

## Pengukuran Kristal Nano Magnesium Karbonat Dengan Metode X-Ray Diffraction (XRD)

Eko Sulistiyono<sup>1\*</sup>, Ariyo Suharyanto<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Pusat Riset Metalurgi, Badan Riset dan Inovasi Nasional  
Gedung 720 Management Centre – Kawasan Sains dan Teknologi BJ Habibie, Puspiptek Serpong  
\*Corresponding Author : eko221068@gmail.com

### Abstrak

Magnesium karbonat merupakan salah satu bahan material magnesium yang banyak digunakan untuk keperluan industri seperti industri farmasi, industri percetakan dan lain-lain. Pada penelitian ini akan dilakukan pengujian ukuran kristal produk hasil penelitian sebelumnya dengan menggunakan metode *X-Ray Diffraction* (XRD). Latar belakang kegiatan pengukuran adalah untuk melihat ukuran kristal material nano magnesium karbonat dengan menggunakan peralatan *X-Ray Diffraction* (XRD) yang lebih murah daripada dengan peralatan HR-TEM. Tujuan dari kegiatan ini untuk mengetahui ukuran kristal pada produk nano magnesium karbonat. Produk hasil penelitian sebelumnya yang diuji adalah pada produk magnesium karbonat tanpa proses radiasi ultrasonik (PR-70), dengan radiasi ultrasonik 16 menit menggunakan media air (A16) dan radiasi ultrasonik 16 menit dengan media Ethanol absolut (B16). Hasil pengukuran dengan metode *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan ukuran kristal sampel PR-70 adalah 38 nm, sampel A16 adalah 17 nm dan sampel B16 adalah 28 nm.

**Kata kunci:** Magnesium Karbonat, *X-Ray Diffraction*, Ukuran Kristal

### Abstract

Magnesium carbonate is one of the magnesium materials that is widely used for industrial purposes such as the pharmaceutical industry, printing industry, and others. In this study, the crystal size test of the previous research product will be carried out using the X-Ray Diffraction (XRD) method. The background of the measurement activity is to see the crystal size of the nano magnesium carbonate material using X-Ray Diffraction (XRD) equipment, which is cheaper than HR-TEM equipment. The purpose of this activity is to determine the crystal size of the nano magnesium carbonate product. The previous research product tested was a magnesium carbonate product without an ultrasonic radiation process (PR-70), with 16 minutes of ultrasonic radiation using water media (A16) and 16 minutes of ultrasonic radiation with absolute Ethanol media (B16). The measurement results using the X-Ray Diffraction (XRD) method showed that the crystal size of the PR-70 sample was 38 nm, the A16 sample was 17 nm and the B16 sample was 28 nm.

**Keywords:** Magnesium Carbonate, X-Ray Diffraction, measure Crystal

### PENDAHULUAN

Pada penelitian ini dilakukan pengukuran butiran kristal metode *X-Ray Diffraction* (XRD). Pengukuran dilakukan terhadap kristal padatan hasil percobaan pembuatan magnesium karbonat menggunakan proses karbonatasi. Bahan baku pembuatan magnesium karbonat ini adalah

dolomit alam. Produk magnesium karbonat yang dihasilkan dilanjutkan digerus dengan peralatan *ultrasonic milling* untuk menghasilkan senyawa ukuran nano (Eko Sulistiyono, 2012.a). Untuk produk magnesium karbonat tanpa radiasi ultrasonik telah diulas pada tulisan sebelumnya tentang karakteristik komposisi senyawa dengan

peralatan *X-Ray Diffraction* (XRD), bentuk butiran dengan SEM dan komposisi senyawa dengan analisa EDX (Nadia C.N et al., 2019). Kemudian karakterisasi ukuran butiran, distribusi partikel, pengujian SEM secara detail juga telah dilakukan dan diulas pada tulisan sebelumnya (Eko Sulistiyono et al., 2012.b). Berbeda dengan kedua paper sebelumnya, pada paper ini dilakukan karakteristik terhadap produk hasil penelitian tersebut dengan analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk melihat ukuran kristal.

