

Analisis Komposisi Fasa Keramik Forsterit dari Bahan Dasar Periklas dan Kristobalit dengan Metode RIR

Filza Amalina dan Suminar Pratapa
Jurusan Fisika, Fakultas MIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111
E-mail: suminar.pratapa@gmail.com

Abstrak— . Forsterit (Mg_2SiO_4) telah disintesis dengan metode reaksi solid-state dengan serbuk periklas (MgO) dan serbuk silika alam kristobalit (SiO_2) yang digunakan sebagai bahan dasar dan polivinil alkohol (PVA) sebagai katalis. Bahan-bahan dicampur dengan menggunakan mortar selama 30 menit dan ball milling selama 1, 2, dan 3 jam dan dikalsinasi pada temperatur 1050 °C. Serbuk-serbuk terkalsinasi dikarakterisasi menggunakan XRD. Analisis komposisi fasa menunjukkan bahwa penambahan waktu aktivasi mekanik dan temperatur kalsinasi mempengaruhi terbentuknya fasa forsterit. Penambahan waktu aktivasi akan menambah terbentuknya presentase berat forsterit. Kandungan forsterit bertambah pada waktu aktivasi maksimum yaitu mencapai 62,1%wt

Kata kunci: Forsterit, periklas, silika kristobalit, metode solid-state, dan aktivasi mekanik

I. PENDAHULUAN

Dalam beberapa tahun terakhir ini, bioaktif keramik telah menarik perhatian dalam pengembangan bahan implan tulang. Forsterit (Mg_2SiO_4) merupakan salah satu bahan dalam sistem magnesia-silika yang memiliki sifat konduktivitas listrik yang sangat rendah^[6], ekspansi termal yang rendah, stabilitas kimia yang tinggi^[2], dan *fracture toughness* yang tinggi sehingga baik digunakan sebagai implan tulang^[3].

Forsterit (Mg_2SiO_4) dapat disintesis dengan menggunakan metode alkoxsi, metode polimer matriks^[7], metode sol-gel, dan reaksi *solid-state*^[5]. Sintesis Mg_2SiO_4 dengan menggunakan metode *solid-state* dengan variasi pengaruh aktivasi mekanik telah berhasil dilakukan pada penelitian sebelumnya dari bahan dasar MgO dan *talc* ($Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$) dengan hasil kadar forsterit 68,3-87,8%^[8]. Barzegar telah berhasil mensintesis forsterit dari gel silika dengan mereaksikan dengan $Mg_2(OH)_2$ dengan variasi aktivasi mekanik 0,25-40 jam ball milling^[1]. Dan M. H. Fathi dan Khariziha telah berhasil mensintesis forsterit dari silika (SiO_2) dengan mereaksikan dengan $MgCO_3$ dengan variasi aktivasi mekanik 10 jam ball milling^[3]. Tetapi, sampai saat ini belum ada penelitian sintesis Mg_2SiO_4 dengan menggunakan bahan dasar pasir alam silika.

Dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis forsterit dari bahan pasir alam silika (SiO_2) kristobalit dengan mereaksikan dengan magnesium oksida (MgO) menggunakan metode *solid-state* dengan variasi aktivasi mekanik antara 1-3 jam dan suhu kalsinasi 1050°C. Data difraksi sinar X menjadi data utama yang digunakan untuk analisis terhadap variasi tersebut

II. METODE

2.1. Sintesis Silika (SiO_2) Kristobalit

Serbuk pasir silika yang sudah dicuci dengan aquades dan HCl kemudian dilakukan hidrotermal dengan dilarutkan dalam NaOH 7 M, diaduk sampai mengerak dengan kecepatan 237,5 rpm pada suhu 300°C dan didinginkan pada suhu ruang. Kemudian ditambahkan 200 ml aquades dan diaduk dengan kecepatan 237,5 rpm selama 1 jam. Larutan yang terbentuk adalah larutan Na_2SiO_3 . Larutan tersebut disaring dengan menggunakan kertas saring whatman 42 kemudian dibiarkan selama 3 jam. Lalu dilakukan kopresipitasi dengan titrasi HCl 2 M, diaduk dengan kecepatan 237,5 rpm sampai pH 7. Kemudian dibiarkan minimal 24 jam. Setelah itu endapan gel silika dicuci 15 kali dengan menggunakan aquades. Gel silika kemudian dikeringkan pada temperatur 80°C untuk menghilangkan kadar airnya. Setelah dikeringkan serbuk silika dikalsinasi dengan suhu 1150°C.

