

Karakterisasi serbuk forsterit produk sintesis metode ultrasonik berbahan baku silika dari pasir Parang Kusumo

Upik Nurbaiti¹✉, Sitta Khusniati Arofah¹, dan Khumaedi¹

¹Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Semarang

Info Artikel

Sejarah Artikel:

Diterima:
25 November 2019

Disetujui:
09 Desember 2019

Dipublikasikan:
28 Desember 2019

Keywords:

*Amorphous silica,
forsterite powder,
ultrasonic*

ABSTRAK

Serbuk forsterit telah berhasil disintesis dari serbuk magnesium oksida (MgO) dan serbuk silika-amorf (SiO₂) dengan metode ultrasonik, diikuti dengan kalsinasi pada 950°C. Serbuk silika-amorf diproduksi dari proses pemurnian pasir alam lokal. Analisis gugus serbuk forsterit dilakukan dengan menggunakan spektroskopi FTIR, analisis fasa menggunakan pola difraksi XRD, dan analisis morfologi menggunakan citra SEM. Hasil menunjukkan bahwa serbuk sampel terdiri dari fasa forsterit (Mg₂SiO₄), periclase (MgO), protoenstati (MgSiO₃) dan kristobalit (SiO₂). Diperoleh persentase berat fasa serbuk sampel yang didominasi oleh forsterit (~60 wt%) sehingga dapat diklaim bahwa forsterit masih menjadi fasa utama sedangkan periklas dan cristobalit merupakan fasa minor.

ABSTRACT

Forsterite powder has been successfully synthesized from magnesium oxide (MgO) powder and amorphous silica powder (SiO₂) by ultrasonic method, followed by calcination at 950°C. Amorphous silica powder is produced from the local natural sand purification process. Forsterite powder compound analysis was used by FTIR spectroscopy, phase analysis using XRD diffraction patterns, and morphological analysis using SEM images. The results showed that the sample powder consisted of forsterite (Mg₂SiO₄), periclase (MgO) and cristobalite (SiO₂) phases. It is also obtained that the weight percentage of the sample powder phase is dominated by forsterite (~60 wt%) so that it can be claimed that forsterite is still the main phase while periclase and cristobalite are minor phases.

PENDAHULUAN

Forsterit (Mg_2SiO_4) telah menjadi topik penelitian yang menarik karena sangat berpotensi diaplikasikan dalam segala bidang kehidupan seperti industri elektronik, komunikasi, refraktori dan kedokteran. Hal ini disebabkan karena Mg_2SiO_4 memiliki karakteristik yang unik diantaranya sebagai bahan dengan sifat-sifat: (i) konduktivitas listrik yang rendah namun temperatur leleh yang tinggi (Ohsato dkk., 2006), (ii) konstanta dielektrik rendah (Lee dkk., 2010) dan (iii) isolator panas yang baik (Deng dkk., 2011). Forsterit dapat disintesis menggunakan beberapa cara antara lain dengan metode sol-gel (Tabrizi, 2014) dan metode *high energy milling* (Bafrooei dkk., 2014). Selain itu *starting material* bahan baku yang digunakan juga sangat beragam, sebagian menggunakan bahan dari produk komersial (Choudhary dkk., 2017; Mirhadhi dkk., 2016) untuk menghasilkan serbuk forsterit baik dalam skala mikro atau nano. Beberapa peneliti juga menggunakan bahan dari alam, seperti abu sekam padi (Hossain dkk., 2018), silika *fume* (Chen dkk., 2015), atau pasir silika (Nurbaiti dkk., 2016b; Pratapa dkk., 2017) sebagai sumber silika.

Dalam sebagian besar proses sintesis serbuk forsterit temperatur kalsinasi yang digunakan relatif tinggi ($>1000^\circ C$) yang mengakibatkan ukuran menjadi bertambah. Tampak bahwa banyak variabel yang mempengaruhi agar diperoleh serbuk forsterit dengan ukuran maupun tingkat kemurnian yang dikehendaki, sehingga diperlukan perlakuan khusus mengontrol produknya. Kunci keberhasilan untuk mensintesis forsterit berskala nanometrik adalah pemilihan jenis bahan baku, metode pemrosesan dan temperatur kalsinasi yang tepat. Oleh karena itu, dalam penelitian ini menggunakan pasir silika alami (pasir dari pantai Parang Kusumo) sebagai sumber silika, metode ultrasonik dan temperatur kalsinasi yang lebih rendah untuk sintesis serbuk forsterit. Paper ini melaporkan upaya lain untuk mempertahankan karakteristik struktur nano dari serbuk forsterite untuk menghasilkan nano-forsterite.

