

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Komposit

Suatu material komposit terdiri dari lebih dari satu tipe material dan dirancang untuk mendapatkan kombinasi karakteristik terbaik dari setiap komponen penyusunnya. Pada dasarnya, komposit didefinisikan sebagai campuran makroskopik dari penguat atau *filler* dan matriks (Urquhart, 1991). *Filler* merupakan material yang umumnya jauh lebih kuat dari matriks dan berfungsi memberikan kekuatan tarik. Sedangkan matriks berfungsi untuk melindungi serat dari efek lingkungan dan kerusakan akibat benturan. Matriks yang umum digunakan berupa polimer, keramik, dan logam, sehingga berdasarkan matriks penyusunnya komposit dapat diklasifikasikan ke dalam tiga kelompok besar, yaitu:

1. *Metal Matriks Composite* (menggunakan matriks logam)
2. *Ceramic Matriks Composite* (menggunakan matriks keramik)
3. *Polymer Matriks Composite* (menggunakan matriks polimer)

Filler atau penguat dapat berupa serat, partikel, dan lamina. Berdasarkan penguatnya komposit diklasifikasikan ke dalam tiga kelompok besar, yaitu:

1. *Particulate Composite Materials*

Merupakan jenis komposit yang menggunakan partikel/butiran sebagai *filler*.

Partikel berupa logam atau non logam dapat digunakan sebagai *filler*.

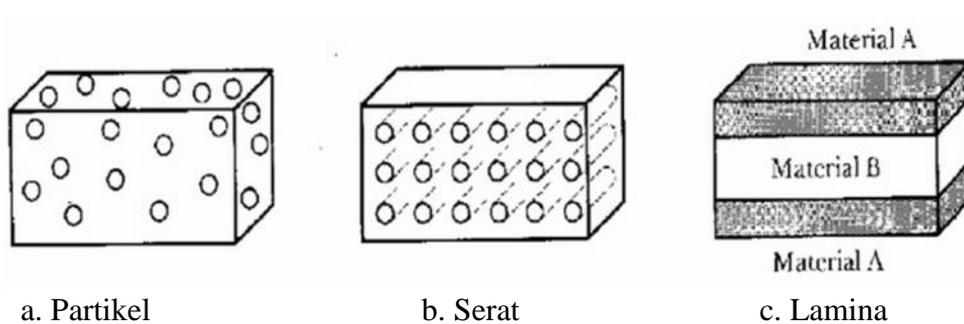
2. *Fibrous Composite Materials*

Merupakan jenis komposit yang pengisinya berupa serat.

3. *Structural Composite Materials*

Terdiri dari sekurang-kurangnya dua material berbeda yang direkatkan bersama-sama. Proses pelapisan dilakukan dengan mengkombinasikan aspek terbaik dari masing-masing lapisan untuk memperoleh bahan yang berguna.

Adapun ilustrasi komposit berdasarkan penguatnya dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Ilustrasi komposit berdasarkan penguatnya (Michael dan David, 1980).

Material komposit sebagai bahan yang digabung oleh dua material atau lebih secara makroskopis mengindikasikan bahwa material pembentuk dalam komposit masih terlihat seperti aslinya, yang berbeda dengan penggabungan dalam *alloy* (paduan), di mana material pembentuknya tidak terlihat lagi. Material komposit memiliki banyak keunggulan, diantaranya berat yang lebih ringan, tingkat

kekuatan yang lebih tinggi, tahan korosi, dan memiliki biaya perakitan yang lebih murah karena berkurangnya jumlah komponen dan baut-baut penyambung (Zulfikar, 2007).

B. Komposit MgO-SiO₂

MgO-SiO₂ merupakan senyawa kimia dari garam silikat khususnya magnesium, yang umum ditemukan di alam dalam bentuk *hydrous silicate* yakni *talca* (Mg₃Si₄O₁₀(OH)₂) dan *serpentine* (Mg₃Si₂O₅(OH)₄), serta dalam bentuk *anhydrous silicate* yakni *enstatite* (MgSiO₃) dan *forsterite* (Mg₂SiO₄) (Deer dkk, 1966; Farlex, 2003). *Talc* dan *serpentine* merupakan mineral magnesium silikat yang salah satu komposisinya adalah air. *Talc* memiliki komposisi MgO 31,7%, SiO₂ 63,5%, dan H₂O 4,8%, sedangkan *serpentine* memiliki komposisi MgO 43%, SiO₂ 44,1%, dan H₂O 12,9%. Apabila *talc* dan *serpentine* diberi perlakuan termal pada suhu 400-800 °C keduanya mengalami dehidrasi sehingga komposisi yang tersisa (MgO dan SiO₂) akan mengalami pembentukan struktur *forsterite* dan *enstatite* (Wei, 2010).

1. *Enstatite*

Enstatite adalah mineral relatif umum ditemukan dalam metamorf dan beberapa batuan beku serta dalam meteorit batuan dan besi. *Enstatite* termasuk kelompok mineral piroksen dengan simetri *ortorhombik*. *Enstatite* dapat mengkristal dalam berbagai struktur yang berbeda, diantaranya *orthoensatite*, *protoensatite*, dan *clinoensatite* (Boysen dkk, 1991). Ketiganya memiliki rumus kimia yang sama

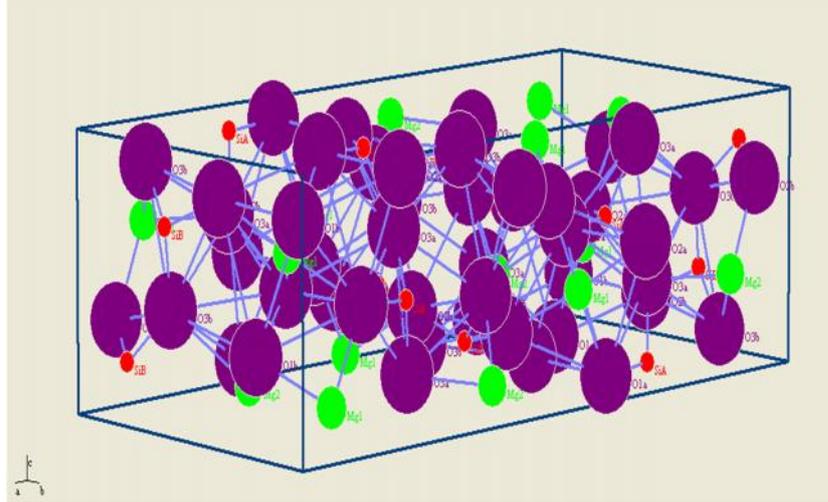
yaitu MgSiO_3 , namun strukturnya berbeda (Covey, 1995). Berdasarkan *The Mineral Enstatite* dan *Enstatite Mineral Data*, *enstatite* memiliki karakteristik seperti dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Karakteristik *Enstatite* (MgSiO_3).

