



## Pengaruh Suhu Kalsinasi terhadap Karakteristik Komposit Forsterit-Karbon Tersintesis dalam Medium Gas Argon

Solihudin Solihudin\*, Haryono Haryono, Atiek Rostika Noviyanti, Muhammad Rizky Ridwansyah

Departemen Kimia, FMIPA, Universitas Padjadjaran, Jl. Raya Bandung-Sumedang Km. 21, Jatinangor, Sumedang, Jawa Barat 45363 telp. (022) 7794391

\*Corresponding author: [solihudin@unpad.ac.id](mailto:solihudin@unpad.ac.id)

DOI: 10.20961/alchemy.16.2.34845.163-170

Received 04 October 2019, Accepted 28 February 2020, Published 01 September 2020

### Kata kunci:

arang sekam padi;  
forsterit-karbon;  
kondisi inert;  
magnesium karbonat.

**ABSTRAK.** Komposit forsterit-karbon merupakan salah satu material modifikasi dari forsterit yang berpotensi memiliki sifat isolator panas baik. Karbon dalam komposit dapat mengisi cacat titik pada kristal forsterit. Arang sekam padi (residu gasifikasi) mengandung SiO<sub>2</sub> amorf dan karbon yang tinggi. Penelitian ini bertujuan menentukan pengaruh suhu kalsinasi dalam medium gas inert (dengan pengaliran gas argon) terhadap karakteristik komposit forsterit-karbon dari arang sekam padi dan magnesium karbonat. Metode penelitian meliputi preparasi arang sekam padi hasil gasifikasi, dan sintesis forsterit-karbon. Proses sintesis komposit forsterit karbon dilakukan dengan cara mencampurkan arang sekam padi dengan kalium karbonat pada rasio mol magnesium terhadap silikon sebesar 2 : 1 kemudian dikalsinasi dengan suhu divariasikan (700, 800, 900, dan 1000 °C). Selanjutnya sampel hasil sintesis dikarakterisasi dengan *Fourier-Transform Infrared* (FTIR), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS). Hasil karakterisasi dengan FTIR dan XRD diperoleh kesimpulan bahwa forsterit mulai terbentuk pada suhu kalsinasi 800 °C dan sempurna pada suhu 1000 °C, karenanya komposit yang terbentuk pada 1000 °C dimungkinkan sebagai forsterit-karbon, di mana unsur-unsur yang terkandung ditunjukkan oleh SEM-EDS.

### Keywords:

rice husk char;  
forsterite-carbon;  
inert conditions;  
magnesium carbonate.

**ABSTRACT.** The Effect of Calcination Temperature on the Characteristics of Forsterite-Carbon Composites Synthesized in Argon Gas Medium. Forsterite-carbon composite is one of the material modifications of forsterite, which potentially has a good heat insulation property. Carbon in composites can fill point defects in forsterite crystals. Rice husk charcoal, as gasification residues, contains high amorphous SiO<sub>2</sub> and carbon. This study aims to determine the effect of temperature on the calcination of a mixture of rice husk charcoal and magnesium carbonate under an inert gas (argon gas) on the characteristics of the forsterite-carbon composite produced. The experimental research performed includes the preparation of gasified rice husk charcoal and the synthesis of the carbon-forsterite composite. The synthesis process of the carbon-forsterite composites was carried out by mixing rice husk charcoal with potassium carbonate at a mole ratio of magnesium to silicon of 2 : 1. The mixture was then calcined with varying temperatures (700, 800, 900, and 1000 °C). Furthermore, the synthesized sample was characterized by Fourier-transform infrared (FTIR), X-ray diffraction (XRD), and scanning electron microscope-energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS). The FTIR and XRD analysis show that the forsterites began to form at a calcination temperature of 800 °C and perfectly formed at a temperature of 1000 °C; therefore, the composite formed at 1000 °C is possible as forsterite-carbon, in which the contained elements were indicated by SEM-EDS.

## PENDAHULUAN

Padi mengandung beras kurang-lebih 65%, sekam padi 20%, dan sisanya hilang dalam proses penggilingannya (Ismunadji, 1988). Sekam padi umumnya baru sebatas dimanfaatkan sebagai bahan bakar dengan pembakaran langsung dan media tanam. Selain untuk pemanfaatan tersebut, sekam padi menyimpan potensi besar untuk sumber precursor material maju. Sekam padi apabila dibakar menghasilkan abu yang memiliki kandungan silika sebesar 86 – 97% berat kering (Houston, 1972). Silika amorf yang dihasilkan dari abu sekam padi merupakan silika amorf yang dapat digunakan sebagai bahan untuk membuat silikon, silikon karbida, dan silikon nitrida (Katsuki *et al.*, 2005).