METODE

Sumber silika yang digunakan dalam riset ini adalah serbuk silika amorf (SiO_2 Amorf) yang dimurnikan dan diproses hidrotermal (Nurbaiti dkk., 2016a) dari pasir pantai Parang Kusumo, Daerah Istimewa Yogyakarta. Bahan dasar lainnya adalah serbuk MgO (Merck). Selain itu diperlukan juga *polyvinyl alcohol* (PVA) produk Merck sebagai bahan pengikat sebanyak 3%. Proses pencampuran menggunakan ultrasonik selama 1 jam pada temperatur ruang dengan perbandingan molar sebesar 2:1 antara serbuk MgO dan silika amorf. Serbuk campuran selanjutnya dikalsinasi pada suhu $950^\circ C$ selama 4 jam dalam tungku Carbolite RHF-1400. Laju kenaikan pemanasan dibuat berundak dalam lima tahap yaitu: 29, 23, 16, 9, dan $6^\circ C/s$ untuk optimalisasi proses pembentukan serbuk forsterit (FS).

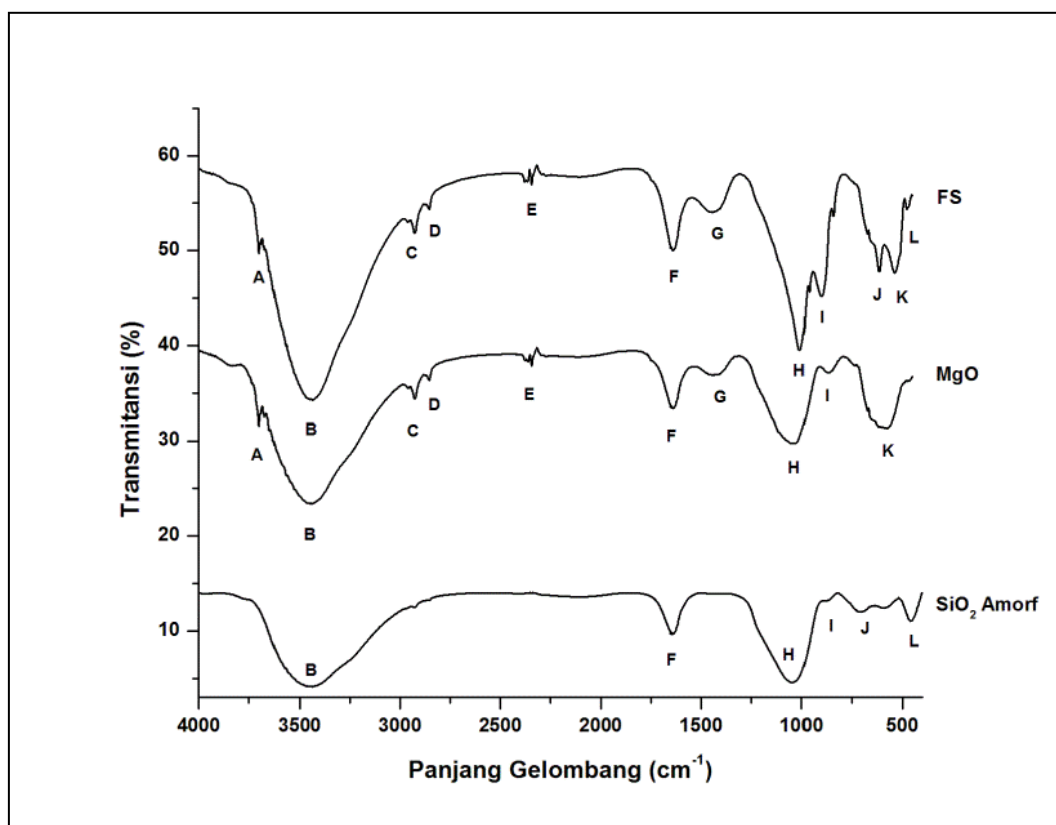
Konfirmasi pembentukan serbuk forsterit dilakukan melalui analisis data spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR) Perkin Elmer Frontier dengan membandingkan data serbuk hasil dikalsinasi dengan bahan-bahan awal. Fasa yang terbentuk pada serbuk dikarakterisasi dengan memanfaatkan pola difraksi dari *X-ray Diffractometer* (XRD) Philips, sedangkan komposisi fasa ditentukan dengan menggunakan *software* Rietica berbasis Rietveld (Hunter, 2000). Selanjutnya, mikrostruktur serbuk forsterit dianalisis menggunakan citra *Scanning Electron Microscopy* (SEM) Phenom Pro-X desktop with EDX.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses pengolahan pasir alam menjadi silika-amorf cukup signifikan meningkatkan kemurnian kandungan silika. Pengujian *X-ray Fluorescence* (XRF) awal pasir pantai Parang Kusumo diperoleh kandungan SiO_2 adalah 65.4(1) wt%, disusul CaO, Fe_2O_3 dan Al_2O_3 berturut-turut 11.6(1), 11.5(1) dan 8.3(1) wt%, serta beberapa kandungan TiO_2 , MnO, P_2O_5 dan SrO yang jumlahnya