Karakteristik	Nilai
Kategori	Mineral Silikat
Sistem kristal	Ortorombik; $2/m2/m2/m$
Parameter sel (Å)	$a = 18,233$ $b = 8,8191$ $c = 5,1802$
Warna	Putih, abu-abu, hijau, kuning atau coklat atau pucat cahaya, tidak berwarna pada bagian tipis
Titik lebur ($^{\circ}\text{C}$)	1557
Permitivitas dielektrik	8,23
Kekuatan patah ($\text{Mpa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	4,3
Koefisien ekspansi termal ($\times 10^{-5}/^{\circ}\text{K}$)	1,86
<i>Hardness</i> (Mohs)	5 - 6
<i>Density</i> (gr/cm^3)	3,189

Berdasarkan karakteristik *Enstatite* (MgSiO_3) pada Tabel 1, menurut Hugh-Jones DA dan Angel RJ dalam *Database American Mineralogist* struktur kristal *enstatite* merupakan ortorombik dengan a b c dimana $a = 18,233\text{Å}$, $b = 8,8191\text{Å}$, $c = 5,1802\text{Å}$ dengan $\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$ dan *space group* $Pbca$ yakni 61. Data yang

telah dimasukkan pada PCW23 dihasilkan struktur MgSiO_3 yang diperlihatkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Struktur *Enstatite*.

Dimana MgSiO_3 memiliki struktur kristal ortorhombik dengan jari – jari atom Mg^{2+} sebesar 0,75 Å, Si^{4+} sebesar 0,4 Å, dan O^{2-} sebesar 1,35 Å. Dalam gambar Mg^{2+} ditunjukkan dengan warna hijau, Si^{4+} warna merah, dan O^{2-} warna ungu.

2. *Forsterite*

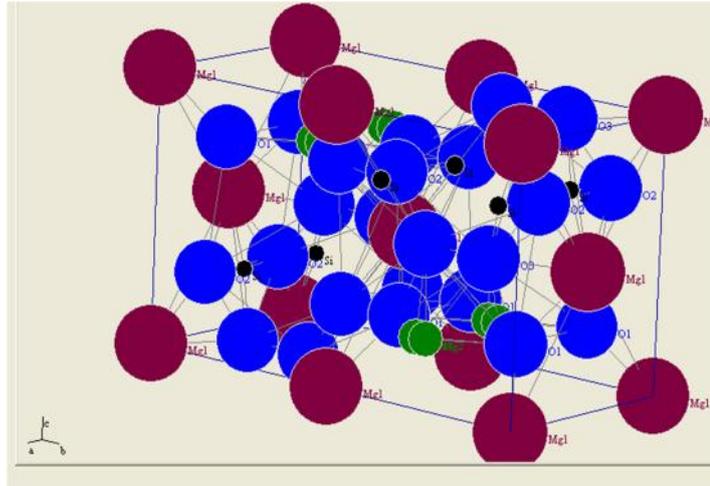
Forsterite adalah salah satu anggota dari kelompok mineral *olivine* dan merupakan mineral paling kaya magnesium. Secara geologi, *forsterite* terdapat di dalam batuan beku ultramafik dan *forsterite* juga terdapat pada marmer *dolomitic* yang merupakan hasil dari metamorfosis batu gamping dengan kandungan magnesium yang tinggi (Levy, 1824). Adapun beberapa bahan baku yang terkandung dalam mineral *forsterite* antara lain MgO (50-60%), SiO_2 (30-40%), Al_2O_3 (2-3%), Fe_2O_3 (6-8%), dan CaO (0,5-1%). Berdasarkan *Smith College* dan

Forsterite Mineral Data, *forsterite* memiliki karakteristik dan sifat fisik yang dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Karakteristik *Forsterite* (Mg_2SiO_4).

Karakteristik	Nilai
Kategori	Mineral Silikat
Sistem kristal	Ortorombik; $2/m2/m2/m$
Parameter sel (\AA)	$a = 4,79$ $b = 10,19$ $c = 5,85$
Warna	Tak berwarna, hijau, kuning, hijau kekuningan, dan putih.
Titik lebur ($^{\circ}\text{C}$)	1890
Permitivitas dielektrik	6,8
Kekuatan patah ($\text{Mpa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	2,4
Koefisien ekspansi termal ($\times 10^{-5}/^{\circ}\text{K}$)	4,67
<i>Hardness (Mohs)</i>	7
<i>Density (gr/cm^3)</i>	3,275

Tabel 2 menunjukkan bahwa menurut Baur WH dalam *Database American Mineralogist* struktur kristal *forsterite* merupakan ortorhombik dengan a b c , dimana $a = 4,79 \text{ \AA}$; $b = 10,19 \text{ \AA}$; $c = 5,85 \text{ \AA}$ dengan $\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$ dan *space group* $Pbnm$ yakni 62. Berdasarkan data yang telah dimasukkan pada PCW23 maka dihasilkan struktur Mg_2SiO_4 yang diperlihatkan pada Gambar 3.

