), bahan-bahan baku silika perlu diberi perlakuan secara kimia (Hayashi, 1991). Pasir silika sering juga dikenal dengan nama pasir putih merupakan hasil pelapukan batuan yang mengandung mineral utama, seperti silikon dioksida. Gambar 2.1 menunjukkan kondisi pasir silika Tanah Laut, yang akan digunakan sebagai bahan dasar pembuatan Forsterit.



**Gambar 2.1** Pasir Silika Tanah Laut

Pasir kuarsa mempunyai komposisi gabungan dari SiO<sub>2</sub> dan pengotornya yang memiliki kecenderungan berwarna putih bening atau warna lain bergantung pada senyawa pengotornya (Fahad, 2013). Pasir silika pada umumnya mengandung senyawa

pengotor (*impurities*) seperti  $\text{CaO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ , dan  $\text{K}_2\text{O}$ . Endapan pasir silika banyak tersebar di beberapa tempat di Indonesia dengan kadar silikon dioksida antara 55,30-99,87% (Suhala and Arifin, 1997).

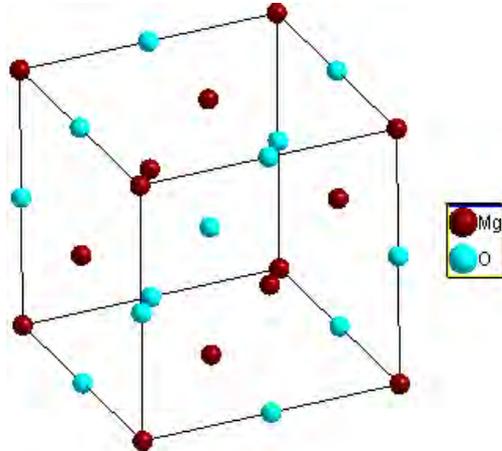
Silika dalam senyawa kimia disebut silikon dioksida dengan rumus kimia  $\text{SiO}_2$  merupakan campuran heterogen, yang memiliki sifat menarik pada ukuran dan keadaan yang berbeda (Yang *et al.*, 2008 dan Vassilev *et al.*, 2012). Oleh karena itu perlu adanya analisis komposisi fasa silika untuk mengetahui sifat-sifatnya. Fasa-fasa yang dapat terbentuk dari silika dengan senyawa  $\text{SiO}_2$  adalah kuarsa, kristobalit, dan tridimit. Kuarsa adalah mineral utama dari silika, dengan struktur atom tetrahedral, dimana satu atom silika dikelilingi empat atom oksigen.  $\text{SiO}_2$  dengan fasa kuarsa memiliki nilai koefisien ekspansi termal  $11 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$  (Mahapatra dan Lu, 2010).

Pada temperatur kamar, satuan tetrahedral dari silika tersusun dalam suatu susunan heksagonal, tetapi pada temperatur  $875^\circ\text{C}$  kestabilan susunan tertrahedral silika berubah. Fasa temperatur rendah dari silika disebut kuarsa, sedangkan pada temperatur tinggi terbentuk fasa yang disebut kristobalit. Di sisi lain, perubahan dari fasa kuarsa ke fasa tridimit memerlukan perubahan besar dalam susunan kristalnya. Sedangkan kristobalit mengalami suatu perubahan struktur yang lebih baik tetapi bukan pematangan. Sedangkan tridimit mengalami dua perubahan pada jangkauan metastabilnya, yaitu yang pertama pada temperatur  $117^\circ\text{C}$  dan temperatur  $163^\circ\text{C}$  (Roy, 1964).

## 2.2 Periklas ( $\text{MgO}$ )

Periklas merupakan bahan padat berwarna putih dan bersifat higroskopis di alam yang memiliki sistem kristal *cubic*, grup ruang Fm-3m, dan struktur kristal FCC. Senyawa tersebut termasuk logam oksida alkali tanah yang memiliki densitas sebesar  $3,58 \text{ g/cm}^3$ , titik leleh tinggi ( $2850^\circ\text{C}$ ), dan nilai koefisiensi termal  $13,5 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$  (Mahapatra and Lu, 2010). Contoh pemanfaatan magnesium oksida diantaranya adalah

digunakan pada temperature refractory yang tinggi, electrical insulation, pembungkus makanan, kosmetik, dan hal-hal yang berkenaan dengan bidang farmasi. Berikut struktur kristal dari periklas



**Gambar 2.2** Struktur Kristal Periklas

**Tabel 2.1** Karakteristik Fisis Periklas (Web element 2008)

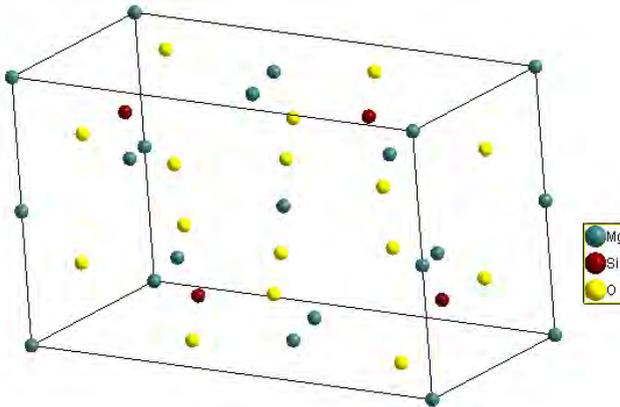
No	Sifat-sifat	Nilai
1	Struktur Kristal	FCC
2	Warna	Putih
3	Bentuk	Kristal Padat
4	Densitas	3600 Kg.m <sup>-3</sup>
5	Titik didih	3600 <sup>o</sup> C
6	Titik leleh	2830 <sup>o</sup> C

Magnesium oksida merupakan salah satu bahan keramik yang banyak digunakan dalam bahan komposit yaitu sebagai penguat yang dapat memperbaiki sifat mekanik dan fisis dari suatu material (Fajarin, 2008; Kumar, 2008). Ketika MgO

dicampurkan dengan  $\text{SiO}_2$ , maka dapat membentuk senyawa forsterit ( $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ ) dan enstatite ( $\text{MgSiO}_3$ ) (Fahad, 2013)

### 2.3 Forsterit ( $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ )

Forsterit ( $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ ) adalah kristal magnesium silikat dengan sistem kristal orthorombik (Fathi dan Karaziha, 2008) dan grup ruang Pbnm. Forsterite tersusun oleh anion  $\text{SiO}_4^{4-}$  dan kation  $\text{Mg}^{2+}$  dengan perbandingan molar 1:2 (Lishi, 1978). Beberapa karakteristik forsterit diantaranya yaitu memiliki konduktivitas listrik rendah, konstanta dielektrik yang kecil ( $\epsilon_r = 6.8$ ), bersifat stabil secara kimia (Saber et al., 2007), insulasi listrik yang baik (resistivitas listrik  $\sim 10^{13}$ - $10^{15} \Omega\text{cm}$ ), dan titik lebur  $1890^\circ\text{C}$  (Lin et al., 2008).



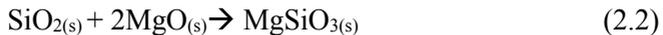
**Gambar 2.3** Struktur Kristal Forsterit

Beberapa aplikasi forsterit di bidang teknologi adalah sebagai bahan dielektrik untuk gelombang millimeter (Tavangarian dan Emadi, 2009) dan digunakan dalam aplikasi SOFC (Solid Oxide Fuel Cell) karena memiliki koefisien ekspansi termal yang baik dan stabilitas yang tinggi yang memenuhi syarat sebagai *fuel cell* (Kasaovic et al., 2005). Dalam bidang medis forsterit digunakan untuk aplikasi rekayasa jaringan (Diba et al. 2011; Yazdanpanah

et al. 2012) , radio terapi (Cheng et al. 2002) dan sebagai implant tulang (Ramesh et al., 2013). Oleh karena itu berbagai upaya dilakukan untuk memproduksi forsterit dengan kemurnian yang tinggi, baik dari sisi maerial dasar maupun metode pembuatan.

Bahan dasar yang selama ini digunakan dalam proses pembentukan forsterit beraneka ragam. Forsterit terbentuk dari serangkaian proses dengan bahan dasar yang mengandung oksida silika dan oksida magnesium. Brindley (1965), misalnya, menjadikan serpentine anhydride ( $3\text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2$ ) sebagai bahan dasar. Ramesh et al. (2013) dan Lee et al. (2013) telah melakukan sintesis forsterit dengan bahan dasar MgO dan Talk ( $\text{Mg}_3\text{Si}_4(\text{OH})_2$  ). Fathi dan Kharaziha (2008) telah melakukan sintesis forsterit dengan bahan dasar magnesium carbonate ( $\text{MgCO}_3$ ) dan  $\text{SiO}_2$ .

Reaksi pembentukan forsterit dapat terjadi melalui beberapa mekanisme. Contoh mekanisme reaksi padat dalam pembentukan forsterit adalah:



Forsterit dapat terbentuk dari reaksi antara  $\text{SiO}_2$  dan MgO dengan perbandingan molaritas 1:2 (Bhargavi, 2014). Namun forsterit juga dapat terbentuk karena adanya reaksi antara MgO pada permukaan  $\text{SiO}_2$  membentuk enstatit, kemudian fase pembentukan forsterit dapat berlanjut manakala MgO berdifusi melewati permukaan enstatit (Brindley & Hayami 1965) sehingga wajar apabila muncul fase enstatit ( $\text{MgSiO}_3$ ) atau polimorfnya (protoenstatit dan klinienstatit) atau periklas (MgO) dalam produk sintesis forsterit.

## 2.4 Sintesis Forsterit dengan Aktivasi Mekanik

Aktivasi mekanik dilakukan dengan penggilingan menggunakan *planetary ball mill*. Tujuan dilakukannya aktivasi mekanik adalah untuk meningkatkan reaktivitas sehingga fasa yang diinginkan dapat terbentuk pada temperatur kalsinasi yang lebih rendah. Terbentuknya fasa tersebut karena kecepatan difusi meningkat dan homogenitas partikel menjadi lebih tinggi, sebagaimana diungkapkan oleh Ahmadzadeh et al. (2015).

Bahan dasar yang berupa serbuk dicampurkan dengan aktivasi mekanik, biasanya menggunakan media alkohol, dengan kecepatan tertentu dan pada waktu tertentu. Aktivasi mekanik dapat berpengaruh terhadap fasa yang terbentuk dan ukuran partikel (Tavangarian dan Emadi, 2010).



**Gambar 2.4** *Planetary Ball Mill*

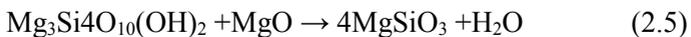
Aktivasi mekanik untuk jangka waktu tertentu akan sampai pada tahap steady state. Pada tahap ini, komposisi setiap partikel serbuk adalah sama dengan proporsi dari elemen *starting material* (Ahmadzadeh et al., 2015).

Beberapa penelitian telah dilakukan pada sintesis forsterit menggunakan metode *solid state reaction* dengan pengaruh variasi aktivasi mekanik. Fathi dan Kharaziha (2008) telah melakukan sintesis forsterit dengan aktivasi mekanik

menggunakan bahan dasar magnesium carbonate ( $\text{MgCO}_3$ ) dan  $\text{SiO}_2$  amorf. Variasi waktu penggilingan yaitu 5, 10, dan 15 jam dengan temperatur kalsinasi 900, 1000, dan  $1200^\circ\text{C}$ . Dilakukan uji difraksi sinar-x pada masing-masing sampel yang telah diaktivasi mekanik saja dan sampel yang telah diaktivasi mekanik kemudian dikalsinasi pada temperatur yang telah ditentukan. Forsterit dengan kemurnian tinggi diperoleh pada aktivasi mekanik selama 10 jam dengan temperatur kalsinasi  $1200^\circ\text{C}$  selama 1 jam.

Tavangarian dan Emadi (2009) telah melakukan sintesis forsterit dengan aktivasi mekanik menggunakan bahan dasar *talc* ( $\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ ) dan magnesium carbonate ( $\text{MgCO}_3$ ). Penelitian tersebut menghasilkan forsterit dengan kemurnian yang tinggi pada aktivasi mekanik selama 100 jam dan temperatur kalsinasi  $1200^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Kemudian pada tahun 2010 Tavangarian dan Emadi melakukan penelitian lagi tentang sintesis forsterit dengan aktivasi mekanik menggunakan bahan dasar *talc* ( $\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ ) dan  $\text{MgO}$ . Penelitian tersebut menghasilkan forsterit dengan kemurnian yang tinggi pada aktivasi mekanik selama 60 jam dan temperatur kalsinasi  $1000^\circ\text{C}$  selama 1 jam.

Dalam sintesis forsterit biasanya terbentuk fase enstatit atau polimorfnya (protoenstatit dan klinoenstatit). Misalnya pembentukan forsterit dengan bahan dasar ( $\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ ) dan magnesium carbonate ( $\text{MgCO}_3$ )



Begitu juga pada pembentukan forsterit dengan bahan dasar ( $\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ ) dan  $\text{MgO}$  (periklas) juga akan terjadi reaksi seperti pada 2.5 dan 2.6. Sehingga wajar apabila muncul fase

enstatit ( $\text{MgSiO}_3$ ) dan atau periklas ( $\text{MgO}$ ) dalam produk sintesis forsterit.  $\text{MgSiO}_3$  dan  $\text{MgO}$  tidak sepenuhnya bereaksi membentuk  $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ . Keadaan ini sering terjadi pada sintesis forsterit. Peningkatan waktu aktivasi mekanik menyebabkan terbentuknya enstatit dan akan stabil sampai temperatur yang tinggi.  $\text{SiO}_2$  juga tidak sepenuhnya bereaksi dengan  $\text{MgO}$  sehingga ada kemungkinan masih ditemukan fasa periklas dan  $\text{SiO}_2$  (Fathi dan Karaziha, 2008).

## **BAB III METODOLOGI PENELITIAN**

### **3.1 Desain Penelitian**

Pada penelitian ini, forsterit dibuat menggunakan bahan dasar silika amorf ( $\text{SiO}_2$ ) yang didapat dari pasir silika Tanah Laut, Kalimantan Selatan dan serbuk MgO (periklas) komersial. Pada penelitian ini dianalisis pengaruh aktivasi mekanik terhadap presentase berat forsterit. Tahapan yang dilakukan pada penelitian ini adalah penyiapan sampel berupa serbuk  $\text{SiO}_2$  amorf dan serbuk MgO yang direaksikan dengan atau tanpa aktivasi mekanik pada variasi temperatur kalsinasi 950, 1050, dan 1150°C dan waktu penahanan 4 jam. Variasi aktivasi mekanik dilakukan pada 1,2, dan 3 jam. Sampel yang telah dikalsinasi dilakukan karakterisasi dengan menggunakan uji difraksi sinar-X. Selain itu dilakukan uji XRF (X-Ray Fluorescence) pada beberapa tahap dalam proses sintesis untuk mengetahui kandungan unsur.

Bahan yang dipersiapkan dalam penelitian ini adalah adalah serbuk silika ( $\text{SiO}_2$ ) amorf, serbuk MgO (periklas) komersial, polivinil alkohol (PVA), alkohol, dan akuades. Alat yang digunakan diantaranya adalah *furnace Carbolite RHF1400* untuk melakukan proses kalsinasi sampai, mortar untuk pencampuran serbuk-serbuk, serta alat dasar laboratorium untuk menunjang proses sintesis. Analisa identifikasi fasa pola difraksi dengan menggunakan perangkat lunak *Match!2* dan analisa kuantitatif dengan menggunakan perangkat lunak *Rietica* dengan menggunakan metode *Rietveld*.

### **3.2 Prosedur Kerja**

#### **3.2.1 Ekstraksi $\text{SiO}_2$**

Pasir silika yang diperoleh dari Tanah Laut, Kalimantan Selatan diayak untuk untuk mendapatkan ukuran serbuk yang seragam. Kemudian dicuci dengan akuades untuk menghilangkan pengotor. Pasir yang telah dicuci kemudian ditiriskan dan dikeringkan pada temperatur  $\pm 80$  °C. Setelah kering, diekstraksi

dengan menggunakan magnet permanen untuk mengurangi kadar Fe yang terdapat dalam pasir silika.

Pasir silika dihaluskan dengan mortar dan dilakukan aktivasi mekanik dalam *planetary ball mill* dengan kecepatan 150 rpm selama 1 jam menggunakan bola zirconia dengan perbandingan berat pasir silika dan bola zirconia 1:5. Setelah itu, pasir dikeringkan pada temperature dengan temperatur  $\pm 80$  °C.

Serbuk pasir silika kemudian direndam dengan HCl 2M dengan perbandingan 1:30 dan *distirrer* selama 30 menit dengan kecepatan 237,5 rpm. Kemudian didiamkan selama 12 jam sampai serbuk pasir silika mengendap. Endapan tersebut disaring dengan menggunakan kertas saring whatman 42, dicuci dan dinetralisir dengan akuades untuk menghilangkan kadar asam pada sampel tersebut sampai pH  $\pm 7$ . Endapan yang terbentuk selanjutnya dikeringkan untuk menghilangkan kadar airnya.

### 3.2.2 Sintesis SiO<sub>2</sub> Amorf

Serbuk pasir silika yang sudah kering dilarutkan dalam NaOH 7 M, dengan perbandingan berat NaOH dan SiO<sub>2</sub>. Lalu *distirrer* sampai mengerak dengan kecepatan 237,5 rpm pada temperatur 300<sup>0</sup> C dan didinginkan pada temperatur ruang. Kemudian ditambahkan 200 ml akuades dan *distirrer* dengan kecepatan 237,5 rpm selama 1 jam. Larutan yang terbentuk adalah larutan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>. Larutan tersebut disaring dengan menggunakan kertas saring whatman 42 kemudian didiamkan minimal 3 jam. Kemudian dilakukan titrasi dengan HCl 2 M sampai pH 7 dan *distirer* dengan kecepatan 237,5 rpm. Hasil titrasi didiamkan minimal 24 jam dan terbentuk endapan gel silika. Setelah itu endapan gel silika dicuci dengan menggunakan akuades. Gel silika kemudian dikeringkan pada dengan temperatur  $\pm 80$  °C untuk menghilangkan kadar airnya.

