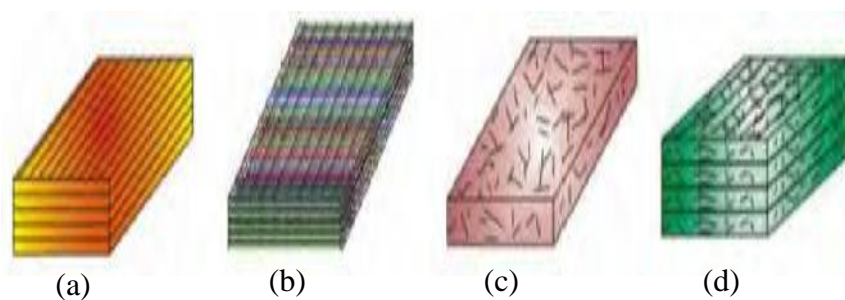


II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Komposit

Bahan komposit terdiri dari dua atau lebih bahan yang berbeda yang digabung atau dicampur secara makroskopis menjadi suatu bahan yang berguna (Jones, 1975). Selain itu, bahan komposit juga didefinisikan sebagai material yang tersusun dari campuran dua atau lebih unsur-unsur utama secara makro berbeda dalam bentuk atau komposisi material yang tidak dapat dipisahkan (Schwartz, 1984). Secara umum, bahan komposit terdiri dari penguat dan matrik. Penguat komposit pada umumnya mempunyai sifat kurang ulet tetapi lebih kaku serta lebih kuat. Fungsi utama dari penguat adalah sebagai penopang kekuatan dari komposit, sehingga tinggi rendahnya kekuatan komposit sangat tergantung dari penguat yang digunakan. Sementara itu, matrik adalah fasa dalam komposit yang mempunyai bagian atau fraksi volume terbesar (dominan). Sifat yang dimiliki matriks umumnya lebih ulet tetapi mempunyai kekuatan dan kekakuan yang lebih rendah. Adapun beberapa fungsi dari matrik dalam komposit yakni mentransfer tegangan ke serat, melindungi serat, melepas ikatan, tetap stabil setelah proses manufaktur. Berdasarkan bentuk penguatnya, secara garis besar komposit diklasifikasikan menjadi tiga macam (Jones, 1975), yaitu:

1. Komposit partikel merupakan komposit yang menggunakan partikel serbuk sebagai penguatnya dan terdistribusi secara merata dalam matriknya. Komposit partikel banyak dibuat untuk bahan baku industri.
2. Komposit serat merupakan komposit yang terdiri dari serat dan matriks. Fungsi utama dari serat adalah sebagai penopang kekuatan dari komposit, sehingga tinggi rendahnya kekuatan komposit dipengaruhi oleh serat yang digunakan. Jenis-jenis komposit serat dibagi menjadi 4 jenis yakni (i) komposit serat kontinu, (ii) komposit serat anyaman, (iii) komposit serat acak dan (iv) komposit serat kontinu dan acak. Komposit-komposit tersebut diperlihatkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Jenis komposit serat, (a) komposit serat kontinu, (b) komposit serat anyaman, (c) komposit serat acak dan (d) komposit serat kontinu dan acak (Jones, 1975).

3. Komposit lapis, jenis komposit ini terdiri dari dua lapis atau lebih yang digabung menjadi satu dan setiap lapisnya memiliki karakteristik sifat sendiri. Contoh komposit ini yaitu bimetal, pelapisan logam, kaca yang dilapisi dan komposit lapis serat.

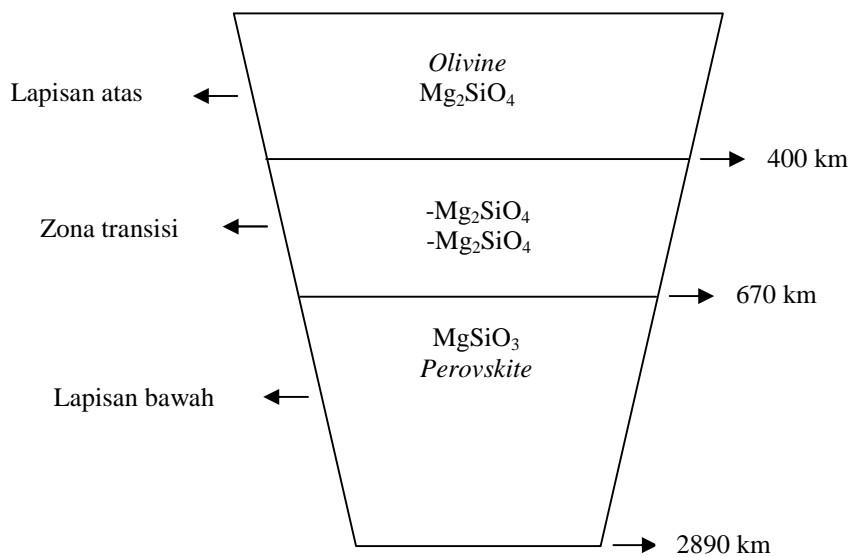
Berdasarkan bahan matriknya, komposit dapat dibedakan menjadi 3 macam yakni:

1. Komposit matrik logam adalah salah satu jenis komposit yang memiliki matrik logam yang berkecimpung di industri otomotif. Bahan logam yang digunakan sebagai matrik, umumnya adalah aluminium beserta paduannya, titanium beserta paduannya, magnesium beserta paduannya. Sifat yang dimiliki antara lain keuletan yang tinggi, titik lebur yang rendah dan densitas yang rendah. Pada umumnya, komposit matrik logam diaplikasikan sebagai komponen otomotif, peralatan militer dan peralatan elektronik.
2. Komposit matrik keramik merupakan komposit yang terdiri dari 2 material, yang mana 1 material berfungsi sebagai penguat dan material lainnya sebagai matrik. Bahan keramik sebagai matrik dan diperkuat dengan serat pendek atau serabut-serabut (*whiskers*) yang terbuat dari silikon karbida atau boron nitrida. Penguat yang digunakan adalah oksida, karbit dan nitrida, sedangkan bahan matrik yang digunakan adalah keramik gelas, alumina dan silikon nitrida. Komposit matrik keramik memiliki beberapa keunggulan yakni unsur kimianya stabil pada temperatur tinggi, tahan pada temperatur tinggi, kekuatan serta ketangguhan tinggi dan tahan korosi.
3. Komposit matrik polimer merupakan komposit yang menggunakan bahan polimer sebagai matriknya. Sifat yang dimiliki yakni sifat mekanis, daya rekat dan ketangguhan yang baik. Berdasarkan sifat-sifat tersebut, komposit matrik polimer diaplikasikan sebagai alat-alat rumah tangga, peralatan elektronika, kotak air radiator dan rantai pesawat terbang (Jones, 1975).

