HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar.

Nama : Zakky Ihsan
NPM : 0606068846
Tanda Tangan :
Tanggal : Desember 2010

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh

Nama : Zakky Ihsan
NPM : 0606068846
Program Studi : S1 Reguler Fisika UI
Judul Skripsi : Penyusunan Diagram TTT (Time and Temperature Transformation) Dekomposisi Fasa Dolomit Menjadi MgO

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Azwar Manaf M.Met ()

Penguji I : Dr. M. Hikam ()

Penguji II : Ariadne L. Juwono, M.Eng., PhD ()

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : Desember 2010

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum warahmatullahi wabarakaatuh,

Segala puji bagi Allah, rabb semesta alam. Shalawat dan salam tercurahkan kepada nabi Muhammad *sollallohu alaihi wa sallam*. Tiada daya dan upaya melainkan atas pertolongan Allah *Azza wa Jalla*.

Pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada semua pihak yang telah berperan dalam membantu proses penyusunan skripsi ini yang merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains. Ucapan terima kasih penulis tunjukkan kepada:

1. Orang tua, kakak, dan adik penulis atas segala dukungan yang tak terhingga.
2. Bapak Dr. Azwar Manaf selaku pembimbing yang telah banyak meluangkan waktu untuk memberikan ilmu, bimbingan serta arahan dalam penyelesaian tugas akhir ini.
3. Bapak Dr. Bambang, pak Ervan, mas Parno, dan mas Eko atas bantuannya dalam penggunaan alat-alat lab.
4. Keluarga besar Departemen fisika. Dosen-dosen, staf-staf sekretariat, dan teman-teman yang tak dapat penulis sebutkan satu persatu. Merupakan suatu kebahagiaan bagi penulis untuk mendapatkan kesempatan menjadi bagian dari keluarga besar Departemen Fisika.

Serta kepada semua pihak yang telah membantu penulis selama masa perkuliahan hingga menyusun skripsi ini yang tidak dapat kami sebutkan semua. Semoga Allah *Azza wa Jalla* selalu memberikan rahmat dan taufik kepada kita.

Dengan segala kerendahan hati, penulis menyadari bahwa karya ini belumlah cukup sempurna. Oleh karena itu kritik dan saran akan penulis terima untuk terus memperbaiki tulisan ini.

Wassalamualaikum warahmatullahi wabarakatuh

Jakarta, Desember 2010

Zakky Ihsan

HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI

TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Zakky Ihsan

NPM : 0606068846

Program Studi : S1 Reguler Fisika

Departemen : Fisika

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Jenis Karya : Skripsi

demikian pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul:

Penyusunan Diagram TTT (Time and Temperature Transformation)

Dekomposisi Fasa Dolomit Menjadi MgO

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalih media/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : Desember 2010

Yang menyatakan

(Zakky Ihsan)

ABSTRAK

Nama : Zakky Ihsan

Program Studi : Fisika

Judul : Penyusunan Diagram TTT (Time and Temperature Transformation)
Dekomposisi Fasa Dolomit Menjadi MgO

Telah dilakukan studi eksperimental terhadap dekomposisi fasa yang terjadi pada dolomit ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) selama proses pemanasan pada temperatur tetap. Fraksi volume fasa hasil dekomposisi pada tiga temperatur tetap berbeda dalam tiga interval waktu berbeda memberikan informasi yang cukup untuk menyusun suatu diagram TTT. Metode perbandingan langsung (direct comparison method) digunakan untuk analisis kuantitatif xrd menentukan fraksi volume fasa-fasa hasil transformasi. Data fraksi volume hasil analisis kuantitatif menghasilkan parameter kinetik dan mekanisme dekomposisi mengikuti persamaan kinetik Avrami:

$$Y = 1 - \exp [-8,1 \times 10^9 \cdot t \cdot \exp (-230,3 \times 10^3 / RT)]^{2,22}$$

melalui persamaan kinetik tersebut berhasil di susun diagram TTT untuk dekomposisi dolomit.