### 3.2.3 Sintesis Forsterit (Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>)

Serbuk MgO dan SiO<sub>2</sub> ditimbang menggunakan neraca digital dengan komposisi 50,8 wt% MgO dan 49,2 wt% SiO<sub>2</sub>.

Kemudian ditambahkan PVA dengan berat 3% dari berat total MgO dan SiO<sub>2</sub>. PVA berperan sebagai binder atau pengikat serbuk. Proses pencampuran dilakukan dengan atau tanpa aktivasi mekanik. Proses tanpa aktivasi mekanik dilakukan dengan mortar. Aktivasi mekanik dilakukan selama 1, 2, dan 3 jam. Kemudian pada masing-masing sampel dilakukan kalsinasi pada temperatur 950, 1050, dan 1150°C dengan waktu penahanan 4 jam. Sampel yang telah dikalsinasi kemudian diuji dengan difraksi sinar-x (XRD) . Selain itu pada beberapa tahap dalam ekstraksi silika dan sintesis silika amorf dilakukan pengujian XRF (X-Ray Fluorescence) untuk mengetahui kandungan unsur dan pengurangan pengotor. Hasil yang dilakukan uji XRF yaitu pasir awal sebelum dicuci, setelah dicuci, setelah dimurnikan dengan HCl, dan silika amorf.

### 3.3 Pengujian XRD (X-Rays Diffraction)

Difraksi sinar-X merupakan metode karakterisasi bahan dengan preparasi sampel yang relatif mudah dan proses pengujian yang cepat. Pola puncak difraksi sinar-X dapat digunakan untuk mengetahui struktur material dengan mengukur besarnya intensitas yang dipancarkan. Perubahan lebar puncak atau posisi dapat digunakan menentukan ukuran kristal, kemurnian dan susunan kristal. Sinar-X merupakan radiasi gelombang elektromagnetik transversal dengan daerah panjang gelombang 0,1–1000 Å yang terdiri dari partikel tidak bermuatan. Pada saat berkas sinar-X diradiasikan pada sebuah atom, maka berkas tersebut akan diserap atau dihamburkan oleh atom, peristiwa inilah yang pada akhirnya dapat menginformasikan fasa-fasa yang ada pada sebuah material (Beiser, 1995).

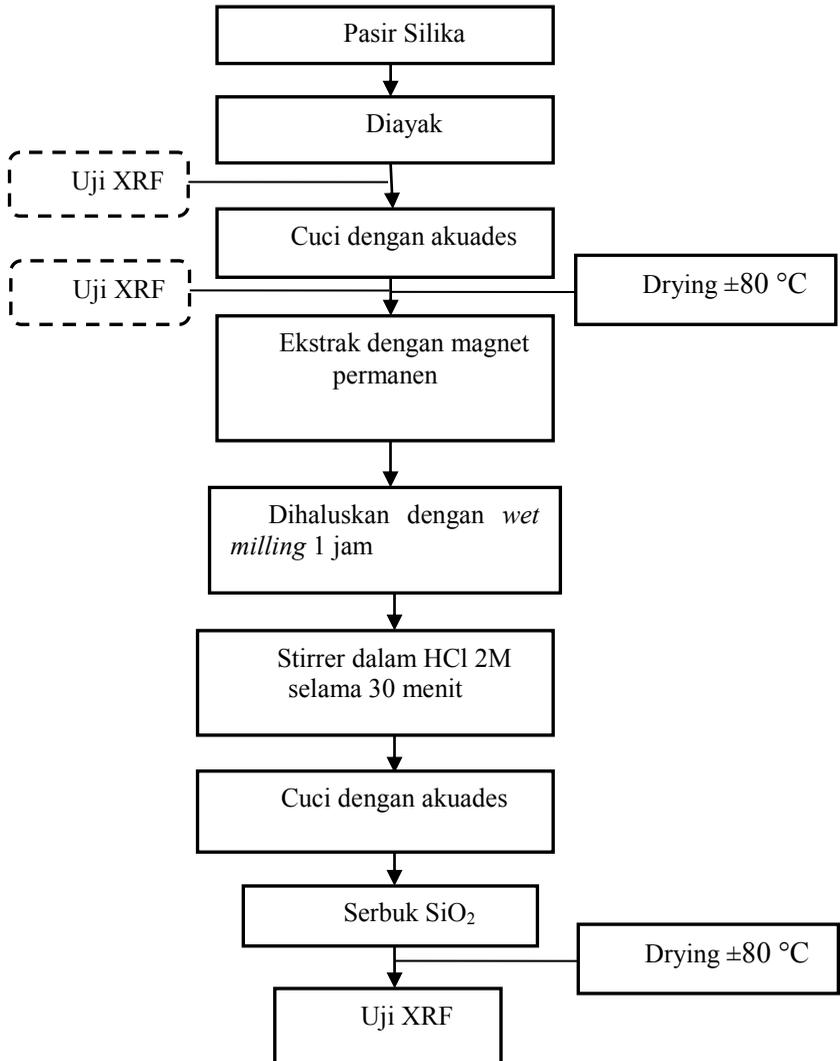
Pengujian difraksi sinar-x dilakukan untuk mengetahui fasa kristalin yang terkandung di sampel yang diuji. Pengujian ini dilakukan di Laboratorium Difraksi Sinar-X LPPM ITS Surabaya. Difraktometer yang dipakai yaitu tipe X'Pert PRO dengan menggunakan difraksi sinar-x dari radiasi Cu-K $\alpha$ , pada sudut 15-65° dan perlakuan *step size* 0,04°. Analisis awal yang

digunakan dalam penelitian ini adalah analisis kualitatif dengan menggunakan perangkat lunak *Match!*. Analisis kualitatif dilakukan untuk mengidentifikasi fasa yang terbentuk melalui pencocokan (*matching*) antara pola XRD terukur dengan model yang telah ada pada database dalam PDF (*Powder Diffraction File*) yang terdapat pada *software*. Analisis selanjutnya yaitu secara kuantitatif menggunakan perangkat lunak *Rietica* yang menggunakan prinsip metode *Rietveld*. Metode *Rietveld* adalah metode penghalusan (*refinement*) yang menggunakan pencocokan pola difraksi terhitung (model) dan pola difraksi terukur (eksperimen) pada data struktur kristal. Pada penelitian ini dibuat model fasa forsterit, periklas, quartz, kristobalit, dan protoenstatit dengan kode AMCSD masing-masing 0000328, 0000501, 0017992, 0017659, dan 0004955. Selanjutnya dilakukan pencocokan pola difraksi terhitung dan terukur atau biasa disebut dengan proses *refinement* dengan mengubah parameter-parameter dalam model terhitung.

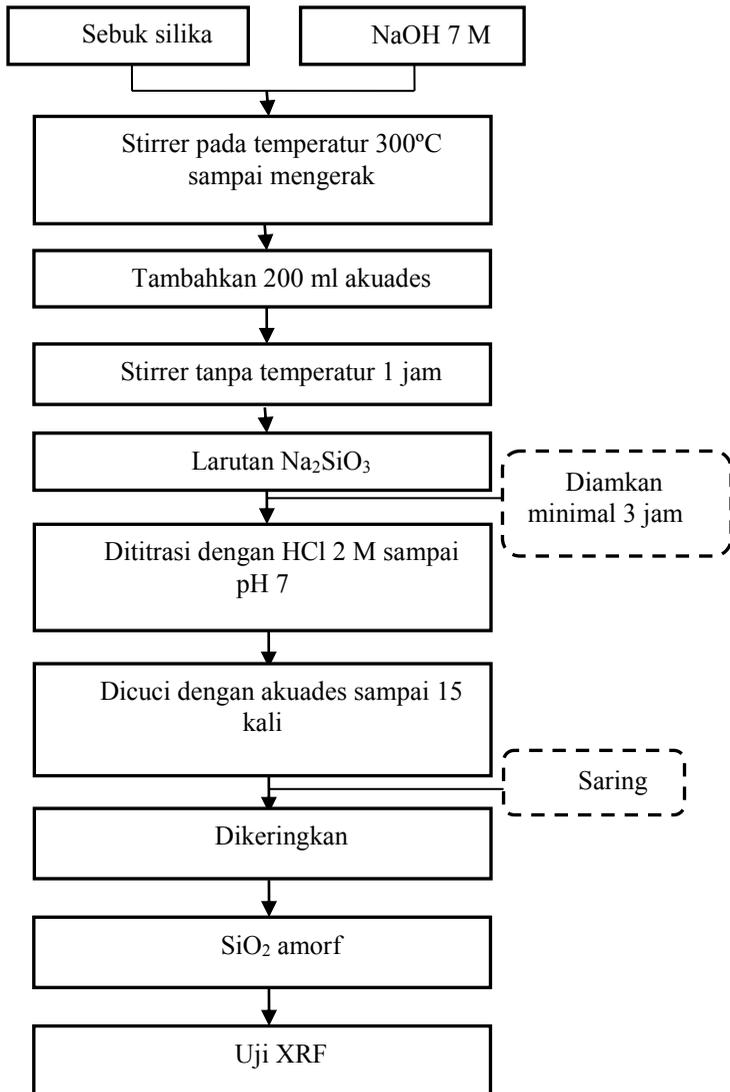
Parameter-parameter yang dapat dilakukan penghalusan meliputi *sample displacement*), fungsi latar (*background* parameter  $B_0, B_1, B_2, B_3$ ), parameter kisi pada masing-masing sampel ( $a, b$ , dan  $c$ ), faktor skala dan parameter termal isotropis, parameter bentuk kurva  $U$  untuk Gaussian, 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*) yaitu nilai  $R_{wp} < 20\%$  dan nilai kesesuaian antara pola difraksi terhitung dan pola difraksi terukur (*Goodness of Fit, GoF*)  $< 4\%$ . Parameter-parameter tersebut merupakan tolok ukur kesesuaian antara pola difraksi yang dibuat dengan hasil eksperimen. Nilai *FoM* akan berubah selama penghalusan, semakin kecil harga indeks yang diperoleh maka semakin tinggi tingkat kesesuaian antara model penghitungan dan pengamatan (Pratapa, 2004).

### 3.4 Diagram Alir Penelitian

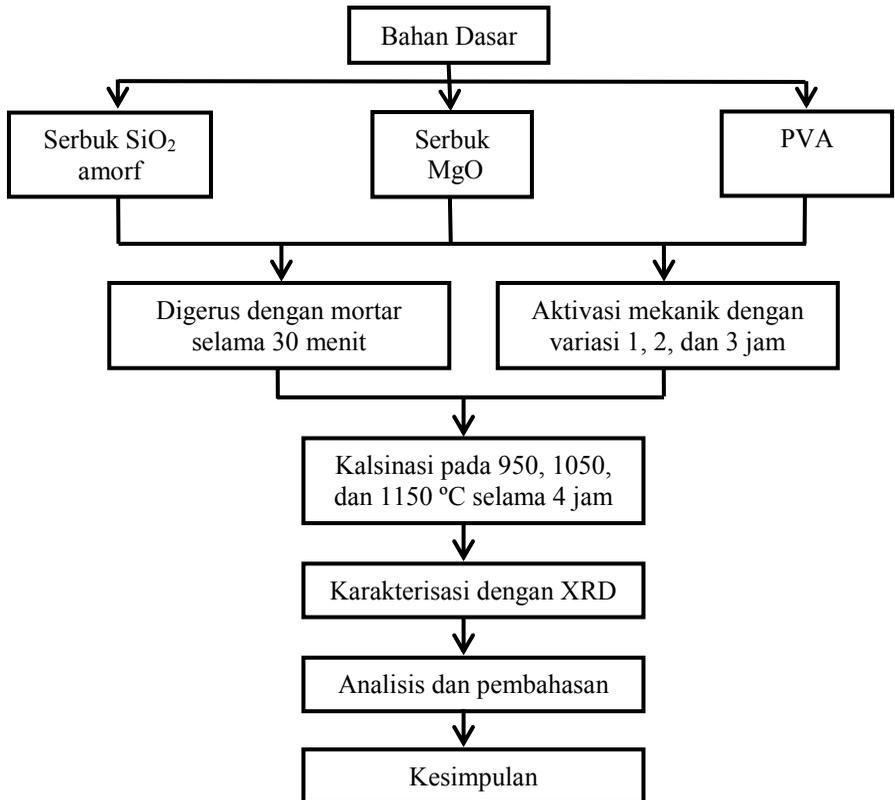
#### 3.4.1 Ekstraksi $\text{SiO}_2$



### 3.4.2 Sintesis SiO<sub>2</sub> Amorf



### 3.4.3 Sintesis Forsterit ( $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ )



***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Penyiapan Sampel

Pada penelitian ini digunakan bahan dasar silika yang berasal dari pasir alam Tanah Laut, Kalimantan Selatan. Pasir silika ini diproses dengan beberapa tahap yaitu dicuci, di ekstraksi dengan magnet, dihaluskan dengan *wet milling*, diberi perlakuan hidrotermal, dititrasi dengan HCl 2 M sampai pH 7, dicuci dengan akuades, dikeringkan pada temperatur 80°C, dan ditumbuk dengan mortar sehingga dihasilkan serbuk silika amorf seperti Gambar 4.1.



**Gambar 4.1** Serbuk Silika Amorf yang Siap untuk Sintesis Forsterit

Pada beberapa tahap dalam proses dilakukan uji XRF untuk mengetahui kandungan unsur. Beberapa tahapan yang dilakukan uji XRF di antaranya yaitu pasir dari Tanah Laut awal dari tambang (sebelum dicuci), setelah dicuci, setelah di HCl, dan silika amorf yang masing-masing diberi penamaan TLT, TLC, TLH, dan TLA.

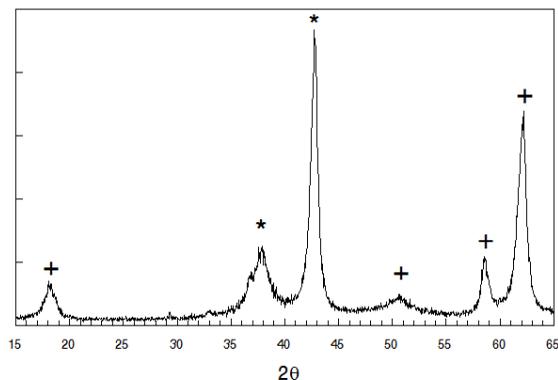
**Tabel 4.1** Kandungan Unsur Si pada Sampel-sampel Setelah Tahap Pemurnian dari Pasir Silika Tanah Laut berdasarkan Pengujian XRF

Sampel	Persentase Unsur Si(%)
TLT	94,7

TLC	95,6
TLH	97,4
TLA	98,0

Berdasarkan hasil pengujian XRF pada Tabel 4.1 dapat disimpulkan bahwa kandungan silika pada pasir Tanah Laut cukup tinggi, yaitu mencapai 94,70 %. Selain itu ada beberapa unsur pengotor dalam persentase yang kecil yaitu Cr, Ti, Fe, K, dan Zr. Kemudian persentase unsur Si meningkat setelah diberi beberapa perlakuan hingga mencapai kemurnian 98,0 %.

Bahan dasar yang lain adalah MgO yang memiliki sifat higroskopis, sehingga penggunaannya di lingkungan yang memiliki tingkat kelembaban tinggi dapat menyebabkan munculnya senyawa baru, yaitu  $Mg(OH)_2$  atau brusit (*brucite*). Berdasarkan analisis kuantitatif menggunakan perangkat lunak *Rietica* pada serbuk MgO dari botol, diperoleh bahwa serbuk MgO yang digunakan tidak murni periklas, namun mengandung brusit ditunjukkan pola XRD pada Gambar 4.2.



**Gambar 4.2** Pola Difraksi Sinar-X dari Serbuk MgO Awal  
Keterangan: \* = Periklas; + = Brusit

Adapun komposisi kedua fasa dalam serbuk MgO adalah 77% (berat) periklas dan 23% brusit. Hasil analisis kuantitatif ini kemudian digunakan untuk menghitung fraksi massa MgO fasa

periklas yang digunakan sebagai variasi komposisi pada penelitian ini (Aristia, 2013). Serbuk hasil kalsinasi pada semua sampel ditunjukkan Gambar 4.3.



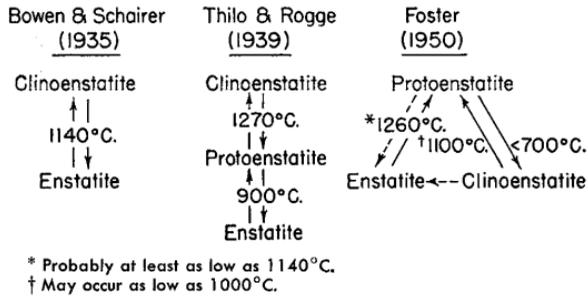
**Gambar 4.3** Sampel yang Telah Dikalsinasi

Untuk mengetahui fasa-fasa yang terbentuk beserta komposisinya, pada sampel-sampel hasil sintesis itu dilakukan pengujian menggunakan difraktometer sinar-x dan hasilnya seperti dilaporkan pada subbab berikut ini.

