

Analisis Kristalinitas Serbuk Magnesium Oksida Hasil Sintesis Metode Logam-Terlarut Asam

Dien Rosma Diana dan Suminar Pratapa
 Jurusan Fisika, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember
 Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111
 e-mail: suminar.pratapa@gmail.com

Abstrak — Telah dilakukan sintesis magnesium oksida (MgO) dengan metode logam terlarut asam dengan penambahan 2 jenis polietilen glikol (PEG), yaitu PEG400 dan PEG1000, Tujuan dari sintesis ini yaitu untuk mengetahui seberapa efektif metode pencampuran logam-terlarut asam dalam menghasilkan serbuk magnesium oksida dengan kemurnian tinggi dan untuk mengetahui derajat kristalinitas pada masing-masing sampel. Serbuk murni Mg digunakan sebagai bahan dasar yang dilarutkan dalam larutan HCl 37% untuk menyiapkan sampel tanpa PEG (MgONP) dan dua sampel lain disiapkan dengan menambahkan PEG400 (MgOP4) dan PEG1000 (MgOP10). Bahan-bahan dasar dicampur dengan cara diaduk selama 1 jam pada temperatur kamar, lalu dikeringkan pada temperatur 80°C. Serbuk yang telah dikeringkan diuji dengan DTA-TGA untuk mengetahui fenomena termal dari sampel yang digunakan sebagai dasar memilih temperatur kalsinasi. Temperatur kalsinasi yang digunakan adalah 400, 500, 600, dan 700°C. Serbuk-serbuk terkalsinasi dikarakterisasi menggunakan XRD dan, secara umum, diketahui bahwa fasa-fasa yang terbentuk adalah periklas dan bikosfit. Analisis kekristalan dari data difraksi menegaskan bahwa tingkat kekristalan sampel meningkat dengan temperatur kalsinasi. Kalsinasi pada temperatur 700°C menghasilkan sampel dengan derajat kekristalan tertinggi, yaitu antara 78-79% (berat), dan semuanya adalah periklas, untuk ketiga sampel.

Kata kunci : data difraksi sinar-x, derajat kristalinitas, magnesium oksida, metode logam-terlarut asam.

I. PENDAHULUAN

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

Material padat dapat diklasifikasikan berdasarkan keteraturan atom-atom dan ion-ion di dalamnya. Material kristalin adalah material yang memiliki keteraturan atom-atom, sedangkan material yang tidak kristalin disebut material amorf [1]. Studi mengenai struktur amorf dan kandungan amorf suatu material merupakan salah satu hal yang penting dalam bidang sains dan teknologi. Dengan mengetahui sifat yang dimiliki material amorf, dan mengetahui rasio antara fasa amorf dan dalam suatu material, dapat dikaji lebih lanjut sifat-sifat fisis dan kimiawi dari material tersebut. Identifikasi fasa amorf dan kristalin material pada umumnya dilakukan dengan menganalisis data difraksi sinar-X. Terdapat beberapa metode analisis yang dapat dilakukan untuk mengkuantifikasi rasio antara fasa amorf dan kristalin, yaitu dengan metode standard internal [2], menormalisasi intensitas masing-masing pola difraksi sesuai dengan intensitas standar internal [2], pendekatan dua sistem fasa dengan metode Rietveld [3], dan mengeliminasi background pola difraksi sinar-X pada mineral clay terorientasi [4].

Pada penelitian sebelumnya oleh Damayanti, telah dilakukan analisis derajat kristalinitas untuk sistem campuran dengan rasio berat amorf dan kristalin yang telah diketahui, yaitu pencampuran serbuk kristal korundum Al_2O_3 dengan serbuk gelas amorf sebesar 10, 20,30, 40, dan 50%. Kemudian, sampel-sampel tersebut dianalisis dengan perangkat lunak *X'Pert Highscore Plus*. Dari hasil analisis tersebut, didapatkan nilai kesesuaian antara komposisi sampel yang sebenarnya dan komposisi hasil analisis berkisar antara 90,0- 99,7%.

Hal ini menunjukkan bahwa metode penentuan derajat kristalinitas menggunakan perangkat lunak *X'Pert Highscore Plus* cukup akurat [5]. Dalam penelitian ini digunakan metode penentuan derajat kristalinitas dengan perangkat lunak *X'Pert Highscore Plus* mengacu pada penelitian yang telah dilakukan oleh Damayanti, dengan material uji memiliki komposisi rasio amorf dan kristalin yang belum diketahui. Material uji yang digunakan berasal dari sintesis magnesium oksida melalui metode logam terlarut asam.