Silika yang dihasilkan dari abu sekam padi dapat digunakan untuk preparasi berbagai senyawa mineral seperti borosilikat, kordierit, karbosil, alumino-silikat, dan *mullite* (Hossain *et al.*, 2017). Selain senyawa yang telah disebutkan di atas, silika dari abu sekam padi dapat dijadikan bahan untuk membuat forsterit. Forsterit merupakan mineral golongan magnesium silikat kristalin yang merupakan bahan isolator yang baik karena bertitik leleh tinggi

(1890 °C) dan ekspansi termalnya rendah ( $2,8 \times 10^{-5} - 4,5 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$  dari 27 – 1870 °C), serta dapat dijadikan sebagai bahan untuk komponen peralatan elektronik yang dalam prosesnya melibatkan suhu tinggi (Xu *and* Wei, 2005; Hossain *et al.*, 2017). Karena sifatnya yang tahan panas, menurut Pack *et al.* (2005), forsterit dapat digunakan sebagai cetakan pada industri metalurgi dan *rotary kiln cement*. Forsterit memiliki permitivitas dielektrik rendah ( $67 \times 10^{-12} - 72 \times 10^{-12} \text{ F/m}$  pada 1 MHz) sehingga cocok digunakan sebagai bahan dasar untuk benda elektronik dan laser (Hossain *et al.*, 2017). Forsterit yang ditambahkan kromium berpotensi digunakan dalam bidang optik laser (Whitby *et al.*, 2004). Selain itu, dalam beberapa tahun terakhir, keramik bioaktif yang terbuat dari forsterit digunakan sebagai bahan penting untuk aplikasi rekayasa jaringan. Pada implan tulang, keramik forsterit memiliki ketahanan retak yang lebih baik dibandingkan dengan hidroksiapatit dan *bioactive glass*. Hal tersebut membuat forsterit sebagai kandidat mineral yang memungkinkan untuk aplikasi bantalan beban dan perbaikan jaringan keras (Saidi *et al.*, 2017).

Forsterit sudah disintesis dengan beberapa metode berbeda seperti reaksi padat, sintesis pada suhu tinggi dengan *self-propagating* (SHS), dan sol gel. Pembuatan forsterit melalui reaksi padat umumnya membutuhkan suhu tinggi dan waktu reaksi yang panjang. Sedangkan proses sol gel dapat melakukan pencampuran tingkat molekular dan memiliki derajat homogenitas yang tinggi, sehingga membuat suhu kristalisasi berkurang dan mencegah dari pemisahan fase selama pemanasan. Namun, pada sol gel dengan sistem silika multi komponen, laju hidrolisis dan kondensasi berbeda dengan silika dan alkoksida lainnya yang mungkin menyebabkan pengendapan yang tidak seragam, inhomogenitas kimia dari gel, dan juga hasil kristalisasi dalam suhu yang tinggi termasuk adanya fase yang tidak diinginkan (Saber *et al.*, 2006).

Forsterit dapat disintesis dengan pencampuran sumber magnesium dan silikon secara stoikiometrik. Perbedaan sumber magnesium dengan variasi ukuran partikelnya dapat menyebabkan perbedaan pada kekerasan dan ketahanan oksidasinya (Ohtsuki *et al.*, 1985). Pada sistem forsterit, karbon berperan dalam kesetimbangan cacat titik dari forsterit. Atom karbon akan menggeser konsentrasi kesetimbangan dari cacat intrinsik dan akan cenderung menempati cacat ekstrinsik secara permanen (Freund *et al.*, 1980). Chen *et al.* (2015) telah mensintesis forsterit pada rentang suhu 700 – 1100 °C, dan memperoleh hasil bahwa forsterit dengan reaktivitas tertinggi diperoleh pada suhu 1100 °C. Hossain *et al.* (2017), mensintesis forsterit dari MgO, kuarsa, dan abu sekam padi dengan mengkaji pengaruh kadar bahan-bahan tersebut terhadap pembentukan forsterit yang menunjukkan bahwa abu sekam padi dapat digunakan sebagai sumber silika. Berdasarkan penelitian tersebut di atas bahwa forsterit dapat dibuat dari campuran abu sekam padi dengan magnesium karbonat, serta penambahan karbon dapat mempengaruhi cacat intrinsiknya.

Pada penelitian ini dibuat komposit forsterit-karbon menggunakan arang sekam padi residu gasifikasi sekam padi sebagai silika dan sekaligus sebagai sumber karbon dengan magnesium karbonat sebagai sumber magnesiumnya dalam lingkungan gas argon. Penelitian ini bertujuan menentukan pengaruh suhu kalsinasi terhadap pembentukan komposit forsterit-karbon dari arang sekam padi dan magnesium karbonat dalam medium gas argon

## METODE PENELITIAN

Pada penelitian ini digunakan magnesium karbonat (99%, Sigma-Aldrich) sebagai sumber magnesium dan arang sekam padi sebagai sumber karbon dan silika. Arang sekam padi yang digunakan merupakan residu gasifikasi sekam padi (diperoleh dari Sumedang, Jawa Barat). Gasifikasi dilakukan dengan aliran udara rendah (debit udara 5 L/min, diameter gasifier 35 cm) (Zhang *et al.*, 2015). Arang sekam padi residu gasifikasi selanjutnya digerus, diayak untuk diperoleh ukuran lolos 50 mesh (ayakan Retsch), dan dicuci dengan larutan HCl 1 M (Sigma-Aldrich) untuk menghilangkan logam pengotor.