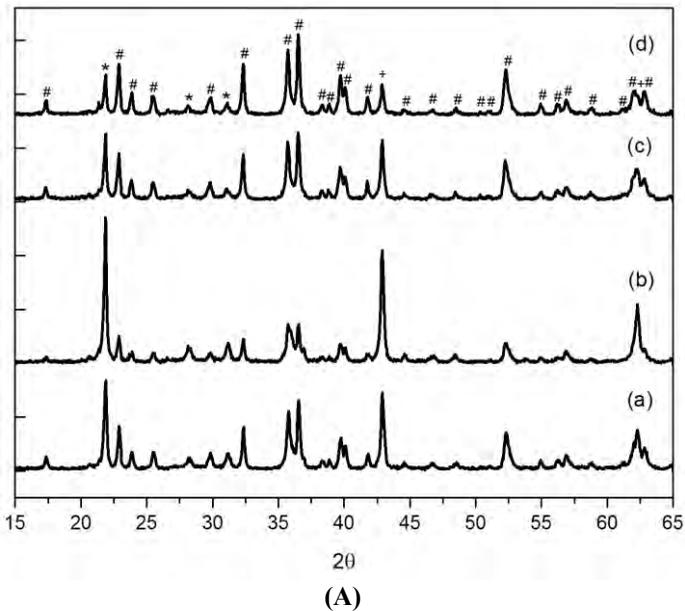
#### **4.2 Analisis Kualitatif dan Kuantitatif**

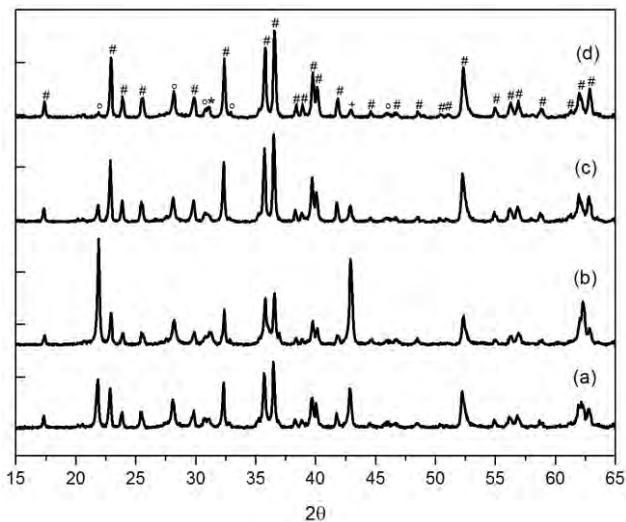
Gambar 4.5 menyajikan pola-pola difraksi dari semua sampel hasil sintesis yang menunjukkan bahwa forsterit ( $Mg_2SiO_4$ ) telah terbentuk pada semua temperatur kalsinasi dengan maupun tanpa aktivasi mekanik. Song et al., 2008 menyatakan bahwa forsterit mulai terbentuk pada temperature  $800^\circ C$ . Forsterit dapat terbentuk menurut persamaan reaksi 2.1. Fasa-fasa lain yang teridentifikasi adalah periklas ( $MgO$ ), kristobalit ( $SiO_2$ ), dan protoenstatit ( $MgSiO_3$ ). Kristobalit adalah polimorf  $SiO_2$  dan protoenstatit adalah polimorf  $MgSiO_3$ . Masih ditemukannya  $SiO_2$  dan  $MgO$  menandakan bahwa reaksi antara kedua senyawa tersebut belum sempurna secara keseluruhan. Dua hal yang diduga menjadi penyebab tidak bereaksinya kedua senyawa tersebut adalah (1) ketidakhomogenan distribusi partikel kedua senyawa dan (2) kurang tersedianya energi untuk terjadinya reaksi seperti pada persamaan reaksi 2.1 akibat temperatur

kalsinasi yang masih terlalu rendah. Namun,  $\text{SiO}_2$  dan  $\text{MgO}$  dapat bereaksi membentuk  $\text{MgSiO}_3$  menurut persamaan reaksi 2.2 dengan beberapa macam struktur, salah satunya adalah protoenstatit. Fasa ini terbentuk pada temperatur kalsinasi di atas  $1000^\circ\text{C}$  (Gambar 4.4.B dan C) sebagaimana yang diungkapkan oleh Foster (1951).

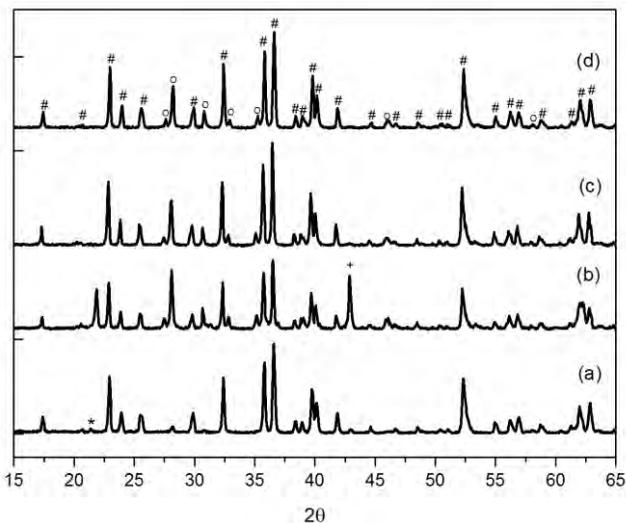


**Gambar 4.4** Diagram Perubahan Fasa pada  $\text{MgSiO}_3$  (Foster, 1951)





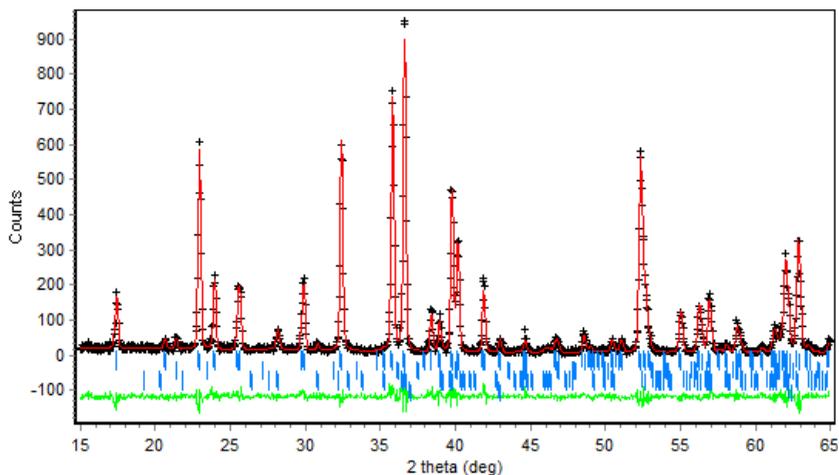
(B)



(C)

**Gambar 4.5** Pola-Pola Difraksi Sinar-X pada Sampel dengan Temperatur Kalsinasi (A) 950°C, (B) 1050°C, dan (C) 1150°C dengan Variasi Aktivasi Mekanik (a) 0 Jam, (b) 1 Jam, (c) 2 Jam, dan (d) 3 jam. Keterangan: # = Forsterit; + = Periklas; \* = Kristobalit; o = Protoenstatit

Selanjutnya, komposisi fasa pada sampel-sampel uji ditentukan dengan analisis Rietveld menggunakan perangkat lunak *Rietica*. Melalui penghalusan ini dapat diperoleh presentase berat fasa yang terbentuk pada masing-masing sampel. Langkah awal yang dilakukan untuk memulai penghalusan (*refinement*) menggunakan perangkat lunak *Rietica* adalah dengan membuat model data terhitung yang dipilih dari data struktur kristal AMCSD (American Mineralogist Crystal Structure Database), yang sesuai dengan fasa yang teridentifikasi melalui analisis kualitatif, yaitu fasa forsterit, periklas, kristobalit, dan protoenstatit dengan kode AMCSD masing-masing 0000328, 0000501, 0017659, dan 0004955. Kemudian dilakukan pencocokan pola difraksi terhitung dan terukur atau biasa disebut dengan proses *refinement* dengan mengubah parameter-parameter dalam model terhitung. Salah satu contoh hasil penghalusan dengan metode Rietveld dapat dilihat pada Gambar 4.6. Untuk plot hasil penghalusan selengkapnya pada masing-masing sampel disajikan pada Lampiran B. Pola penghalusan yang terbentuk memperlihatkan posisi-posisi puncak data terhitung sesuai dengan data terukur terutama ditunjukkan oleh selisih kedua data tidak berfluktuasi secara signifikan – kurva berwarna hijau pada Gambar 4.6. Selain itu, tingkat kecocokan kedua data diperlihatkan oleh nilai-nilai *figures-of-merit* masing-masing sampel (Tabel 4.2). 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%. Dari penghalusan Rietveld ini diperoleh parameter-parameter luaran, seperti faktor skala, parameter kisi, dan fraksi berat relatif, yang dapat dipakai untuk analisis lebih lanjut. Komposisi fasa dari tiap-tiap sampel ditunjukkan pada Tabel 4.3.



**Gambar 4.6** Contoh Pola Penghalusan Sampel Tanpa Aktivasi Mekanik dengan Temperatur Kalsinasi 1150°C

**Tabel 4.2** Hasil Luaran *Figures-of-Merits* (FoM) Berdasarkan Analisis dengan *Rietica* dari Data XRD pada Masing-Masing Sampel

Aktivasi Mekanik (jam)	Temperatur Kalsinasi (°C)	FoM			
		GoF	Rp	Rwp	Rexp
0	950	1,9	11,9	16,5	11,7
	1050	1,4	10,7	14,8	12,6
	1150	1,3	10,4	15,4	13,6
1	950	2,2	12,3	16,6	11,3
	1050	1,7	12,0	16,1	12,2
	1150	1,5	11,1	15,7	12,9
2x	950	1,9	11,9	16,1	11,7
	1050	1,5	10,6	14,8	12,6
	1150	1,5	15,7	12,9	12,9
3	950	1,9	11,6	16,3	11,6
	1050	1,6	11,3	16,1	12,9
	1150	1,5	11,1	15,7	12,9

**Tabel 4.3** Persentase Berat yang Terbentuk pada Masing-Masing Sampel

Sampel	% Berat			
	Fors	Per	Kristo	Proto
FTL 950 0	66,9	23,6	9,5	-
FTL 950 1	42,1	40,3	17,6	-
FTL 950 2	75,9	17,4	6,7	-
FTL 950 3	87,9	6,4	5,7	-
FTL 1050 0	64,4	11,2	4,5	19,9
FTL 1050 1	48,3	24,9	8,9	17,9
FTL 1050 2	77,4	5,9	1,3	15,4
FTL 1050 3	80,4	2,3	0,5	16,8
FTL 1150 0	94,8	1,4	0,4	3,4
FTL 1150 1	80,8	0,7	-	18,5
FTL 1150 2	81,0	0,8	-	18,2
FTL 1150 3	82,3	-	-	17,7

**Keterangan nama sampel:**

FTL\_temperatur kalsinasi (°C)\_aktivasi mekanik (jam).

**Keterangan nama fasa:**

Fors: Forsterit; Per: Periklas; Kristo: Kristobalit; Proto: Protoenstatit

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penghalusan dengan menggunakan *Rietica*, tiap kenaikan temperatur pada waktu aktivasi mekanik yang sama, kandungan forsterit cenderung naik, kecuali untuk sampel dengan waktu aktivasi mekanik 3 jam. Kenaikan presentase berat forsterit tersebut karena semakin tersedianya energi untuk terjadinya reaksi seiring dengan meningkatnya temperatur kalsinasi. Penurunan presentase berat terjadi saat aktivasi mekanik 1 jam dibandingkan dengan tanpa aktivasi mekanik pada semua temperatur kalsinasi. MgO dan SiO<sub>2</sub> belum sepenuhnya bereaksi karena ketidakhomogenan distribusi partikel. Oleh karena itu dapat dikatakan homogenitas partikel pada sampel tanpa aktivasi mekanik lebih baik daripada sampel dengan aktivasi mekanik 1 jam.

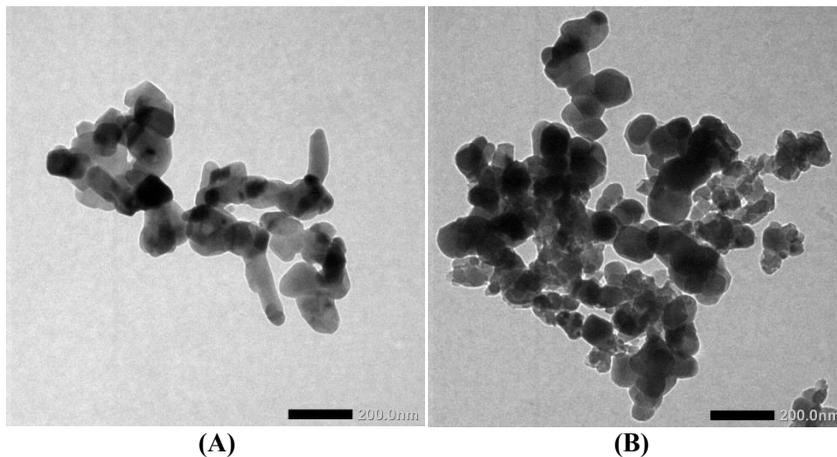
Pada masing-masing temperatur, kandungan forsterit selalu meningkat dengan penambahan waktu aktivasi mekanik. Peningkatan presentase berat forsterit tersebut karena perubahan ukuran butir sehingga homogenitas menjadi lebih baik dan semakin mudah untuk bereaksi. Turunnya kandungan protoenstatit dan periklas serta meningkatnya forsterit dengan bertambahnya waktu aktivasi mekanik menunjukkan terjadinya reaksi antara periklas dan protoenstatit sesuai dengan persamaan 2.2 dan 2.3. MgO bereaksi dengan SiO<sub>2</sub> untuk membentuk enstatit, kemudian MgO berdifusi pada enstatit membentuk forsterit sebagaimana yang diungkapkan oleh Brindley dan Hayami (1965).

Kandungan forsterit tertinggi dengan aktivasi mekanik adalah perlakuan pada aktivasi mekanik 3 jam dengan temperatur kalsinasi 950 °C yaitu mencapai 87,9%wt. Tingginya presentase berat pada perlakuan tersebut dikarenakan homogenitas yang semakin baik serta belum terbentuknya fasa protoenstatit sebagaimana pada aktivasi mekanik dengan temperatur kalsinasi 1050 °C dan 1150 °C yang terbentuk fasa protoenstatit masing-masing 16,8 dan 17,7 %wt. Kandungan forsterit tertinggi dari keseluruhan sampel adalah pada perlakuan tanpa aktivasi mekanik dengan temperatur kalsinasi 1150 °C yaitu mencapai 94,8 %wt.

Forsterit dengan persentase berat yang cukup tinggi (di atas 80 %wt) dapat terbentuk pada temperatur dibawah 1000°C dengan peningkatan waktu aktivasi mekanik. Reaksi kimia dapat berlangsung apabila terjadi interaksi atau tumbukan antara partikel pereaksi. Keefektifan suatu tumbukan bergantung pada posisi partikel dan energi kinetik yang dimilikinya. Peningkatan waktu aktivasi mekanik menyebabkan energi aktivasi partikel pereaksi menjadi lebih kecil dan homogenitas lebih baik sehingga reaktivitas meningkat. Penurunan energi aktivasi dan peningkatan reaktivitas partikel pereaksi menyebabkan forsterit dapat terbentuk pada temperatur kalsinasi yang lebih rendah.

### 4.3 Analisis Ukuran Kristal

Data XRD untuk sampel FTL\_950\_3 menunjukkan puncak-puncak forsterit yang cukup lebar dan mengindikasikan terbentuknya nano-forsterit. Untuk mengkonfirmasi pembentukan ini, dilakukan pengamatan dengan TEM (*Transmission Electron Microscopy*) – Gambar 4.14.



**Gambar 4.7** Citra TEM pada sampel (A) FTL\_950\_3 dan (B) FTL\_1050\_0

Berdasarkan citra TEM pada Gambar 4.7 dapat diperkirakan distribusi ukuran kristal pada sampel FTL\_950\_3 dan FTL\_1050\_0 masing-masing sekitar 81 nm dan 94 nm. Meningkatnya ukuran kristal pada gambar 4.7 (B) dikarenakan semakin tingginya suhu kalsinasi sehingga pertumbuhan butir semakin meningkat. Di sisi lain pada gambar 4.7 (A) dilakukan aktivasi mekanik yang lebih lama dan temperatur kalsinasi yang lebih rendah sehingga ukuran kristal lebih kecil.

## **BAB V KESIMPULAN**

### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan :

1. Semakin lama waktu aktivasi mekanik dapat meningkatkan presentase berat forsterit pada temperatur kalsinasi 950, 1050, dan 1150 °C.
2. Peningkatan waktu aktivasi mekanik dapat menurunkan temperatur kalsinasi yang dibutuhkan untuk membentuk forsterit.
3. Presentase berat forsterit tertinggi pada sampel dengan aktivasi mekanik terbentuk pada aktivasi mekanik 3 jam dengan temperatur kalsinasi 950°C – 87,9 %wt.
4. Semakin lama waktu aktivasi mekanik dapat menurunkan ukuran kristal. Berdasarkan hasil citra TEM dapat diperkirakan distribusi ukuran kristal pada sampel dengan aktivasi mekanik selama 3 jam dengan temperatur kalsinasi 950°C dan sampel tanpa aktivasi mekanik dengan temperatur kalsinasi 1050°C masing-masing sekitar 81 nm dan 94 nm.

### **5.2 Saran**

Berdasarkan hasil penulisan tugas akhir ini disarankan untuk dilakukan penelitian lebih lanjut dalam sintesis forsterit dengan variasi waktu penahanan kalsinasi dan peningkatan aktivasi mekanik.

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## DAFTAR PUSTAKA

- Ahmadzadeh, M., Ataie, A., 2015. **The Effect of Mechanical Activation Energy on the Solid-state Synthesis Process of BiFeO<sub>3</sub>**. 2015. *Journal of Alloys and Compounds*, pp. 548-556
- Astutik, P et al., 2011. **Pengaruh Aktivasi Mekanik Terhadap Pembentukan Fasa MgTiO<sub>3</sub> dan MgTi<sub>2</sub>O<sub>5</sub>**. Surabaya, Indonesia: Institut Teknologi Sepuluh November.
- Bhargavi Rani, A. et al., 2014. **Synthesis and Characterization of Forsterite Refractory by Doping with Kaolin**. *International Journal of ChemTech Research*, 6(2), pp.1390–1397.
- Brindley, G.W. & Hayami, R., 1965. **Mechanism of Formation of Forsterite and Enstatite from Serpentine**. *Mineral. Mag.*, 35, pp.189–195.
- Cheng, T.W., Ding, Y.C. & Chiu, J.P., 2002. **A Study of Synthetic Forsterite Refractory Materials Using Waste Serpentine Cutting**. *Minerals Engineering*, 15(4), pp.271–275.
- Diba, M., Fathi, M.H., Kharaziha, M., 2011. **Novel Forsterite/Polycaprolactone Nanocomposite Scaffold for Tissue Engineering Applications**. *Materials Letters*, 65(12), pp. 1931–1934.
- Fahad, 2014. **Densifikasi Komposit Keramik Berbasis SiO<sub>2</sub>-MgO Dengan Penambahan B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Pada Temperatur Sinter 1150°C**. Surabaya, Indonesia: Institut Teknologi Sepuluh November.
- Fathi, M.H. & Kharaziha, M., 2008. **Mechanically Activated Crystallization of Phase Pure Nanocrystalline Forsterite Powders**. *Materials Letters*, 63, pp.4306–4309.
- Foster, W.R., 1951. **High-Temperature X-Ray Diffraction Study of the Polymorphism of MgSiO<sub>3</sub>**. *Journal of the American Ceramic Society* 34, 255–259.