B. Komposit Magnesium Silikat (MgO-SiO₂)

1. Sumber Mineral Magnesium Silikat (MgO-SiO₂)

Lapisan mantel merupakan lapisan tebal yang terletak di antara kerak dan inti bumi terdiri dari mineral Fe, Si, O, Ca, Ti, dan Mg, dimana tersusun dari 3 bagian yakni bagian atas, zona transisi, dan bagian bawah mantel bumi. Pada lapisan atas mantel bumi (*upper mantle*) terdapat mineral *olivine* [(MgFe)₂(SiO₄)] dan *forsterite* (Mg₂SiO₄) yang memiliki kedalaman mencapai 400 km. Seiring dengan kedalaman yang semakin dalam dan tekanan tinggi pada zona transisi terbentuk mineral polimorf *forsterite* yakni *ringwoodite* (-Mg₂SiO₄) dengan kedalaman >400 km. Sementara itu, pada zona transisi kedalaman sekitar 520 km, *ringwoodite* berubah menjadi *wadsleyite* (-Mg₂SiO₄). Pada bagian bawah mantel bumi (*lower mantle*) terdapat mineral *enstatite* (MgSiO₃) dan *perovskite* (CaTiO₃) kedalamannya sekitar 670 hingga 2890 km. Sketsa lapisan mantel bumi dapat ditunjukkan pada Gambar 2.2.

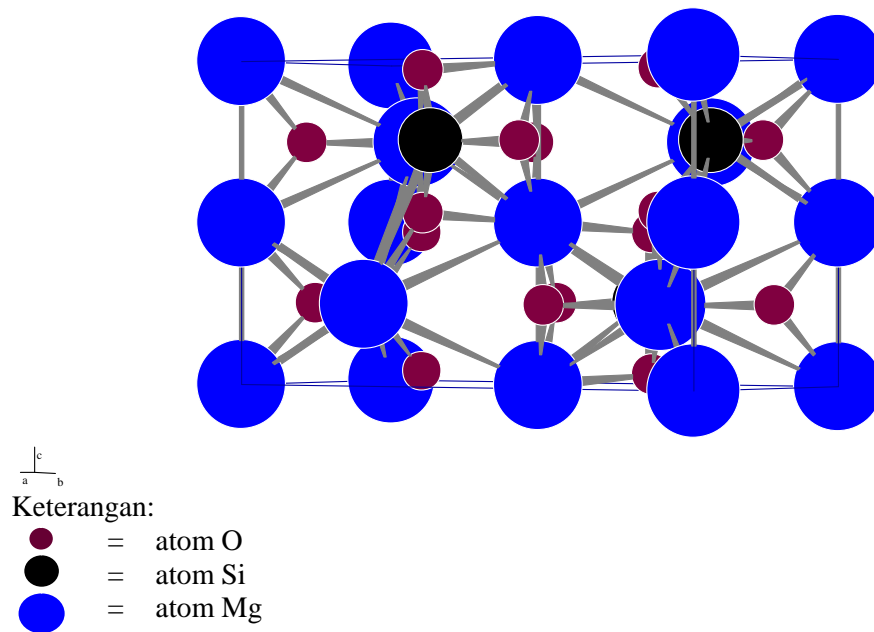


Gambar 2.2. Lapisan mantel bumi (Anonim A, 2011).

Berdasarkan sumber mineralnya, dalam lapisan mantel bumi didominasi oleh mineral magnesium silikat yakni *forsterite* yang diiringi dengan adanya polimorf-polimorf *forsterite*.

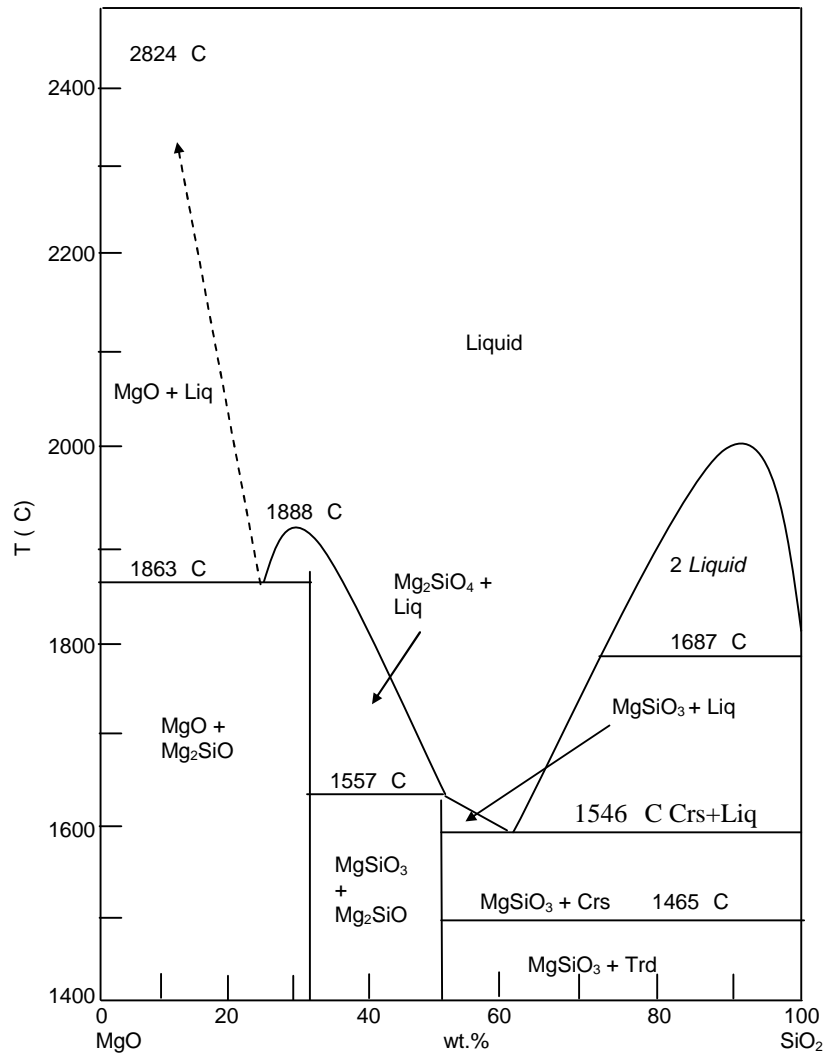
2. Struktur Magnesium Silikat (MgO-SiO₂)