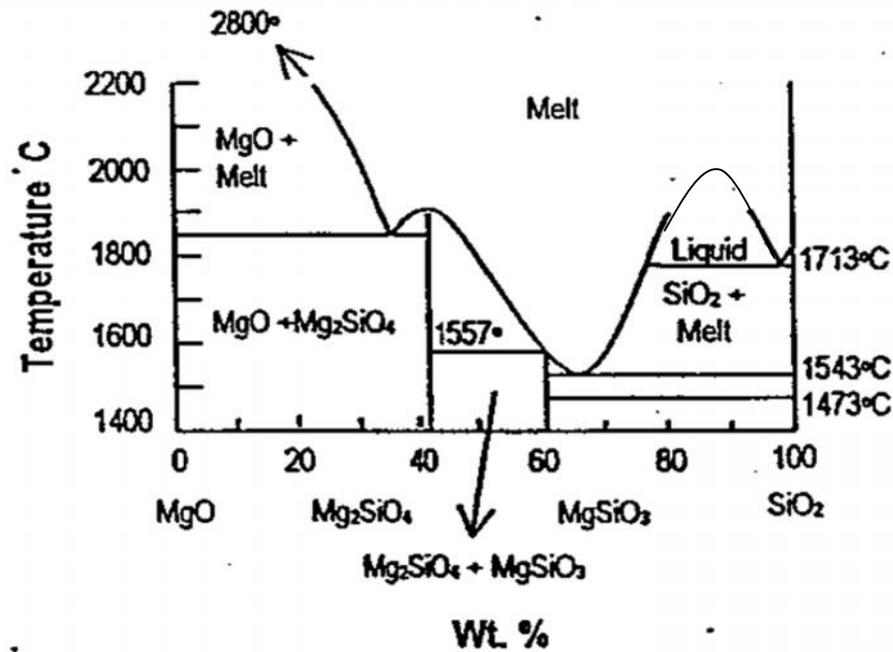


Gambar 3. Struktur *Forsterite*.

Dimana Mg_2SiO_4 memiliki jari – jari atom Mg sebesar 1,6 Å, Mg^{2+} sebesar 0,75 Å, Si^{4+} sebesar 0,4 Å, dan O^{2-} sebesar 1,35 Å. Dalam gambar atom Mg ditunjukkan dengan warna ungu, Mg^{2+} warna hijau, Si^{4+} warna hitam, dan O^{2-} warna biru.

3. Pembentukan Fase Komposit MgO-SiO_2

Dalam sistem MgO-SiO_2 , pembentukan fase dipengaruhi oleh perubahan temperatur dan komposisi magnesia/silika yang dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Diagram fase sistem MgO-SiO₂ (Deer dkk, 1966).

Gambar 4 menunjukkan diagram fase kesetimbangan komposisi pembentukan *forsterite* dan *enstatite* dalam sistem MgO-SiO₂ terhadap perubahan temperatur dari bahan mineral. Dalam rentang suhu 1400-1850 °C terjadi pembentukan *forsterite*, *enstatite*, dan *periclase* (MgO). Dengan komposisi sekitar 20-40% SiO₂ dan 60-80% MgO, akan terbentuk *forsterite* murni dengan tambahan *periclase* hingga suhu 1850 °C. Di mana pada suhu 1557 °C *forsterite* sudah terbentuk sebagai fase stabil dengan sedikit *enstatite*. Pada suhu yang lebih tinggi (>1850 °C) hanya terbentuk *periclase* dengan tambahan cairan akibat terjadinya proses peleburan *forsterite* dari fase padatan menjadi fase cairan dan menyebabkan sampel menyusut dengan cepat.

Sementara itu, dengan komposisi sekitar 60-80% SiO₂ dan 20-40% MgO terbentuk *enstatite* dengan tambahan silika dalam rentang suhu 1400-1543 °C,

suhu di atas 1543 °C hanya terbentuk silika dengan tambahan lelehan karena *enstatite* mulai mengalami peleburan. Pada suhu diatas 1713 °C fasa cairan sudah terbentuk. Ketika komposisi MgO dan SiO₂ berada pada posisi setimbang, maka akan terbentuk *enstatite* sebagai fase tunggal.

Berdasarkan diagram fase sistem MgO-SiO₂, dapat disimpulkan bahwa pembentukan fase dipengaruhi oleh perubahan temperatur dan komposisi magnesia/silika. Menurut penelitian sebelumnya (Saber dkk, 2007), dengan menggunakan bahan magnesium nitrat heksahidrat (Mg(NO₃)₂.6H₂O) dan silika di mana sampel lebih didominasi oleh komposisi MgO, menunjukkan bahwa prekursor pada dasarnya adalah amorf. Pada sekitar suhu 600 °C sudah mulai muncul MgO (*periclase*), sementara *forsterite* terbentuk antara suhu 700 dan 800 °C secara perlahan seiring dengan meningkatnya suhu.

4. Aplikasi Komposit MgO-SiO₂

Dengan titik lebur yang tinggi (1890 °C), komposit MgO-SiO₂ dapat digunakan sebagai substitusi bahan tahan api untuk tungku peleburan dalam industri logam (Sumarnadi dkk, 1998). Komposit MgO-SiO₂ memiliki konduktivitas listrik yang rendah, hal ini membuat komposit MgO-SiO₂ dapat digunakan sebagai bahan substrat yang ideal untuk elektronik seperti *Integration Circuit (IC)* (Kosanovic dkk, 2006; Saber dkk, 2007). Komposit MgO-SiO₂ juga dapat diterapkan sebagai bahan pengisi aktif atau bahan pengisi yang menguatkan dari suatu polimer karena memiliki kekuatan lentur (*bending strength*) sebesar 203 MPa dan ketangguhan patah sebesar 2,4-4,3 Mpa.m^{1/2} sehingga mampu menambah kekerasan, ketahanan

sobek, ketahanan kikisan pada suatu bahan yang dihasilkan (Ni dkk, 2007). Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya (Putro dan Ardhiyany, 2010), silikat memiliki sistem mikroporus (ukuran pori < 1nm) dan memiliki sifat hidrophobik sehingga MgO yang berikatan dengan silikat menjadikannya sebagai adsorben yang paling optimal. Adapun kemampuan adsorpsi yang sangat selektif menjadikan material ini dapat diaplikasikan sebagai bahan *molecular sieve*.

C. Silika

1. Karakteristik Silika

Silika atau dikenal dengan silikon dioksida (SiO_2) merupakan salah satu bahan keramik yang banyak ditemui dalam bahan galian yang disebut pasir kuarsa. Silika memiliki ciri fisik seperti berbentuk padatan atau serbuk yang halus, berwarna putih, tidak larut dalam air, dan memiliki daya tahan terhadap asam dan basa seperti H_2SO_4 , NaOH , KOH , dan HCl (Katsuki, 2005; Kim dkk, 2004). Silika memiliki stabilitas kimia yang baik, tidak larut dalam air, daya tahan terhadap temperatur tinggi dengan titik lebur mencapai $1725\text{ }^\circ\text{C}$, ekspansi termal rendah yakni sekitar $(12,3-0,4)\times 10^{-6}\text{ K}^{-1}$, dan bersifat resistant dengan nilai resistivitas $>10^{14}\text{ }\Omega\cdot\text{m}$ sehingga baik digunakan sebagai isolator listrik.