- Haus, R., Prinz, S., Priess, C., 2012. **Assessment of High Purity Quartz Resources**. *Quartz: Deposits, Mineralogy and Analytics* 25, 29–51.
- Hayashi, A., 1991. **Application Technology of High-Purity Silica**. *CMC* 30–32.
- Hunter, B.A., 1998. **Rietica - A Visual Rietveld Program**. In *Newsletter of International Union of Crystallography* 20, 21.
- Kosanovic, C. et al., 2006. **Synthesis of Forsterite Powder from Zeolite Precursors**. *Croatica Chemica Acta*, 79(2), pp.203–208.
- Mahapatra, M.K., Lu, K., 2010. **Seal Glass for Solid Oxide Fuel Cells**. *Journal of Power Sources* 195, 7129–7139.
- Nugroho, F., Fajarin, R., 2013. **Pengaruh Waktu Milling dan Temperatur Sintering pada Pembentukan PbTiO<sub>3</sub> dengan Metode Mechanical Alloying**. Surabaya, Indonesia: Institut Teknologi Sepuluh November.
- Pratapa, S., (2004). **Bahan Kuliah Difraksi Sinar-X**. Jurusan FMIPA ITS.Surabaya.
- Ramesh, S. et al., 2013. **Nanocrystalline Forsterite for Biomedical Applications: Synthesis, Microstructure and Mechanical Properties**. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 25, pp.63–69.
- Rietveld, H. M. (1969). **A Profile Refinement Method for Nuclear and Magnetic Structures**. *Journal of Applied Crystallography* vol.2: pp. 65-71
- Roy, D.M., Roy, R., 1964. **Tridymite-Cristobalite Relations and Stable Solid Solutions**. *The American Mineralogist* 49, 952–962.
- Saberi, A. et al., 2007. **A Novel Method to Low Temperature Synthesis of Nanocrystalline Forsterite**. *Materials Research Bulletin*, 42(4), pp. 666–673.
- Sanosh, K.P. et al., 2010. **Sol-gel Synthesis of Forsterite Nanopowders with Narrow Particle Size Distribution**. *Journal of Alloys and Compounds*, 495(1), pp.113–115.

- Tavangarian, F. dan Emadi, R., 2009. **Mechanical Activation Assisted Synthesis of Pure Nanocrystalline**. *Journal of Alloys and Compounds*, 485, pp. 648–652
- Tavangarian, F. dan Emadi, R., 2010. **Synthesis of Nanocrystalline Forsterite ( $Mg_2SiO_4$ ) Powder by Combined Mechanical Activation and Thermal Treatment**. *Materials Research Bulletin*, 45(4), pp.388–391.
- Tavangarian, F., Emadi, R., 2011. **Nanostructure Effects on the Bioactivity of Forsterite Bioceramic**. *Materials Letters*, 65(4), pp. 740–743
- Vassilev, S.V., Baxter, D., Andersen, L.K., Vassileva, C.G., Morgan, T.J., 2012. **An Overview of the Organic and Inorganic Phase Composition of Biomass**. *Fuel* 94, 1–33.
- Wahsh, M.M.S. et al., 2014. **Fabrication and Technological properties of Nanoporous Spinel/Forsterite/Zirconia Ceramic Composites**. *Materials & Design*, 53, pp.561–567.
- Yazdanpanah, A. et al., 2012. **Enhancement of Fracture Toughness in Bioactive Glass-Based Nanocomposites with Nanocrystalline Forsterite as Advanced Biomaterials for Bone Tissue Engineering Applications**. *Ceramics International*, 38(6), pp.5007–5014.
- .
- .

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## LAMPIRAN A

### AMCSD untuk Pemodelan dari *Database*

#### A. Data AMCSD untuk Forsterit (Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>)

##### General

**Origin** AMS\_DATA (1)

##### Bibliographic data

**Author(s)** Smyth J R, Hazen R M  
**Publication title** The crystal structures of forsterite and hortonolite at several temperatures up to 900 C T = 25 C

##### Phase data

**Space-group** P b n m (62) - orthorhombic  
**Cell** a=4.7560 Å b=10.2070 Å c=5.9800 Å  
 a/b=0.4660 b/c=1.7069 c/a=1.2574  
 V=290.30 Å<sup>3</sup>

##### Atomic parameters

Atom	Ox.	Wyck.	Site	S.O.F.	x/a	y/b	z/c
Mg1					0.00000	0.00000	0.00000
Mg2					0.99150	0.27740	0.25000
Si					0.42620	0.09400	0.25000
O1					0.76570	0.09130	0.25000
O2					0.22150	0.44740	0.25000
O3					0.27770	0.16280	0.03310

**B. Data AMCSD untuk Periklas (MgO)****General****Origin** COD-9000501**Bibliographic data****Author(s)** Hazen, R. M.**Publication title**

Effects of temperature and pressure on the cell dimension and X-ray temperature factors of periclase T = 23 C, P = 1 atm, in a high-pressure cell with absorption curve #1

**Phase data****Space-group**

F m -3 m (225) - cubic

**Cell**a=4.2120 Å  
V=74.72 Å<sup>3</sup>**Atomic parameters**

Atom	Ox.	Wyck.	Site	S.O.F.	x/a	y/b	z/c
Mg		4a	m-3m		0	0	0
O		4b	m-3m		1/2	1/2	1/2

**C. Data AMCSD untuk Kristobalit (SiO<sub>2</sub>)****General****Origin** COD-1010938**Name** Silicon oxide**Formula** Si O<sub>2</sub>

### Bibliographic data

<b>Author(s)</b>	Nieuwenkamp, W
<b>Publication title</b>	Die Kristallstruktur des Tief-Cristobalits Si O <sub>2</sub>
<b>Citation</b>	ZEKGAX,92,82-88 (1935)

### Phase data

<b>Space-group</b>	P 41 21 2 (92) - tetragonal
<b>Cell</b>	a=4.964(5) Å c=6.920(5) Å c/a=1.3940 V=170.52(36) Å <sup>3</sup> Z=4

### Atomic parameters

Atom	Ox.	Wyck.	Site	S.O.F.	x/a	y/b	z/c
Si1	4	4a	2		0.300	0.300	0
O1	-2	8b	1		0.245	0.10	0.175

### D. Data AMCSD untuk Protoenstatit (MgSiO<sub>3</sub>)

#### General

<b>Origin</b>	AMS_DATA(9)
---------------	-------------

### Bibliographic data

<b>Author(s)</b>	Jahn S, Martonak R
<b>Publication title</b>	Phase behavior of protoenstatite at high pressure studied by atomistic simulations

### Phase data

<b>Space-group</b>	P b c n (60) - orthorhombic
--------------------	-----------------------------

<b>Cell</b>	a=9.1710 Å b=8.5130 Å c=5.2540 Å
	a/b=1.0773 b/c=1.6203 c/a=0.5729
	V=410.19 Å <sup>3</sup>

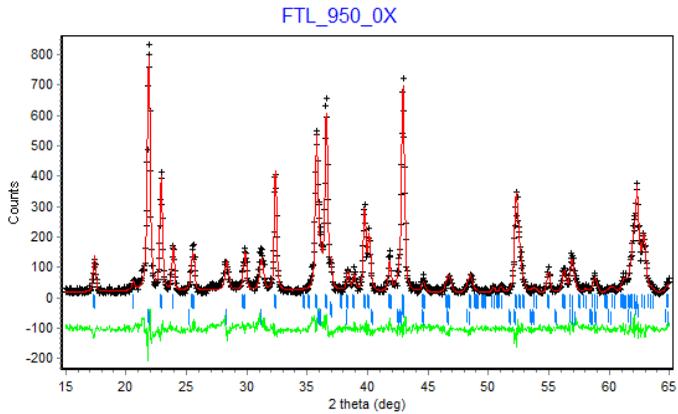
### Atomic parameters

Atom	Ox.	Wyck.	Site	S.O.F.	x/a	y/b	z/c
O1		8d	1		0.11810	0.09470	0.07920
O2		8d	1		0.37580	0.25190	0.06970
O3		8d	1		0.34930	0.97630	0.29280
Si		8d	1		0.29130	0.09200	0.06790
Mg1		4c	2		0	0.09440	3/4
Mg2		4c	2		0	0.26660	1/4

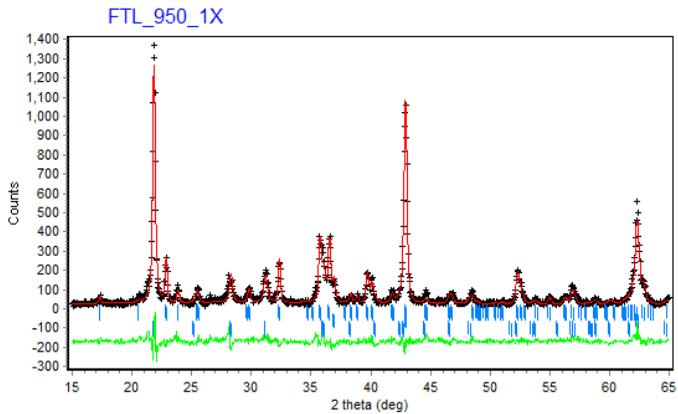
## LAMPIRAN B

### Pola Hasil Penghalusan dengan Menggunakan Perangkat Lunak *Rietica*

- A. Sampel tanpa aktivasi mekanik pada temperatur kalsinasi 950°C

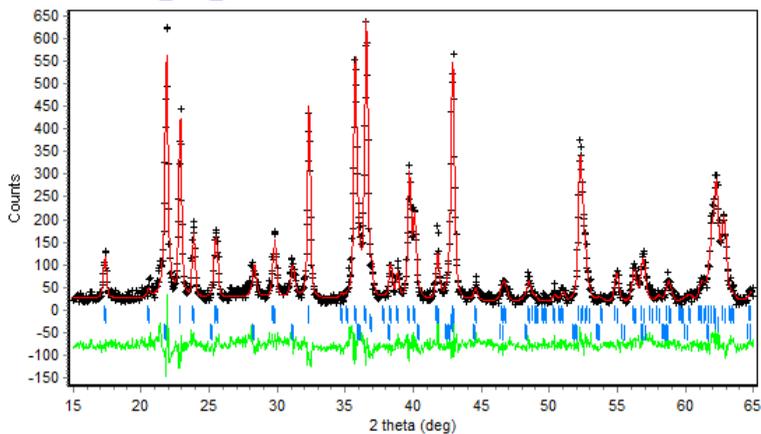


- B. Sampel dengan aktivasi mekanik 1 jam dan temperatur kalsinasi 950°C



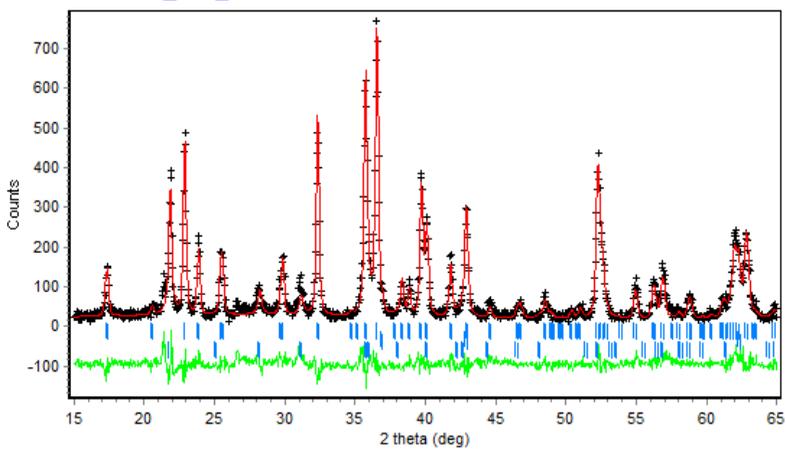
**C. Sampel dengan aktivasi mekanik 2 jam dan temperatur kalsinasi 950°C**

FTL\_950\_2X

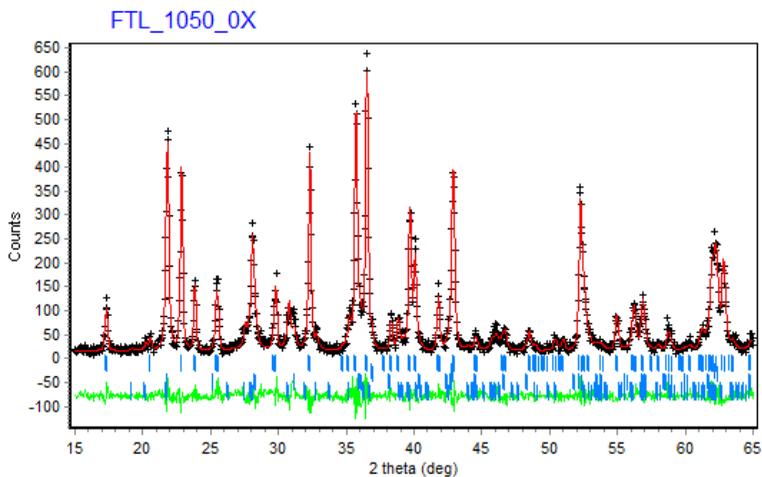


**D. Sampel dengan aktivasi mekanik 3 jam dan temperatur kalsinasi 950°C**

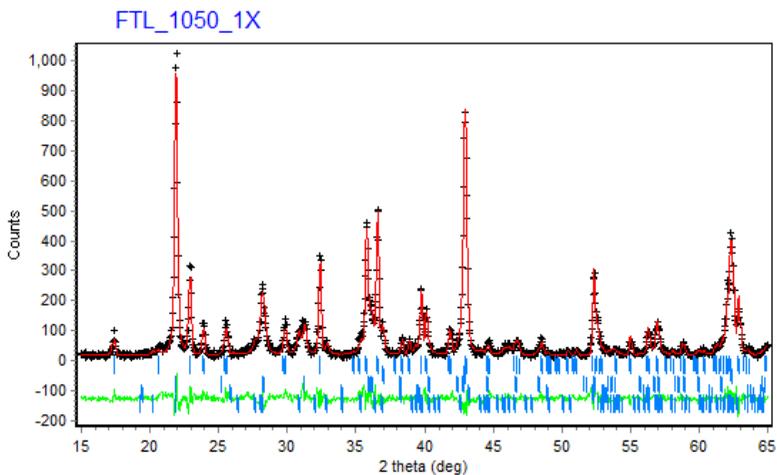
FTL\_950\_3X



**E. Sampel tanpa aktivasi mekanik dengan temperatur kalsinasi 1050°C**

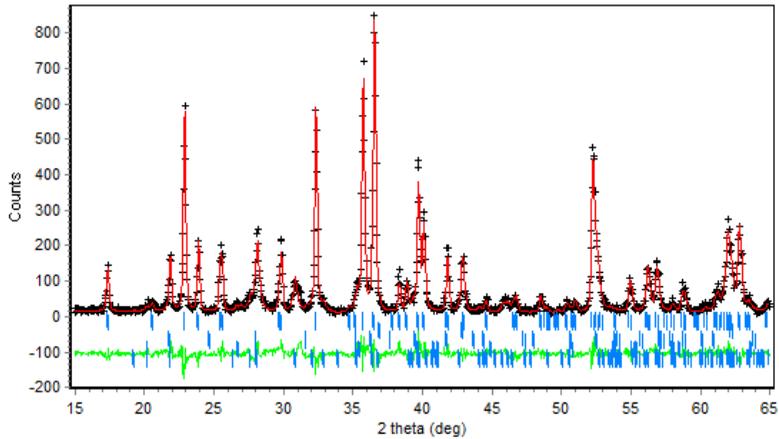


**F. Sampel dengan aktivasi mekanik 1 jam dan temperatur kalsinasi 1050°C**



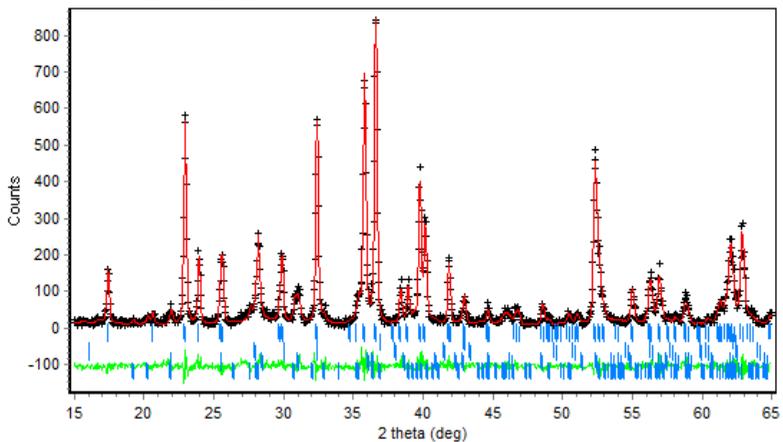
**G. Sampel dengan aktivasi mekanik 2 jam dan temperatur kalsinasi 1050°C**