2.2. Sintesis Forsterit (Mg_2SiO_4)

Serbuk MgO dan SiO_2 ditimbang menggunakan neraca digital dengan komposisi MgO sebanyak 45% dan SiO_2 sebanyak 55% menurut fraksi massa. Kemudian, ditambahkan 3% PVA yang berperan sebagai pengikat serbuk. Proses pencampuran dilakukan dengan mortar selama 30 menit. Analisis termal dilakukan dengan DSC-TGA untuk mengetahui pengaruh perubahan temperatur terhadap perubahan massa dan kalor pada sampel. Dari hasil pengujian DSC-TGA, dibuat sampel dengan kalsinasi pada temperatur 1050°C untuk masing-masing sampel yang telah dicampur dengan menggunakan mortar selama 30 menit dan aktivasi mekanik. Sampel yang telah dikalsinasi kemudian diuji XRD dengan menggunakan difraktometer Philips X'Pert Powder dengan radiasi $CuK\alpha$. Pengujian XRD ini dilakukan menggunakan sudut pendek dengan jangkauan sudut 15°- 65° dan *step size* 0,04°.

2.3. Metode RIR (*Reference Intensity Ratio*)

Metode *Reference Intensity Ratio* (RIR) merupakan metode yang digunakan untuk analisis kuantitatif dengan menggunakan perbandingan nilai intensitas difraksi sampel dengan intensitas difraksi material referensi. Dengan menggunakan pengukuran rasio area puncak, metode *Reference Intensity Ratio* (RIR) dapat menentukan komposisi berat tiap fasa yang terkandung dalam sampel yang diuji dengan menggunakan Persamaan 3.1 di bawah ini:

$$\frac{I_a}{I_b} = K \frac{X_a}{X_b} = \frac{(I/I_c)_a X_a}{(I/I_c)_b X_b} \dots \dots \dots (3.1)$$

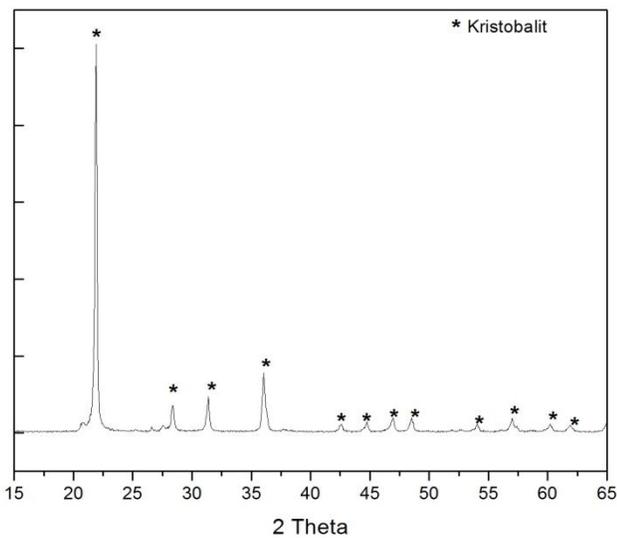
III. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Hasil Pemurnian Pasir Silika (SiO₂)

Tabel 3. 1 Prosentase Unsur Si Hasil Pemurnian Pasir Silika Tanah Laut

Sampel	Persentase Unsur Si (%)
Pasir Tanah Laut Hasil Tambang (TLT)	94.7
Pasir Tanah Laut Setelah Dicuci dengan Aquades (TLA)	95.6
Pasir Tanah Laut Dicuci dengan HCl (TLH)	97.4
Silika Tanah Laut Amorf (ATL)	98.0

Penelitian ini menggunakan bahan dasar utama dari pasir silika Tanah Laut, Kalimantan Selatan. Hasil analisis unsur dari pasir tersebut sebelum dimurnikan hingga berwujud serbuk silika amorf dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) ditunjukkan pada Tabel 3.1. Kandungan Si meningkat dari 94,7% ketika masih berwujud pasir silika (TLT) hingga 98,0% setelah berupa serbuk silika amorf (ATL) . Selain itu ada beberapa unsur pengotor dalam persentase yang kecil, yaitu Cr, Ti, Fe, K, dan Zr. Selanjutnya, serbuk ini dikalsinasi pada 1150°C untuk menghasilkan serbuk silika kristobalit. Verifikasi terbentuknya serbuk silika kristobalit pada temperatur tersebut dilakukan dengan pengujian XRD seperti pada Gambar 3.1