Sintesis forsterit-karbon diawali dengan mencampurkan magnesium karbonat (99%, Sigma-Aldrich) sebagai sumber magnesium dan arang sekam padi sebagai sumber silikon dan karbon sejumlah tertentu untuk mencapai rasio mol magnesium terhadap silikon sebesar 2 : 1. Campuran kemudian dihaluskan dengan *planetary ball mill* (produk lokal) sebanyak 2 tahap, yaitu pencampuran kering selama 30 menit 300 ppm (putaran per menit), dilanjutkan dengan pencampuran basah (sampel berupa pasta, hasil pencampuran bahan baku mineral dengan akuades) selama 30 menit. Sebelum dikalsinasi, pasta hasil penggerusan tersebut dikeringkan pada suhu 60 °C di dalam oven vacum ( $\pm 10 \text{ cmHg}$ ). Kalsinasi pada tahap pembentukan forsterit-karbon dilakukan pada suhu 700, 800, 900, dan 1000 °C selama 2 jam dalam pengaliran gas argon.

Karakterisasi untuk identifikasi gugus fungsi dilakukan dengan spektrometer *Fourier-Transform Infrared* (FTIR, Bruker, Tensor 27) terhadap arang sekam padi, silika hasil ekstraksi, dan forsterit karbon hasil sintesis.

Sedangkan kadar silika dari arang sekam padi dilakukan uji kadar abu dan silika. Tingkat kemurnian forsterit karbon dari variasi perlakuan kalsinasi dikarakterisasi dengan *X-ray Diffraction* (XRD, Phillips Analytical PW1710). Sampel forsterit-karbon dengan hasil karakterisasi terbaik berdasarkan hasil analisis dengan FTIR dan XRD, kemudian dikarakterisasi lanjut dengan *Scanning Electron Microscoph/Energy Dispersive X-Ray Spectrometer* (SEM/EDS, JED-2200 JEOL).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

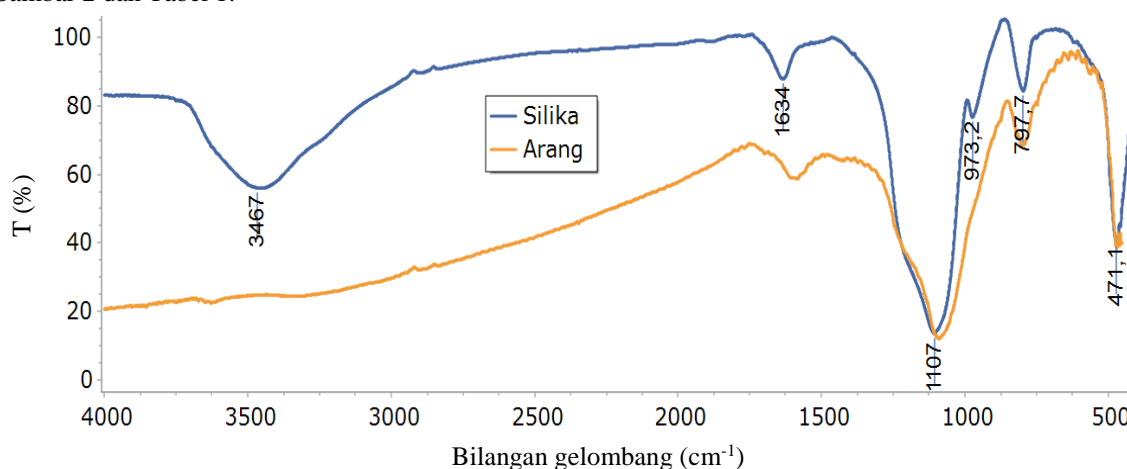
### Preparasi dan Karakterisasi Arang Sekam Padi

Arang sekam padi pada penelitian ini diperoleh dari gasifikasi sekam padi pada suhu 600 °C. Penampilan fisik arang sekam padi hasil gasifikasi ditunjukkan pada Gambar 1. Berdasarkan pengujian kadar abu dari arang sekam padi diperoleh hasil sebesar 69,8%. Hasil tersebut sedikit berbeda jika dibandingkan hasil penelitian Dunnigan *et al.* (2016) yang melaporkan kadar abu dalam sekam padi sebesar 55,7%.



**Gambar 1.** Arang sekam padi hasil gasifikasi: (a) sebelum dihaluskan dan (b) lolos 50 mesh.

Gugus-gugus fungsi yang terdapat pada arang sekam padi diidentifikasi dengan FTIR, dan dibandingkan dengan gugus-gugus fungsi pada silika hasil ekstraksi dari arang sekam padi. Perbandingan spektra FTIR dan uraian jenis-jenis gugus fungsi dari arang sekam padi dan silika hasil ekstraksi dari sekam padi ditampilkan pada Gambar 2 dan Tabel 1.



**Gambar 2.** Spektra FTIR arang sekam padi.

Pada Gambar 2 dan Tabel 1 ditampilkan puncak yang menunjukkan vibrasi ulur simetris dari  $\equiv\text{Si-O}$  pada ( $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$ ) pada bilangan gelombang 801  $\text{cm}^{-1}$  pada arang sekam padi, dan 798  $\text{cm}^{-1}$  pada silika hasil ekstraksi arang sekam padi (Hossain *et al.* 2017). Perbedaan yang cukup jelas terlihat pada bilangan gelombang di atas 3000  $\text{cm}^{-1}$ . Pada spektrum dari silika nampak puncak melebar pada bilangan gelombang 3467  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya vibrasi ulur O-H yang menandakan adanya gugus OH dari silanol atau air yang teradsorpsi. Adanya puncak serapan pada bilangan gelombang 1634  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya uap air yang teradsorpsi. Selain itu gugus OH terikat juga ditunjukkan dengan adanya puncak pada bilangan gelombang 973 dan 1220  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus silanol (Tran *et al.*, 2013). Spektrum dari arang, puncak serapan yang muncul pada bilangan gelombang 1585  $\text{cm}^{-1}$  berasal dari ikatan hidrokarbon yang menunjukkan bahwa arang belum terkarbonisasi sempurna.