II. METODE

Pertama dilakukan dengan melarutkan serbuk Mg 1gr tanpa dengan pemanasan dalam larutan asam HCL 37% 17 ml diaduk dengan magnetic stirrer selama 1 jam hingga serbuk benar-benar larut berwarna jernih kekuningan, lalu setelah terbentuk larutan, dimana warna larutan yang dibnetuk adalh

bening, diperkirakan terbentuk larutan $MgCl_2$. Kemudian larutan itu di keringkan sampai mengering dengan suhu konstan dan kecepatan stirrer yang juga konstan. Setelah itu larutan yang mengering dihaluskan menggunakan mortar dan diayak untuk mendapatkan precursor yang lembut berbentuk serbuk kemudian dikalsinasi dengan variasi suhu antara $400-700^{\circ}C$ dengan waktu tahan masing-masing 1jam.Sampel yang telah dikalsinasi dianalisis lebih lanjut secara kuantitatif dan kualitatif.

Dengan menggunakan PEG, pertama Mg dilarutkan dalam HCl sebanyak 17mL tanpa dengan pemanasan dan diaduk dengan magnetic stirrer selama 1 jam.Setelah larutan terbentuk kemudian ditambahkan PEG400 Dan PEG1000 Kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer kemudian larutan itu di keringkan sampai mengering dengan suhu konstan, setelah itu larutan yang mengering dihaluskan menggunakan mortar kemudian dikalsinasi dengan variasi suhu antara $400-700^{\circ}C$ dengan waktu tahan masing-masing 1 jam.Sampel yang telah dikalsinasi dianalisis lebih lanjut secara kuantitatif dan kualitatif..

III. PEMBAHASAN

Gambar 1 merupakan hasil pencampuran dari serbuk magnesium terlarut HCl, terlihat larutan berwarna kekuningan yang setelah dikeringkan pada temperatur $80^{\circ}C$ menjadi berwarna putih seperti tampak pada Gambar 2.Setelah dikeringkan, sampel hasil sintesis dimortar yang ditunjukkan Gambar 3, serbuk MgONP setelah dikeringkan dan dimortar terlihat berwarna putih.



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



Gambar 2. Contoh campuran serbuk magnesium tanpa Penambahan PEG dengan HCl setelah dikeringkan pada temperatur $80^{\circ}C$.

