

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

Afida Kholifatunnisa 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@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 magnesia 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.

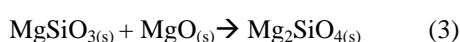
Kata Kunci—forsterit, silika amorf, periklas, reaksi padatan.

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} Ω 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 fasa. 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 AMCSDB (*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.

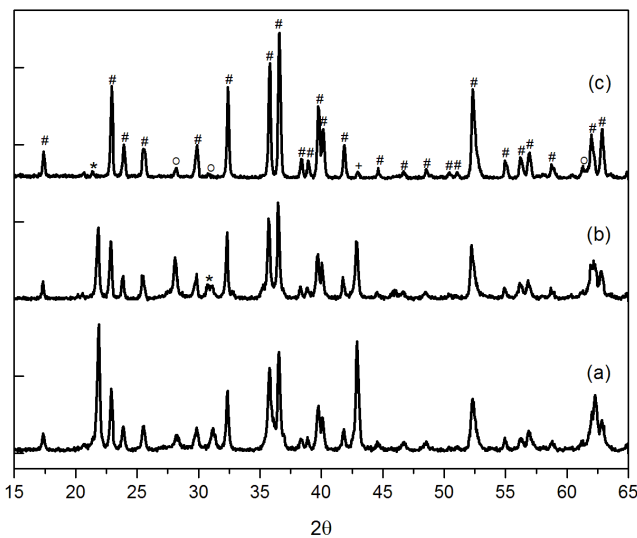
III. HASIL DAN PEMBAHASAN

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", *Croatica 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.