FTL\_1050\_2X



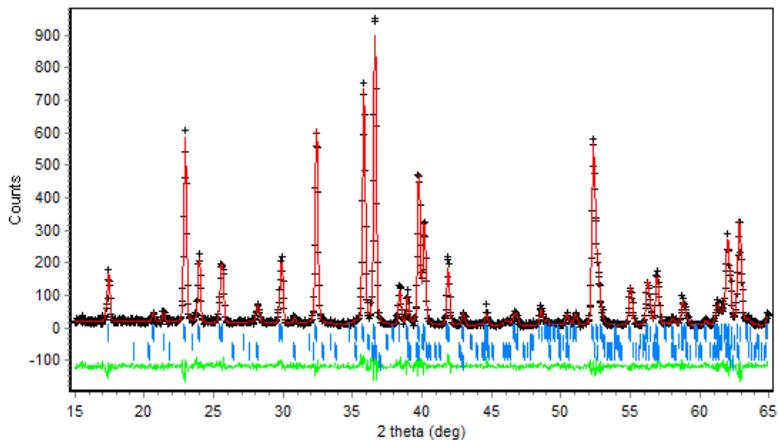
**H. Sampel dengan aktivasi mekanik 3 jam dan temperatur kalsinasi 1050°C**

FTL\_1050\_3x\_5fase



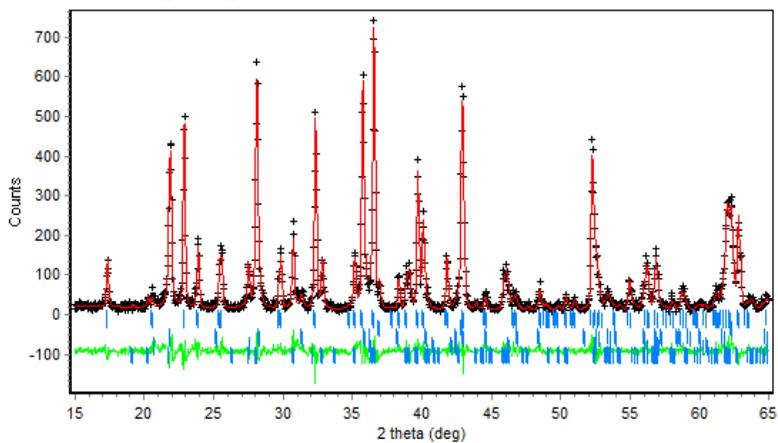
**I. Sampel tanpa aktivasi mekanik dengan temperatur kalsinasi 1150°C**

FTL\_1150\_0X



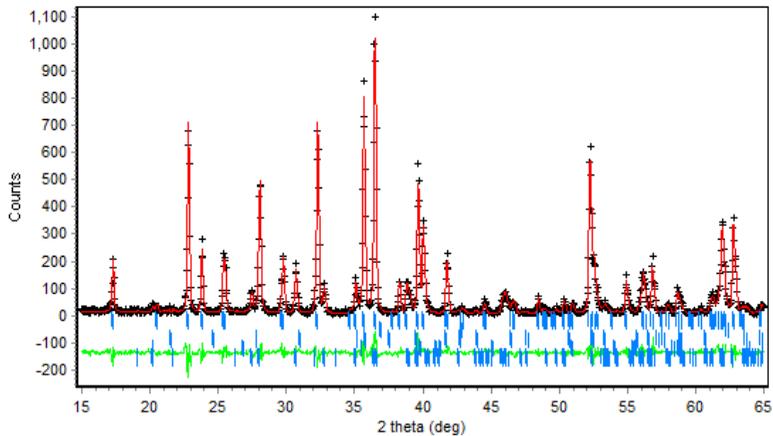
**J. Sampel dengan aktivasi mekanik 1 jam dan temperatur kalsinasi 1150°C**

FTL\_1150\_1X



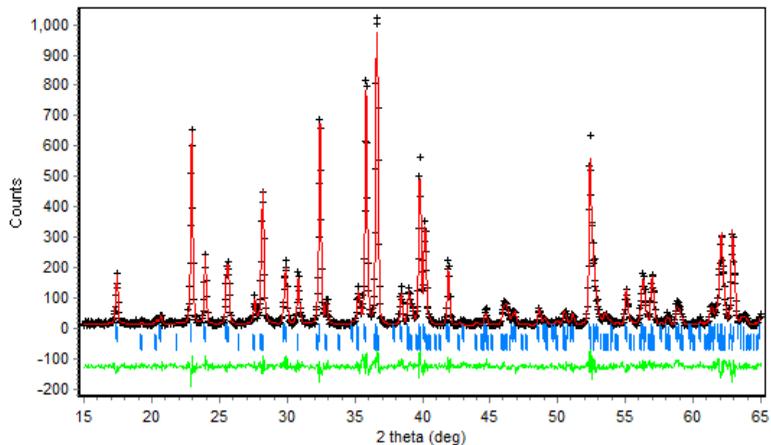
**K. Sampel dengan aktivasi mekanik 2 jam dan temperatur kalsinasi 1150°C**

FTL\_1150\_2X



**L. Sampel dengan aktivasi mekanik 3 jam dan temperatur kalsinasi 1150°C**

FTL\_1150\_3X



## LAMPIRAN C

### Keluaran Penghalusan dengan Menggunakan Metode *Rietveld*

#### A. Sampel tanpa aktivasi mekanik pada temperatur kalsinasi 950°C

Parameter		Global Parameter	Fors	Per	Kris
FoM	Rp (%)	11,93			
	Rwp(%)	16,49			
	Rexp(%)	11,67			
	Gof (%)	1,99			
Background	B0	-13,0843			
	B1	3,2478			
	B2	-0,85E-01			
	B3	0,64E-03			
Sample displacement		-0,19			
Phase Scale			3,5E-03	1,5E-03	1,6E-03
Parameter Kisi	a	4,7589	4,76	4,21	4,99
	b	10,21	10,20	4,21	4,99
	c	5,98	5,98	4,21	7,00
Cell Volume		74,743	290,62	74,82	174,76
Density			3,23	3,58	3,35
Asymetri			0,08	0,11	0,059
U			0,238	0,205	1,000
Gamma 0			0,566	0,601	0,785
Derived Bragg R-factor			4,74	0,84	5,01

Keterangan :

Fors : Forsterit  
 Per : Periklas  
 Kris : Kristobalit

**B. Sampel dengan aktivasi mekanik 1 jam dan temperatur kalsinasi 950°C**

Parameter		Global Parameter	Fors	Per	Kris
FoM	Rp (%)	12,34			
	Rwp(%)	16,63			
	Rexp(%)	11,33			
	Gof (%)	2,16			
Background	B0	-18,9869			
	B1	4,4328			
	B2	-0,1125			
	B3	0,8204E-03			
Sample displacement		-0,1427			
Phase Scale			0,19E-03	0,25E-02	0,21E-03
Parameter Kisi	a		4,757	4,214	4,997
	b		10,206	4,214	4,997
	c		5,985	4,214	7,005
Cell Volume			290,60	74,837	174,982
Density			3,215	3,576	3,346
Asymetri			0,0694	0,1237	0,0264
U			0,3003	0,1735	0,9263
Gamma 0			0,4218	0,6954	0,8758
Derived Bragg R-factor			4,60	3,26	4,16

Keterangan :

Fors : Forsterit

Per : Periklas

Kris : Kristobalit

**C. Sampel dengan aktivasi mekanik 2 jam dan temperatur kalsinasi 950°C**

Parameter		Global Parameter	Fors	Per	Kris
FoM	Rp (%)	11,94			
	Rwp(%)	16,13			
	Rexp(%)	11,70			
	Gof (%)	1,90			
Background	B0	2,8880			
	B1	2,6382			
	B2	-0,8035E-01			
	B3	0,6690E-03			
Sample displacement		-0,1204			
Phase Scale			0,43E-03	0,13E-02	0,11E-03
Parameter Kisi	a		4,7590	4,2136	4,9907
	b		10,2049	4,2136	4,9907
	c		5,9847	4,2136	7,0269
Cell Volume			290,653	74,810	175,021
Density			3,214	3,577	3,345
Asymetri			0,0839	0,1350	0,0243
U			0,2803	0,1519	1,0819
Gamma 0			0,5919	0,8717	0,9329
Derived Bragg R-factor			4,65	2,79	4,52

Keterangan :

Fors : Forsterit

Per : Periklas

Kris : Kristobalit

**D. Sampel dengan aktivasi mekanik 3 jam dan temperatur kalsinasi 950°C**

Parameter		Global Parameter	Fors	Per	Kris
FoM	Rp (%)	11,62			
	Rwp(%)	16,34			
	Rexp(%)	11,64			
	Gof (%)	1,96			
Background	B0	-15,0443			
	B1	4,2016			
	B2	-0,1163			
	B3	0,9254E-03			
Sample displacement		-0,1358			
Phase Scale			0,48E-03	0,64E-03	0,59E-040
Parameter Kisi	a		4,7593	4,2135	5,0094
	b		10,2045	4,2135	5,0094
	c		5,9841	4,2135	7,0194
Cell Volume			290,630	74,804	176,152
Density			3,214	3,577	3,324
Asymetri			0,0860	0,1158	0,0210
U			0,1961	0,0953	-0,0210
Gamma 0			0,6591	0,9869	0,9555
Derived Bragg R-factor			4,11	4,05	4,99

Keterangan :

Fors : Forsterit

Per : Periklas

Kris : Kristobalit

**E. Sampel tanpa aktivasi mekanik dengan temperatur kalsinasi 1050°C**

Parameter		Global Parameter	Fors	Per	Kris	Proto
FoM	Rp (%)	10,57				
	Rwp(%)	14,80				
	Rexp(%)	12,58				
	Gof (%)	1,39				
Background	B0	4,7198				
	B1	1,2188				
	B2	-0,3672E-01				
	B3	0,3167E-03				
Sample displacement		-0,0697				
Phase Scale			0,36E-03	0,86E-03	0,67E-04	0,53E-04
Parameter Kisi	a		4,7573	4,214	4,9921	9,2355
	b		10,2055	4,214	4,9921	8,7869
	c		5,9852	4,214	6,9946	5,299
Cell Volume			290,585	74,841	174,319	430,027
Density			3,215	3,575	3,358	3,100
Asymetri			0,0578	0,1144	0,0696	0,0223
U			0,1065	0,1471	0,7333	0,4357
Gamma 0			0,6818	0,8189	0,6570	1,300
Derived Bragg R-factor			3,34	0,87	2,90	3,28

Keterangan :

Fors : Forsterit

Per : Periklas

Kris : Kristobalit

Proto : Protoenstatit

**F. Sampel dengan aktivasi mekanik 1 jam dan temperatur kalsinasi 1050°C**

Parameter		Global Parameter	Fors	Per	Kris	Proto
FoM	Rp (%)	12,04				
	Rwp(%)	16,12				
	Rexp(%)	12,22				
	Gof (%)	1,74				
Background	B0	6,2718				
	B1	1,1953				
	B2	-0,4172E-01				
	B3	0,3831E-03				
Sample displacement		-0,0947				
Phase Scale			0,47E-03	0,49E-03	0,20E-04	0,45E-04
Parameter Kisi	a		4,7572	4,2111	4,9921	9,2228
	b		10,2054	4,2111	4,9887	8,7886
	c		5,9846	4,2111	7,0217	5,2939
Cell Volume			290,554	74,676	174,758	429,111
Density			3,215	3,583	3,350	3,107
Asymetri			0,0483	0,1678	0,0200	-0,0194
U			0,1140	0,5542	0,7333	0,4545
Gamma 0			0,6451	1,3000	0,7301	1,3000
Derived Bragg R-factor			4,93	2,19	3,47	3,53

Keterangan :

Fors : Forsterit

Per : Periklas

Kris : Kristobalit

Proto : Protoenstatit

**G. Sampel dengan aktivasi mekanik 2 jam dan temperatur kalsinasi 1050°C**

Parameter		Global Parameter	Fors	Per	Kris	Proto
FoM	Rp (%)	10,65				
	Rwp(%)	14,76				
	Rexp(%)	12,61				
	Gof (%)	1,37				
Background	B0	6,2718				
	B1	1,1953				
	B2	-0,4172E-01				
	B3	0,3831E-03				
Sample displacement		-0,0947				
Phase Scale			0,47E-03	0,49E-03	0,20E-04	0,45E-04
Parameter Kisi	a		4,7572	4,211	4,9887	9,2228
	b		10,2054	4,211	4,9887	8,7886
	c		5,9846	4,211	7,0217	5,2939
Cell Volume			290,554	74,676	174,758	429,111
Density			3,215	3,583	3,350	3,107
Asimetri			0,0483	0,1678	0,0200	0,0188
U			0,1140	0,0176	0,0200	0,4549
Gamma 0			0,6451	1,3000	0,7301	1,3000
Derived Bragg R-factor			3,38	1,55	3,87	3,90

Keterangan :

Fors : Forsterit

Per : Periklas

Kris : Kristobalit

Proto : Protoenstatit

**H. Sampel dengan aktivasi mekanik 3 jam dan temperatur kalsinasi 1050°C**

Parameter		Global Parameter	Fors	Per	Kris	Proto
FOM	Rp (%)	11,31				
	Rwp(%)	16,11				
	Rexp(%)	12,90				
	Gof (%)	1,56				
Background	B0	13,4307				
	B1	0,3793				
	B2	-0,2131E-01				
	B3	0,2288E-03				
Sample displacement		-0,2331				
Phase Scale			0,50E-03	0,18E-03	0,70E-05	0,50E-04
Parameter Kisi	a		4,7578	4,2185	4,9840	9,2197
	b		10,2059	4,2185	4,9840	8,8036
	c		5,9857	4,2185	6,9842	5,2939
Cell Volume			290,659	75,075	173,493	429,603
Density			3,214	3,564	3,374	3,103
Asymetri			0,0574	-0,0235	0,1277	-0,0447
U			0,1121	0,03550	0,2100	0,6633
Gamma 0			0,6230	1,4336	1,3000	1,300
Derived Bragg R-factor			4,15	3,72	4,55	5,1

Keterangan :

Fors : Forsterit

Per : Periklas

Kris : Kristobalit

Proto : Protoenstatit

**I. Sampel tanpa aktivasi mekanik dengan temperatur kalsinasi 1150°C**

Parameter		Global Parameter	Fors	Per	Kris	Proto
FoM	Rp (%)	10,45				
	Rwp(%)	15,40				
	Rexp(%)	13,61				
	Gof (%)	1,28				
Background	B0	33,6110				
	B1	-0,9416				
	B2	0,8321E-02				
	B3	0,2288E-03				
Sample displacement		-0,2705				
Phase Scale			0,45E-03	0,90E-04	0,48E-05	0,70E-05
Parameter Kisi	a		4,7554	4,2143	5,3637	4,9840
	b		10,2087	4,2143	5,3637	4,9840
	c		5,9875	4,2143	6,5905	6,9842
Cell Volume			290,678	74,850	189,611	
Density			3,214	3,575	3,088	173,493
Asymetri			0,0720	0,0756	0,0756	0,1277
U			0,0968	0,0960	0,0960	0,2100
Gamma 0			0,3700	0,1256	0,3437	1,3000
Derived Bragg R-factor			4,15	1,98	4,43	3,72

Keterangan :

Fors : Forsterit

Per : Periklas

Kris : Kristobalit

Proto : Protoenstatit

**J. Sampel dengan aktivasi mekanik 1 jam dan temperatur kalsinasi 1150°C**

Parameter		Global Parameter	Fors	Per	Proto
FoM	Rp (%)	11,14			
	Rwp(%)	15,68			
	Rexp(%)	12,88			
	Gof (%)	1,48			
Background	B0	28,7856			
	B1	-0,95114			
	B2	0,1363E-01			
	B3	-0,5723E-04			
Sample displacement		0,0376			
Phase Scale			0,50E-03	0,62E-04	0,54E-04
Parameter Kisi	a		4,7533	4,2106	9,2443
	b		10,2033	4,2106	8,7485
	c		5,9837	4,2106	5,3109
Cell Volume			290,213	74,6550	429,525
Density			3,219	3,584	3,104
Asymetri			0,0275	0,0200	0,0200
U			0,0330	0,1400	0,1191
Gamma 0			0,5039	1,3245	0,6324
Derived Bragg R-factor			3,71	4,46	3,27

Keterangan :

Fors : Forsterit

Per : Periklas

Proto : Protoenstatit

**K. Sampel dengan aktivasi mekanik 2 jam dan temperatur kalsinasi 1150°C**

Parameter		Global Parameter	Fors	Per	Proto
FOM	Rp (%)	11,57			
	Rwp(%)	16,09			
	Rexp(%)	12,94			
	Gof (%)	1,55			
Background	B0	29,9615			
	B1	-1,0632			
	B2	0,1652E-01			
	B3	-0,8023E-04			
Sample displacement		0,03493			
Phase Scale			0,50E-03	0,66E-04	0,53E-04
Parameter Kisi	a		4,7534	4,2090	9,2456
	b		10,2033	4,2090	8,7498
	c		5,9838	4,2090	5,3114
Cell Volume			290,221	74,568	429,683
Density			3,219	3,588	3,103
Asymetri			0,0286	0,0200	0,0132
U			0,0313	0,0100	0,1335
Gamma 0			0,5003	1,8647	0,6315
Derived Bragg R-factor			5,00	4,06	4,15

Keterangan :

Fors : Forsterit

Per : Periklas

Proto : Protoenstatit

**L. Sampel dengan aktivasi mekanik 3 jam dan temperatur kalsinasi 1150°C**

Parameter		Global Parameter	Fors	Proto
FOM	Rp (%)	10,76		
	Rwp(%)	15,16		
	Rexp(%)	12,88		
	Gof (%)	1,39		
Background	B0	13,7105		
	B1	0,2646		
	B2	-0,1402E-01		
	B3	0,1376E-03		
Sample displacement		-0,2909		
Phase Scale			0,50E-030	0,51E-04
Parameter Kisi	a		4,7542	9,2473
	b		10,2060	8,7547
	c		5,9859	5,3080
Cell Volume			290,452	429,728
Density			3,216	3,102
Asymetri			0,0502	0,0338
U			0,0501	0,1491
Gamma 0			0,4420	0,7220
Derived Bragg R-factor			4,27	3,36

Keterangan :

Fors : Forsterit

Proto : Protoenstatit

## BIODATA PENULIS



Penulis berasal dari sebuah desa yang bernama Tawangrejo, Kecamatan Takeran, Kabupaten Magetan dan dilahirkan di Kota Madiun pada 2 Januari 1993 dari pasangan Marsulam dan Robiyah. Penulis merupakan anak ketiga dari empat bersaudara dan telah menempuh pendidikan formal di SDN Tawangrejo 1, MTsN Madiun, dan SMAN 2 Madiun. Penulis diterima di Jurusan Fisika FMIPA-ITS melalui jalur SNMPTN Undangan dan terdaftar sebagai mahasiswa dengan NRP 1111100011. Selama perkuliahan, penulis aktif dalam berbagai kegiatan dan organisasi mahasiswa. Beberapa organisasi yang sempat ditekuni penulis yaitu sebagai staf Departemen Sosial Kemasyarakatan HIMASIKA ITS (2012-2013), Sekretaris Divisi Mentoring FOSIF ITS (2012-2013), Staf Departemen Syi'ar JMMI ITS (2012-2013), Ketua Muslimah FOSIF ITS (2013-2014), dan Koordinator Muslimah Wilayah FMIPA-ITS (2014-2015). Penulis juga pernah aktif mengikuti beberapa kegiatan ilmiah seperti Program Kreativitas Mahasiswa dan menjadi Finalis dalam Lomba Inovasi IPTEK Pemuda Nasional oleh KEMENPORA. Akhir kata bila ada kritik dan saran kirim ke: [asshabrina@gmail.com](mailto:asshabrina@gmail.com).