**Tabel 1.** Data spektrum FTIR dari silika standar, arang sekam padi, dan silika hasil ekstraksi dari arang sekam padi.

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )		
	Silika Standar*	Arang Sekam Padi	Silika Hasil Ekstraksi
Vibrasi tekuk ≡Si-O dari (≡Si-O-Si≡)	460	469,6	471,0
Vibrasi ulur simetris dari ≡Si-O pada (≡Si-O-Si≡)	798	801	798
Vibrasi ulur ≡Si-O dari ≡Si-OH	1630	1585	1634
Vibrasi ulur asimetris ≡Si-O dari (≡Si-O-Si≡)	1088	1090	1107
Vibrasi ulur O-H dari ≡Si-OH	3200-3600	-	3467

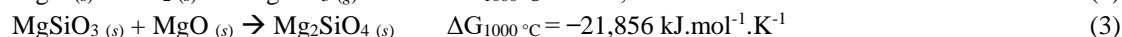
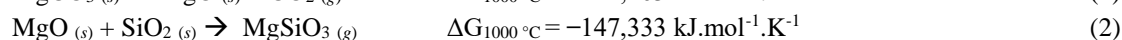
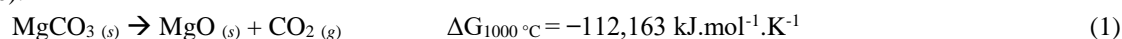
\*Hossain *et al.* (2017)

### Sintesis Forsterit-Karbon

Arang sekam padi harus dalam kondisi kering karena dalam penyimpanannya di udara dapat menyerap air sehingga menyebabkan berat arang meningkat. Berdasarkan pengamatan dan perhitungan, massa arang sekam padi sebelum dan sesudah dikeringkan dalam oven adalah 11,55 g dan 10,42 g sehingga arang sekam padi tersebut memiliki kadar air sebesar 10,82%. Pencampuran dengan menggunakan *planetary ball mill* berfungsi sebagai aktivasi mekanik karena dapat memperbesar luas permukaan dari arang sekam padi dan magnesium karbonat sehingga menurunkan energi aktivasi pada sintesis forsterit-karbon. Selain itu, pencampuran tersebut berfungsi untuk meningkatkan homogenitas sehingga arang sekam padi dan magnesium karbonat dapat bereaksi secara sempurna dan merata.

Penggunaan akuades sebagai media pembuat pasta berfungsi untuk mempercepat penghalusan dan juga agar pencampuran menjadi lebih baik. Apabila sampel yang dicampur berupa serbuk dikhawatirkan pada saat proses pencampuran terdapat partikel serbuk yang terbang dan menempel pada tutup wadah di bagian atas sehingga tidak ikut tercampur. Pasta kering lalu dikalsinasi selama dua jam dalam tanur yang dialiri dengan gas argon yang berfungsi untuk mencegah terbakarnya karbon agar terbentuk forsterit-karbon. Selain itu dilakukan juga kalsinasi dalam tanur dengan udara bebas yang bertujuan untuk mendapatkan forsterit. Kalsinasi dilakukan dengan empat variasi suhu (700, 800, 900, dan 1000 °C) untuk menentukan suhu optimum pembuatan komposit forsterit-karbon. Setelah dikalsinasi dengan gas argon, sampel forsterit-karbon tetap berwarna hitam karena karbon yang terdapat dalam sampel tidak terbakar.

Pada saat kalsinasi, apabila digunakan magnesium karbonat maka akan terjadi reaksi penguraian yang menghasilkan magnesium oksida sesuai persamaan (1). Kemudian pada suhu tinggi dan tekanan rendah, magnesium oksida yang dihasilkan dari persamaan reaksi (1) akan bereaksi dengan permukaan silika untuk membentuk protoenstatit sebagai fase tengah yang merupakan polimorf dari enstatit sesuai persamaan (2). Selanjutnya, setelah protoenstatit terbentuk, magnesium oksida yang tersisa kemudian terdifusi melalui lapisan protoenstatit sehingga membentuk fase forsterit yang sesuai dengan persamaan reaksi (3) (Tavangarian *et al.*, 2010).