Struktur silika pada umumnya adalah dalam bentuk amorf terhidrat, namun bila pembakaran berlangsung terus-menerus pada suhu diatas $650\text{ }^\circ\text{C}$ maka tingkat kristalinitasnya akan cenderung naik dengan terbentuknya fasa *quartz*, *crystobalite*, dan *tridymite* (Hara, 1986). Bentuk struktur *quartz*, *crystobalite*, dan

tridymite yang merupakan jenis kristal utama silika memiliki stabilitas dan kerapatan yang berbeda (Brindly dan Brown, 1980). Struktur kristal *quartz*, *tridymite*, dan *crystobalite* memiliki nilai densitas masing-masing sebesar $2,65 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$, $2,27 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$, dan $2,33 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ (Smallman dan Bishop, 2000). Berdasarkan perlakuan termal, pada suhu $< 570 \text{ }^\circ\text{C}$ terbentuk *low quartz*, untuk suhu $570\text{-}870 \text{ }^\circ\text{C}$ terbentuk *high quartz* yang mengalami perubahan struktur menjadi *crystobalite* dan *tridymite*, sedangkan pada suhu $870\text{-}1470 \text{ }^\circ\text{C}$ terbentuk *high tridymite*, pada suhu $> 1470 \text{ }^\circ\text{C}$ terbentuk *high crystobalite*, dan pada suhu $1723 \text{ }^\circ\text{C}$ terbentuk silika cair.

2. Karakteristik Silika Sekam Padi

Di samping silika alami, berbagai jenis silika dapat disintesis melalui proses kimia dengan bahan dasar material alami, seperti pemanfaatan sekam padi. Dari beberapa penelitian telah diketahui karakteristik fungsionalitas silika sekam padi hasil metode ekstraksi menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*). Hasil spektrum menunjukkan beberapa puncak bilangan gelombang, di mana masing-masing puncak menunjukkan adanya beberapa gugus fungsi dalam sampel. Puncak utama pada bilangan gelombang $3444,6 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi gugus hidroksil (-OH) yang berikatan dengan Si membentuk Si-OH (silanol) yang mengindikasikan adanya molekul air pada silika (Lin dkk, 2001). Diketahui gugus Si-OH bervibrasi pada rentang bilangan gelombang $3750 - 3311 \text{ cm}^{-1}$. Puncak lain yang menunjukkan adanya gugus fungsi silika yakni gugus siloksan Si-O-Si pada puncak bilangan gelombang $1095,5 \text{ cm}^{-1}$ yang diperkuat dengan adanya ikatan Si-O pada puncak bilangan gelombang $470,6 \text{ cm}^{-1}$ dan puncak $798,5 \text{ cm}^{-1}$

(Daifullah dkk, 2003; Adam dkk, 2006; Lin dkk, 2001). Selain itu, terdapat puncak bilangan gelombang yang mengindikasikan adanya gugus fungsi dari zat-zat yang ikut terlarut pada silika, yakni pada puncak bilangan gelombang $1635,5 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan ikatan C=O dari hemisellulosa (Suka dkk, 2008).

Penelitian lain yang telah dilakukan menggunakan DTA/TGA (*Differential Thermal Analysis/Thermogravimetry*) mengindikasikan bahwa sampel yang dikarakterisasi berupa silika hasil ekstraksi tanpa perlakuan sintering lebih mudah menyerap panas (endoterm) dibanding sampel yang diberikan perlakuan sintering $750 \text{ }^\circ\text{C}$ (endoterm pada suhu $662 \text{ }^\circ\text{C}$) dan sintering $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ (endoterm pada suhu $657 \text{ }^\circ\text{C}$) (Sembiring, 2006; Triyanti, 2008).

D. Magnesium Oksida (MgO)

1. Karakteristik MgO

Magnesium oksida (MgO) merupakan mineral padatan putih higroskopis yang terjadi secara alami sebagai *periclase*. Mayoritas magnesium oksida (MgO) yang dihasilkan diperoleh dari pengolahan mineral alami seperti *magnesite* (MgCO_3), *magnesium chloride* (MgCl_2), dan air laut (Gana, 2010). Adapun sifat fisik dan karakteristik dari Magnesium oksida dapat dilihat pada Tabel 3 .

Tabel 3. Sifat Fisik dan Karakteristik MgO.

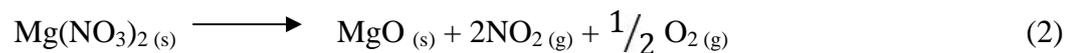
Struktur kristal	Kubik
Warna	Putih
Bentuk fisik	Padatan
Koefisien ekspansi termal	$8,0 \times 10^{-6} / ^\circ\text{K}$
Konduktivitas termal	$42 \text{ Wm}^{-1} \cdot ^\circ\text{K}$
Resistivitas ($\Omega \cdot \text{cm}$)	$10^7\text{-}10^8$
Berat molekul	40,31 g/mol
Densitas teoritis	$3,580 \text{ g/cm}^3$
<i>Hardness</i>	5,5-6,0 Gpa
Titik leleh	2800°C

Pada Tabel 3 menunjukkan bahwa tingginya temperatur leleh pada MgO yaitu sebesar 2800°C membuat MgO menjadi salah satu material baku yang penting di bidang keramik tahan panas. Produk keramik tahan panas atau api ini hampir sebagian besar dipasok dari luar negeri. Umumnya material bakunya diperoleh dari hasil pertambangan.