Forsterite merupakan salah satu senyawa dari magnesium silikat yang memiliki rumus kimia Mg₂SiO₄ dengan berat molekul sebesar 140,69 gr/mol dan densitas yang dimiliki sebesar 5,236 g/cm³. Senyawa ini tersusun dari anion Si⁴⁻ dan kation Mg²⁺ (Iishi, 1978) dengan sistem kristal dan simetris kristal secara berurutan yakni ortorombik dan 2/m 2/m 2/m. Menurut Kudoh dan Takeuchi (1985) dalam *Database American Mineralogist* menjelaskan bahwa *space group forsterite* yakni Pbnm pada No. 62 dengan parameter *cell* yaitu a = 4,724 ; b = 10,077 , dan c = 5,942 . Struktur atom *forsterite* dapat diperlihatkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Struktur kristal *forsterite* (Mg_2SiO_4). Ikatan ionik terdiri dari Mg, Si dan O dengan jari-jari ionik yang dimiliki secara berurutan adalah 1,6; 1,15 dan 0,73 (Kudoh dan Takeuchi, 1985). Pemodelan dengan perangkat lunak program PCW (Kraus dan Nolze, 1995).

Berdasarkan termalnya, magnesium silikat atau $MgO-SiO_2$ memiliki diagram fasa sistem yang menunjukkan komposisi pembentukan komposit $MgO-SiO_2$ terhadap perubahan temperatur, sebagaimana diagram fasa sistem material ini dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4. Diagram fasa sistem MgO-SiO₂ (Wu *et al.*, 1993).

Pada Gambar 2.4 menunjukkan diagram fasa sistem MgO-SiO₂ berasal dari mineral alam yang diberi perlakuan termal, sehingga membentuk beberapa senyawa yakni Mg₂SiO₄, MgSiO₃, MgO dan SiO₂. Senyawa MgO dan Mg₂SiO₄ perlahan-lahan mulai terbentuk pada suhu 1400-1863 C sekitar ~32% berat MgO. Seiring kenaikan suhu >1863 C, senyawa MgO masih terbentuk namun senyawa Mg₂SiO₄ mulai melebur. Sementara itu, senyawa Mg₂SiO₄ dan MgSiO₃ beriringan terbentuk pada suhu 1400-1557 C dengan berat MgO antara 32-50%, namun pada saat suhu >1557 C senyawa MgSiO₃

melebur sedangkan Mg_2SiO_4 masih terbentuk. Pada berat $\text{MgO} > 50\%$ dengan suhu 1400-1465 °C, terjadi pembentukan senyawa MgSiO_3 dan SiO_2 dalam fase tridimit. Adanya peningkatan suhu diatas 1465 °C masih terbentuk MgSiO_3 , namun fase tridimit berubah menjadi kristobalit. Seiring kenaikan suhu mencapai 1546 °C, kristobalit masih terbentuk dan MgSiO_3 melebur namun pada saat peningkatan suhu kembali diatas 1687 °C kedua senyawa tersebut melebur.

3. Pemanfaatan Magnesium Silikat (MgO-SiO_2)

MgO-SiO_2 khususnya *forsterite* (Mg_2SiO_4) memiliki titik lebur yang tinggi (~1890 °C) mengakibatkan sifat stabilitas kimia yang baik, ekspansi termal yang rendah dan isolator panas yang baik, sehingga *forsterite* dapat diaplikasikan sebagai refraktori (Saber *et al.*, 2007; Brindley, 1965; Chesters, 1973; dan Diesperova, 1977). Selain itu, MgO-SiO_2 juga digunakan dalam pembuatan baja (*steel-making*), model pengecoran sebagai aksesoris metalurgi, *continuous casting tundish*, pembuatan gelas, peleburan logam *non-ferrous* (Mitchell *et al.*, 1998; Pack *et al.*, 2005). Sifat lainnya yang dimiliki oleh MgO-SiO_2 yaitu memiliki konduktivitas listrik yang rendah sehingga dapat digunakan sebagai bahan substrat dalam elektronik (Saber *et al.*, 2007).

C. Silika

Silika merupakan salah satu senyawa oksida yang berikatan dengan unsur silikon dikenal dengan silikon oksida (SiO_2). Senyawa ini biasanya banyak ditemui dalam bahan galian berupa pasir kuarsa yang terdiri dari silika beserta beberapa senyawa

pengotor lainnya yang terbawa selama proses pengendapan. Proses penambangan ini dimulai menambang pasir kuarsa lalu dicuci untuk menghilangkan pengotor dan dikeringkan sehingga diperoleh berupa pasir. Pasir yang diperoleh memiliki kadar silika yang besar, namun tergantung keadaan kuarsa dan tempat penambangannya (Riyana, 2010). Proses penambangan yang cukup lama, menunjukkan perolehan silika ini cukup sulit.

Atas dasar proses diatas, terdapat cara lainnya untuk memperoleh silika yakni silika sintesis. Silika sintesis dapat diperoleh dari bahan TEOS dan TMOS (Naskar dan Charterjee, 2004) dengan cara metode pelelehan. Metode pelelehan ini membutuhkan suhu tinggi untuk pereduksian, sehingga dibutuhkan biaya yang mahal dalam proses pelelehan (Rachmaini, 2010). Kendala tersebut menunjukan alternatif lain untuk mencari sumber silika yakni silika nabati. Salah satu sumber silika nabati adalah sekam padi, biasanya silika ini dinamakan silika sekam padi. Silika sekam padi dapat diperoleh dengan metode *sol-gel* untuk mendapatkan silika yang homogenitas dan kemurnian yang tinggi.

Pada umumnya, silika berupa serbuk putih yang memiliki massa molar sebesar 60,0843 g/mol dengan densitas 2,634 g/cm³. Berdasarkan sifat termal, silika tahan terhadap temperatur tinggi (titik leleh) mencapai 1650 °C dan titik didih sebesar 2230 °C (Wikipedia A, 2011). Sementara itu, sifat konduktivitas termal yang dimiliki silika sebesar 1,4 W/mK dengan koefisien ekspansi termal mencapai 0,4 x 10⁻⁶ / °C(Sigit dan Jetty, 2001).