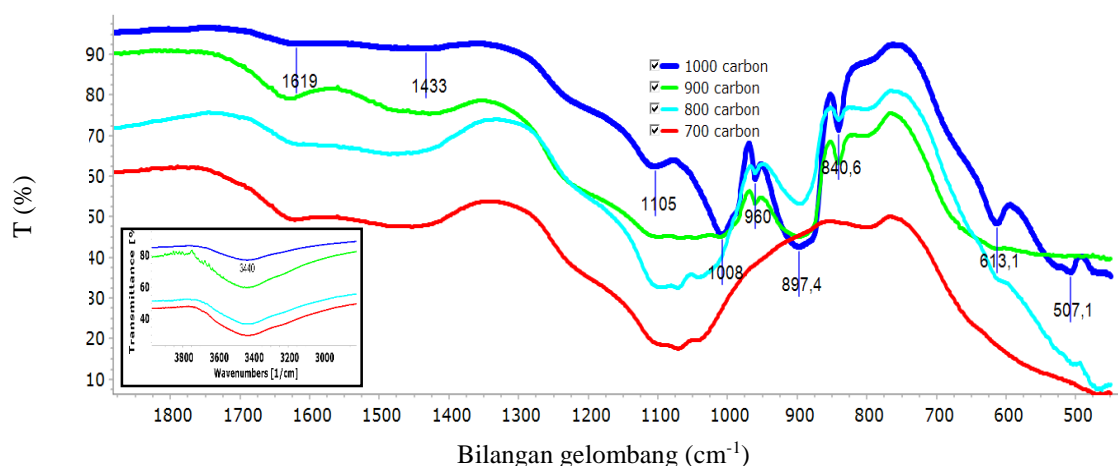
Berdasarkan hasil analisis FTIR pada Gambar 3, pada suhu 1000 °C telah terbentuk forsterit. Pada suhu tersebut muncul puncak-puncak yang menunjukkan vibrasi ulur MgO<sub>6</sub> dan vibrasi tekuk SiO<sub>4</sub>, berturut-turut pada bilangan gelombang 506,9 cm<sup>-1</sup> dan 613,3 cm<sup>-1</sup> sedangkan pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 1090 cm<sup>-1</sup> (pita serapan utama dari silika) sudah sangat rendah. Struktur oktahedral MgO<sub>6</sub> dan tetrahedral SiO<sub>4</sub> merupakan penyusun satuan kristal forsterit (Martínez *et al.*, 2018).

### Identifikasi Gugus Fungsi dengan FTIR

Pada forsterit-karbon dari berbagai variasi suhu sintesis, pada rasio mol magnesium terhadap silikon sebesar 2 : 1, berdasarkan hasil analisis FTIR (Gambar 3 dan Tabel 2) menunjukkan bahwa forsterit-karbon mengandung beberapa gugus fungsi. Puncak serapan lebar yang terdapat pada bilangan gelombang sekitar 3400 cm<sup>-1</sup> merupakan gugus OH, bilangan gelombang 1016 cm<sup>-1</sup> merupakan ulur asimetris Si-O-Si, bilangan gelombang sekitar 987 cm<sup>-1</sup> adalah vibrasi ulur simetris Si-O-Mg, bilangan gelombang 883 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi ulur asimetris Si-

O-Mg, bilangan gelombang 832  $\text{cm}^{-1}$  merupakan ulur simetris Si-O-Si, bilangan gelombang 609  $\text{cm}^{-1}$  adalah vibrasi tekuk  $\text{SiO}_4$ , dan bilangan gelombang 440 dan 508  $\text{cm}^{-1}$  adalah vibrasi ulur oktahedral  $\text{MgO}_6$  berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Hossain *et al.* (2017) dan Yan *et al.* (2012).

Hasil analisis FTIR pada Gambar 3 dan Tabel 2, puncak-puncak serapan yang diperoleh mempunyai pola yang sama dengan hasil penelitian Hossain *et al.* (2017). Semakin tinggi suhu kalsinasi (pada rentang suhu yang dilakukan), sebagian besar puncak yang menunjukkan vibrasi tekuk  $\text{SiO}_4$ , vibrasi ulur simetris dan asimetris Si-O-Mg, serta vibrasi ulur oktahedral  $\text{MgO}_6$  semakin menguat dan tajam. Hal tersebut menandakan semakin tinggi suhu kalsinasi maka reaksi pembentukan forsterit lebih mudah terjadi. Serapan yang berasal dari silika amorf, rentang bilangan gelombang 1000 – 1100  $\text{cm}^{-1}$ , seiring dengan meningkatnya suhu kalsinasi semakin turun dan pada suhu 1000 °C serapannya sudah tampak lagi yang menunjukkan telah sempurna membentuk forsterit. Kemudian puncak yang menunjukkan vibrasi ulur oktahedral  $\text{MgO}_6$  dan vibrasi tekuk  $\text{SiO}_4$  telah tampak jelas pada suhu kalsinasi 1000 °C, sehingga dapat disimpulkan bahwa pada suhu 1000 °C forsterit telah terbentuk sempurna.



**Gambar 3.** Spektra FTIR forsterit-karbon hasil sintesis pada berbagai variasi suhu dengan dialiri gas argon, dan perbesaran spektra pada daerah 3000-4000  $\text{cm}^{-1}$  (inset).

Serapan dari vibrasi ulur Si-O-Mg (sekitar 897 dan 970  $\text{cm}^{-1}$ ) sudah mulai terlihat pada suhu 800 °C. Hal itu menunjukkan bahwa pada suhu 800 °C energi pada suhu tersebut sudah cukup untuk membentuk ikatan Si-O-Mg pada pembentukan forsterit, sesuai dengan hasil pengukuran XRD yang menunjukkan adanya forsterit (Gambar 4(a)). Pada Gambar 3 (inset), teridentifikasi adanya puncak serapan gugus OH dari air yang terabsorpsi, hal tersebut juga diperkuat oleh adanya puncak lain yang muncul pada bilangan gelombang sekitar 1600  $\text{cm}^{-1}$  (Tran *et al.*, 2013).

