

Sintesis Forsterit dengan Metode Pencampuran Koloid Silika dari Pasir Alam dan Magnesium Klorida

Fikriyatul Azizah Su'ud dan 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@gmail.com

Abstrak—Telah berhasil disintesis serbuk forsterite dengan metode pencampuran koloid silika dari pasir alam dan magnesium klorida. Pasir silika dimurnikan mendapatkan pasir dengan kemurnian tinggi dilanjutkan dengan proses kopresipitasi untuk mendapatkan koloid silika. Serbuk Magnesium dilarutkan dalam larutan asam untuk mendapatkan prekursor $MgCl_2$. Forsterite dibuat dengan menggunakan metode sol-gel. Metode ini dilakukan dengan mencampurkan koloid silika dan reksor $MgCl_2$ dengan berbagai komposisi. Sampel lalu dikeringkan pada temperatur $100^\circ C$ dengan menggunakan hot plate. Serbuk kering dikalsinasi pada temperatur $900^\circ C$ selama 2 jam. Identifikasi unsur dilakukan dengan menggunakan *X-ray Fluorescence (XRF)* dan identifikasi fasa menggunakan *X-ray Diffraction (XRD)*. Data XRD dianalisis secara kualitatif menggunakan *software Match!2* dan secara kuantitatif menggunakan *software Rietica*. Ukuran kristal diverifikasi dengan menggunakan *Transmission Electron Microscopy (TEM)*. Hasil analisis data XRD menunjukkan bahwa forsterit yang terbentuk pada sampel sebesar 90,5 % wt dengan rata-rata ukuran Kristal sebesar 53nm.

Kata Kunci—Nano-forsterit, pasir silika alam, $MgCl_2$, pemeraman, sol-gel

I. PENDAHULUAN

Forsterite adalah sebuah kristal *magnesium silikate* dengan rumus kimia Mg_2SiO_4 yang berasal dari grup mineral *olivine* [1]. Forsterite (Mg_2SiO_4) adalah sebuah fasa dari system SiO_2 - MgO dengan struktur Kristal orthorombik. Forsterite memiliki biokompaktibilitas yang tinggi, sifat mekanik yang bagus sehingga, banyak digunakan dalam bidang kesehatan [2]. Forsterite meleleh pada temperature $1890^\circ C$ sehingga biasanya digunakan sebagai bahan refraktori pada temperature tinggi[3]. Forsterite Nanopowder memiliki bioaktivitas yang lebih baik dari forsterite dengan ukuran lebih besar [4] serta bagus dalam biodegradability[5].

Nanoteknologi merupakan salah satu ilmu yang mempelajari objek dalam skala ukuran nanometer. Material nanokristal adalah material yang mempunyai fasa tunggal maupun fasa jamak yang mempunyai ukuran kristal 1-100 nm[6]. Nanomaterial mempunyai ukuran butir yang kecil sehingga dapat digunakan sebagai material yang dapat

dikombinasi baik dalam sifat fisik, mekanis maupun magnetic sehingga dapat menghasilkan material baru yang memiliki karakter khusus seperti yang diinginkan. Disamping itu, nanomaterial menunjukkan peningkatan kekuatan, kekerasan yang tinggi, kecepatan difusi yang tinggi dan dapat mengurangi waktu sinter. Karena sifat ini, nanometrial [7] banyak digunakan dalam industri semikonduktor, obat-obatan, kosmetik dan makanan.