# Sintesis Keramik Komposit Berbasis Forsterit dengan Bahan Dasar Periklas dan Silika Amorf

Afida Kholifatunnisa, Suminar Pratapa  
Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)  
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia  
*e-mail*: suminar\_pratapa@physics.its.ac.id

**Abstrak**— Telah dilakukan sintesis forsterit ( $Mg_2SiO_4$ ) menggunakan bahan dasar serbuk periklas ( $MgO$ ) dan serbuk silika amorf ( $SiO_2$ ) dengan metode reaksi padat. Serbuk silika diperoleh dengan pemurnian pasir silika asal Kabupaten Tanah Laut yang kemudian diolah melalui metode kopresipitasi dan pengeringan di udara. Serbuk-serbuk magnesium dan silika amorf dicampur secara manual selama 30 menit kemudian dikalsin dengan variasi temperatur 950, 1050, dan 1150°C selama 4 jam. Karakterisasi fase dilakukan dengan menggunakan perangkat difraktometer sinar-x (XRD), sedangkan analisis datanya dilakukan menggunakan perangkat lunak *Rietica* berbasis metode Rietveld. Secara umum fase yang terbentuk setelah sintesis adalah forsterit, periklas, kristobalit, dan protoenstatit. Presentase berat forsterit tertinggi diperoleh pada sampel dengan temperatur kalsinasi 1150°C selama 4 jam, yaitu sebesar 94,8 %wt.

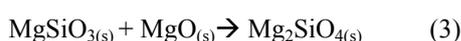
**Kata Kunci**—forsterit, silika amorf, periklas, reaksi padatan.

## I. PENDAHULUAN

Forsterit ( $Mg_2SiO_4$ ) adalah kristal magnesium silikat dengan struktur kristal ortorombik [1]. Beberapa karakteristik adalah memiliki konduktivitas listrik rendah, konstanta dielektrik yang kecil ( $\epsilon_r = 6.8$ ), bersifat stabil secara kimia, bahan isolator listrik yang baik (resistivitas listrik  $\sim 10^{13}$ - $10^{15}$   $\Omega$ cm), koefisien ekspansi termal relatif rendah dan titik lebur 1890°C [2].

Beberapa aplikasi forsterit di bidang teknologi adalah sebagai bahan dielektrik untuk gelombang millimeter [3] dan digunakan dalam aplikasi SOFC (*Solid Oxide Fuel Cell*), karena memiliki koefisien ekspansi termal yang memenuhi syarat sebagai penyekat antar-sel [4]. Dalam bidang medis forsterit digunakan untuk aplikasi rekayasa jaringan [5], radioterapi [6], dan sebagai implan tulang [7]. Oleh karena itu berbagai upaya dilakukan untuk memproduksi forsterit dengan kemurnian yang tinggi, baik dari sisi material dasar maupun metode pembuatan.

Beberapa metode telah dilakukan pada sintesis forsterit di antaranya yaitu sol gel [8], kopresipitasi [9], reaksi padat [7] dan aktivasi mekanik [10]. Reaksi pembentukan forsterit dapat terjadi melalui beberapa mekanisme. Contoh mekanisme reaksi padat dalam pembentukan forsterit adalah:



Forsterit dapat terbentuk dari reaksi antara  $SiO_2$  dan  $MgO$  dengan perbandingan molaritas 1:2 [11]. Namun forsterit juga dapat terbentuk karena adanya reaksi antara  $MgO$  pada permukaan  $SiO_2$  membentuk enstatit sebagai fasa tengah (*intermediate phase*) sebelum pembentukan forsterit akibat  $MgO$  berdifusi melewati permukaan enstatit [12]. Pada literatur belum ditemukan adanya studi khusus tentang pembentukan forsterit dari silika amorf dan  $MgO$ . Oleh karenanya, dalam penelitian ini dilakukan sintesis forsterit menggunakan metode reaksi padat dengan bahan dasar serbuk silika amorf ( $SiO_2$ ) dan serbuk periklas ( $MgO$ ) komersial.

## II. METODE

Bahan dasar pembuatan silika amorf adalah Pasir silika alam dari Kabupaten Tanah Laut, Kalimantan Selatan. Pasir ini ditingkatkan kemurniannya terlebih dahulu dengan langkah-langkah yang meliputi pengayakan, pencucian, ekstraksi magnet, penggilingan, dan perendaman dalam HCl. Setelah produk didiamkan beberapa saat diperoleh endapan silika yang kemudian dinetralisir menggunakan akuades dan dikeringkan sehingga diperoleh endapan silika. Proses selanjutnya adalah kopresipitasi dengan endapan silika kering sebagai bahan dasar dan NaOH dan HCl sebagai pelarut dan pengendap. Produk yang dihasilkan setelah proses ini adalah serbuk silika amorf.

Serbuk-serbuk  $MgO$  (Merck) dan  $SiO_2$  amorf ditimbang dengan komposisi sesuai dengan stoikiometri untuk pembentukan forsterit. Keduanya dicampurkan secara manual selama 30 menit. Campuran tersebut kemudian dikalsin pada temperatur 950, 1050, dan 1150°C dengan waktu penahanan 4 jam. Sampel yang telah dikalsinasi kemudian diuji dengan difraktometer sinar-x (XRD) untuk analisis fase. Selain itu pada beberapa tahap dalam ekstraksi silika dan sintesis silika amorf dilakukan pengujian XRF (*Spektroskopi X-Ray Fluorescence*) untuk mengetahui kandungan unsur.

Komposisi fasa pada sampel-sampel uji ditentukan dengan analisis Rietveld menggunakan perangkat lunak *Rietica*. Model data terhitung yang dipilih dari data struktur kristal AMCSD (*American Mineralogist Crystal Structure Database*) yang sesuai dengan fasa yang teridentifikasi melalui analisis kualitatif. Pencocokan pola difraksi terhitung dan terukur atau biasa disebut dengan proses *refinement* dilakukan dengan mengubah parameter-parameter dalam model terhitung. Melalui penghalusan dengan metode Rietveld ini diperoleh parameter-parameter luaran, seperti faktor skala, parameter kisi, dan fraksi berat relatif, yang dapat dipakai untuk analisis lebih lanjut.

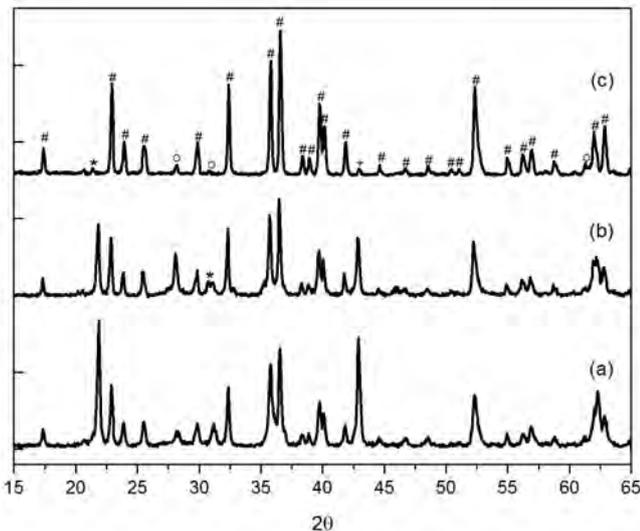
### III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil uji XRF menunjukkan bahwa bahan awal pasir silika memiliki kandungan unsur Si sebesar 94,7%. Setelah dilakukan permurnian dan dibentuk silika amorf, kandungan Si dalam serbuk silika amorf mencapai 98,0%.

Gambar 1 menyajikan pola-pola difraksi dari semua sampel hasil sintesis yang menunjukkan bahwa forsterit ( $Mg_2SiO_4$ ) telah terbentuk pada semua temperatur kalsinasi. Forsterit dapat terbentuk menurut Pers. (1) & (3). Fasa-fasa lain yang teridentifikasi adalah periklas ( $MgO$ ), kristobalit ( $SiO_2$ ), dan protoenstatit ( $MgSiO_3$ ). Kristobalit adalah polimorf  $SiO_2$  dan protoenstatit adalah polimorf  $MgSiO_3$  yang terbentuk menurut Pers.(2).

Masih ditemukannya  $SiO_2$  dan  $MgO$  menandakan bahwa reaksi antara kedua senyawa tersebut belum sempurna secara keseluruhan. Dua hal yang diduga menjadi penyebab tidak bereaksinya kedua senyawa tersebut adalah (1) ketidakhomogenan distribusi partikel kedua senyawa dan (2) kurang tersedianya energi untuk terjadinya reaksi seperti pada Pers. (1) akibat temperatur kalsinasi yang masih terlalu rendah. Namun,  $SiO_2$  dan  $MgO$  dapat bereaksi membentuk  $MgSiO_3$  menurut Pers. (2) dengan beberapa macam struktur, salah satunya adalah protoenstatit. Fasa ini terbentuk pada temperatur kalsinasi di atas  $1000^\circ C$  sebagaimana yang diungkapkan oleh sebelumnya [13].

Komposisi fasa dari tiap-tiap sampel ditunjukkan pada Tabel 2.



Gambar 1 Pola-Pola Difraksi Sinar-X pada Sampel dengan Temperatur Kalsinasi (a)  $950^\circ C$ , (b)  $1050^\circ C$ , dan (c)  $1150^\circ C$   
Keterangan: # = Forsterit; + = Periklas; \* = Kristobalit; o = Protoenstatit

Tabel 2 Persentase Berat Relatif tiap Fasa yang Terbentuk pada Semua Sampel

Temperatur kalsinasi ( $^\circ C$ )	% Berat			
	Forsterit	Periklas	Kristobalit	Protoenstatit
950	66,9	23,6	9,5	-
1050	64,4	11,2	4,5	19,9
1150	94,8	1,4	0,4	3,4

Berdasarkan Tabel 2 dapat diketahui bahwa presentase berat forsterit pada sampel dengan temperatur kalsinasi  $1150^\circ C$  mengalami peningkatan dibandingkan sampel dengan temperatur kalsinasi  $1050^\circ C$ . Peningkatan presentase berat forsterit tersebut karena semakin tinggi temperatur kalsinasi akan menambah energi untuk terjadinya reaksi.

Peningkatan kandungan forsterit seiring dengan penurunan kandungan protoenstatit karena semakin tinggi temperatur kalsinasi akan semakin banyak partikel protoenstatit yang bereaksi dengan periklas untuk membentuk forsterit. Presentase berat forsterit pada sampel dengan temperatur kalsinasi  $1050^\circ C$  sedikit mengalami penurunan dibandingkan sampel dengan temperatur kalsinasi  $950^\circ C$ , karena pada temperatur kalsinasi  $950^\circ C$  belum terbentuk protoenstatit. Presentase berat forsterit tertinggi yaitu pada sampel dengan temperatur kalsinasi  $1150^\circ C$ , yaitu 94,8 %wt.

### IV. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa secara keseluruhan fase yang terbentuk setelah sintesis adalah forsterit, periklas, kristobalit, dan protoenstatit. Presentase berat forsterit tertinggi diperoleh pada sampel dengan temperatur kalsinasi  $1150^\circ C$  selama 4 jam, yaitu mencapai 94,8 %wt.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Fathi, M.H. and M. Karaziha, "Mechanically Activated Crystallization of Phase Pure Nanocrystalline Forsterite Powders", *Materials Letters*, Vol. 63, pp.4306–4309, 2008.
- [2] Saberi, A. et al., "A Novel Method to Low Temperature Synthesis of Nanocrystalline Forsterite", *Materials Research Bulletin*, vol. 42, no.4, pp. 666–673, 2007.
- [3] Tavangarian, F and R. Emadi, "Nanostructure Effects on the Bioactivity of Forsterite Bioceramic", *Materials Letters*, vol. 65, pp. 740–743, 2011.
- [4] Kosanovic, C. et al., "Synthesis of Forsterite Powder from Zeolite Precursors", *Croatia Chemica Acta*, vol. 79, pp. 203–208, 2006
- [5] Diba, M, M.H. Fathi, and M. Kharaziha, "Novel Forsterite/Polycaprolactone Nanocomposite Scaffold for Tissue Engineering Applications", *Materials Letters*, vol. 65, no. 12, pp. 1931–1934, 2011.
- [6] Cheng, T.W, Y.C. Ding, and J.P. Chiu, "A Study of Synthetic Forsterite Refractory Materials Using Waste Serpentine Cutting", *Minerals Engineering*, vol. 15, no.4, pp. 271–275, 2002.
- [7] Ramesh, S. et al., "Nanocrystalline Forsterite for Biomedical Applications: Synthesis, Microstructure and Mechanical Properties", *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, vol. 25, pp. 63–69, 2013.
- [8] Sanosh, K.P. et al., "Sol-gel Synthesis of Forsterite Nanopowders with Narrow Particle Size Distribution", *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 495, no.1, pp. 113–115, 2011.
- [9] Wahsh, M.M.S. et al., "Fabrication and Technological properties of Nanoporous Spinel/Forsterite/Zirconia Ceramic Composites", *Materials & Design*, vol. 53, pp. 561–567, 2014.
- [10] Tavangarian, F. and R.Emadi, "Synthesis of Nanocrystalline Forsterite ( $Mg_2SiO_4$ ) Powder by Combined Mechanical Activation and Thermal Treatment", *Materials Research Bulletin*, vol. 45, no. 4, pp. 388–391, 2010.
- [11] Bhargavi Rani, A. et al., "Synthesis and Characterization of Forsterite Refractory by Doping with Kaolin", *International Journal of ChemTech Research*, vol. 6, no. 2, pp.1390–1397, 2014.
- [12] Brindley, G.W. and R.Hayami, "Mechanism of Formation of Forsterite and Enstatite from Serpentine. *Mineral.Mag*, vol. 35, pp. 189–195, 1965.
- [13] Foster, W.R., 1951. High-Temperature X-Ray Diffraction Study of the Polymorphism of  $MgSiO_3$ . *Journal of the American Ceramic Society* 34, 255–259, 1951.

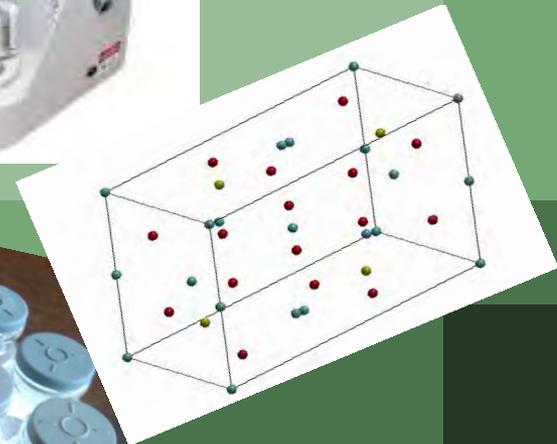


# "Aktivasi Mekanik pada Sintesis Serbuk Forsterit ( $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ ) dengan Bahan Dasar Serbuk Periklas ( $\text{MgO}$ ) dan serbuk Silika Amorf ( $\text{SiO}_2$ )"



Oleh :  
Afida Kholifatunnisa (1111100011)

Dosen Pembimbing :  
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.



# OUTLINE

Ij

**Pendahuluan**

IVj

**Hasil & Pembahasan**

IIj

**Tinjauan Pustaka**

IIIj

**Metodelogi  
Penelitian**

Vj

**Kesimpulan**





# Pendahuluan

## Latar Belakang

### Forsterit

- Kristal magnesium silikat dengan rumus kimia  $Mg_2SiO_4$
- Konduktivitas listrik rendah
- Konstanta dielektrik yang kecil
- Bersifat stabil secara kimia

#### **Aplikasi :**

- SOFC (*Solid Oxide Fuel Cell*)
- Implant Tulang





# Pendahuluan

## Latar Belakang

**Metode yang pernah digunakan**

**Reaksi padat**

**Kopresipitasi**

**Sol Gel**





# Pendahuluan

## Latar Belakang

### Aktivasi Mekanik pada Penelitian Sebelumnya



**Astutik  
dkk  
(2011)**

Sintesis  $\text{MgTiO}_3$  dan  $\text{MgTiO}_5$  dengan bahan dasar  $\text{MgO}$  dan  $\text{TiO}_2$  menggunakan metode reaksi padat. Aktivasi mekanik dilakukan dengan variasi waktu penggilingan 10, 14, dan 18 jam serta variasi kecepatan penggilingan, yaitu 100 dan 150 rpm

Sintesis  $\text{PbTiO}_3$  dengan bahan dasar serbuk oksida timbal  $\text{PbO}$  dan oksida titanium  $\text{TiO}_2$  dengan penambahan PCA etanol dan pada atmosfer udara. Variabel penelitian adalah *milling time* 10, 20 dan 30 jam.