Secara garis besar magnesium karbonat pada penelitian ini dibuat dari dolomit alam menggunakan proses karbonatasi. Tahapan percobaan pertama adalah proses kalsinasi dolomit (Ahmad Royani et al., 2015). Kemudian dari hasil kalsinasi ini dilakukan proses slaking dengan air, kemudian dilakukan karbonatasi dengan menggunakan gas karbondioksida. Hasil dari proses karbonatasi diperoleh larutan magnesium bikarbonat kemudian dipanaskan sehingga diperoleh padatan magnesium karbonat. (Adliswarman., 2003 dan Erlina Y., 2004). Magnesium karbonat yang terbentuk memiliki rumus kimia  $(\text{MgO})_x(\text{CO}_2)_y(\text{H}_2\text{O})_z$  dikenal dengan sebutan hydromagnesit. Senyawa hidromagnesit ini tidak stabil dan mudah terurai pada temperature  $250^\circ\text{C} - 550^\circ\text{C}$ . (L. Haurie et al., 2007). Magnesium karbonat berasal dari alam bersifat stabil karena membentuk mineral *Proterozoic chystaline*, berupa padatan keras akibat proses tektonik (David Misch et al., 2018).

Proses karakterisasi dalam penelitian ini difokuskan pada pengukuran kristal yang ada dalam butiran nano magnesium karbonat . Proses ultrasonik adalah peristiwa penghancuran atau penurunan ukuran butiran padatan dalam cairan. Proses penghancuran butiran gelombang mikro dalam cairan yang meledak . Ledakan gelombang mikro tersebut menimbulkan efek *cavitasi* yaitu adanya tekanan yang panas dan tinggi dalam waktu singkat. Energi ini menghasilkan temperatur sampai  $5.500^\circ\text{C}$  dan tekanan tinggi dengan kecepatan 400 kilometer per jam dalam skala mikro. (Malcom J. Crocker et al., 1997).

### Landasan Teori

Salah satu metode karakterisasi material yang paling luas digunakan adalah dengan menggunakan metode pengukuran dengan

peralatan *X-Ray Diffraction* (XRD). Hal ini karena peralatan tersebut tersedia di laboratorium perguruan tinggi, Lembaga riset, dan Instansi swasta di Indonesia. Peralatan XRD juga tersedia juga dalam bentuk portable yang dapat dibawa kemana-mana untuk identifikasi batuan *in situ*.

Karakterisasi XRD pada umumnya digunakan untuk identifikasi perubahan senyawa dalam material yang mengalami perlakuan seperti temperatur dan tekanan tinggi. Sebagai contoh digunakan pada identifikasi hasil proses kalsinasi total dan parsial pada dolomit (Eko Sulistiyono et al., 2015). Karakterisasi XRD juga digunakan untuk menghitung konsentrasi lithium dalam padatan. Hasil analisa XRD dapat terlihat lithium dalam padatan dalam bentuk lithium chloride (Eko Sulistiyono et al., 2025).

Pada paper ini dilakukan pengujian ukuran butiran dengan metode XRD. Hasil penelitian sebelumnya pengukuran butiran nano kristal *Hydroxyapatite* diperoleh ukuran butiran antara 20-40 nm dengan ukuran lebar 17,7 nm dan panjang 80 nm. Sedangkan dengan metode HR TEM diperoleh ukuran 18 nm dan lebar 50 nm. (Kim Gyong Man., 2010). Hasil penelitian yang lain adalah mengukur senyawa MgO di dalam senyawa keramik dengan diameter partikel adalah 80 nm, 800 nm dan 7.000 nm (Ahmad Zahirani et al., 2011).