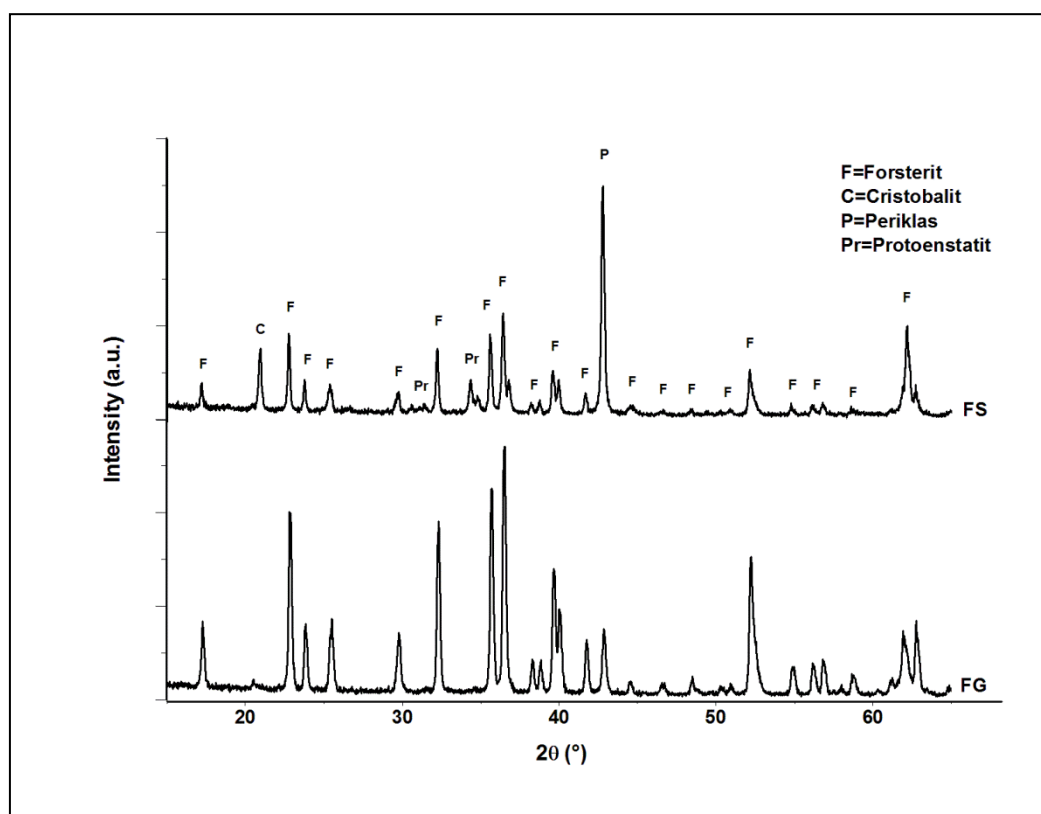
dibawah 1wt%. Setelah dilakukan pemurnian dengan mereduksi ukurannya, separasi magnetik, perendaman dalam HCl 2 M, kemudian proses hidrothermal kandungan SiO₂ meningkat tajam menjadi 88.2(1) wt%.