Silika mempunyai struktur berupa amorf yang berubah menjadi kristalin dengan adanya perlakuan termal. Berdasarkan termalnya, silika mengalami beragam

perubahan struktur kristal yakni kuarsa, kristobalit, dan tridimit. Pada rentang suhu 537 hingga 870 C membentuk struktur kristal kuarsa, seiring peningkatan temperatur antara 870-1470 C terjadi perubahan struktur menjadi tridimit. Fasa stabil pada silika terbentuk struktur kristal kristobalit dengan temperatur pada suhu >1470 C, selanjutnya pada temperatur 1723 C silika menjadi cairan (*liquid*) (Smallman dan Bishop, 2000).

D. Silika Sekam Padi

1. Sekam Padi

Sekam padi merupakan salah satu limbah pertanian yang berasal dari proses pengilingan padi. Berdasarkan Badan Pusat Statistik (BPS) Provinsi Lampung pada tahun 2010, Gabah Kering Giling (GKG) yang dihasilkan mencapai 2,81 juta ton dengan sekam padi yang diperoleh sekitar 20-25% terhadap berat GKG (Bharadwaj *et.al.*, 2004) sehingga sekam padi yang diproduksi mencapai 0,562 juta ton per tahun. Kerapatan jenis (*bulk density*) yang dimiliki oleh sekam padi sebesar 150 kg/m³ dengan sifat fisik berupa tekstur yang kasar dan berwarna kuning kecoklat-coklatan (Valchev *et al.*, 2009) seperti diperlihatkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5. Sekam padi.

Pemanfaatan sekam padi sebelumnya hanya digunakan dalam kepentingan rumah tangga, antara lain bahan bakar memasak, membakar batu bata, genteng atau tembikar (Roesmarkam dkk, 2000) yang menunjukkan bahwa pemanfaatan limbah pertanian ini kurang optimal. Seiring dengan perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi, pemanfaatan sekam padi semakin berkembang dimana banyak riset yang dilakukan oleh ilmuwan untuk mengetahui kelebihan lainnya dari sekam padi.

Berdasarkan penelitian Valchev *et al.* (2009) terdapat beberapa komponen zat organik yang terkandung dalam sekam padi seperti kadar air, protein kasar, lemak, serat kasar, abu, dan karbohidrat kasar. Sekam padi yang dibakar dengan suhu tinggi dapat menghasilkan abu yang sering dikenal dengan abu sekam padi. Sekam padi yang dibakar pada suhu 700-900 °C dengan abu sekam padi yang dihasilkan sekitar 16-25% (Enymia dkk, 1998). Abu sekam padi memiliki luas permukaan sebesar 330-995 m²/g (Li *at. el.*, 2011) dengan kandungan komposisi secara kimiawi yang dimiliki seperti silikon, besi, natrium, kalsium, magnesium, aluminium, potasium dan mangan. Unsur silikon merupakan unsur yang dominan dimiliki abu sekam padi mencapai 90-97% (Bharadwaj *et al.*, 2004). Berdasarkan analisis menggunakan XRD dalam penelitian Ghasemi dan Younesi (2011), menunjukkan bahwa abu sekam padi terkandung senyawa silika (SiO₂) sebesar 95,913% disertai beragam senyawa oksida sebagai pengotor. Silika merupakan salah satu mineral oksida yang memiliki sifat fisik berupa padatan berwarna putih dengan massa molar sebesar 60,0843 g/mol. Berdasarkan pemaparan diatas, menunjukkan bahwa

sekam padi terkandung silika (SiO_2), sehingga diaplikasikan secara luas menjadi bahan baku pembuatan material baru.

2. Struktur Silika Sekam Padi

Silika sekam padi memiliki struktur yang dapat dianalisis menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan *X-Ray Diffraction* (XRD). Berdasarkan hasil FTIR dalam penelitian An *et al.* (2010) menunjukkan bahwa pada suhu 120 °C terdapat gugus fungsi dengan rentang bilangan gelombang antara 0-4000 cm^{-1} . Pada bilangan gelombang 1093 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus fungsi Si-O-Si yang dapat terbentuk dari ikatan Si-O pada puncak 788 dan 466 cm^{-1} . Selain itu, munculnya gugus fungsi H-O-H yang berikatan dengan senyawa air pada puncak 3416 dan 1639 cm^{-1} , dapat diperkirakan dalam gugus fungsi ini terdapat ikatan Si-OH. Dengan perlakuan yang sama, dalam analisis XRD menunjukkan bahwa silika sekam padi membentuk struktur amorf yang diperkirakan terletak pada puncak $2\theta = 22$. Seiring perlakuan termal, terjadi perubahan struktur pada silika dari amorf menjadi kristalin. Pada temperatur 1000 °C menunjukkan terbentuknya fase kristalin yaitu tridimit pada puncak $2\theta = 20,7$ dan kristobalit pada puncak $2\theta = 21,8$. Pada temperatur 1300 dan 1400 °C, terjadi perubahan fase kristobalit menjadi tridimit (Haslinawati *et al.*, 2009).

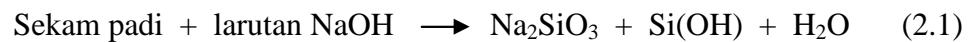
3. Perolehan Silika Sekam Padi

Silika sekam padi diperoleh dengan menggunakan dua metode yakni metode ekstraksi dan metode pengabuan. Berdasarkan tingkat kelarutannya

(*solubility*), silika memiliki tingkat kelarutan yang tinggi (Scott, 1993), sehingga silika sekam padi diperoleh dengan cara metode ekstraksi. Sementara itu, dalam metode pengabuan dapat ditinjau dari tingkat suhu pembakarannya, karena dengan menggunakan suhu pembakaran yang tinggi pada sekam padi akan diperoleh silika sekam padi.

a. Metode Ekstraksi

Metode ekstraksi menggunakan larutan asam basa sebagai alkalisnya. Sekam padi diekstraksi menggunakan larutan basa yakni larutan NaOH (1 N) lalu dipanaskan untuk melarutkan senyawa silika, sehingga diperoleh natrium silikat (Na_2SiO_3) berupa larutan (*sol*). Reaksi kimia dalam proses ekstraksi menggunakan larutan NaOH diperlihatkan sebagai berikut:



Dalam reaksi kimia diatas, *sol* silika sekam padi menghasilkan senyawa natrium silikat (Na_2SiO_3) dan senyawa Si(OH) yang berikatan dengan senyawa air. *Sol* yang terbentuk didiamkan dalam suhu ruang lalu dinetralisasi menggunakan larutan asam yakni HCl (1 N), sehingga diperoleh *gel* silika dengan pH optimum 7,0 (Kalapathy *et al.*, 2000). Metode ekstraksi ini memiliki keunggulan yakni hasil ekstraksi yang diperoleh berupa larutan (*sol*) sehingga dapat digunakan dalam pencampuran dengan bahan baku lain menggunakan metode *sol-gel* dan tidak diperlukan temperatur reaksi yang tinggi dalam prosesnya.