**Nugroho dan  
Fajarin (2009)**



**Fathi dan  
Kharaziha  
(2008)**

Sintesis forsterit dengan aktivasi mekanik menggunakan bahan dasar magnesium carbonate ( $\text{MgCO}_3$ ) dan  $\text{SiO}_2$  amorf. Aktivasi mekanik dilakukan pada 10 dan 15 jam.





## Penelitian ini...

**Reaksi padat**

**MgO dan SiO<sub>2</sub> Amorf**

**Aktivasi Mekanik**





# Pendahuluan

## Tujuan Penelitian



**Mengetahui pengaruh variasi aktivasi mekanik terhadap pembentukan forsterit.**

**Mengetahui efektivitas aktivasi mekanik untuk menghasilkan forsterit dengan kemurnian yang tinggi.**





Batasan masalah dalam penelitian ini adalah studi fasa forsterit dengan bahan dasar serbuk silika amorf dari hasil pemurnian pasir silika Tanah Laut dan serbuk MgO dengan dan tanpa aktivasi mekanik. Variasi aktivasi mekanik dilakukan selama 1,2, dan 3 jam pada temperatur kalsinasi 950, 1050, dan 1150°C.





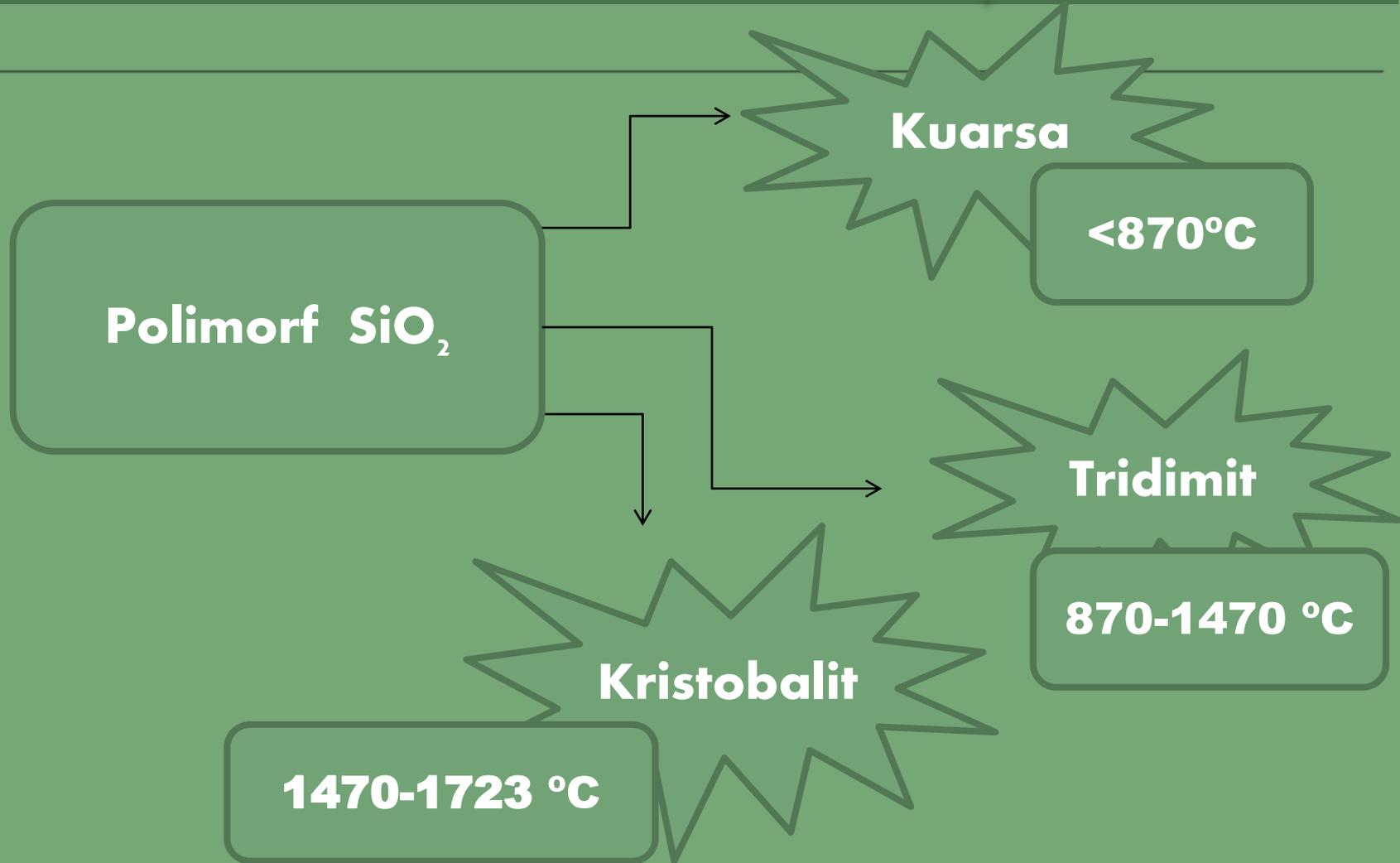
# Tinjauan Pustaka

mengandung  
mineral utama  
 $\text{SiO}_2$

55,3-99,8%

**Pasir Silika Tanah  
Laut, Kalimantan  
Selatan**







## Karakteristik Silika Amorf

**SiO<sub>2</sub>**

**Titik lebur 1610°C**

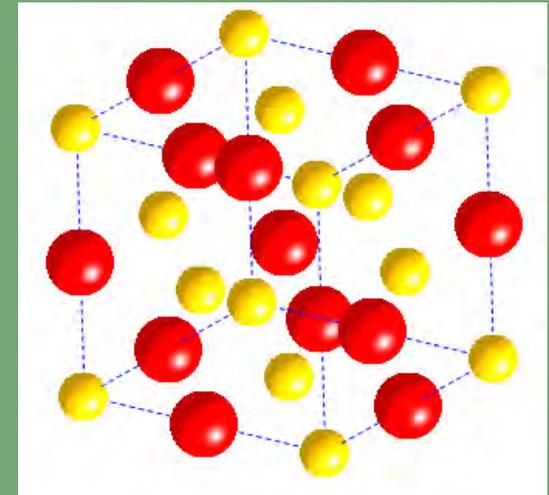
**Resistivitas > 10<sup>14</sup> Ωm**

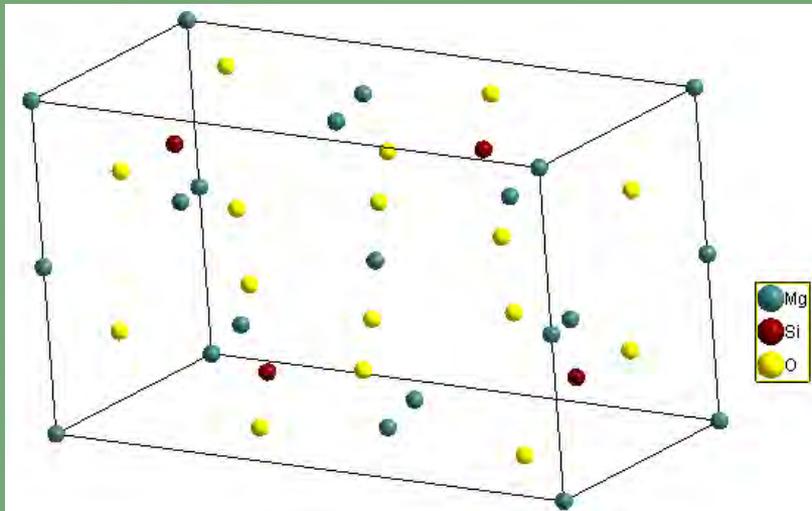
**Kekerasan 650 Kg/mm<sup>2</sup>**





Sifat-sifat	Nilai
Struktur Kristal	FCC
Warna	Putih
Bentuk	Kristal Padat
Densitas	3600 Kg.m <sup>-3</sup>
Titik leleh	2830 °C





Orthorombik

Titik lebur  
 $1890^{\circ}C$





## Aktivasi Mekanik pada Sintesis Forsterit



- meningkatkan reaktivitas sehingga senyawa kristal dapat terbentuk pada temperatur kalsinasi yang lebih rendah.
- Homogenitas partikel menjadi lebih tinggi dan partikel semakin reaktif



## Penelitian Sebelumnya



Fathi dan  
Kharaziha  
(2008)

Sintesis forsterit dengan aktivasi mekanik menggunakan bahan dasar magnesium carbonat ( $\text{MgCO}_3$ ) dan  $\text{SiO}_2$  amorf. Variasi waktu penggilingan yaitu 5, 10, dan 15 jam dengan temperatur kalsinasi 900, 1000, dan 1200°C.

Sintesis forsterit dengan aktivasi mekanik menggunakan bahan dasar *talc* ( $\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ ) dan magnesium carbonate ( $\text{MgCO}_3$ ). Variasi waktu penggilingan yaitu 5 menit, 1, 5, 10, 20, 40, 60, 80, dan 100 jam dengan temperatur kalsinasi 100 dan 1200°C.



Tavangarian  
dan Emadi  
(2009)





# Pendahuluan

## Tinjauan pustaka

### Penelitian Sebelumnya

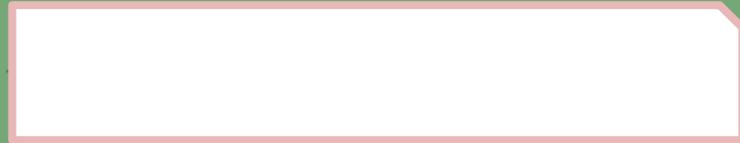


Tavangarian  
dan Emadi  
(2010)

Sintesis forsterit dengan aktivasi mekanik menggunakan bahan dasar talc ( $\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ ) dan  $\text{MgO}$ . Variasi waktu penggilingan yaitu 5 menit, 1, 5, 10, 20, 40, 60 jam dengan temperatur kalsinasi 100 dan  $1200^\circ\text{C}$ .

**Forsterit dengan kemurnian tinggi**



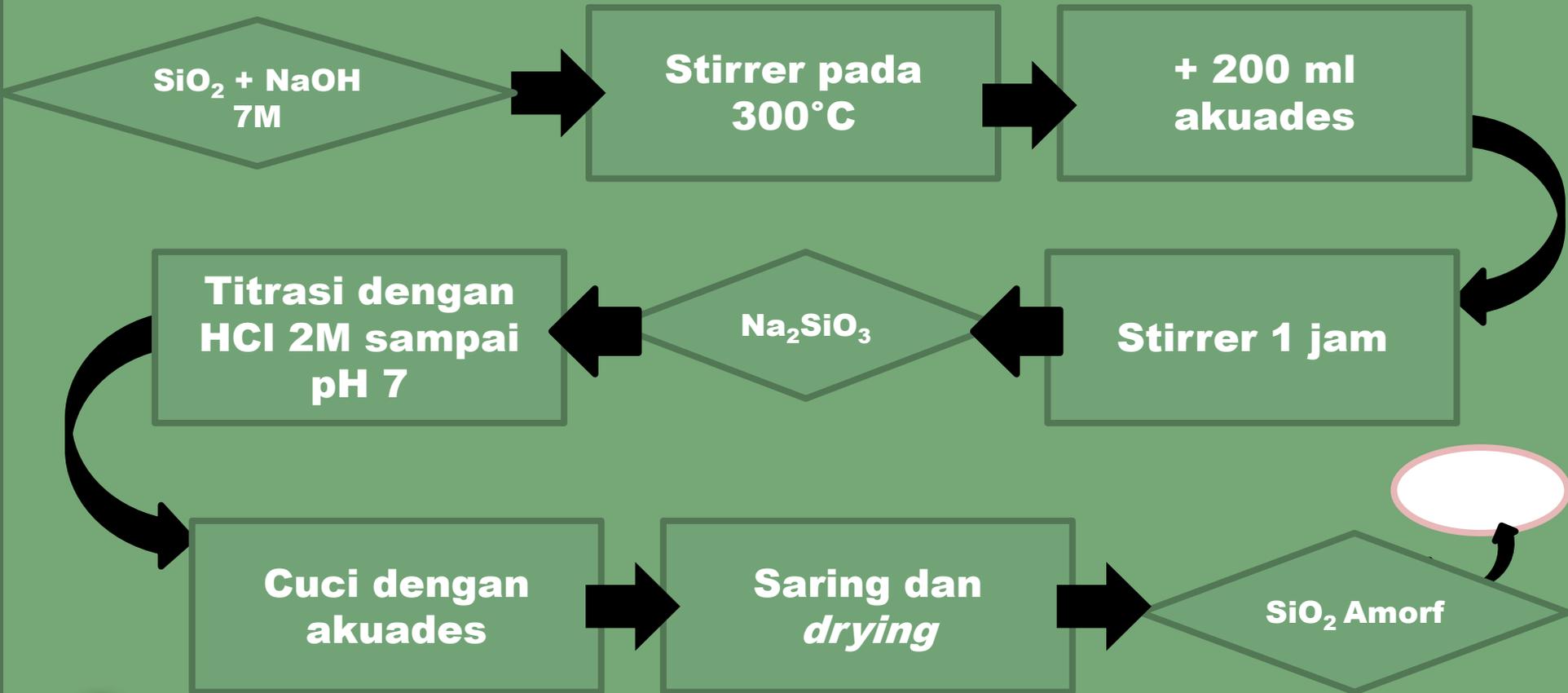
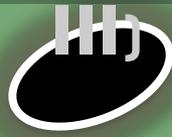


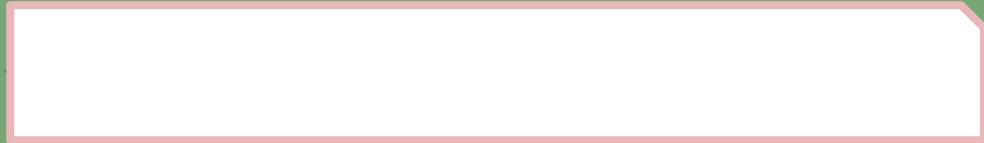
- Diayak
- Cuci dengan akuades
- Drying  $\pm 80^{\circ}\text{C}$

- Ekstrak dengan magnet permanen
- Dihaluskan dengan *wet milling* 1 jam

- Stirrer dalam HCl 2M selama 30 menit
- Cuci dengan akuades
- Drying  $\pm 80^{\circ}\text{C}$







**IV**

**Hasil & Pembahasan**

**Penyiapan Sampel**

**Pemurnian Silika dan Sintesis Silika Amorf**



## Hasil Pengujian XRF

Sampel	Persentase Unsur Si(%)
Pasir silika dari tambang	94,7
Setelah dicuci	95,6
Setelah di HCL	97,4
Silika Amorf	98,0





**Sampel yang siap dikarakterisasi**

**IV**

**Hasil &  
Pembahasan**

**Analisis Kualitatif dan  
Kuantitatif**

**Periklas (MgO)  
(#AMCSD 0000501)**

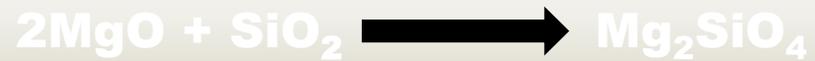
**Forsterit (Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>)  
(#AMCSD 0000328)**



**Kristobalit(SiO<sub>2</sub>)  
(#AMCSD 0017659)**

**Protoenstatit(MgSiO<sub>3</sub>)  
(#AMCSD 0004955)**





**Hasil Luaran *Figures-of-Merits* (FoM)**

Aktivasi Mekanik (jam)	Temperatur Kalsinasi (°C)	FoM (%)			
		GoF	Rp	Rwp	Rexp
0	950	1,9	11,9	16,5	11,7
	1050	1,4	10,7	14,8	12,6
	1150	1,3	10,4	15,4	13,6
1	950	2,2	12,3	16,6	11,3
	1050	1,7	12,0	16,1	12,2
	1150	1,5	11,1	15,7	12,9
2	950	1,9	11,9	16,1	11,7
	1050	1,5	10,6	14,8	12,6
	1150	1,5	15,7	12,9	12,9
3	950	1,9	11,6	16,3	11,6
	1050	1,6	11,3	16,1	12,9
	1150	1,5	11,1	15,7	12,9

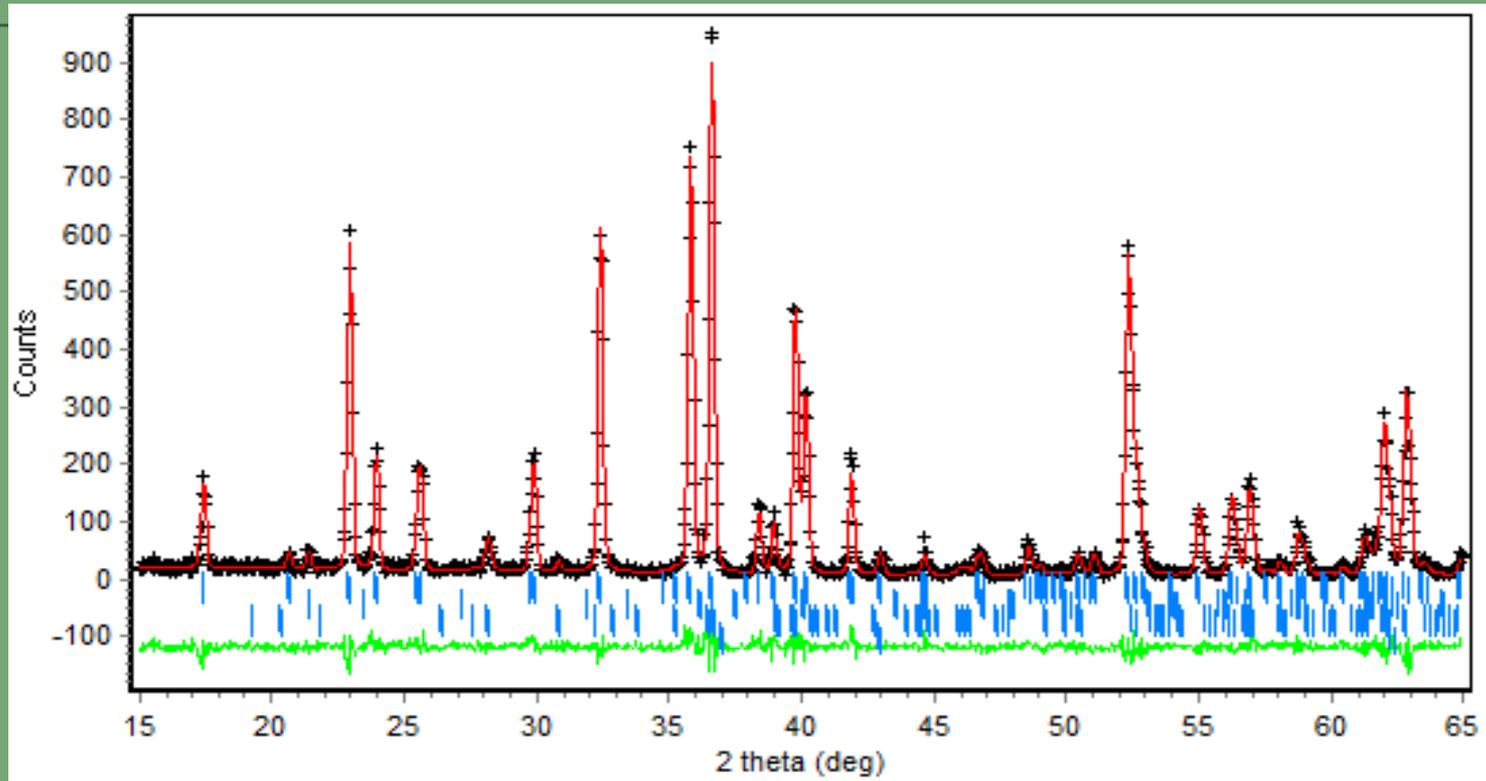
FoM (nilai Rp, R-wp, R<sub>exp</sub> <20% dan nilai GoF <4%)