**Tabel 2.** Data spektrum FTIR forsterit pada variasi suhu kalsinasi dengan aliran gas argon.

Gugus fungsi	Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )				
	Hossain <i>et al.</i> (2017)	Suhu kalsinasi (°C)			
		700	800	900	1000
Vibrasi ulur oktahedral $\text{MgO}_6$	440 & 508	-	-	-	507
Vibrasi tekuk $\text{SiO}_4$	609	-	-	-	613
Vibrasi ulur simetris Si—O—Si	832	-	839	840	841
Vibrasi ulur asimetris Si—O—Mg	883	-	897	899	898
Vibrasi ulur simetris Si—O—Mg	987	-	970	963	960
Vibrasi ulur asimetris Si—O—Si	1016	1071	1004	1008	1008
Vibrasi ulur O-H dari $\text{H}_2\text{O}$	3400	3436	3435	3434	3434

### Analisis Difraksi Sinar-X (XRD)

Analisis XRD dilakukan pada sampel forsterit-karbon untuk mengetahui kristalisasi forsterit-karbon, komposisi fase, serta mengetahui jenis kristalnya dengan cara membandingkan difraktogram hasil karakterisasi dengan difraktogram penelitian sebelumnya. Adanya perbedaan atau penyimpangan dalam kristalinitas dapat disebabkan oleh proses konversi dari bahan baku pembuatan forsterit-karbon yang belum sempurna. Selain itu, kondisi reaksi yang tidak stabil juga dapat penyebab lain penyimpangan kristalinitas. Pola difraktogram hasil

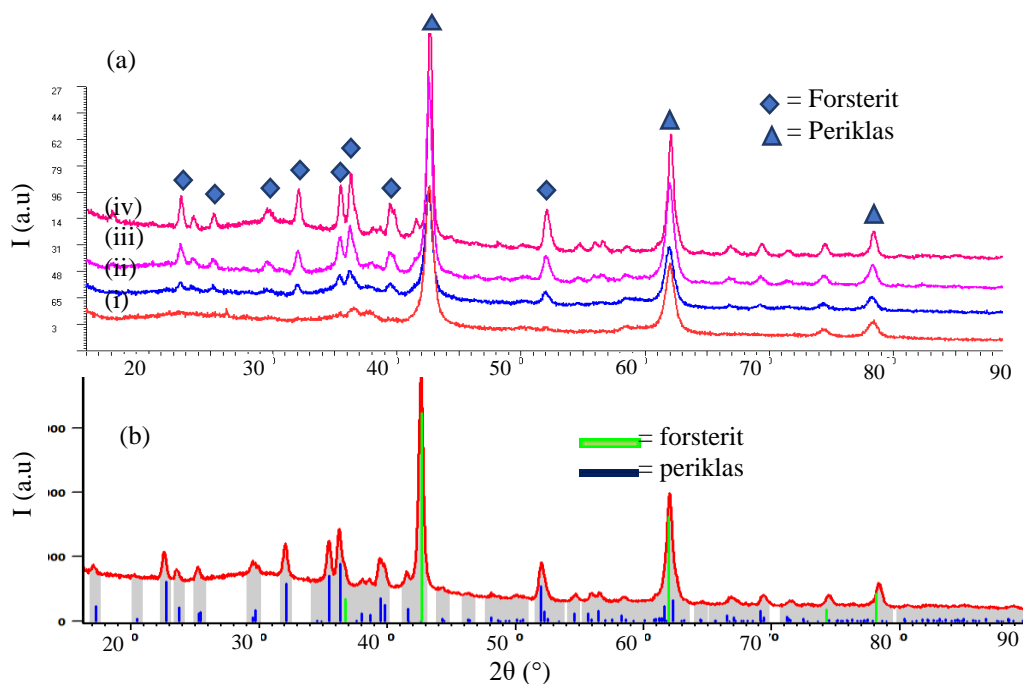
analisis XRD pada forsterit-karbon yang dihasilkan dari berbagai variasi suhu kalsinasi ditampilkan pada Gambar 4.

Pola-pola difraktogram forsterit-karbon pada Gambar 4(a) terdapat puncak-puncak pada  $2\theta = 42,5^\circ$ ,  $62,0^\circ$ , dan  $78,3^\circ$  yang menunjukkan adanya periklas yang merupakan polimorf dari magnesium oksida. Periklas dapat terbentuk karena magnesium karbonat pada saat kalsinasi terurai menjadi magnesium oksida dan karbon dioksida, setelah itu magnesium oksida mengalami perubahan fase sehingga menjadi berbentuk kubus. Keberadaan periklas mengindikasikan bahwa magnesium oksida yang dihasilkan sesuai pada Persamaan reaksi 1 belum seluruhnya bereaksi dengan silika untuk menghasilkan forsterit.

Puncak lain, selain dari puncak-puncak yang berasal dari periklas, berasal dari forsterit dengan tiga puncak utamanya berturut-turut  $36,2^\circ$ ,  $35,4^\circ$ , dan  $22,6^\circ$ . Berdasarkan suhu kalsinasi, dijumpai kecenderungan, semakin meningkat suhu kalsinasi maka puncak-puncak yang menunjukkan forsterit semakin bertambah intensitasnya. Hal tersebut juga didukung oleh persentase fase forsterit yang semakin meningkat dan juga hasil pada spektra FTIR pada Gambar 3 yang menunjukkan seluruh ikatan yang terdapat dalam struktur forsterit terbentuk pada suhu  $1000^\circ\text{C}$ .