Pengukuran butiran kristal dalam material dilakukan dengan melihat peak yang terbentuk pada saat penampilan hasil analisa XRD. Ukuran butiran didasarkan pada pendekatan dari Scherrer pada sudut yang ditimbulkan oleh pancaran sinar X yang menyinari sampel. Kemudian sudut pancaran sinar X tersebut dirumuskan sebagai berikut (Suryanarayana and Grant Norton, 1998):

$$B_{\text{crystallite}} = \frac{k\lambda}{L \cos \theta} \quad \dots\dots\dots (1)$$

Keterangan :

- k = Konstanta (0,89-1,39) , atau ditetapkan 1.0
- $\lambda$  = Panjang Gelombang sinar X 0,154056
- L = Ukuran rata-rata kristal
- $\theta$  = Sudut difraksi (Bragg Angle)
- $B_c$  = Diameter kristal

Dari persamaan (1) tersebut diatas kemudian diperoleh persamaan garis lurus yang digunakan untuk pengukuran rata-rata kristal pada padatan (Suryanarayana and Grant Norton, 1998):

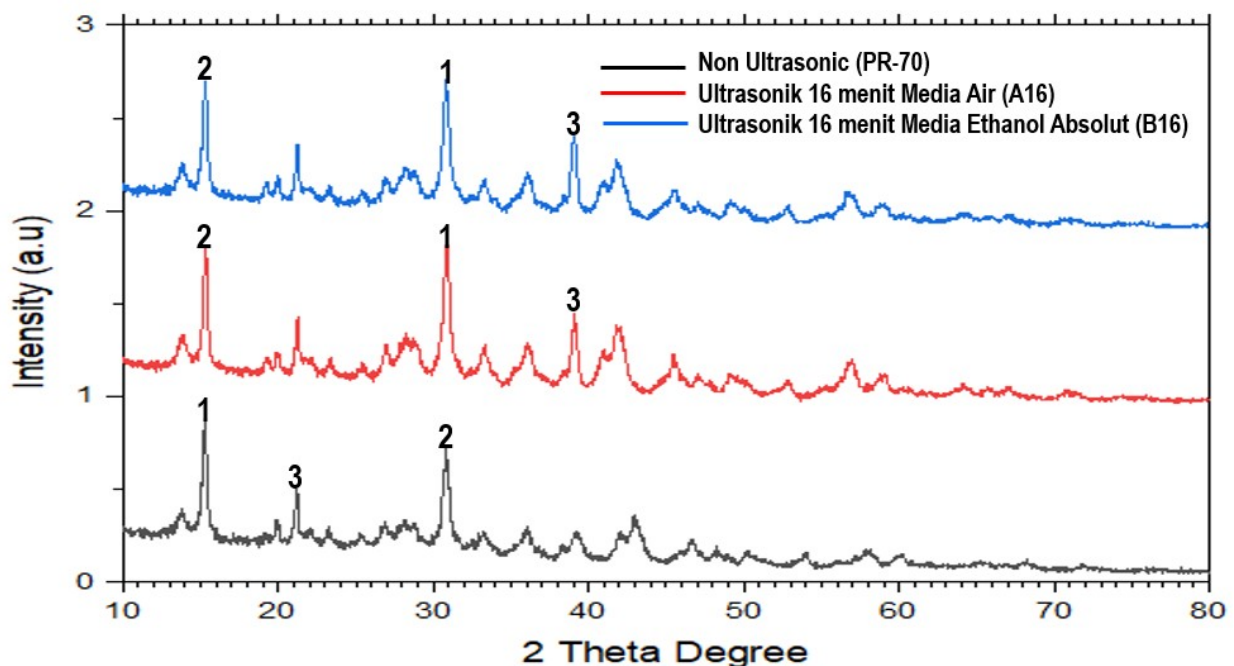
$$B_r \cos \theta = \frac{k\lambda}{L} + \eta \sin \theta \quad \dots\dots\dots (2)$$

Kemudian persamaan (2) adalah persamaan garis lurus antara  $B_r$ ,  $\cos \theta$  dengan  $\sin \theta$ .

## METODE

### Bahan Yang Digunakan

Pada kegiatan karakterisasi ini bahan yang digunakan adalah produk magnesium karbonat hasil dari proses pengolahan mineral dolomit. Produk berupa magnesium karbonat atau hydromagnesit selanjutnya dikeringkan sekitsar temperatur  $110^{\circ}\text{C}$  sampai benar-benar kering kemudian sebagian dari produk dilakukan proses ultrasonik milling, waktu proses 16 menit dengan menggunakan media air murni dan media ethanol absolute dari Merck. Masing-masing bahan selanjutnya dikarakterisasi dengan XRD, pada gambar 1.