Gambar 1 menunjukkan spektrum FTIR serbuk dari *starting material* dan serbuk hasil sintesis yang sudah dikalsinasi. Ketiga kurva memperlihatkan perbedaan puncak-puncak vibrasi dengan sangat jelas antara serbuk silika-amorf dan MgO sebagai bahan baku serta forsterit sebagai produk sintesis. Kurva penyerapan FTIR merekam beberapa pita penyerapan pada suhu kamar dari serbuk-serbuk SiO₂-amorf, MgO dan FS. Sampel SiO₂-amorf menunjukkan beberapa puncak antara lain pada panjang gelombang H=1050 cm⁻¹ yang mengindikasikan adanya vibrasi *stretching* asimetris Si-O-Si dari ragam LO (*longitudinal optic*), I=913 cm⁻¹ untuk vibrasi *stretching* simetris Si-O-Si, J=749 cm⁻¹ untuk vibrasi *stretching* asimetris Si-O dan L=429 cm⁻¹ untuk vibrasi *stretching* simetris Si-O (Kamalihan dkk., 2012). Selanjutnya puncak K=638 cm⁻¹ pada sampel MgO dapat dikaitkan dengan keberadaan ikatan antara Mg-O. Hal ini sangat mengkonfirmasi atas keberadaan MgO (Hofmeister dkk., 2003). Sedangkan pada sampel serbuk forsterit FS menunjukkan karakteristik FTIR yang berbeda dari silika-amorf dan MgO sebagai bahan baku. Seperti yang dapat dilihat dari Gambar 1, sampel FS menunjukkan puncak pada H, I, J, K dan L, yang cocok dengan yang ditemukan oleh Kharaziha (Kharaziha and Fathi, 2009). Puncak-puncak ini bersesuaian dengan forsterite pada H=1010 cm⁻¹ dan I=896 cm⁻¹ terkait vibrasi oleh gugus *SiO₄ stretching*, J=618 cm⁻¹ dan K=523 cm⁻¹ terkait vibrasi oleh *SiO₄ bending*, dan L=467 cm⁻¹ terkait vibrasi *MgO₆ oktahedral*. Selain itu, puncak vibrasi *OH stretching* pada panjang gelombang B=3448 cm⁻¹ juga ada dalam sampel FS. Ini menunjukkan bahwa sampel FS teridentifikasi menyerap H₂O (Hushur dkk., 2012.). Hasil analisis tersebut menunjukkan bahwa senyawa baru telah terbentuk dalam sampel yang telah dikalsinasi. Senyawa baru yang diharapkan terbentuk itu adalah forsterit sehingga masih diperlukan pengujian XRD untuk memuktikannya.



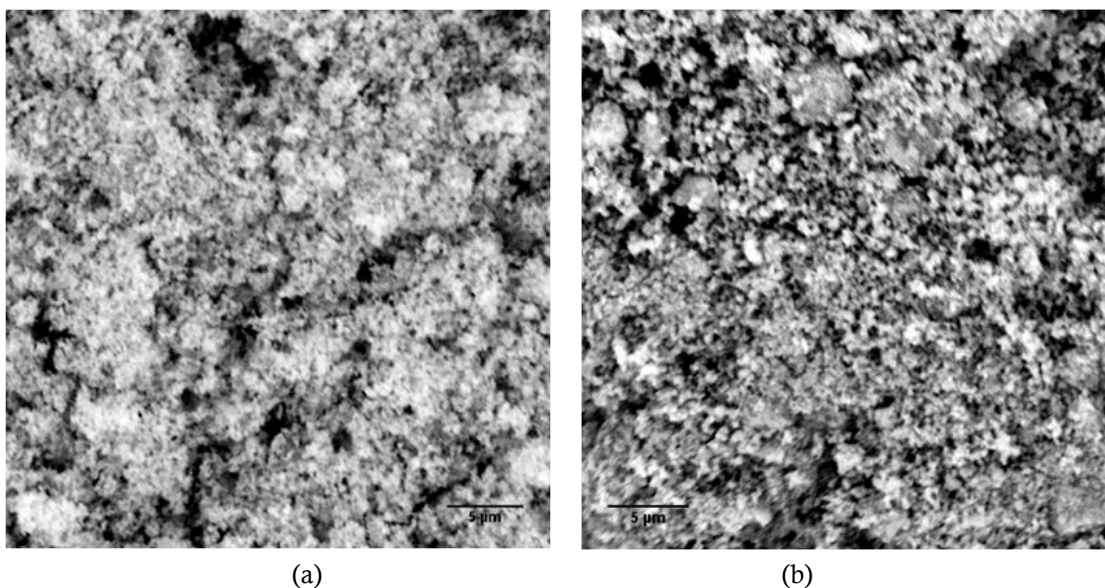
Gambar 1. Pola FTIR pada temperatur kamar dari serbuk MgO, Silika-amorf dan Forsterit