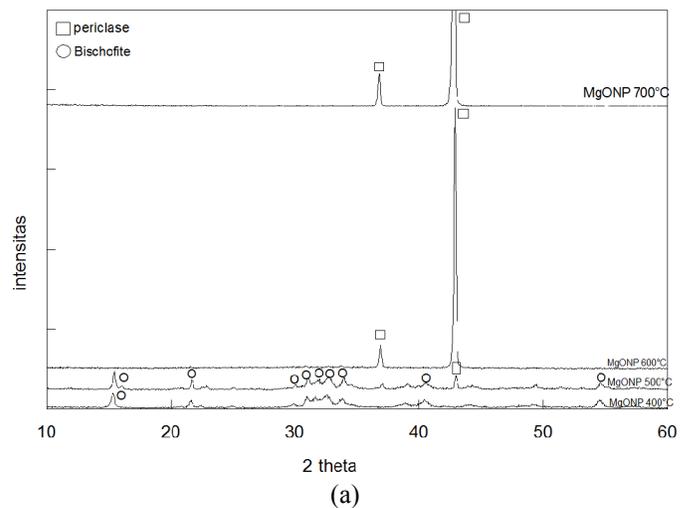


Gambar 3. Serbuk-serbuk hasil pengeringan setelah dimortar Serbuk MgONP

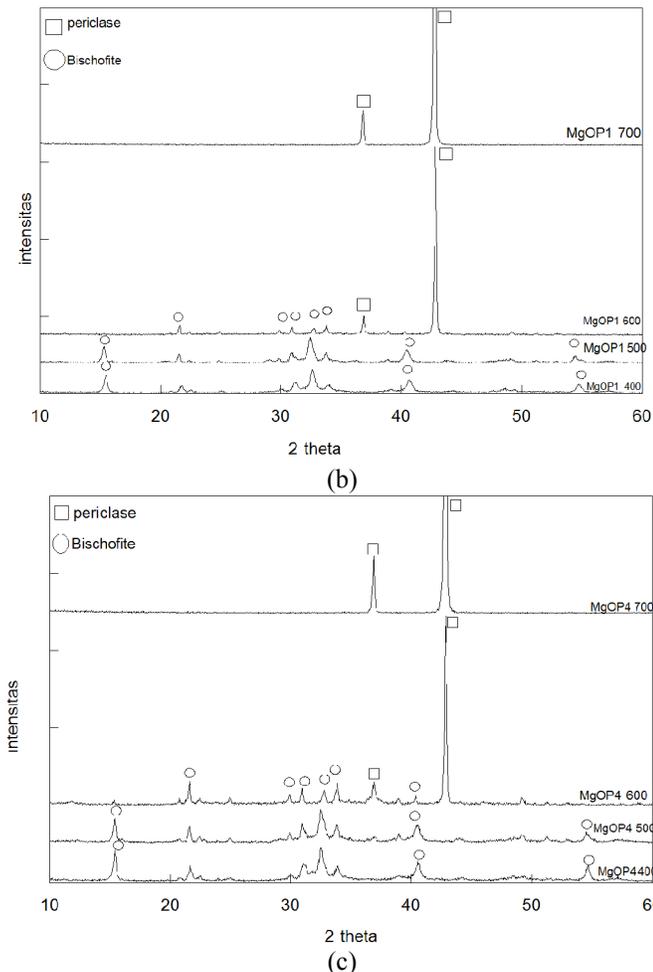
Selanjutnya serbuk-serbuk hasil sintesis dilakukan analisis lebih lanjut guna mengetahui fasa-fasa yang terbentuk dengan memberikan variasi temperatur kalsinasi, karena diperlukan pemanasan untuk membentuk fasa pada serbuk magnesium oksida (periklas).

Telah dilakukan analisis DTA/TGA yang bertujuan untuk mengetahui sifat termal dari suatu material melalui massa yang hilang atau muncul ketika diberi perlakuan pemanasan.Pada kurva DTA terjadi pengurangan massa sampai pada temperatur $566,5^{\circ}C$. kemudian pada temperatur $566,5^{\circ}C-1000^{\circ}C$ tidak terjadi proses penguraian kembali dengan stabilnya kurva TGA,akan tetapi pada temperatur tersebut kurva DTA menggambarkan terjadi reaksi eksoterm. Hal ini menunjukkan bahwa fasa MgO dapat diperoleh sekitar suhu $600^{\circ}C$.Itulah sebabnya, temperatur sintesis yang dipilih dalam riset ini adalah $600^{\circ}C$, $700^{\circ}C$,Hasil DTA/TGA serbuk magnesium selanjutnya dikonfirmasi hasil XRD untuk lebih meyakinkan fasa - fasa yang terbentuk pada magnesium oksida.

Setelah pengukuran dengan difraktometer sinar-X dilakukan, diperoleh hasil berupa pola-pola difraksi seperti yang ditunjukkan pada gambar 4. Hasil XRD serbuk magnesium oksida.adanya fasa kristalin ditunjukkan dengan puncak-puncak difraksi.



(a)



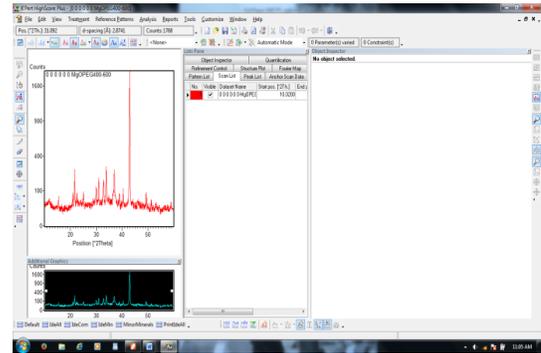
Gambar 4. pola difraksi sinar-X (radiasi CuK $\alpha_{1,2}$) sampel-sampel serbuk hasil sintesis (a) MgONP (b) MgOP10 dan (c) MgOP4 pada variasi temperatur kalsinasi.

Terlihat dari pola XRD pada serbuk MgO pada temperatur 400°C fasa yang terbentuk adalah biskosfit, pada temperatur 500°C mulai terjadi transformasi fasa dari biskosfit ke periklas, hal ini ditandai dengan kemunculan puncak MgO pada posisi 2θ yaitu 42 meskipun demikian masih terdapat fasa biskosfit, fasa periklas murni terbentuk pada suhu 600°C.