**Gambar 1.** Bahan yang akan dikarakterisasi sampel PR-70 (tanpa ultrasonik), sampel A16 (ultrasonik 16 menit media air) dan Sampel B16 (ultrasonik 16 menit, media Ethanol Absolut)

### Metode Karakterisasi Dengan XRD

Pada paper ini, metode yang digunakan pada karakteristik produk magnesium karbonat adalah dengan menggunakan peralatan XRD. Tahapan karakteristik dengan menggunakan peralatan XRD adalah:

1. Menyiapkan sampel magnesium karbonat dengan mengambil sampel yang telah dikeringkan. Kemudian sampel dipres membentuk pipih dalam preparat yang telah disiapkan.
2. Dilakukan proses penyinaran dengan sinar X oleh peralatan XRD yang telah disiapkan. Setelah proses penyinaran

diperoleh data hasil XRD berupa grafik dalam rentang 2 Theta:  $10^{\circ} - 80^{\circ}\text{C}$ .

3. Hasil grafik dalam bentuk data raw kemudian diubah ke data XLS dan digabung dengan sampel yang lain kemudian dimasukkan ke dalam program Origin sehingga diperoleh bentuk visual grafik seperti pada Gambar 1.
4. Kemudian dilakukan peak dengan mengambil tiga buah peak yang tertinggi untuk diukur lebar peak. Hal ini kasrena lebar peak merupakan korelasi pada diameter kristal sesuai dengan rumus persamma (1).

5. Kemudian dari data lebar dasar peak selanjutnya dilakukan penyusunan persamaan garis lurus pada tiga buah sampel yang diukur membentuk persamaan pada persamaan (2).
6. Dari persamaan (2) tersebut kemudian dimasukkan ke persamaan (1) sehingga dapat disusun tabel perhitungan ukuran kristal.
7. Dari perhitungan ukuran kristal, kemudian diperoleh jumlah kristal perbutir material.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Pemilihan Peak Hasil Analisis XRD

Setelah dilakukan analisis dengan peralatan XRD kemudian diperoleh tiga puncak yang diperoleh berdasarkan data yang telah disampaikan pada peralatan. Adapun data puncak yang disampaikan pada peralatan tersaji pada Gambar 1. Dari Gambar 1 terlihat ada tiga puncak yang terbesar sehingga pada tiap sampel diperoleh karakteristik puncak sebagai berikut: untuk sampel tanpa proses ultrasonik (PR 70) tersaji pada Tabel 1, kemudian sampel dengan proses ultrasonik 16 menit dengan media air murni (A16) tersaji pada Tabel 2 dan sampel dengan proses ultrasonik 16 menit pada media ethanol absolut (B16) tersaji pada Tabel 3.

**Tabel 1.** Data Puncak sampel PR-70

| No | 2 Theta (deg) | diameter (Å) | FWHM (deg) | Intensity (a.u) |
|----|---------------|--------------|------------|-----------------|
| 1  | 15,24         | 5,808        | 0,410      | 603             |
| 2  | 30,79         | 2,902        | 0,500      | 508             |
| 3  | 21,17         | 4,193        | 0,339      | 260             |