Magnesium oksida banyak diperoleh dari magnesit yang mengandung antara 88-98% MgO, dengan berbagai jumlah alumina, kalsium, zat besi, dan kotoran silika didalamnya (Kramer, 2000). Untuk menghasilkan MgO, magnesit (MgCO_3) didekomposisikan melalui pemanasan yang menghasilkan MgO dan gas karbon dioksida. Reaksi dekomposisi MgCO_3 dapat dilihat pada persamaan:



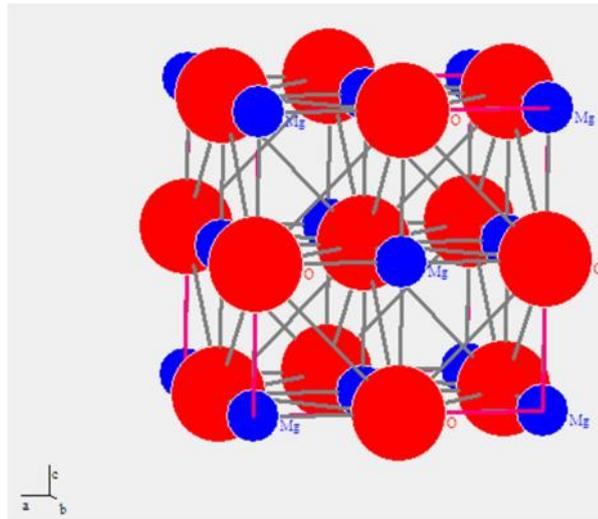
Reaksi yang terjadi adalah endotermik (menyerap panas), maka panas harus diberikan untuk kelangsungan dekomposisi (Kingery dkk, 1976). Bahan lain yang dapat digunakan untuk mendapatkan MgO adalah magnesium nitrat dengan rumus kimia $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$. Magnesium nitrat merupakan serbuk kristal tak berwarna yang paling stabil pada suhu kamar dengan densitas sebesar $1,46 \text{ g/cm}^3$, titik lebur 89°C , dan ketika dipanaskan pada suhu 330°C secara menyeluruh magnesium nitrat akan berubah menjadi MgO (Yunli, 2005). Menurut Fu and Song (1999), melalui proses pemanasan, reaksi magnesium nitrat diperkirakan seperti pada persamaan:



Pada saat pemanasan terjadi penguraian senyawa nitrat menjadi gas NO_2 , sehingga terbentuk senyawa MgO.

2. Struktur Kristal MgO

Menurut D.Taylor dalam *Thermal Expansion Data.I.* kristalografi, MgO mempunyai nama lain *magnesia* memiliki berat molekul sebesar $40,30 \text{ g/mol}$ (Lide, 1995), tipe struktur NaCl, *space group* Fm3m dengan parameter sel $a = b = c = 4,2112 \text{ \AA}$ dengan sudut $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. MgO mempunyai struktur kristal kubik dengan sistem kristal FCC (*face center cubic*). Adapun struktur MgO yang dihasilkan berdasarkan data yang telah dimasukkan pada PCW23 dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Struktur Kristal MgO.

Dimana MgO memiliki struktur kristal kubik dengan jari – jari atom Mg^{2+} sebesar 0,75 dan O^{2-} sebesar 1,35 . Dalam gambar Mg^{2+} ditunjukkan dengan warna biru dan O^{2-} ditunjukkan dengan warna merah.

3. Aplikasi MgO

Tingginya tingkat kemurnian MgO hasil produksi dari air laut/air garam, membuat penggunaan MgO bervariasi. Sekitar 65% dari total konsumsi, MgO cenderung digunakan untuk keperluan refraktori atau industri karena titik leburnya yang tinggi (Kramer, 2000; Lacson dkk, 2000). Selain itu, pemanfaatan MgO juga didasarkan pada sifat resistivitas listrik yang baik sehingga dapat digunakan sebagai bahan isolator listrik, seperti bahan pembuat elemen pemanas, lapisan tungku baja, mesin las, dan dalam sirkuit rangkaian optik (Jackson dkk, 1995; Kramer, 2000; Lacson dkk, 2000). Dalam dunia industri, MgO memiliki beberapa karakteristik yang menarik, seperti tahan api, tahan air, dan kekuatan patah yang

baik yakni sekitar 2,5 Mpa. $m^{1/2}$ sehingga dapat digunakan sebagai bahan konstruksi. MgO juga mampu menetralkan asam oksida sulfur dalam pengolahan kertas sehingga dapat meningkatkan kualitas kertas.

E. Metode Ekstraksi Silika Sekam Padi

Selain sudah banyak dimanfaatkan, silika dari sekam padi dapat diperoleh dengan mudah dan sederhana yakni dengan metode ekstraksi alkalis (Sembiring dan Karo-karo, 2007). Dari penelitian yang telah dilakukan sebelumnya (Suka dkk, 2008) diketahui bahwa sekam padi yang diekstraksi memiliki kandungan silika dengan tingkat kemurnian mencapai 95,35%. Silika yang diperoleh menggunakan metode ini adalah berupa *sol*, dimana silika pada fase *sol* merupakan silika amorf dan bersifat porous. Silika dapat dilarutkan menggunakan larutan alkalis seperti Kalium hidroksida (KOH), Natrium hidroksida (NaOH) (Kalapathy, 2000; Hsieh dkk, 2009), dan Ammonium hidroksida (NH₄OH) (Della dkk, 2002). Namun dari ketiga larutan alkalis tersebut, KOH dengan konsentrasi 5% menghasilkan silika yang lebih halus dengan ukuran butiran yang lebih seragam serta tingkat kemurniannya lebih tinggi (Suka dkk, 2008). Selain itu, larutan KOH juga memiliki sifat basa yang lebih kuat dari NaOH sehingga lebih bersifat reaktif.

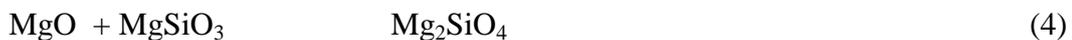
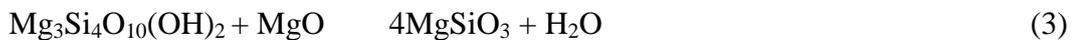
F. Pembuatan Komposit MgO-SiO₂

Dalam pembuatan material komposit MgO-SiO₂, beberapa metode yang dapat digunakan antara lain metode padatan (*solid-state*) (Fathi dan Kharaziha, 2008),

metode peleburan (*melting*), dan metode *sol-gel* (Saber dkk, 2007; Kharaziha dan Fathi, 2009; Ni dkk, 2007). Metode padatan adalah metode yang dilakukan dengan mereaksikan bahan penyusunnya yang berbentuk padatan hingga didapatkan kehomogenitasan campuran. Untuk menggunakan metode ini ukuran partikel pada bahan yang digunakan harus sama sehingga sampel lebih menyatu (*compact*) dan metode ini harus menggunakan suhu tinggi. Kelemahan metode ini adalah apabila reaksi tidak sempurna maka akan menghasilkan fasa yang tidak diinginkan seperti menghasilkan partikel dengan ukuran besar hingga menyebabkan morfologi yang tidak teratur dan tingkat heterogenitas tinggi (Rahman, 1995). Metode peleburan adalah metode yang melibatkan proses pembakaran dengan suhu yang sangat tinggi pada pencampuran oksida-oksida logam sampai mencapai batas titik peleburan bahan. Kelemahan metode ini adalah tidak bisa digunakan pada suhu rendah.