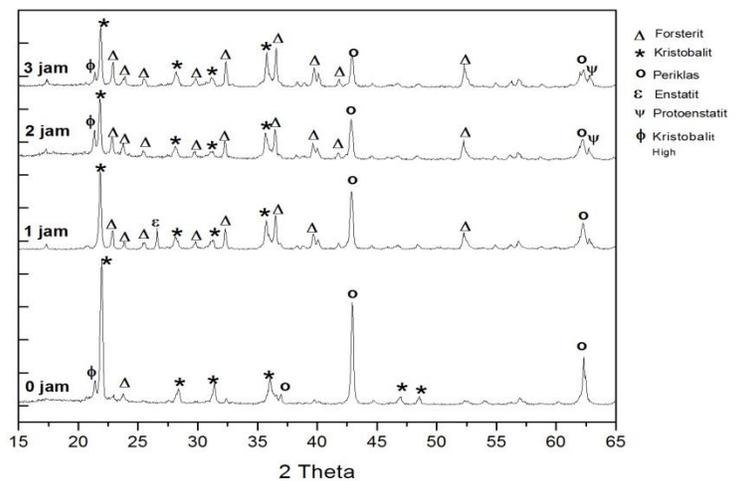
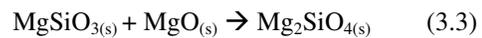
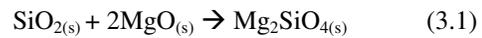


Gambar 3.1 Pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-Kα) serbuk silika kristobalit

3.2 Analisis Kualitatif dan Kuantitatif

Data XRD sampel-sampel hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 3.2. Dari hasil analisis kualitatif dengan menggunakan aplikasi *Match!* diketahui bahwa fasa-fasa yang terbentuk pada semua sampel adalah kombinasi antara forsterit (Mg₂SiO₄, Kode ICDD 96-900-0320), periklas (MgO), kristobalit (SiO₂), enstatit (MgSiO₃), dan protoenstatit (MgSiO₃).

Pada penelitian ini, forsterit sudah mulai terbentuk pada dengan Persamaan 3.1. Forsterit terbentuk pada permulaan temperatur 900°C^[1]. Adanya kelebihan senyawa SiO₂ dan MgO menandakan kedua senyawa tersebut belum bereaksi secara sempurna. Diduga salah satu penyebabnya adalah karena sebaran partikel SiO₂ dan MgO tidak homogen. Senyawa protoenstatit dan enstatit (MgSiO₃) yang terbentuk disebabkan pada saat SiO₂ dan MgO membentuk forsterit, kedua senyawa tersebut dapat membentuk enstatit terlebih dahulu kemudian berdifusi membentuk forsterit sesuai dengan Persamaan 3.2 dan 3.3^[4].



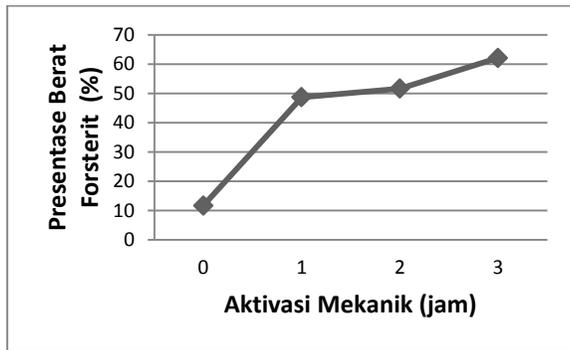
Gambar 3.2 Pola difraksi sinar-X (radiasi CuKα_{1,2}) sampel-sampel serbuk hasil sintesis pada variasi waktu aktivasi mekanik.