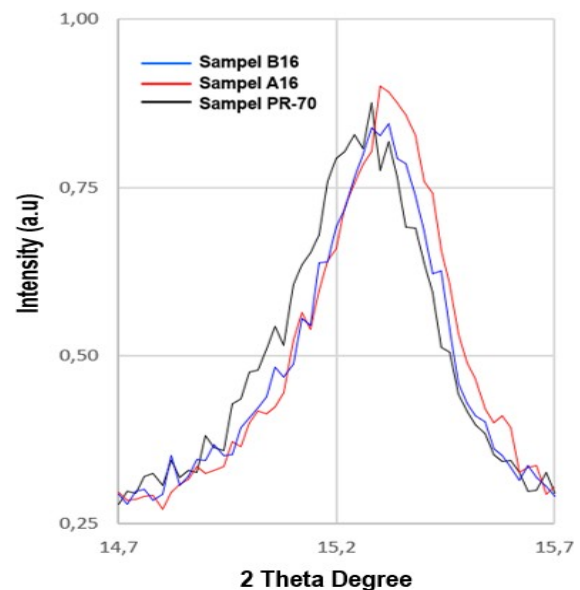
**Tabel 2.** Data Puncak sampel A16

| No | 2 Theta (deg) | diameter (Å) | FWHM (deg) | Intensity (a.u) |
|----|---------------|--------------|------------|-----------------|
| 1  | 30,83         | 2,898        | 0,506      | 733             |
| 2  | 15,30         | 5,787        | 0,422      | 607             |
| 3  | 39,05         | 2,305        | 0,453      | 384             |

**Tabel 3.** Data Puncak sampel B16

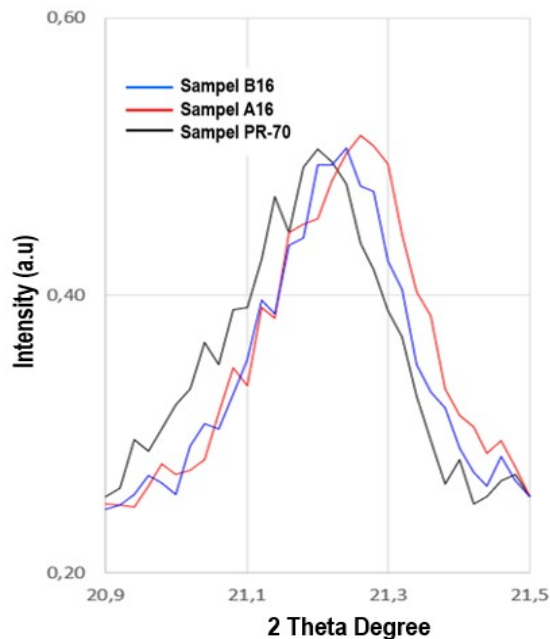
| No | 2 Theta (deg) | diameter (Å) | FWHM (deg) | Intensity (a.u) |
|----|---------------|--------------|------------|-----------------|
| 1  | 30,82         | 2,899        | 0,520      | 645             |
| 2  | 15,28         | 5,796        | 0,427      | 575             |
| 3  | 39,03         | 2,306        | 0,449      | 406             |

Dari hasil data pada Tabel 1,2 dan 3 terjadi perbedaan puncak yang tertinggi yaitu tanpa proses ultrasonik (PR 70) urutan ketinggian puncak pada 2 Theta: 15°, 30° dan 21°, sedangkan pada proses ultrasonik selama 16 menit dengan media air maupun ethanol absolut tidak ada memiliki perbedaan puncak yaitu pada 2 theta 30°, 15°, dan 39°C. Sehingga pada Gambar puncak tertinggi ada 4 titik yaitu pada 2 Theta: 15°, 21°, 30°, dan 39°.



**Gambar 2.** Puncak difraksi pada titik 2 Theta degree sekitar 15°

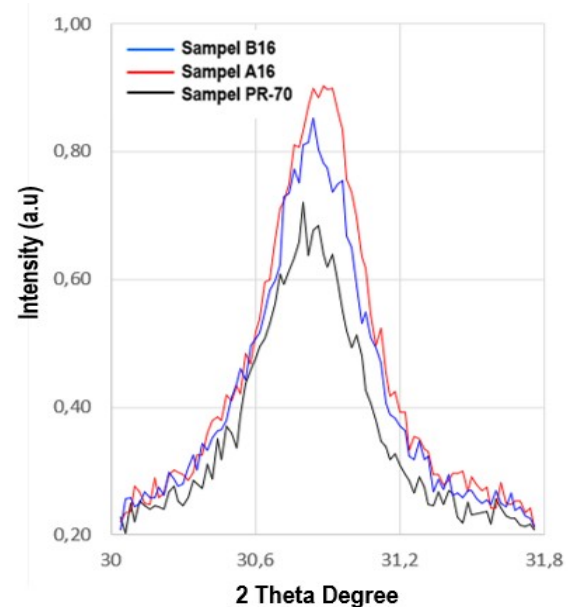
Dari Gambar 2 terlihat bahwa tanpa proses ultrasonik (pada sampel PR-70) menunjukkan ukuran puncak yang kecil dan yang paling besar adalah pada sampel dengan proses ultrasonik 16 menit dengan media air. Dari gambar tersebut terlihat bahwa ukuran kristal tanpa proses ultrasonik terlihat diameternya paling besar. Sedangkan proses ultrasonik 16 menit yang paling kecil adalah pada media dengan air.