Metode *sol-gel* merupakan metode yang melibatkan transisi sistem dari sebuah liquid “*sol*” menjadi solid “*gel*” yang dapat membentuk padatan (Yusriati, 2008). Metode ini memiliki beberapa keunggulan dibanding metode lainnya, diantaranya prosesnya dapat dikontrol untuk mendapatkan kemurnian dan homogenitas komposisi yang tinggi, mudah dilakukan dan tidak memerlukan waktu yang lama (Sriyanti dkk, 2005), serta secara ekonomi metode *sol-gel* adalah metode yang paling sederhana dan murah seperti dalam pembuatan komposit MgO-SiO₂. Penelitian lain telah dilakukan pembuatan komposit MgO-SiO₂ menggunakan metode padatan dengan bahan baku *talc* (Mg₃Si₄O₁₀(OH)₂) dan *magnesium oxide*

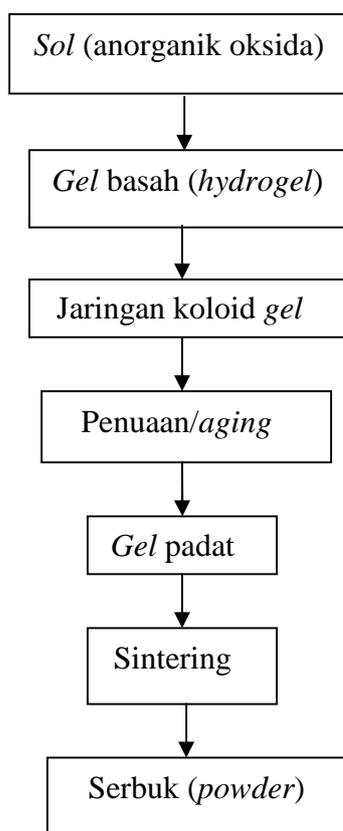
(MgO) (Tavangarian dan Emadi, 2010). Penggabungan kedua bahan tersebut akan menghasilkan reaksi sebagai berikut:



Pada tahap awal, silika yang terkandung dalam *talca* bereaksi dengan MgO membentuk *enstatite*. Selanjutnya, *enstatite* yang dihasilkan bereaksi dengan sisa MgO membentuk *forsterite*.

G. Metode Sol-Gel

Pada umumnya, proses *sol-gel* melibatkan transisi sistem dari sebuah *liquid sol* menjadi *solid gel*. Pada metode *sol-gel*, sesuai dengan namanya larutan mengalami perubahan fase menjadi *sol* (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi *gel* (koloid tetapi mempunyai fraksi *solid* yang lebih besar daripada *sol*). Bahan-bahan yang biasanya digunakan sebagai katalis adalah urea, *polyvinyl alcohol* atau asam sitrat. Proses *sol-gel* berkembang dengan pesat karena memungkinkan sintesis padatan pada temperatur ruang. Secara umum, sintesis padatan ini diawali dengan pembentukan *sol*, kemudian pembentukan *gel*, penuaan (*aging*), pengeringan yang diikuti pemanasan hingga proses pepadatan terbentuk. Adapun skema proses *sol-gel* sederhana dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Skema proses *sol-gel* sederhana silika (SiO₂) (Lampman dan Wheathon, 1991).

Proses *sol-gel* dapat dikontrol untuk mendapatkan kemurnian dan homogenitas komposisi yang tinggi (Brinker and Scherer, 1990). Adapun beberapa keuntungan dari metode *sol-gel* adalah bisa menghasilkan partikel ukuran nano yang seragam serta peralatan yang digunakan relatif sederhana, prosesnya yang dapat berlangsung pada suhu kamar sehingga tidak memerlukan energi dan biaya yang besar, serta kemungkinan untuk memperoleh kemurnian bahan tinggi.

H. Sintering

Proses sintering merupakan metode pembakaran yang dilakukan pada bahan/material setelah melalui proses pencetakan, dimana partikel-partikel halus dalam sampel bergabung/berikatan membentuk keadaan padat pada suhu sangat tinggi tetapi dibawah titik lelehnya (Smith, 1990). Suhu pembakaran pada proses sintering sangat bergantung pada jenis bahan/sampel yang akan disintering, umumnya sekitar 75-90% dari titik lebur campuran bahan baku yang digunakan. Selama berlangsungnya proses sintering akan terjadi pengurangan pori, penyusutan, dan perubahan ukuran butir. Terjadinya pengurangan pori dan pertumbuhan butir selama proses sintering akibat proses difusi di antara butir. Faktor-faktor yang menentukan proses dan mekanisme sintering antara lain: jenis bahan, komposisi, bahan pengotornya, dan ukuran partikel.

Pada proses sintering ada beberapa tahapan yang meliputi:

1. Tahap awal partikel-partikel saling kontak satu dengan yang lainnya.
2. Tahap awal sintering pada tahap ini, sintering mulai berlangsung dan permukaan kontak kedua partikel semakin lebar. Perubahan ukuran butiran maupun pori belum terjadi.
3. Tahapan pertengahan sintering, pori-pori pada batas butir saling menyatu dan terjadi pembentukan kanal-kanal pori dan ukuran butiran mulai membesar.
4. Tahapan akhir sintering, pada tahapan ini batas butir bergerak dan terjadi pembesaran ukuran partikel sampai kanal-kanal pori tertutup dan sekaligus terjadi penyusutan.

Pada penelitian sebelumnya (Yalcin dan Sevinc, 2001) menunjukkan bahwa proses sintering memberikan pengaruh terhadap perubahan sifat bahan silika sekam padi, meliputi densitas, porositas, struktur kristal, mikrostruktur, luas permukaan, dan penyusutan volume.