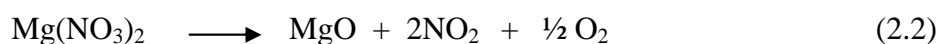
b. Metode Pengabuan

Pada umumnya pembakaran sekam padi dapat dilakukan pada suhu 500-800 C. Awalnya sekam padi kering dibakar menggunakan tungku pada suhu 500 C, dalam proses ini diperoleh residu pembakaran yaitu abu sekam padi berwarna hitam. Seiring peningkatan suhu pembakaran abu sekam padi menjadi 800 C, maka akan diperoleh silika padatan berwarna putih (Haslinawati *et al.*, 2009). Proses dalam metode pengabuan ini cukup sederhana, namun disamping itu metode ini memiliki beberapa kelemahan antara lain sampel yang diperoleh berupa padatan sehingga akan sulit dicampur dengan bahan baku lain menggunakan metode *sol-gel*, bersifat homogenitas yang rendah karena ukuran partikel yang dihasilkan tidak seragam dan memiliki tingkat pengotor yang cukup tinggi pada saat pembakaran.

E. Magnesium Oksida (MgO) dari Senyawa Magnesium Nitrat Heksahidrat (Mg(NO₃)₂·6H₂O)

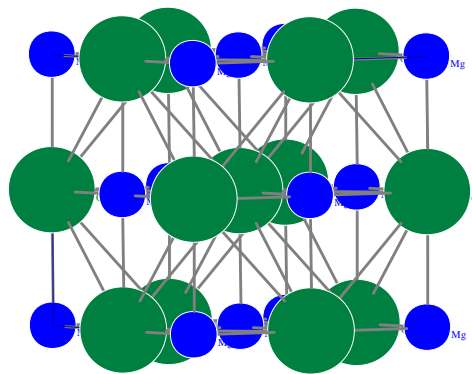
Magnesium nitrat heksahidrat merupakan mineral yang tersusun dari unsur-unsur magnesium, nitrogen, oksigen dan hidrogen dengan rumus kimia Mg(NO₃)₂·6H₂O. Mineral ini memiliki bentuk padatan kristal berwarna putih dengan densitas sebesar 1,630 g/cm³, berat molekul sebesar 256,4 gr/mol dan pH antara 5,0-8,2 (5% *aq. sol.*) (Anonim B, 2005). Dalam Mg(NO₃)₂·6H₂O terkandung 4,72% kadar hidrogen, 9,48% kadar magnesium, 10,93% kadar nitrogen, dan 74,88% kadar oksigen (Winter, 2011). Sifat lain yang dimiliki magnesium nitrat heksahidrat adalah memiliki titik didih mencapai 330 °C dan

titik lebur sebesar 89 °C. Dalam penelitian ini bahan yang dibutuhkan adalah magnesium oksida yang diperoleh dari magnesium nitrat heksahidrat. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan Fu dan Song (1999) menjelaskan bahwa pembentukan reaksi kimia magnesium nitrat diperkirakan sebagai berikut:



Dengan adanya pemanasan terhadap magnesium nitrat, terjadi penguraian senyawa nitrat menjadi gas NO_2 dan terbentuknya senyawa MgO .

Magnesium oksida yang sering dikenal dengan nama magnesita atau *periclase* memiliki rumus kimia MgO . Mineral ini berupa padatan berwarna putih yang merupakan sumber magnesium berjenis oksida. Kadar yang dimiliki magnesium oksida yakni 60,30% kadar magnesium dan 39,70% kadar oksigen (Anonim C, 1990). Berat molekul MgO adalah 40,3044 gr/mol dengan sifat fisis berupa padatan berwarna putih. Magnesium oksida memiliki densitas sebesar 3,58 gr/cm^3 dan kelarutan terhadap air sebesar 0,086 gr/L. Berdasarkan sifat termalnya, magnesium oksida memiliki titik lebur sebesar 2852 °C dan titik didih sebesar 3600 °C. MgO memiliki struktur kristal *halite* (kubik) dengan *space group* $Fm\bar{3}m$ pada No. 225 dan parameter *cell* struktur atom MgO yakni $a = b = c = 4,2112$ pada sudut $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Selain itu, volume *cell* yang dimiliki oleh MgO sebesar 74,672 \AA^3 (Hazen, 1976). Bentuk struktur atom pada MgO dapat diperlihatkan pada Gambar 2.6 .



Keterangan:

- = atom Mg
- = atom O

Gambar 2.6. Struktur atom magnesium oksida. Ikatan ionik terdiri dari Mg^{2+} dan O^{2-} dengan jari-jari ionik yang dimiliki secara berurutan adalah 0,75 dan 1,35 (Hazan, 1976). Pemodelan dengan perangkat lunak program PCW (Kraus dan Nolze, 1995).

Berdasarkan Gambar 2.6 menunjukkan gambar struktur atom pada MgO yang diperoleh dari perangkat lunak program PCW. Geometri koordinasi pada magnesium oksida terbentuk oleh dua ion kation magnesium (Mg^{2+}) dan dua ion anion oksigen (O^{2-}) masing-masing ikatan ion terbentuk struktur kristal oktahedral. Struktur atom MgO memiliki jarak ikatan antar atom yakni ikatan atom Mg-O sebesar 2,1055 dan ikatan atom O-O sebesar 2,9776 .