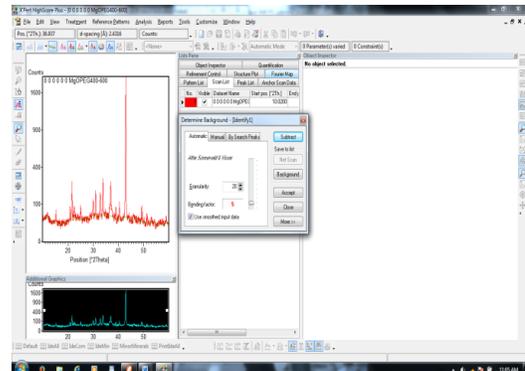
Dilihat dari puncak-puncak yang terbentuk pada pola xrd gambar 4 secara umum terlihat pada temeperatur yang semakin tinggi puncak yang ditunjukkan semakin tinggi dan lebarnya sedikit menyempit, sedangkan pada temperatur kalsinasi rendah puncak yang terlihat cenderung rendah dan sedikit agak melebar. Menurut Pratapa dkk.(2010), lebar puncak dan tinggi puncak dapat mengindikasikan ukuran kristal dan kristalinitas suatu material.

Penentuan derajat kristalinitas dilakukan menggunakan perangkat lunak *X'Pert HighscorePlus* seperti pada Gambar 5, dengan mengatur nilai *granularity* sebesar 25 dan bending factor sebesar 10 seperti pada Gambar 6. Pada penelitian sebelumnya oleh Damayanti, telah dikaji variasi penggunaan nilai *granularity* 20,25, 30, dan 35. Dari penelitian tersebut didapatkan nilai *granularity* yang paling mendekati hasil rasio fasa amorf dan kristalinyang sebenarnya adalah pada *granularity* 25 dengan akurasi sebesar 95,5% [5]. Langkah-

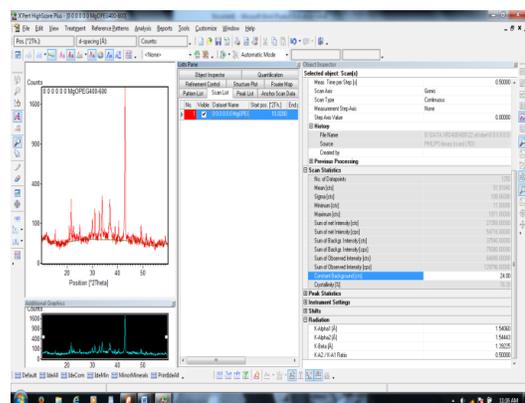
langkah analisis dilanjutkan dengan mengatur nilai *constant background* agar didapatkan nilai kristalinitas pada sampel. Masing-masing sampel yang akan diukur derajat kristalinitasnya diberikan perlakuan yang sama dengan sampel referensi, yaitu dengan mengatur *granularity* dan bending factor sebesar 25 dan 5, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 6. Selanjutnya, pada gambar 7 ditunjukkan bahwa dengan mengatur *constant background* sesuai yang diperoleh dari langkah sebelumnya, akan didapatkan persentase kristalinitas sampel.