I. Karakterisasi Fungsionalitas dan Termal Komposit MgO-SiO₂

1. *Fourier Transform InfraRed Spectroscopy (FTIR)*

Spectroscopy Fourier Transform InfraRed Spectroscopy (FTIR) merupakan suatu metode untuk menganalisis gugus fungsi suatu senyawa, yakni dengan mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang dilengkapi transformasi Fourier untuk analisis hasil spektrumnya. Penyerapan radiasi elektromagnetik dapat menyebabkan tingkatan energi di dalam suatu molekul tereksitasi ke tingkatan energi yang lebih tinggi, sehingga atom-atom dalam molekul mengalami vibrasi (Giwangkara. 2006). Radiasi elektromagnetik berupa foton berinteraksi dengan materi dengan memindahkan energi sejumlah:

$$E = hf = hc / \lambda \quad (5)$$

di mana:

E = energi foton

h = tetapan Planck = $6,626 \times 10^{-34}$ Joule.det

f = frekuensi (Hertz)

c = kecepatan cahaya = $2,998 \times 10^{10}$ cm/det

= panjang gelombang

Posisi pita dalam analisa inframerah dinyatakan dalam satuan frekuensi. Frekuensi sering dinyatakan sebagai bilangan gelombang, yakni jumlah gelombang atau panjang gelombang per centimeter (cm^{-1}) (kebalikan dari panjang gelombang), dan dinyatakan pada persamaan:

$$v = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (6)$$

di mana:

v = frekuensi (cm^{-1})

c = kecepatan cahaya (3×10^{10} cm/detik)

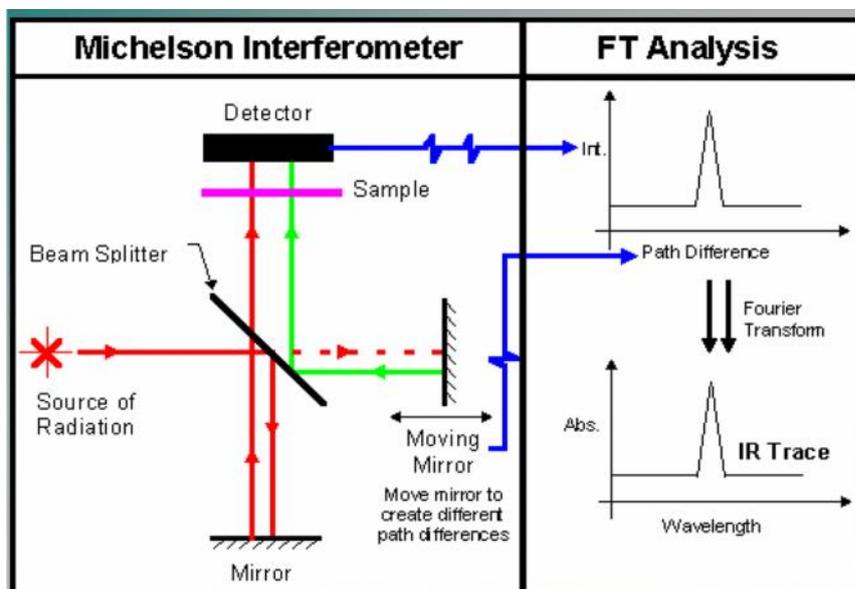
k = tetapan gaya (dyne/cm)

m = massa reduksi dari atom-atom yang bergetar
($m = (m_x \cdot m_y) / (m_x + m_y)$)

Pada sistem optik peralatan spektroskopi FTIR dilengkapi interferometer. Interferometer merupakan perangkat ukur yang memanfaatkan gejala interferensi. Interferensi adalah suatu kejadian dua gelombang atau lebih berjalan melalui bagian yang sama dari suatu ruangan pada waktu yang bersamaan (Wibowo, 2009).

Pada prinsipnya *Spectroscopy FTIR* dilengkapi dengan dua cermin, satu cermin bergerak tegak lurus dan cermin lain diam. Sinar/radiasi inframerah dari sumber cahaya dipecah menjadi dua berkas cahaya yang sama melalui pemecah berkas, salah satu berkas menabrak cermin yang diam dan berkas lainnya menabrak cermin gerak. Dengan demikian radiasi infra merah akan menimbulkan perbedaan

jarak yang ditempuh menuju cermin gerak (M) dan jarak cermin yang diam (F). Perbedaan jarak tempuh radiasi tersebut disebut retardasi. Hal ini mengakibatkan terjadinya superposisi dari gelombang-gelombang tersebut sehingga menghasilkan pola intensitas baru. Setiap gerakan cermin akan terbaca pada interferogram yang dicatat oleh *IR-detector*. Sistem pengaturan optik pada spektrometer FTIR dapat dilihat pada Gambar 7.



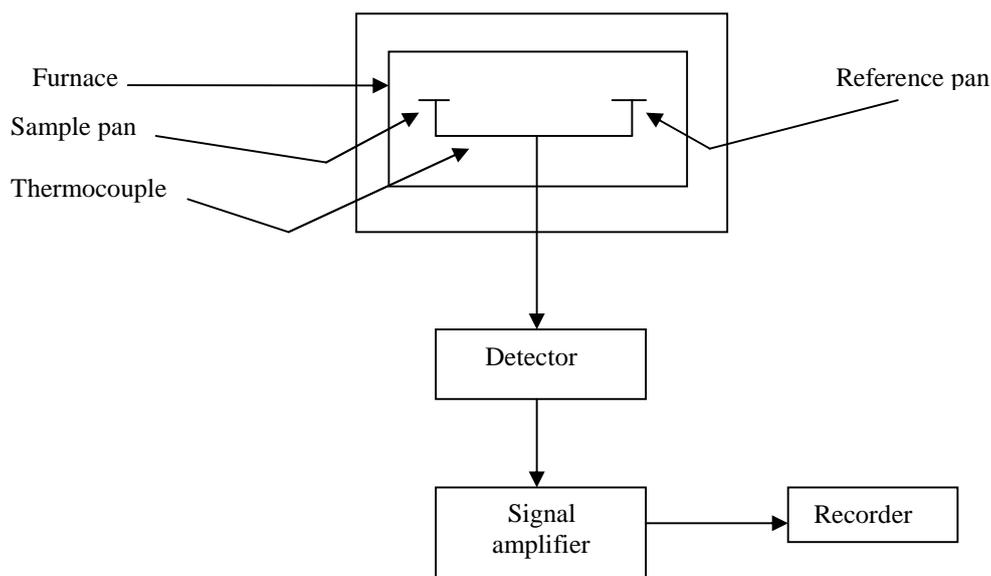
Gambar 7. Sistem pengaturan optik pada spektrometer FTIR (Hsu, 1997).