Gambar 2 menunjukkan pola XRD dari serbuk FS yang disandingkan dengan pola difraksi serbuk murni forsterit (FG). Serbuk pembanding (FG) adalah hasil identifikasi fasa dari penelitian sebelumnya yang telah dipresentasikan dalam seminar internasional "ICAMST 2019" yang artikelnya sedang dalam proses penerbitan pada proceeding terindeks scopus. Perbedaan utama antara serbuk FG dan FS adalah metode sintesis dan sumber silika yang digunakan. Adapun alasan mengapa serbuk FG dijadikan pembanding dalam penelitian ini ada 2 sebab. Pertama adalah tingginya tingkat kemurnian fasa forsterit (Mg_2SiO_4 , PDF #34-0189) yang diperoleh (93.4 wt%). Kedua adalah fasa pengotor yang menyertai hanya ada satu yaitu periclase (MgO , PDF # 45-0946). Intensitas puncak-puncak pada kurva serbuk FG yang terdeteksi adalah fasa forsterit (F) dan periklas (P). Sedangkan pada pola XRD serbuk FS, intensitas puncak-puncak fasa lain seperti fasa cristobalit (SiO_2 , PDF #82-1232) dan protoenstatite ($MgSiO_3$, PDF #74-816) turut hadir juga. Hal ini membuktikan bahwa komposisi dan jumlah fasa yang terbentuk dalam penelitian ini sangat bergantung metode dan *starting material* meskipun dikalsinasi pada temperatur $950^\circ C$ dengan *heating rate* yang sama.



Gambar 2. Pola XRD (radiasi $CuK\alpha$) dari serbuk hasil kalsinasi (FS) dan forsterit murni (FG)

Estimasi ukuran kristal rata-rata serbuk dengan mengukur perluasan bentuk garis XRD dari lebar puncak difraksi (Pratapa dkk., 2010). Gambar 2 menunjukkan bahwa lebar puncak difraksi FG relatif luas, $ca > 0,2^\circ 2\theta$, ini menunjukkan bahwa ukuran kristal FG berorde nanometrik dan telah dibuktikan dengan hasil citra TEM yang ukuran rata-rata kristalnya sebesar 55 (6) nm. Lebar puncak difraksi serbuk FS juga memperlihatkan kisaran yang relatif sama, sehingga ukuran rerata kristalnya diprediksi berorde nanometrik dengan mengkonfirmasi hasil citra SEM. Citra SEM dari serbuk silika-amorf dan forsterit ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Citra SEM serbuk a) Silika-amorf dan b) Forsterit (FS)

Gambar 3a menunjukkan bahwa serbuk silika-amorf yang mengandung 88.2(1) wt% SiO_2 menampilkan partikel berstruktur acak dengan ukuran jauh lebih kecil dari skala 5 μm . Ukuran yang layak digunakan sebagai bahan dasar pembuatan material berskala nanometrik. Setelah disintesis bersama-sama dengan MgO dan PVA, kemudian dikalsinasi pada 950°C, strukturnya berubah menjadi senyawa yang fasanya didominasi forsterit yang berstruktur ortorombik. Fasa minor lain berturut-turut: periklas, cristobalit dan protoenstatit masing-masing berstruktur kubus pusat badan, tetragonal dan ortorhombik.

SIMPULAN

Kurva data spektroskopi FTIR menunjukkan bahwa telah terbentuk senyawa baru pada serbuk hasil sintesis, dalam hal ini disimbulkan sebagai FS. Setelah dikonfirmasi dengan pola difraksi dan citra SEM, diperoleh hasil bahwa fasa yang terbentuk belum *single phase*. Meskipun terdeteksi 3 fasa lain yaitu periclase (MgO), protoenstatit (MgSiO_3) dan kristobalit (SiO_2) sebagai fasa minor, namun fasa forsterit (Mg_2SiO_4) masih mendominasi (~60 wt%) serbuk FS. Sehingga dapat disimpulkan bahwa sintesis serbuk forsterit menggunakan bahan murni silika-amorf dari pasir silika alam sebagai sumber silika dan magnesium oksida produk komersial Merck pada temperatur kalsinasi 950°C dengan metode ultrasonik berhasil dilakukan.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada Kementerian Riset Teknologi dan Pendidikan Tinggi Republik Indonesia atas dukungan pendanaan penelitian melalui kontrak skema program “Penelitian Dasar” dengan kontrak No. 55.18.3/UN37/PPK.3.1/2019.