**Gambar 3.** Puncak difraksi pada titik 2 Theta degree sekitar 21°

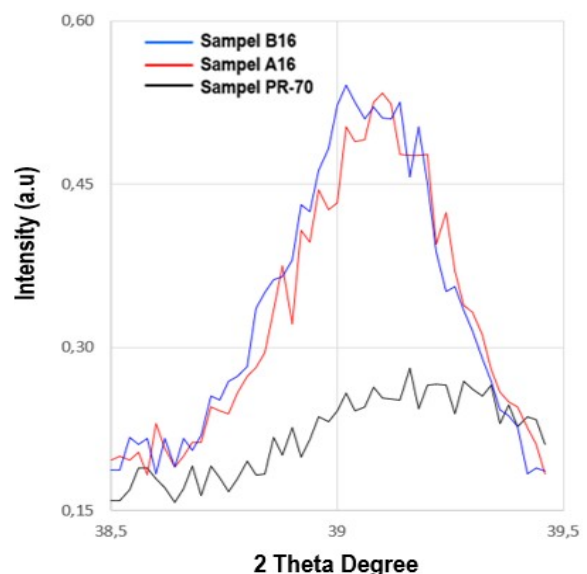
Dari gambar 3 diatas terlihat bahwa pada sampel PR-70 mempunyai peak yang paling lebar sedangkan peak pada sampel A16 dan B16 mempunyai ukuran yang sedikit lebih kecil. Hal ini menunjukkan pada kristal yang berada pada 2 theta sekitar 21° untuk proses tanpa ultrasonik diperkirakan lebih kecil daripada dengan proses ultrasonik. Namun demikian pada titik 2 theta sekitar 21° untuk sampel A16 dan B16 bukan merupakan peak yang besar, tidak termasuk dalam tiga besar sehingga pengaruh pengukuran kristal tidak begitu besar berpengaruh.

Puncak difraksi berdasarkan analisa dengan XRD yang ditunjukkan pada Gambar 1 terlihat puncak paling tinggi ada pada 2 theta sekitar 30°. Hasil analisis XRD dengan melihat puncak 2 Theta 30° ditunjukkan pada Gambar 4, bahwa proses tanpa ultrasonik (Sampel PR 70) terlihat ukuran peak nya paling kecil. Kemudian peak yang paling besar adalah sampel A16 yaitu proses ultrasonik 16 menit dengan media air menunjukkan ukuran butiran paling kecil. Sedangkan proses tanpa menunjukkan ukuran butiran paling besar. Adapun gambar peak pada kisaran 2 theta 30°, dapat dilihat pada Gambar 4;



**Gambar 4.** Puncak difraksi pada titik 2 Theta degree sekitar 30°

Puncak difraksi yang ketiga adalah pada peak 2 theta degree sekitar 38°, dapat dilihat pada gambar 5 sebagai berikut:



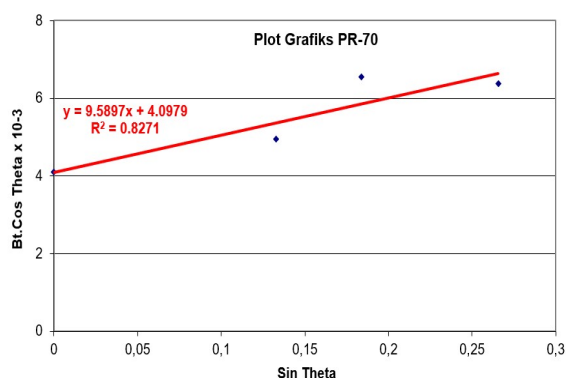
**Gambar 5.** Puncak difraksi pada titik 2 Theta degree sekitar 39°