2. *Differential Thermal Analysis/Thermogravimetry (DTA/TGA)*

Differential Thermal Analysis (DTA) adalah suatu teknik untuk mendeteksi pelepasan atau penyerapan panas yang berhubungan dengan perubahan kimia dan sifat fisik suatu bahan/sampel ketika mengalami pemanasan dan siklus pendinginan, dimana suhu dari suatu sampel dibandingkan dengan material *inert*. Suhu dari sampel dan pembanding pada awalnya sama hingga terjadi pelelehan,

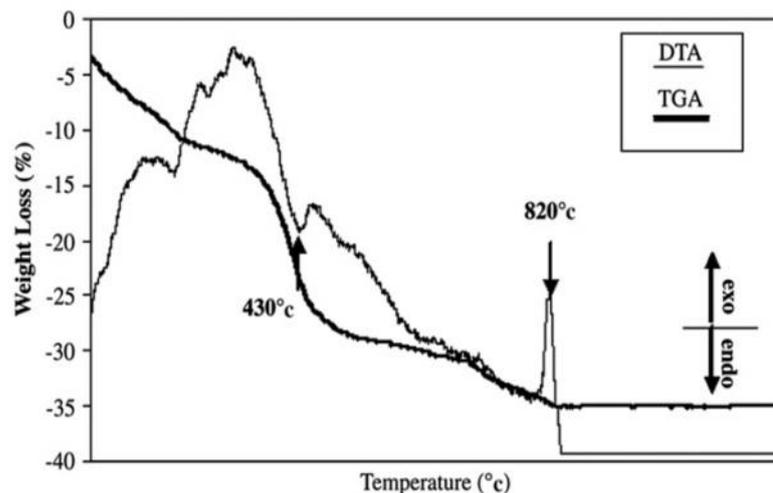
penguraian, atau perubahan struktur kristal yang mengakibatkan perubahan suhu, sehingga suhu pada sampel berbeda dengan pembanding. Bila suhu sampel lebih tinggi daripada suhu pembanding maka perubahan yang terjadi adalah eksotermal, dan endotermal bila sebaliknya (West, 1984).

Instrumen *Differential Thermal Analysis* (DTA) terdiri atas beberapa komponen utama yaitu tempat sampel, tungku pemanas (*furnace*), pengatur suhu, dan sistem perekam data. Tungku pemanas berfungsi untuk memberikan kestabilan dan zona panas yang cukup. Tungku pemanas dapat merespon (menanggapi) perintah dari pengatur suhu dengan cepat. Pengatur suhu berfungsi mengatur tetapan laju pemanasan. Sistem perekam data memiliki sifat inersia yang rendah dan berfungsi untuk merekam variasi temperatur pada saat percobaan. Tempat sampel dilingkupi oleh blok yang berfungsi menjamin distribusi panas. Dalam teknik ini, sampel diletakkan pada tempat sampel dan pada tempat pembanding ditempatkan material inert yaitu alumina. Keduanya dipanaskan dalam tungku pemanas dengan kondisi yang sama (konstan). Reaksi atau perubahan suhu kemudian tercatat oleh detektor. Adapun skema dari perangkat *Differential Thermal Analysis* (DTA) dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Skema perangkat DTA (Rajarithnam, 2009).

Thermogravimetry Analysis (TGA) merupakan teknik pengukuran variasi massa (kehilangan massa/emisi uap dan penambahan massa/fiksasi uap), sementara sampel dipanaskan pada laju atau suhu terkontrol (Rajarithnam, 2009). Analisis semacam ini bergantung pada tingkat tinggi presisi dalam tiga ukuran: berat, suhu, dan perubahan suhu. Teknik ini dapat mengkarakterisasi sampel yang menunjukkan penambahan atau kehilangan massa yang disebabkan dekomposisi, oksidasi, dan dehidrasi (Chiu, 1966). Instrumen TGA mirip dengan DTA yaitu terdiri atas tungku, sistem pengontrol temperatur, dan sistem pengontrol gas atmosfer yang mengekspos sampel. Selain itu, TGA umum digunakan dalam penelitian dan pengujian untuk mengetahui kandungan air yang terserap pada bahan, serta tingkat komponen anorganik dan organik. Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan analisis DTA/TGA hingga suhu 1200 °C, di mana hasil DTA/TGA ditunjukkan dalam Gambar 9.



Gambar 9. Termogram DTA/TGA sampel komposit MgO-SiO₂ (Fathi dan Kharaziha, 2008).

Gambar 9 merupakan termogram DTA/TGA sampel MgO-SiO₂ dengan suhu ruang DTA/TGA yakni 1200 °C. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa dari grafik DTA, sampel menyerap panas (endotermik) pada suhu 80 °C dan 300 °C, dan satu puncak endotermik kecil pada suhu 430 °C dengan pengurangan berat yang dimungkinkan karena efek penguapan. Sementara itu, puncak eksotermik berada pada suhu 820 °C yang diyakini terjadinya kristalisasi *forsterite* dan di atas 820 °C tidak terjadi reaksi endoterm dan eksoterm yang mengindikasikan bahwa *forsterite* sudah berada pada fasa stabil. Dari grafik TGA, variasi berat sampel terjadi dalam 3 tahap utama, yakni pada tahap pertama (< 340 °C) sampel mengalami dehidrasi, tahap kedua (< 500 °C) terjadi kristalisasi MgO, dan tahap ketiga (< 850 °C) merupakan tahap kristalisasi *forsterite*. Pada suhu di atas 850 °C tidak terjadi penurunan berat secara signifikan karena *forsterite* sudah berada dalam fasa stabil (Fathi dan Kharaziha, 2008; Sumarnadi dkk, 1998).