Analisis kuantitatif menggunakan metode RIR (*Reference Intensity Ratio*) dengan perangkat lunak *Match!*. Pola hasil difraksi tiap sampel dibandingkan dengan pola pada PDF# (Powder Diffraction File) sehingga diperoleh ratio intensitas pola dan intensitas corundum (*I/I_c*) dan parameter luaran berupa komposisi berat fasa dari tiap sampel yang ditunjukkan pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2 Persentase Fraksi Berat yang Terbentuk pada Masing-Masing Sampel

Aktivasi mekanik (jam)	Persentase berat (%)				
	Forst	Kristo	Per	Proto	Enstatit
0	11,7	43,1	43,9	1,4	
1	48,7	19,5	23,4	6,4	9,1
2	51,6	20,3	18,1	10,0	
3	62,1	18,7	16,3	2,8	

Catatan: 0 jam berarti tanpa aktivasi mekanik tetapi dengan pencampuran manual selama 30 menit



Gambar 3.3 Presentase Berat Forsterit yang Terbentuk Pada Masing-Masing Sampel

Tabel 3.2 menunjukkan bahwa kandungan forsterit tertinggi adalah sampel aktivasi mekanik selama 3 jam dengan temperatur kalsinasi 1050 °C yaitu mencapai 62,1%wt. Tiap kenaikan temperatur kalsinasi pada waktu aktivasi yang sama, kandungan forsterit yang dihasilkan selalu naik. Penyebabnya adalah saat temperatur tinggi maka energi yang tersedia untuk terjadinya reaksi pembentukan forsterit (Mg_2SiO_4) tercukupi sehingga kandungan forsterit yang dihasilkan akan bertambah banyak.

Selain itu juga, pada tiap temperatur, kandungan forsterit selalu naik dengan penambahan waktu aktivasi mekanik. Dalam penelitian yang lain Barzegar menjelaskan bahwa penambahan waktu aktivasi mekanik dapat mengurangi aglomerasi (penggumpalan) partikel-partikel yang bereaksi sehingga distribusi partikel homogen dan mempermudah partikel untuk bereaksi mengasilkan forsterit^[1].

Fasa enstatit dan protoenstatit muncul akibat adanya reaksi MgO dan SiO₂ yang membentuk MgSiO₃ sebelum membentuk forsterit sebagaimana pada Persamaan 3.2 dan 3.3. Turunnya kandungan enstatit dan protoenstatit bersamaan dengan penurunan kandungan periklas pada kenaikan waktu aktivasi mekanik, diduga karena adanya enstatit atau protoenstatit yang bereaksi dengan periklas membentuk fasa forsterit.

IV. KESIMPULAN

Kesimpulan dari hasil penelitian ini adalah:

1. Kandungan forsterit yang dihasilkan selalu naik dengan penambahan waktu aktivasi mekanik pada temperatur yang sama.
2. Pada tiap kenaikan temperatur kalsinasi pada waktu aktivasi yang sama, kandungan forsterit yang dihasilkan selalu naik

DAFTAR PUSTAKA

1. Brazegar B., T. Ebazadeh, H. Majidian, 2013. Microwave synthesis and sintering of forsterite nanopowder produced by high energy ball milling. *Ceramics International* 40 (2014) 2869-2876
2. Doy A., Aqueous synthesis of forsterite (Mg_2SiO_4) and enstatite ($MgSiO_3$), *J. Sol-Gel Sci. Technol.* 24 (2002) 221-228..
3. Fathi, M.H. & Kharaziha, M., 2008. Mechanically Activated Crystallization of Phase Pure Nanocrystalline Forsterite Powders. *Materials Letters*, 63, pp.4306-4309.

4. 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.
5. Kazakos, S. Komarneri, R. Roy, Preparation and densification of forsterite (Mg_2SiO_4) by nanocomposite sol-gel processing, *Mater. Lett.* 9 (1990) 405-409
6. L. Lin, M. Yin, C. Shi, W. Zhang, Luminescence properties of a new redlong-lasting phosphor: $Mg_2SiO_4:Dy^{3+},Mn^{2+}$, *J. Alloys Compd.* 455(2008) 327-330.
7. Martin M.H.E., C.K. Ober, C.R. Hubbard, W.D. Porter, O.B. Cavin, Poly (methacrylate) precursors to forsterite, *J. Am. Ceram. Soc.* 75 (1992) 1831-1838
8. Ramesh, Muralithran S., The effects of sintering temperature on the properties of hydroxyapatite, *Ceram. Int.* 26 (2000) 221-230.