Pola-pola difraktogram forsterit-karbon pada Gambar 4(a) terdapat puncak-puncak pada  $2\theta = 42,5^\circ$ ,  $62,0^\circ$ , dan  $78,3^\circ$  yang menunjukkan adanya periklas yang merupakan polimorf dari magnesium oksida. Periklas dapat terbentuk karena magnesium karbonat pada saat kalsinasi terurai menjadi magnesium oksida dan karbon dioksida, setelah itu magnesium oksida mengalami perubahan fase sehingga menjadi berbentuk kubus. Keberadaan periklas mengindikasikan bahwa magnesium oksida yang dihasilkan sesuai pada Persamaan reaksi 1 belum seluruhnya bereaksi dengan silika untuk menghasilkan forsterit.

Puncak lain, selain dari puncak-puncak yang berasal dari periklas, berasal dari forsterit dengan tiga puncak utamanya berturut-turut  $36,2^\circ$ ,  $35,4^\circ$ , dan  $22,6^\circ$ . Berdasarkan suhu kalsinasi, dijumpai kecenderungan, semakin meningkat suhu kalsinasi maka puncak-puncak yang menunjukkan forsterit semakin bertambah intensitasnya. Hal tersebut juga didukung oleh persentase fase forsterit yang semakin meningkat dan juga hasil pada spektra FTIR pada Gambar 3 yang menunjukkan seluruh ikatan yang terdapat dalam struktur forsterit terbentuk pada suhu  $1000^\circ\text{C}$ .

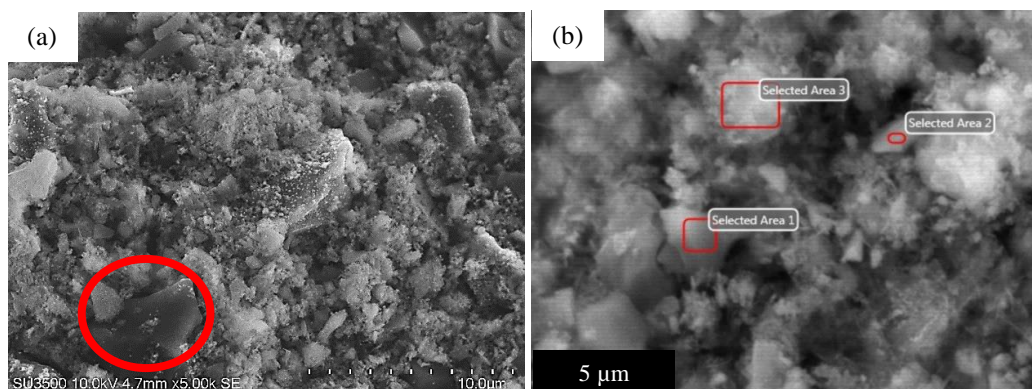


**Gambar 4.** Difraktogram forsterit-karbon hasil sintesis: (a) Variasi suhu kalsinasi (i)  $700^\circ\text{C}$  (ii)  $800^\circ\text{C}$  (iii)  $900^\circ\text{C}$  dan (iv)  $1000^\circ\text{C}$ . (b) Pencocokan dengan data standar pada sampel kalsinasi  $1000^\circ\text{C}$ .

#### Analisis SEM/EDS

Gambar 5 menunjukkan hasil SEM forsterit-karbon yang dihasilkan dari magnesium karbonat dan silika sekam padi dengan rasio mol magnesium terhadap silikon sebesar 2 : 1 pada suhu  $1000^\circ\text{C}$ . Berdasarkan morfologi

yang ditunjukkan pada Gambar 5(a), tampak fosterit yang terbentuk menyelimuti karbon, walaupun masih ada sebagian kecil karbon masih nampak jelas (dilingkari merah) dengan ukuran yang cukup besar, sekitar 3,06  $\mu\text{m}$ .



**Gambar 5.** (a) Foto SEM forsterit-karbon 1000 °C pada pembesaran 5000  $\times$  dan (b) tiga area terpilih untuk analisis EDS.

Persentase tiap unsur dari 3 area terpilih pada hasil SEM forsterit-karbon ditampilkan pada Tabel 3. Hasil EDS pada Tabel 3 menunjukkan bahwa di area 2 dan 3 dari forsterit-karbon terdapat kesamaan kecenderungan persentase antara atom O, C, Mg, dan Si. Unsur O memiliki kadar paling tinggi, diikuti atom C, Mg, dan Si dengan kadar semakin rendah. Sedangkan di area 1 forsterit-karbon, atom C memiliki prosentase paling tinggi. Tingginya persentase atom karbon menyebabkan kandungan unsur lainnya menjadi lebih sedikit apabila dibandingkan dengan analisis EDS yang telah dilaporkan Hossain *et al.* (2017) bahwa kadar unsur O, Mg, dan Si masing-masing 45,2%; 32,7%; dan 21,1%.