F. Metode Sol-Gel

Metode *sol-gel* merupakan suatu proses kimia yang dapat digunakan dalam pembuatan suatu material (Rahaman, 1995) dengan tingkat kemurnian yang tinggi dan dilakukan dalam suhu rendah (Petrovic, 2001). Secara umum, metode *sol-gel* terbagi menjadi beberapa tahap meliputi pembentukan larutan, pembentukan *gel*, penuaan, pengeringan dan pemadatan (Brinker dan Scheree, 1990). Bahan yang biasa digunakan dalam metode *sol-gel* adalah logam alkoksida. Logam alkoksida

adalah senyawa yang termasuk dalam kelompok logam organik dengan salah satu contohnya adalah silika (SiO_2) dari bahan TEOS ($\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$). TEOS merupakan salah satu sumber silika sintesis yang dihidrolisis menggunakan etanol sehingga menghasilkan silika dalam bentuk *sol*. Adapun reaksi kimia yang diperkirakan terjadi pada saat hidrolisis adalah:



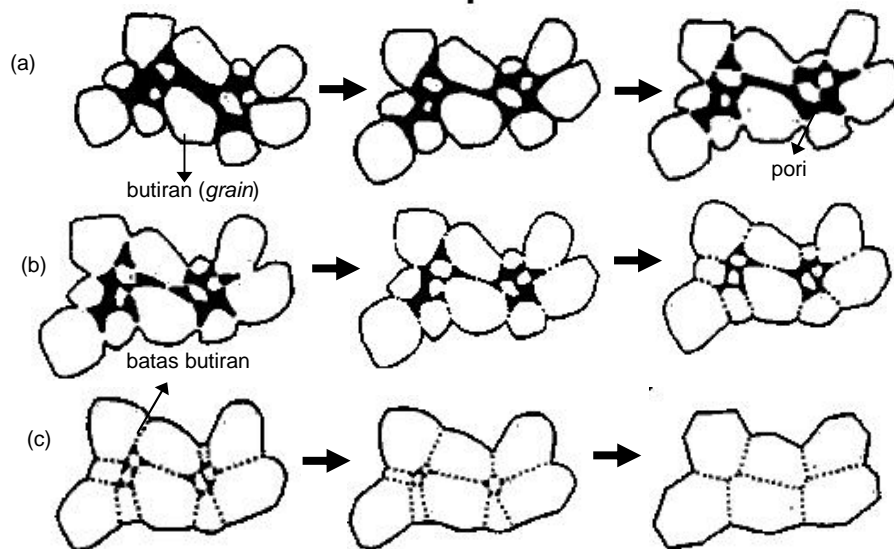
Dalam reaksi diatas, TEOS yang dihidrolisis dengan etanol menghasilkan *sol* silika yang berikatan dengan senyawa air. *Sol* yang terbentuk dinetralsasi menggunakan larutan HCl sehingga membentuk *gel*. *Gel* tersebut didiamkan dalam suhu ruang, sehingga menghasilkan *gel* kering (padatan). Tahap selanjutnya, gel dikeringkan dengan suhu 80 C dan diperoleh silika (Fitriana, 2005). Proses *sol-gel* ini memiliki beragam keunggulan yakni homogenitasnya lebih baik, temperatur rendah, tingkat kemurnian yang tinggi, hemat energi, fase pemisahan cepat dan tingkat kristalisasi yang cepat. Berdasarkan beberapa keunggulan diatas, maka dalam pembuatan komposit MgO-SiO₂ dilakukan menggunakan metode *sol-gel* (Saber *et al.*, 2007).

G. Sintering

Sintering merupakan proses pemadatan dan sekumpulan serbuk pada suhu tinggi mendekati titik leburnya hingga terjadi perubahan struktur mikro seperti pengurangan jumlah dan ukuran butir, pembentukan butiran, peningkatan densitas dan penyusutan. Proses sintering terbagi menjadi beberapa tahapan antara lain (Schneider, 1991):

- a) Tahapan awal, pada tahapan ini partikel-partikel sampel akan saling kontak setelah proses pencetakan, dimana serbuk MgO-SiO_2 dalam keadaan bebas.
- b) Tahapan mulai sintering (tahapan pembentukan ikatan), sintering mulai berlangsung dan permukaan kontak kedua partikel semakin lebar namun belum terlihat adanya perubahan ukuran butiran dan pori.
- c) Tahapan pertengahan, pada tahapan ini terjadinya pembentukan batas butiran.
- d) Tahapan akhir sintering, pada tahapan ini terjadi densifikasi dan eliminasi pori sepanjang batas butir, yaitu terjadi perbesaran ukuran butiran sampai kanal-kanal pori tertutup dan sekaligus terjadi penyusutan butiran dan terbentuknya fasa baru.

Tahapan pada proses sintering diilustrasikan pada Gambar 2.7, yakni:



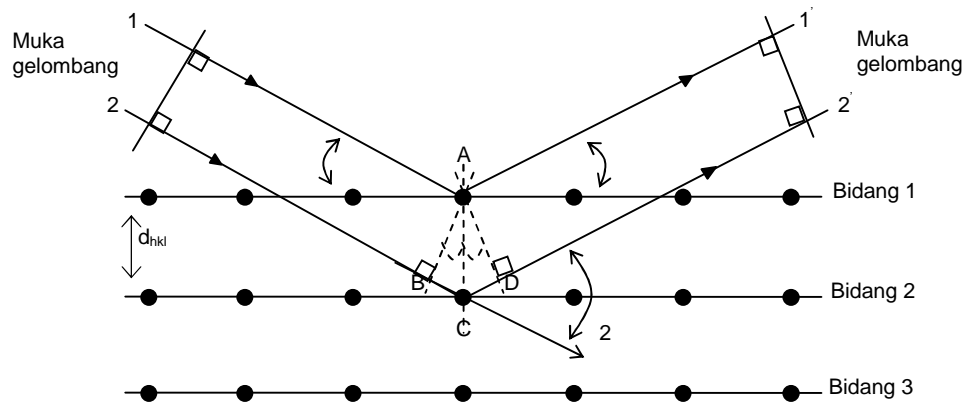
Gambar 2.7. Tahapan proses sintering, (a) tahapan awal dan mulai sintering; (b) tahapan pertengahan; (c) tahapan akhir sintering (Anonim D, 2012).

H. Karakterisasi

1. *X-Ray Diffraction*

Sinar-X ditemukan pada tahun 1895 oleh seorang ilmuwan bernama Wilhelm Conrad Rontgen yang mampu menentukan struktur kristal. Sinar-X adalah radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang $\lambda = 0,5-2,5$ nm yang mendekati jarak antar atom kristal. Pada umumnya, sinar ini merupakan besaran dalam orde dimensi atomik yang cocok untuk analisis kristal, dimana besarnya tergantung target yang digunakan. Untuk menghasilkan sinar-X, anoda target yang digunakan antara lain krom (Cr), besi (Fe), tembaga (Cu) dan molybdenum (Mo). Anoda target yang digunakan dapat menghasilkan sinar-X dengan karakteristik yang berbeda-beda. Akan tetapi, anoda target yang biasa digunakan adalah tembaga (Cu).