Disisi lain, Indonesia memiliki cadangan pasir alam yang berlimpah yang dapat dibuktikan dengan banyaknya pantai yang dimiliki Indonesia yang memang merupakan Negara kepulauan. Kalimantan Selatan, salah satu provinsi di Indonesia, yang terletak di Pulau terbesar Indonesia yaitu Kalimantan, mempunyai keberlimpahan pasir silika dan beberapa diantaranya diprediksi memiliki kandungan silikon dioksida dengan kemurnian yang tinggi. Pasir alam merupakan material yang terbentuk secara alamiah dan memiliki komposisi yang kompleks (Vassilev et al., 2012). Dalam penggunaannya, material alam yang kompleks memiliki sifat-sifat yang sulit untuk dikendalikan karena komposisi fasa penyusunnya yang tidak dapat diprediksi. Merujuk pada *Minnesota Department of Natural Resources - Frequently Asked Questions and Answers Publication* (2012), pasir silika merupakan mineral yang mengandung silikon dioksida dan dapat ditemukan di banyak penjuru dunia. Silikon dioksida memiliki tiga bentuk kristalin utama, yaitu kuarsa, kristobalit dan tridimit. Tse dan Klug (1991) terhadap respon suhu, kuarsa adalah fasa yang paling stabil pada suhu ruang sampai suhu sekitar $1000^\circ C$, kemudian sebagian bertransformasi menjadi kristobalit. Dalam *Indian Minerals Yearbook 2011 (Part II)* (2012) dijelaskan bahwa kuarsa atau pasir silika banyak digunakan dalam berbagai industri dan metalurgi seperti gelas, refraktori, penuangan logam, keramik, media penyaring, kosmetik, piranti elektronik, abrasif, cat, produksi silikon karbida, dan lain-lain. Pasir alam yang memiliki kandungan silika yang tinggi namun belum dimanfaatkan secara optimal memunculkan gagasan untuk memanfaatkan pasir silika alam sebagai salah satu bahan pembuatan *forsterite*. Berbagai teknik yang dapat digunakan mendapatkan forsterite dengan kemurnian tinggi diantaranya adalah metode solid-state reaction[8], aktivasi mekanik[9], alkoxy[10], sol-gel[3]. Penelitian ini kemudian dirancang untuk menawarkan sebuah peluang realisasi penambahan nilai guna dari potensi alam

pasir silika sebagai material utama dalam pembuatan *nanoforsterite*.

II. METODE PENELITIAN

Sintesis Forsterite

Pada penelitian ini akan dilakukan pembuatan forsterite dalam skala nanometrik berbahan dasar pasir silika alam Tanah Laut, Kalimantan Selatan dan serbuk magnesium (Mg) dengan metode *sol-gel*. Pasir alam terlebih dahulu dibersihkan dari unsure-unsur pengotor yang terkandung didalamnya dengan merujuk pada penelitian yang dilakukan oleh aristia, 2011[11]. Koloid silika dibuat dengan melarutkan serbuk silika dalam 21M basa kuat dan dilanjutkan dengan proses kopresipitasi. koloid yang didapat dari proses kopresipitasi dicuci sebanyak 15 kali untuk menghilangkan kadungan basa pada koloid kemudian ditambahkan aquades sehingga terbentuk precursor koloid silica. Serbuk Magnesium dilarutkan dalam asam kuat untuk mendapatkan prekursor MgCl₂. Forsterite dibuat dengan mencampurkan precursor koloid silika dan precursor MgCl₂ dengan menggunakan beberapa perbandingan precursor MgCl₂ dan precursor koloid silika sebanyak 1:2,5 dan 1:3. Sampel forsterite diperam (*aging*) selama 24 jam dan disaring dengan kertas saring sebelum dikeringkan pada temperature 100°C. Sampel kemudian di panaskan dengan menggunakan *Furnace Carbolite RHF 1400* pada temperature 900°C selama 2 jam.

Pengujian *X-ray Fluorescence (XRF)* dilakukan untuk mengetahui kandungan unsur yang terdapat dalam pasir alam, pengujian *X-ray Diffraction (XRD)* dilakukan untuk mengetahui komposisi fasa yang terkandung di dalam sampel dan pengujian *Transmission Electron Microscopy (TEM)* untuk mengetahui ukuran kristal forsterit yang terbentuk. Analisis kualitatif dilakukan dengan mengidentifikasi fasa dari pola difraksi sinar-x menggunakan perangkat lunak *Match!2*. Analisa kuantitatif fasa dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak *Rietica* dengan menggunakan metode Rietveld.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Analisis Unsur

Tabel 1. menunjukkan hasil analisis unsur menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF) dari pasir tersebut sebelum dimurnikan hingga pemurnian menggunakan perendaman HCl. Kandungan Si meningkat dari 94,7% ketika masih berwujud pasir silika (TLT) yang diperlihatkan pada Gambar hingga 97,7% setelah perendaman dengan HCl (TLH). Produk akhir dari setelah pemurnian berupa serbuk silika.