Pada puncak dengan 2 theta degree sekitar 39° menunjukkan bahwa peak untuk sampel PR-70 tidak terlihat adanya puncak. Sehingga pada proses tanpa radiasi ultrasonik tidak dihasilkan peak pada 2 theta degree 39°. Pada puncak dengan 2 theta degree 39° peak sampel B16 lebih besar ukurannya daripada

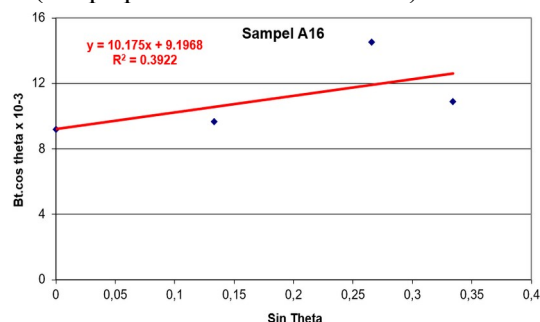
peak sampel A16. Hal ini menunjukkan bahwa ukuran butiran pada media ethanol absolut lebih kecil ukurannya.

### Menghitung Persamaan Garis

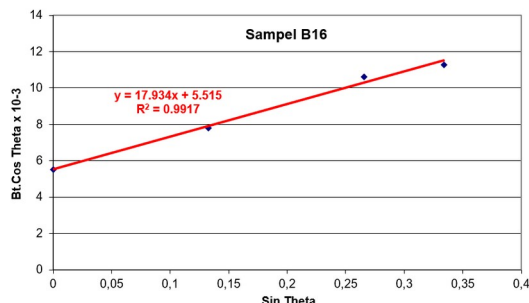
Setelah diperoleh karakteristik puncak yang dipilih maka langkah berikutnya adalah menghitung persamaan garis. Dari ketiga sampel yaitu sampel PR-70 (tanpa ultrasonik), sampel A16 (dengan ultrasonik 16 menit, media air) dan sampel B16 (dengan ultrasonik 16 menit, media ethanol absolut).



**Gambar 6.** Persamaan garis untuk sampel PR-70 (Tanpa proses radiasi ultrasonik).



**Gambar 7.** Persamaan garis untuk sampel A16 (Proses radiasi ultrasonik 16 menit dengan media air )



**Gambar 8.** Persamaan garis untuk sampel B16 (Proses radiasi ultrasonik 16 menit dengan media ethanol absolut )

Dari hasil perhitungan grafik pada Gambar 6 diperoleh ukuran kristal 38 nm ,

kemudian pada Gambar 7 diperoleh ukuran kristal 17 nm dan Gambar 8 diperoleh ukuran kristal 28 nm.

### Rasio Kristal Per Partikel

Dari hasil perhitungan ukuran kristal maka dilakukan perhitungan ukuran partikel dengan metode yang lain. Pengukuran partikel telah dibahas pada paper sebelumnya (Eko Sulistiyono, 2012).

**Tabel 4.** Hasil Pengukuran

| No | Sampel | Ukuran (nm) |         | Kristal / Partikel |
|----|--------|-------------|---------|--------------------|
|    |        | Partikel    | Kristal |                    |
| 1  | PR-70  | 1.294       | 38      | 39.000             |
| 2  | A16    | 1.924       | 17      | 1.450.000          |
| 3  | B16    | 539         | 28      | 7.100              |

### SIMPULAN DAN SARAN

Dari hasil perhitungan ukuran kristal dengan menggunakan metode *X-Ray Diffraction* (XRD), terlihat bahwa ukuran kristal magnesium karbonat sampel PR-70 adalah 38 nm, sampel A16 adalah 17 nm dan sampel B16 adalah 28 nm.