Sistem kerja difraktometer sinar-X didasarkan pada Hukum Bragg yang menjelaskan terhadap pola, intensitas dan sudut difraksi (2θ) yang berbeda-beda setiap bahan. Proses difraksi sinar-X terjadi interaksi antara sinar-X dengan atom-atom pada bidang kristal sehingga dihasilkan interferensi yang konstruktif berupa puncak-puncak intensitas (Cullity, 1978). Interaksi tersebut terjadi pada saat seberkas sinar-X dengan panjang gelombang λ diarahkan pada permukaan suatu bahan dengan sudut θ , maka sinar tersebut akan dihamburkan oleh bidang atom kristal dan menghasilkan difraksi. Besar sudut difraksi 2θ tergantung pada panjang gelombang λ berkas sinar-X dan jarak d antara bidang. Difraksi sinar-X dalam kristal dapat diilustrasikan pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8. Difraksi sinar-X yang dihamburkan oleh atom-atom kristal (Cullity, 1978).

Sinar 1 dan 2 dihamburkan ke atom A dan C, dimana beda lintasan untuk sinar $1A1'$ dan $2C2'$ adalah:

$$BC + CD = d' \sin \theta + d' \sin \theta \quad (2.4)$$

$$BCD = 2d' \sin \theta \quad (2.5)$$

Sinar $1'$ dan $2'$ akan dihamburkan menjadi satu fasa jika selisih lintasan sama dengan jumlah n panjang gelombang, maka:

$$n\lambda = 2d' \sin \theta \quad (2.6)$$

Persamaan ini pertama kali ditulis oleh W. L. Bragg yang dikenal sebagai hukum Bragg, dimana persamaan 2.6 dapat diturunkan menjadi:

$$\lambda = 2 \frac{d'}{n} \sin \theta \quad (2.7)$$

dimana jarak antar bidang adalah $1/n$ dari jarak sebelumnya, maka ditetapkan

$d = d'/n$ dengan persamaan hukum Bragg dapat dituliskan seperti:

$$\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.8)$$

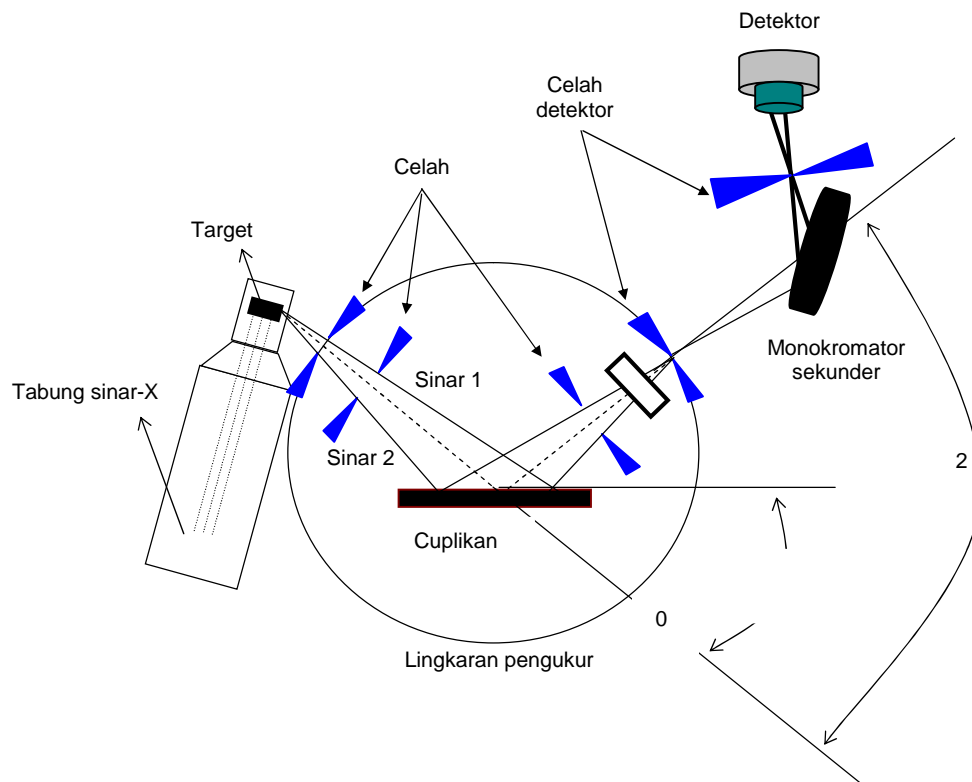
dengan λ = panjang gelombang radiasi sinar-X, d = jarak antar bidang dalam kristal dan θ = sudut difraksi. Karena nilai $\sin \theta$ maksimum adalah 1, maka berdasarkan persamaan (2.7), akan diperoleh:

$$\frac{n\lambda}{2d} = \sin \theta < 1 \quad (2.8)$$

sehingga nilai $n\lambda$ harus kurang dari $2d$. Dengan demikian kondisi untuk difraksi pada sudut 2θ yang dapat teramati adalah (Cullity, 1978):

$$n\lambda < 2d \quad (2.9)$$

Adapun skematik bagian-bagian sinar-X mulai dari tabung, celah, cuplikan, detektor dan lingkaran pengukur dapat diperlihatkan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9. Skematik bagian-bagian dari difraksi sinar-X (Cullity, 1978).