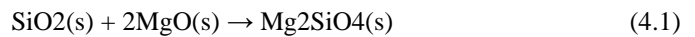
Tabel 1. Data XRF Sampel-sampel Hasil Pemurnian Pasir Silika Tanah Laut

Sampel	Prosentase Unsur (%)					
	Si	Cr	Ti	Fe	K	Zr
TLT	94.7	0.9	1.6	0.8	0.5	0.1
TLA	95.6	1.3	1.1	0.7	0.2	0.1
TLH	97.4	0.3	0.5	0.3	0.1	1.3

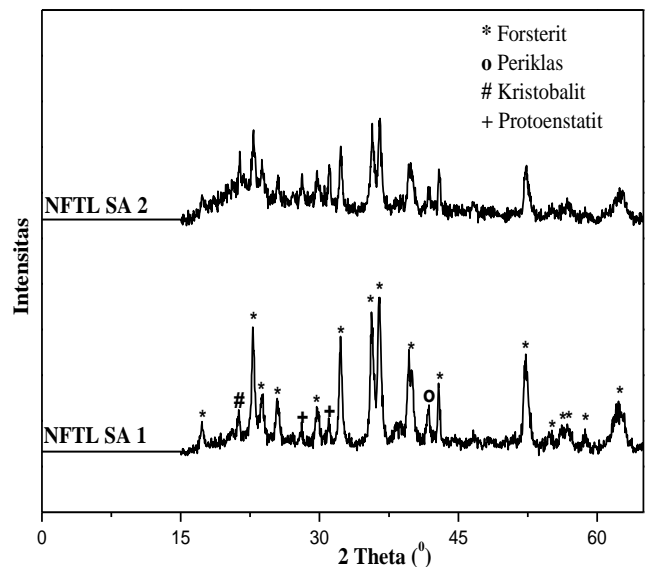
TLT	94.7	0.9	1.6	0.8	0.5	0.1
TLA	95.6	1.3	1.1	0.7	0.2	0.1
TLH	97.4	0.3	0.5	0.3	0.1	1.3

3.2 Analisis Fasa dengan metode rietveld

Data XRD sampel-sampel hasil sintesis dengan pemeraman dan penyaringan (NFTL AS) yang dikalsin pada temperatur 900°C ditunjukkan pada Gambar 1. Dari hasil analisis kualitatif diketahui bahwa fasa-fasa yang terbentuk pada semua sampel adalah kombinasi antara forsterit (kode database AMCS D #0000328), periklas (#0000501), kristobalit (#0001629) dan protoenstatit (#0004955). Kristobalit adalah polimorf SiO₂ dan protoenstatit adalah polimorf MgSiO₃. Forsterit terbentuk pada semua sampel dan pembentukannya mengikuti reaksi



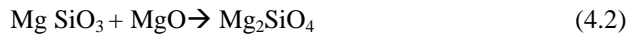
Terdeteksinya periklas menandakan bahwa adanya MgO berlebih yang belum bereaksi. Pada penelitian ini, silika amorf bertransformasi menjadi kristobalit pada temperatur 900 °C, namun pada penelitian lain, kristobalit terbentuk pada temperatur di atas 1000 °C [12].



Gambar 1 Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-Kα) NFTL Aging Saring terkalsinasi 900°C selama 2 jam.

Pola-pola hasil XRD sampel NFTL SA teridentifikasi terdiri dari fasa dominan forsterite dengan fasa sekundernya yaitu periklas, kristobalite, dan protoenstatit. Pengaruh kombinasi pemeraman dan penyaringan memberikan dampak yang cukup jelas yang ditampakkan pada lebar puncak difraksi. Fraksi berat forsterit mencapai 90, 5% pada sampel NFTL 1. Fasa-fasa sekunder yang terbentuk adalah periklas, kristobalit dan protoenstatit juga teridentifikasi pada sampel ini dengan fraksi berat relatif sebesar, berturut-turut 4,1; 1,7 dan 3,8wt%, atau setara dengan 13,2; 1,5 dan 2,4 mol%. Artinya, 1,5 mol% kristobalit dan periklas belum bereaksi. Adanya fasa

protoenstatit mengindikasikan bahwa 2,4 mol % fasa protoenstatit belum bereaksi dengan periklas mengikuti persamaan



Sehingga, 19,3mol% periklas tersisa dan tidak dapat bereaksi lagi dengan kristobalit maupun protoenstatit membentuk forsterit. Prosentase komposisi fasa yang terbentuk dapat dilihat pada Tabel 1

Tabel 1 Goodness-of-Fit dan fraksi berat relatif hasil penghalusan pola XRF sampel NFTL pemeraman dan penyaringan dengan variasi volume koloid silika dan temperatur kalsinasi 900 °C, 2 jam menggunakan perangkat lunak *Rietica*.