Gambar 5. Sampel serbuk Magnesium oksida dengan PEG 400 kalsinasi 600°C



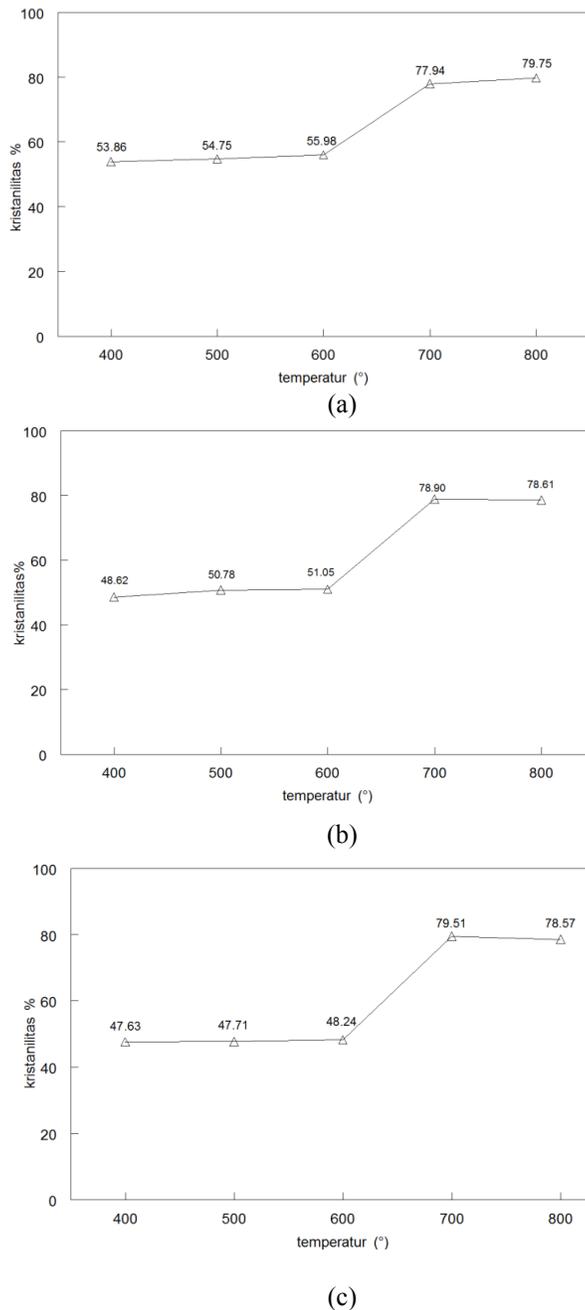
Gambar 6. Pengaturan granularity dan bending factor sampel serbuk Magnesium oksida dengan PEG 400 kalsinasi 600°C.



Gambar 7. Pengaturan constant background sampelserbuk Magnesium oksida dengan PEG 400 kalsinasi 600°C.

Dari hasil analisis kuantitatif derajat kristalinitas menggunakan perangkat lunak *X'Pert HighscorePlus*,

didapatkan nilai derajat kristalinitas masing-masing sampel seperti yang ditunjukkan pada gambar 8.



Gambar 8. Hubungan temperatur terhadap kristalinitas (a) MgONP, (b) MgOP10, (c) MgOP4

Dapat dilihat pada gambar 8. pada serbuk MgO semakin tinggi temperatur maka derajat kristalinitas suatu material juga semakin tinggi, dan semakin banyak kristal yang terbentuk dikarenakan susunan dalam atom dalam bahan semakin teratur. Energi termal yang terus meningkat dapat mengakibatkan pertumbuhan kristal yang terus menerus hingga transformasi akhir, yaitu amorf menjadi kristal. Laju pertumbuhan kristal akan semakin tinggi dengan meningkatnya temperatur pemanasan yang dikenai pada bahan tersebut.

IV. KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa Analisis kuantitatif derajat kristalinitas pada sampel yang belum diketahui rasio kristalinitasnya dapat dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak *X'Pert HighscorePlus*. Dari hasil penelitian didapatkan kalsinasi pada temperatur 700°C menghasilkan sampel dengan derajat kekristalan tertinggi, yaitu antara 78-79% (berat), dan semuanya adalah periklas, untuk ketiga sampel. Dapat diketahui bahwa semakin tinggi temperatur kalsinasi yang digunakan, semakin tinggi nilai derajat kristalinitas.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan Republik Indonesia melalui lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat (LPPM)ITS yang telah mendukung sebagian pendanaan penelitian ini dan terima kasih kepada laboratorium fisika bahan jurusan Fisika FMIPA ITS yang telah memberikan kesempatan kepada penulis untuk menyelesaikan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Callister Jr, William., 1999. *Materials Science and Engineering: an Introduction 5th Edition*. John Wiley & Sons Incorporated.
- [2] Chipera, s., bish, d.l., 2013. *Fitting Full X-Ray Diffraction Patterns for Quantitative Analysis: A Method For Readily Quantifying Crystalline and Disordered Phases*. *Advances in Materials Physics and Chemistry* 3, 47–53.
- [3] Ramadan, A.A., Ebeid, M.R., Abdelraheem,S.K., Abdel-Minem, E.M., 2005. *Two-Phase System Approach as Standerless Procedure for Crystallinity Determination Using Rietveld Method*. *Egyptian Journal of Solids* 28, 205.
- [4] Gaast, S.J.V.D., Vaars, A.J., 1981. *A Method to Eliminate The Background in X-Ray Diffraction Patterns of Oriented Clay Mineral Samples*. *Clay Minerals* 16, 383–393.
- [5] Damayanti, D., 2010. *Analisis Tingkat Kekristalan Campuran - Al₂O₃ dan Gelas Amorf*. Tugas Akhir pada Jurusan Fisika FMIPA ITS.