**Tabel 3.** Kadar unsur-unsur dari hasil analisis EDS pada 3 titik terpilih dari sampel forsterit-karbon 1000 °C.

Unsur	Kadar (% masa) di		
	Area 1	Area 2	Area 3
C	53,47	28,45	41,17
O	30,66	36,11	40,44
Mg	13,08	28,14	15,28
Si	2,78	7,29	3,10

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil pengukuran dengan FTIR dan XRD diperoleh kesimpulan bahwa fosterit mulai terbentuk pada suhu kalsinasi 800 °C dan sempurna pada suhu 1000 °C. Hasil pengukuran dengan SEM-EDS hasil kalsinasi pada 1000 °C merupakan komposit fosterit-karbon.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Peneliti mengucapkan terima kasih kepada Ristekdikti melalui Penelitian PTUPT Nomor 1200/UN6.D/LT/2019 atas dukungan dana pada penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- Chen, L., Ye, G., Wang, Q., Blanpain, B., Malfliet, A., and Guo, M., 2015. Low Temperature Synthesis of Forsterite from Hydromagnesite and Fumed Silica Mixture. *Ceramics International* 41(2), 2234–2239. doi:10.1016/j.ceramint.2014.10.025.
- Dunnigan, L., Ashman, P. J., Zhang, X., and Kwong, C.W., 2018. Production of Biochar from Rice Husk: Particulate Emissions from the Combustion of Raw Pyrolysis Volatiles. *Journal of Cleaner Production* 172, 1639–1645. doi:10.1016/j.jclepro.2016.11.107.
- Freund, F., Kathrein, H., Wengeler, H., Knobel, R., and Reinen, H.J., 1980. Carbon in Solid Solution in Forsterite—a Key to the Untractable Nature of Reduced Carbon in Terrestrial and Cosmogenic Rocks. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 44(9), 1319–1333. doi:10.1016/0016-7037(80)90092-7.
- Hossain, S.K.S., Mathur, L., Singh, P., and 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. doi:10.1016/j.jascers.2017.01.001.

- Houston, D.F., 1972. *Rice Chemistry and Technology*. American Association of Cereal Chemist, Inc., Minnesota.
- Ismunadji, M., 1988. *Padi*. Buku I. Edisi I. Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian, Bogor.
- Katsuki, H., Furuta, S., Watari, T., and Komarneni, S., 2005. ZSM-5 Zeolite/Porous Carbon Composite: Conventional- and Microwave-Hydrothermal Synthesis from Carbonized Rice Husk. *Microporous and Mesoporous Materials* 86(1-3), 145–151. doi:10.1016/j.micromeso.2005.07.010.
- Martínez-González, J., Navarro-Ruiz, J., and Rimola, A., 2018. Multiscale Computational Simulation of Amorphous Silicates' Structural, Dielectric, and Vibrational Spectroscopic Properties. *Minerals* 8(8), 353. doi:10.3390/min8080353.
- Ohtsuki, Y., Komatsu, N., Watanabe, A., and Saeki, G., 1985. Forsterite-Carbon Refractory. *United States Patent* No. 4.497.901.
- Pack, A., Palme, H., and Shelley, J.M.G., 2005. Origin of Chondritic Forsterite Grains. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 69(12), 3159–3182. doi:10.1016/j.gca.2005.01.013.
- Saberi, A., Alinejad, B., Negahdari, Z., Kazemi, F., and Almasi, A., 2007. A Novel Method to Low Temperature Synthesis of Nanocrystalline Forsterite. *Materials Research Bulletin* 42(4), 666–673. doi:10.1016/j.materresbull.2006.07.020.
- Saidi, R., Fathi, M., and Salimjazi, H., 2017. Synthesis and Characterization of Bioactive Glass Coated Forsterite Scaffold for Tissue Engineering Applications. *Journal of Alloys and Compounds (727)*, 956 – 962. doi: 10.1016/j.ceramint.2009.02.001.
- Tavangarian, F., Emadi, R., and Shafyei, A., 2010. Influence of Mechanical Activation and Thermal Treatment Time on Nanoparticle Forsterite Formation Mechanism. *Powder Technology* 198(3), 412–416. doi:10.1016/j.powtec.2009.12.007.
- Tran, T. N., Anh Pham, T.V., Phung Le, M.L., Thoa Nguyen, T.P., and Tran, V.M., 2013. Synthesis of Amorphous Silica and Sulfonic Acid Functionalized Silica Used as Reinforced Phase for Polymer Electrolyte Membrane. *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology* 4(4), 045007. doi:10.1088/2043-6262/4/4/045007.
- Whitby, R.L.D., Brigatti, K.S., Kinloch, I.A., Randall, D.P., and Maekawa, T., 2004. Novel Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> Structures. *Chemical Communications* (21), 2396. doi:10.1039/b409456e.
- Xu, P.K. and Wei, G.Z., 2005. *New Process Technology for Refractory*, Metallurgy Industry Press, Beijing.
- Yan, W., Liu, D., Tan, D., Yuan, P., and Chen, M., 2012. FTIR Spectroscopy Study of the Structure Changes of Palygorskite Under Heating. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 97, 1052–1057. doi:10.1016/j.saa.2012.07.085.
- Zhang, Y., Zhai, M., Wang, X., Sun, J., Dong, P., Liu, P., and Zhu, Q., 2015. Preparation and Characteristic of Biomass Char. *BioResource* (10), 3017 – 3026. doi: 10.15376/biores.10.2.3017-3026.