REFERENSI

- Bafrooei, H.B., Ebadzadeh, T., Majidian, H. (2014). Microwave synthesis and sintering of forsterite nanopowder produced by high energy ball milling. *Ceramics International*, 40, 2869–2876.
- Chen, L., Ye, G., Wang, Q., Blanpain, B., Malfliet, A., dan Guo, M. (2015). Low temperature synthesis of forsterite from hydromagnesite and fumed silica mixture. *Ceramics International*, 41, 2234–2239.

- Choudhary, R., Manohar, P., Vecstaudza, J., Yáñez-Gascón, M., Sánchez, H., Nachimuthu, R., Locs, J., dan Swamiappan, S. (2017). Preparation of nanocrystalline forsterite by combustion of different fuels and their comparative in-vitro bioactivity, dissolution behaviour and antibacterial studies. *Materials Science & engineering. C, Materials for Biological Applications*, 77, 811–822.
- Deng, C., Zhou, L., Zhu, H. (2011). Molten salt synthesis of forsterite heat insulation material. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 18, 222012–222012.
- Hofmeister, A.M., Kepple, E., Spec, A.K. (2003). Absorption and reflection IR spectra of MgO and other diatomic compounds. *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, 345 (1), 16–38.
- Hossain, S.K.S., Mathur, L., Singh, P., dan Majhi, M.R. (2017). Preparation of forsterite refractory using highly abundant amorphous rice husk silica for thermal insulation. *Journal of Asian Ceramic Societies*, 5 (2), 82-87.
- Hunter, B.A., 2000. Rietica - a visual Rietveld program.
- Hushur, A., Manghnani, M.H., Smyth, J.R., Nestola, F., dan Frost, D.J. (2009). Crystal chemistry of hydrous forsterite and its vibrational properties up to 41 GPa. *American Mineralogist*, 94, 751–760.
- Kamalian, R., Yazdanpanah, A., Moztafzadeh, F., Ravarian, R., Moztafzadeh, Z., Tahmasbi, M., dan Mozafar, M. (2012). Synthesis and characterization of bioactive glass/forsterite nanocomposites for bone and dental implants. *Ceramics Silikáty*, 56, 331–340.
- Kharaziha, M. dan Fathi, M. H. (2009). Synthesis and characterization of bioactive forsterite nanopowder. *Ceramics International*, 35, 2449–2454.
- Lee, S.T., Jo, Y.H., Kim, H.E., Youn, D.H., Choi, I.J., Key, S.H., Kang, C.Y., Hong, W.S., Cho, Y.S. (2010). Grain boundary segregation and microwave dielectric properties of low loss $Mg_{1.5}Zn_{0.5}SiO_4$ ceramics containing Bi_2O_3 . *Advances in Applied Ceramics*, 109, 367–372.
- Mirhadi, S.M., Forghani, A., dan Tavangarian, F. (2016). A modified method to synthesize single-phase forsterite nanoparticles at low temperature. *Ceramics International*, 42, 7974–7979.
- Nurbaiti, U., Suud, F.A., Darminto, Triwikantoro, Zainuri, M., dan Pratapa, S. (2016a). Synthesis of nano-forsterite powder by making use of natural silica sand. *AIP Conference Proceedings*, 1710, 030037.
- Nurbaiti, U., Triwikantoro, Zainuri, M., dan Pratapa, S. (2016b) Synthesis of microforsterite using derived-amorphous-silica of silica sands. *AIP Conference Proceedings*, 1725, 020056.
- Ohsato, H., Tsunooka, T., Sugiyama, T., Kakimoto, K., dan Ogawa, H. (2006). Forsterite ceramics for millimeterwave dielectrics. *Journal of Electroceramics*, 17, 445–450.
- Pratapa, S., Handoko, W.D., Nurbaiti, U., dan Mashuri. (2017). Synthesis and characterization of high-density B_2O_3 added forsterite ceramics. *Ceramics International*, 43, 7172–7176.
- Pratapa, S., Susanti, L., Insany, Y. a. S., Alfiati, Z., Hartono, B., Mashuri, Triwikantoro, Baqiya, M.A., Purwaningsih, S., Yahya, E., Darminto, Taufiq, A., dan Fuad, A. (2010). XRD line-broadening characteristics of M-oxides (M = Mg, Mg-Al, Y, Fe) nanoparticles produced by coprecipitation method. *AIP Conference Proceedings*, 1284, 125–128.
- Tabrizi, S.A.H. (2014). Optimization of sintering of Mg_2SiO_4 nanopowder prepared by polyacrylamide gel method. *Journal of Ceramic Processing Research*, 15, 207–211.