Prinsip kerja difraksi sinar-X diawali oleh elektron dengan kecepatan tinggi yang dibangkitkan dengan beda potensial, dimana tegangan tersebut terjadi

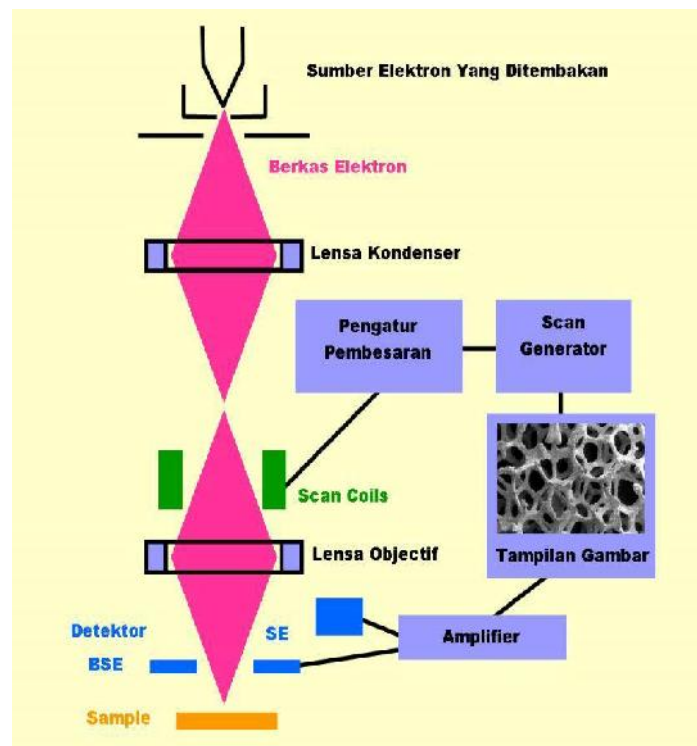
antara katoda dan anoda yang menumbuk cuplikan sehingga akan muncul sinar-X. Sinar-X yang dihasilkan terdiri dari 2 jenis yakni sinar-X kontinuis dan karakteristik, namun sinar-X yang biasa digunakan adalah karakteristik. Sinar-X ini didifraksikan ke segala arah dengan memenuhi Hukum Bragg. Detektor bergerak dengan langkah tertentu untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksikan oleh cuplikan dengan menghasilkan intensitas pola difraksi sinar-X. Selanjutnya, data XRD yang diperoleh dicocokkan dengan data standar *Joint Committee on Powder Diffraction Standard*, JCPDS (1996) untuk mengetahui fasa yang hadir dalam sampel.

Berdasarkan analisis menggunakan alat XRD, menunjukkan bahwa pada suhu 730 °C terbentuk *forsterite* berupa struktur amorf (Saber *et al.*, 2007), seiring dengan peningkatan temperatur hingga mencapai suhu 1200 °C terdapat perubahan struktur pada *forsterite* menjadi struktur kristalin (Ni *et al.*, 2007).

2. Scanning Electron Microscopy

SEM yang dilengkapi sistem EDS merupakan seperangkat alat instrumen yang membantu untuk mengetahui karakteristik mikrostruktur dari bahan padat seperti logam, keramik, polimer dan komposit. Alat ini dilengkapi dengan resolusi (daya pisah) sekitar 0,5 nm dengan perbesaran maksimum hingga 500.000 kali (Griffin dan Riessen, 1991). SEM dipakai untuk mengetahui struktur mikro suatu material meliputi tekstur, morfologi, komposisi dan informasi kristalografi permukaan partikel. Morfologi yang diamati oleh SEM berupa bentuk, ukuran dan susunan partikel.

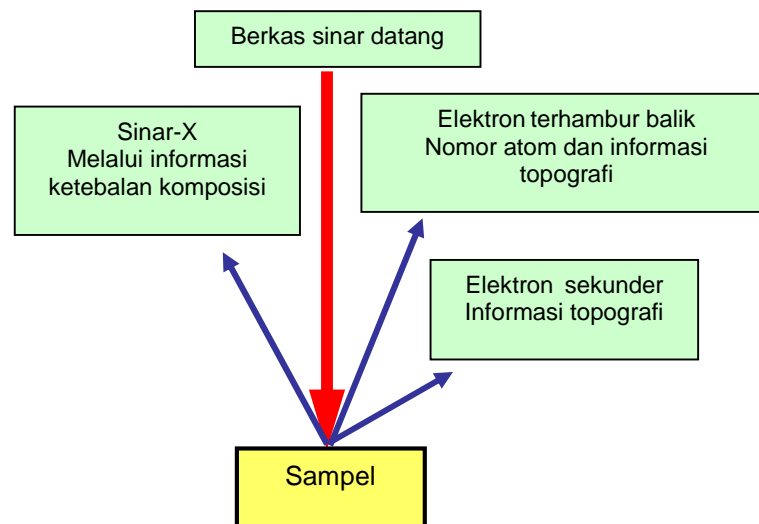
Sumber elektron dalam SEM dipanaskan oleh senjata elektron yang terbuat dari bahan tungsten dan *lanthanum hexaboride* (LaB_6) yang berfungsi sebagai penghasil elektron. Berkas elektron yang dihasilkan akan melewati celah pelindung menuju anoda kemudian dikumpulkan melalui lensa kondensor elektromagnetik dan difokuskan oleh lensa objektif. Selanjutnya, berkas elektron dipercepat oleh medan listrik dan menumbuk sampel melalui kumpuran pengulas (*scan coils*) dengan menghasilkan elektron sekunder (*secondary electron*) yang dipantulkan sampel kemudian dideteksi dan dikuatkan oleh tabung pengganda. Sinyal tersebut ditranmisikan ke dalam monitor komputer. Skema alat SEM diperlihatkan pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10. Skematik alat SEM (Anonim E, 2012).

Elektron kehilangan energi pada saat tumbukan dengan atom material, akibat hamburan dan absorpsi pada daerah interaksi dengan kedalaman 100 nm

sampai 2 μm . Hal ini membuat sampel meradiasikan emisi meliputi sinar-X, elektron terhambur balik dan elektron sekunder. Interaksi radiasi tersebut ditunjukkan pada Gambar 2.11.



Gambar 2.11. Sinyal interaksi berkas elektron pada sampel (Williams dan Carter, 1996).

Pada saat berkas elektron yang menumbuk inti atom, sampel mengalami interaksi elektron yang disebut dengan elektron terhambur balik (*backscattered electron*). Interaksi ini memberikan informasi topografi sampel dan informasi nomor atom berupa citra yang menyatakan perbedaan unsur kimia yakni warna terang menunjukkan adanya unsur kimia yang lebih tinggi nomor atomnya. Selain itu, berkas elektron yang terhambur secara tidak elastis, dimana beberapa elektron berinteraksi dengan atom-atom sampel untuk menghasilkan elektron energi rendah yang sering dikenal dengan elektron sekunder (*secondary electron*). Elektron sekunder mempunyai energi yang rendah maka elektron tersebut dapat dibelokkan membentuk sudut dan menimbulkan bayangan topografi. Sinyal interaksi lainnya yang terjadi adalah

sinar-X yang dihasilkan melalui ketebalan sampel yang dapat menginformasikan komposisi bahan yang diteliti.