Pengukuran kristal dapat dilakukan dengan analisa *X-Ray Diffraction* (XRD) namun hasil ini perlu dilakukan pembandingan dengan menggunakan analisa HR-TEM yang sudah lebih akurat. Dimasa yang akan datang penggunaan metode pengukuran kristal pada material ukuran nano mssih relevan digunakan, hal ini karena pengukuran dengan HR-TEM harga peralatan sangat mahal.

### DAFTAR PUSTAKA

- Andliswarman. 2003, *Proses ekstraksi MgO dari mineral dolomit dan analisis techno ekonomi proses produksi*. Tesis Magister Bidang Ilmu Material, Universitas Indonesia.
- Ahmad Royani, Eko Sulistiyono dan Deddy Sufiandi. 2015. *Pengaruh Suhu Kalsinasi Pada Proses Dekomposisi Dolomit*, Jurnal Sains Materi Indonesia Vol. 18, No. 1, Oktober 2016, hal. 41-46
- Ahmad Zahirani, Ahmad Azar, Hasmaliza Muhamad, Mani Maram Ratnam, and Zainal Arifin Ahmad. 2011. *Effect of MgO Particle Size on the Microstructure, Mechanical Properties, and Wear Performance of ZTA-MgO Ceramic Cutting Inserts*. International

- Journal of Refractory Metals and Hard Materials, Volume 29, Pages: 456-461.
- Eko Sulistiyono, Florentinus Firdiyono, Nadia Chrisayu Natasha, dan Deddy Sufiandi. 2015. *Pengaruh Ukuran Butiran Terhadap Struktur Kristal Pada Proses Kalksinasi Parsial Dolomit*, Majalah Metalurgi, V 30.3.2015, ISSN 0126-3188/ 125-132.
- Eko Sulistiyono, Sri Harjanto, and Latifa H. Lalasari.2022. *Separation of Magnesium and Lithium from Brine Water and Bittern Using Sodium Silicate Precipitation Agent*. Resources. 2022.11. 89 <https://doi.org/10.3390/resources1110089>.
- Eko Sulistiyono.2012.a. *Pembuatan Nano-Magnesium Karbonat Hasil Ekstraksi Mineral Dolomit Dengan Gelombang Ultrasonik* Thesis Universitas Indonesia.
- Eko Sulistiyono, Azwar Manaf, dan F. Firdiyono.2012.b. *Pengaruh Media Suspensi Terhadap Proses Ultrasonik Milling Pada Partikel Hydromagnesite*. Majalah Metalurgi, V 27.2.2012, ISSN 0216-188/ hal 135-140.
- Erlina Yustanti.2004. *Ekstraksi Calcite dan Hydromagnesite Dalam Dolomit Secara Hidrasi dan Karbonisasi*. Tesis Magister Bidang Ilmu Material, Universitas Indonesia.
- Kim Gyeong Man. 2010. *Fabrication of Bio-Nanocomposite Nanofibers Mimicking the Mineralized Hard Tissues via Electrospinning Process*. Edited by Ashok Kumar, ISBN 978-953-7619-86-2, Hard cover, 438 pages, Publisher: In Tech, Published: under CC BY-NC-SA 3.0 license, in subject Nanotechnology and Nanomaterials.
- Malcom J. Crocker. 1997. *Encyclopedia of Acoustics, Chapter 25: Sonochemistry and Sonoluminescence*. John Wiley and Sons, Inc., ISBN: 0-471-17767-9, Volume 1.
- Nadia Chrisayu Natasha, Januar Irawan, Eko Sulistiyono, Fariza Eka Yunita, dan Ahmad Rizky Rhamdani. 2019. *Uji Karakteristik Magnesium Karbonat Sintetis Dari Mineral Dolomit*. Jurnal Semnastek, Fakultas Teknik Universitas Muhammadiyah Jakarta, 16 Oktober 2019. E Jurnal Website: [jurnal.umj.ac.id/index.php/semnastek](http://jurnal.umj.ac.id/index.php/semnastek).
- Suryanarayana and Grant Norton, 1998. “X-Ray Diffraction: A Practical Approach”, ISBN: 0-306-45744-X, Plenum Press, New York.