# IV

## Hasil & Pembahasan

## Analisis Kualitatif dan Kuantitatif



**Contoh Pola Hasil Penghalusan ~ Sampel Tanpa Aktivasi Mekanik dengan Temperatur Kalsinasi 1150°C**

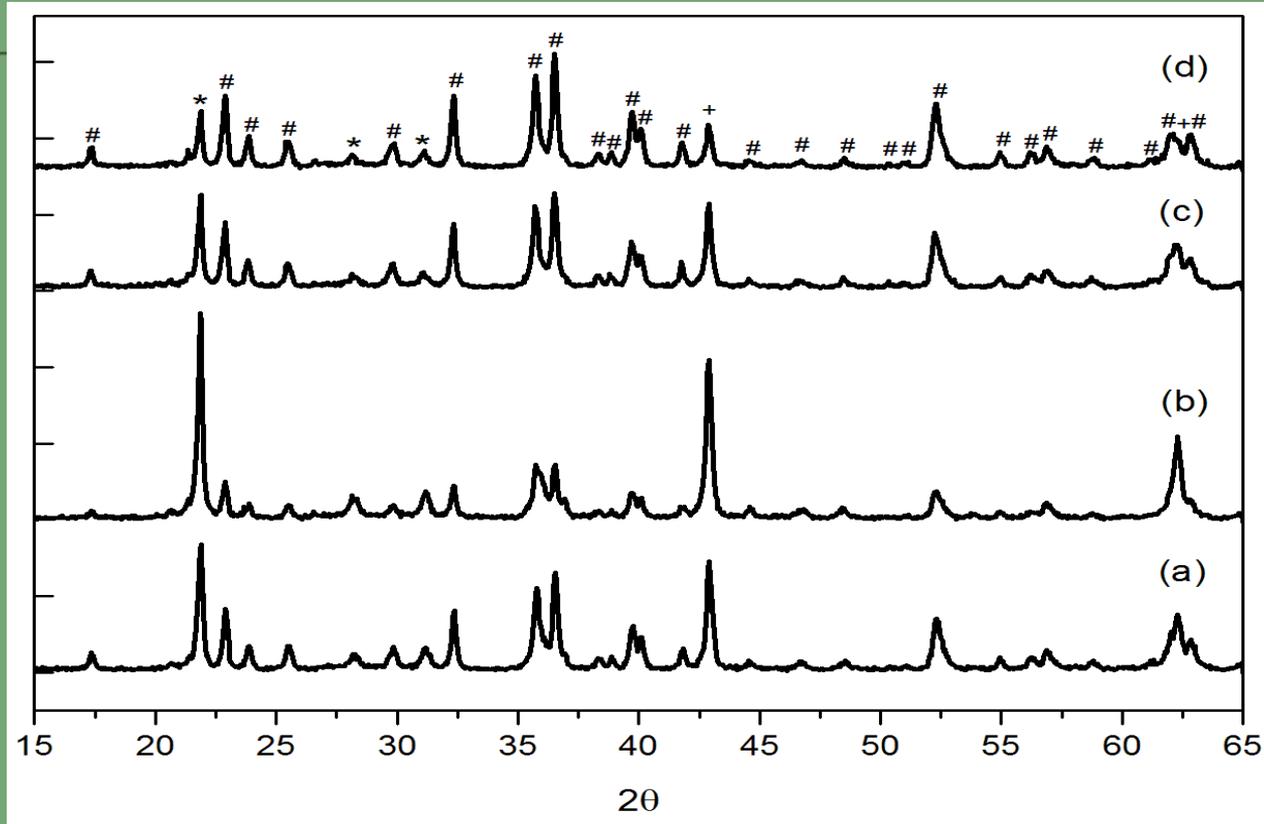


# IV

## Hasil & Pembahasan

## Analisis Kualitatif dan Kuantitatif

**Keterangan:**  
# = Forsterit  
+ = Periklas  
\* = Kristobalit



**Pola-Pola Difraksi Sinar-X pada Sampel dengan Temperatur Kalsinasi 950°C dengan aktivasi mekanik (a) tanpa aktivasi mekanik (b) 1 jam (c) 2 jam dan (d) 3 jam**



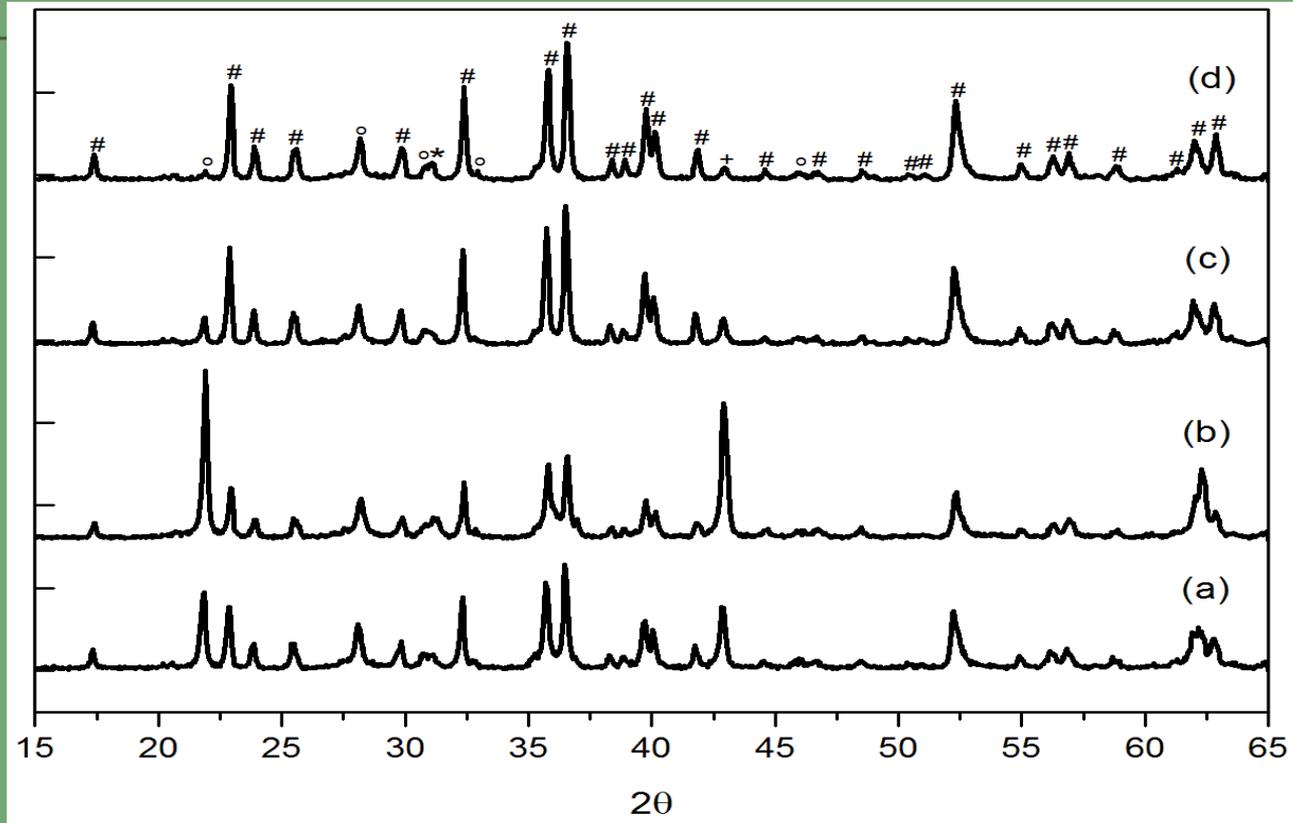
**Keterangan:**

# = Forsterit

+ = Periklas

\* = Kristobalit

o = Protoenstatit



**Pola-Pola Difraksi Sinar-X pada Sampel dengan Temperatur Kalsinasi 1050°C dengan aktivasi mekanik (a) tanpa aktivasi mekanik(b)1 jam (c)2 jam dan (d) 3 jam**



# IV

## Hasil & Pembahasan

## Analisis Kualitatif dan Kuantitatif

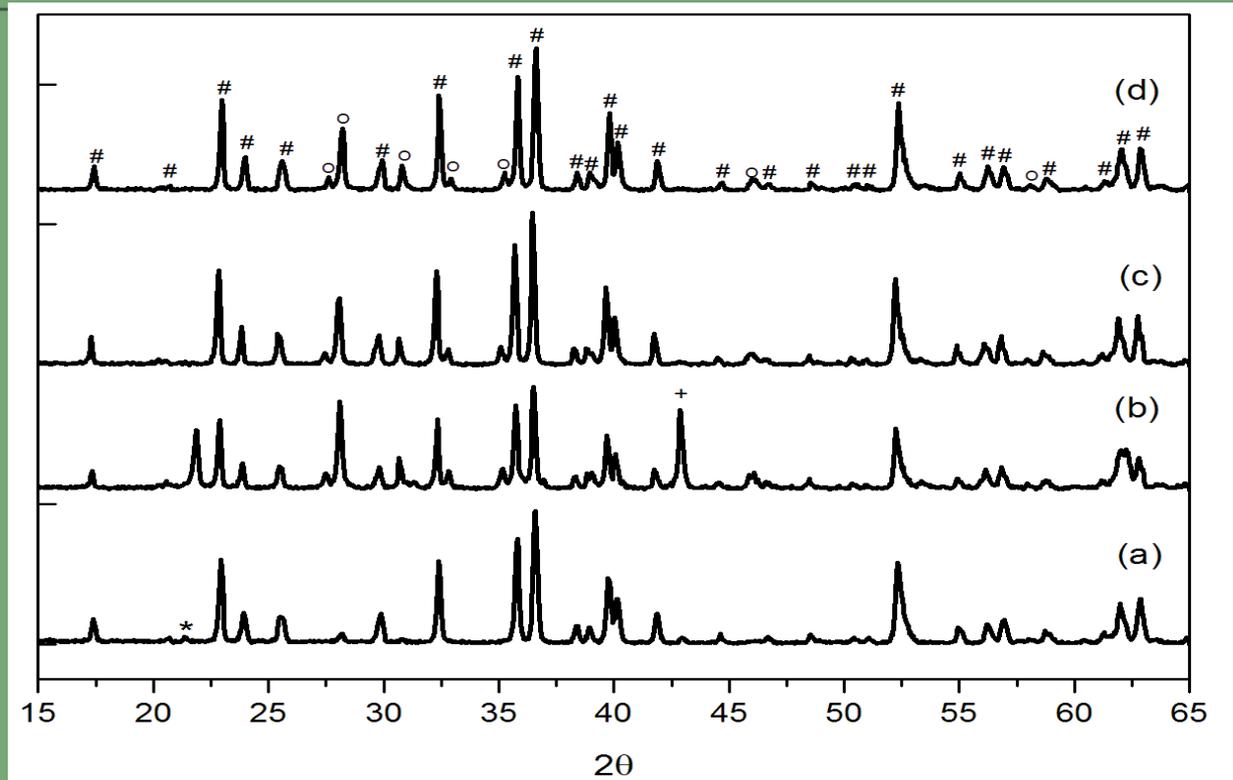
**Keterangan:**

# = Forsterit

+ = Periklas

\* = Kristobalit

o = Protoenstatit



**Pola-Pola Difraksi Sinar-X pada Sampel dengan Temperatur Kalsinasi 1150°C dengan aktivasi mekanik (a) tanpa aktivasi mekanik (b) 1 jam (c) 2 jam dan (d) 3 jam**



**Persentase Berat yang Terbentuk pada Masing-Masing Sampel**

Sampel	% Berat			
	Fors	Per	Kristo	Proto
FTL_950_0	66,9	23,6	9,5	-
FTL_950_1	42,1	40,3	17,6	-
FTL_950_2	75,9	17,4	6,7	-
FTL_950_3	87,9	6,4	5,7	-
FTL_1050_0	64,4	11,2	4,5	19,9
FTL_1050_1	48,3	24,9	8,9	17,9
FTL_1050_2	77,4	5,9	1,3	15,4
FTL_1050_3	80,4	2,3	0,5	16,8
FTL_1150_0	94,8	1,4	0,4	3,4
FTL_1150_1	80,8	0,7	-	18,5
FTL_1150_2	81,0	0,8	-	18,2
FTL_1150_3	82,3	-	-	17,7

**Keterangan nama fasa:**  
**Fors:** Forsterit  
**Per:** Periklas  
**Kristo:** Kristobalit  
**Proto:** Protoenstatit

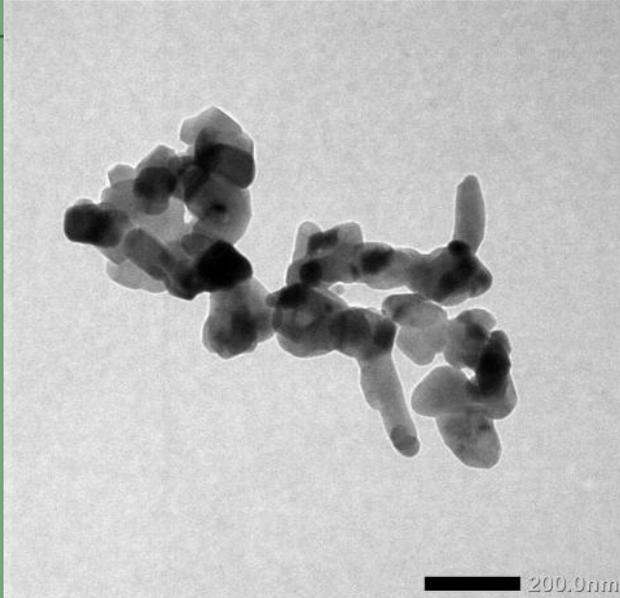
**Keterangan nama sampel:**  
 FTL\_temperatur kalsinasi (°C)\_aktivasi mekanik (jam)



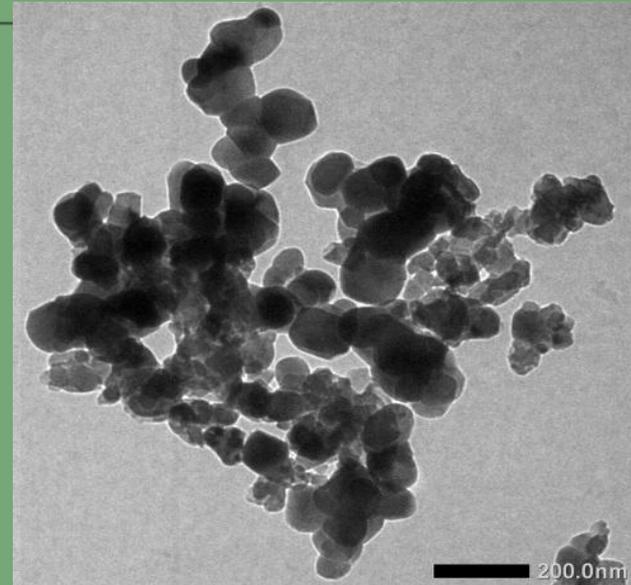
# IV

## Hasil & Pembahasan

## Analisis Ukuran Kristal



**FTL\_950\_3**



**FTL\_1050\_0**

Berdasarkan citra TEM dapat diperkirakan distribusi ukuran kristal pada sampel FTL\_950\_3 dan FTL\_1050\_0 masing-masing sekitar 81 nm dan 94 nm





# Kesimpulan

- ❖ **Semakin lama waktu aktivasi mekanik dapat meningkatkan presentase berat forsterit pada temperatur kalsinasi 950, 1050, dan 1150 °C.**
- ❖ **Peningkatan waktu aktivasi mekanik dapat menurunkan temperatur kalsinasi yang dibutuhkan untuk membentuk forsterit.**
- ❖ **Presentase berat forsterit tertinggi pada sampel dengan aktivasi mekanik terbentuk pada aktivasi mekanik 3 jam dengan temperatur kalsinasi 950°C – 87,9 %wt.**
- ❖ **Semakin lama waktu aktivasi mekanik dapat menurunkan ukuran kristal. Berdasarkan hasil citra TEM dapat diperkirakan distribusi ukuran kristal pada sampel dengan aktivasi mekanik selama 3 jam dengan temperatur kalsinasi 950°C dan sampel tanpa aktivasi mekanik dengan temperatur kalsinasi 1050°C masing-masing sekitar 81 nm dan 94 nm.**



---

---

# TERIMA KASIH