Nama Sampel	GoF	Fasa Terdeteksi			
		Forsterit	Periklas	Kristobalit	Protoenstatit
NFTL AS 1	1,38	90,5 (9)	4,1 (3)	1,7 (1)	3,8 (4)
NFTL AS 2	2,26	75,6 (3)	9,1 (6)	10,1 (1)	5,2 (6)

Ukuran nanometrik serbuk forsterit dikonfirmasi dengan citra TEM seperti ditunjukkan pada Gambar 2. Bentuk umum lonjong sesuai dengan data struktur forsterit yang memiliki grup ruang Pbnm dengan struktur Kristal ortorombik dan parameter-parameter kisi a, b, c [13]. Dari data struktur ini diketahui bahwa rasio $a/c \approx 1$ dan $b/a \approx 2$. Jadi, kristalit forsterit seperti yang terlihat dari citra TEM memanjang pada arah y. Ukuran rata-rata kristal forsterit adalah 53(1) nm.

IV. KESIMPULAN

Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa Telah berhasil disintesis serbuk forsterite berbahan dasar pasir Silika Alam dan serbuk Magnesium temperature sinter 900°C 2 jam dengan fasa sekunder yang terbentuk adalah periklas, cristobalit, dan protoenstatit dengan fraksi berat maksimum yang terbentuk pada sampel dengan pemeraman dan penyaringan sebesar 90,5% pada sampel NFTL AS 1. Hasil pengujian TEM menunjukkan bahwa ukuran rata-rata partikel pada sampel NFTL AS 1 adalah 52(1) nm.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] M. Ando, K. Himura, T. Tsunooka, I. Kagomiya, and H. Ohsato, "Synthesis of High-Quality Forsterite," *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 46, no. 10S, p. 7112, Oct. 2007.
- [2] M. H. Fathi and M. Kharaziha, "Mechanochemical synthesis and characterization of nanostructure forsterite bioceramics," *Int. J. Mod. Phys. B*, vol. 22, no. 18n19, pp. 3082–3091, Jul. 2008.
- [3] D. Andre, "Aqueous Synthesis of Forsterite (Mg₂SiO₄) and Enstatite (MgSiO₃)," *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, vol. 24, no. 2002, pp. 221–228, Apr. 2002.
- [4] M. Kharaziha and M. H. Fathi, "Synthesis and characterization of bioactive forsterite nanopowder," *Ceram. Int.*, vol. 35, no. 6, pp. 2449–2454, Aug. 2009.
- [5] F. Tavangarian and R. Emadi, "Nanostructure Effect of Bioactivity of Forsterite Bioceramics," *Mater. Lett.*, vol. 65, pp. 740–743, 2011.
- [6] S. Thomas, N. Kalarikkal, A. Stephan, B. Raneesh, and A. Haghi, Eds., *Advanced Nanomaterials: Synthesis, Properties, and Applications*. Apple Academic Press, 2014.
- [7] Y. Gogotsi, *Nanomaterials Handbook*. CRC Press, 2006.
- [8] K. X. Song, X. M. Chen, and X. C. Fan, "Effects of Mg/Si Ratio on Microwave Dielectric Characteristics of Forsterite Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 90, no. 6, pp. 1808–1811, Jun. 2007.
- [9] F. Tavangarian and R. Emadi, "Synthesis of nanocrystalline forsterite (Mg₂SiO₄) powder by combined mechanical activation and thermal treatment," *Mater. Res. Bull.*, vol. 45, no. 4, pp. 388–391, Apr. 2010.
- [10] M. T. Tsai, "Hydrolysis and condensation of forsterite precursor alkoxides: modification of the molecular gel structure by acetic acid," *J. Non-Cryst. Solids*, vol. 298, no. 2–3, pp. 116–130, Mar. 2002.
- [11] G. A. G. Aristia, "ANALISIS KOMPOSISI FASA KOMPOSIT PASIR SILIKA DAN MgO," *Anal. KOMPOSISI FASA KOMPOSIT PASIR SILIKA DAN MgO Compos. PHASE Anal. SILICA SAND MgO Compos. Anal. KOMPOSISI FASA KOMPOSIT PASIR SILIKA DAN MgO*, vol. 0, no. 0, Jul. 2013.
- [12] C. Roosz, S. Grangeon, P. Blanc, V. Montouillout, B. Lothenbach, P. Henocq, E. Giffaut, P. Vieillard, and S. Gaboreau, "Crystal structure of magnesium silicate hydrates (M-S-H): The relation with 2:1 Mg–Si phyllosilicates," *Cem. Concr. Res.*, vol. 73, pp. 228–237, Jul. 2015.
- [13] Joseph R. Smith and Robert M. Hazen, "The Crystal Structures of Forsterite and Horttonolite at Several Temperature Up to 900°C," *American Mineralogist*, vol. 58, pp. 588–593, 1973.