Kata kunci : dolomit, dekomposisi, kinetik, diagram TTT

ABSTRACT

Name : Zakky Ihsan

Study Program : Physics

Title : Construction of TTT (Time and Temperature Transformation)

Diagram of MgO from Dolomite

Experimental study on the phases decomposition which take place in dolomite ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) material during heating process at a constant temperature is reported. Volume fraction of decomposed phases at three different constant temperatures with three different time intervals of each heating temperature were used to construct a TTT diagram. Direct comparison method was used to perform quantitative XRD analysis to determine the volume fraction of decomposed phases. It was found that mechanism of phase decomposition of dolomite to follow Avrami kinetic equation as the follows :

$$Y = 1 - \exp [-8,1 \times 10^9 \cdot t \cdot \exp (- 230,3 \times 10^3 / RT)]^{2,22}$$

from which the TTT diagram for decomposed MgO is established.

Keywords : dolomite, decomposition, kinetic, TTT diagram

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
I. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Batasan Penelitian	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Metodologi Penelitian	3
II. TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Mineral Dolomit.....	4
2.1.1 Persebaran Mineral Dolomit.....	6
2.1.2 Penggunaan Mineral Dolomit.....	8
2.1.3 Manfaat Dolomit Dalam Bidang Pertanian.....	8

2.2 Dekomposisi Fasa Mineral Dolomit	9
2.3 Magnesium Oksida	10
2.1.1 Penggunaan Senyawa Magnesium Oksida	13
2.4 Proses Transformasi dan Teori Kinetika.....	15
2.5 Analisis Kuantitatif dan Metode Perbandingan Langsung	17
III. METODE PENELITIAN	22
3.1 Diagram Alir Penelitian	21
3.2 Preparasi Sampel.....	24
3.3 Pengambilan Data	25
3.4 Analisis Data.....	25
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	27
4.1 Identifikasi Fasa Dolomit.....	27
4.2 Dekomposisi Dolomit.....	28
4.3 Kinetika Pembentukan MgO.....	29
IV. KESIMPULAN DAN SARAN.....	42
4.1 Kesimpulan	42
4.2 Saran	42
DAFTAR PUSTAKA.....	43
LAMPIRAN	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. struktur kristal dolomit	5
Gambar 2.2 kurva DTA mineral dolomit	10
Gambar 2.3. struktur MgO	12
Gambar 2.4. grafik fraksi transformasi vs log t pada temperatur konstan	16
Gambar 2.5. kurva TTT untuk <i>eutectoid steel</i>	17
Gambar 3.1. diagram alir penelitian	22
Gambar 4.1. pola difraksi sinar-x mineral dolomit	27
Gambar 4.2 pola difraksi sinar-x sampel referensi 1	31
Gambar 4.3. pola difraksi sinar-x sampel referensi 2	32
Gambar 4.4. pola difraksi sinar-x sampel referensi 3	33
Gambar 4.5. plot grafik $\ln\{\ln(1-Y)^{-1}\}$ terhadap $\ln t$	37
Gambar 4.6. kurva sigmoidal pembentukan fasa MgO	38
Gambar 4.7 hubungan antara $\ln k$ dan $1/T$	39
Gambar 4.8. kurva sigmoidal untuk berbagai temperatur.	40
Gambar 4.9. diagram TTT dekomposisi fasa dolomit menjadi MgO.	41

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. analisis kimia dari mineral dolomit.	4
Tabel 2.2. sifat fisis dolomit.	5
Tabel 2.3. Tata nama batu gamping sesuai dengan kadar magnesium.	6
Tabel 2.4. dekomposisi fasa dolomit pada berbagai temperatur.	9
Tabel 2.5. sifat fisik magnesium oksida.	11
Tabel 2.6. struktur magnesium oksida.	12
Tabel 2.7. Kegunaan Magnesium Oksida pada Berbagai Bidang Industri	14
Tabel 3.1. kode-kode sampel yang digunakan pada penelitian.	24
Tabel 3.2. komposisi tiga sampel referensi dalam wt%.	25
Tabel 4.1. hasil identifikasi puncak difraksi sinar-x dari mineral dolomit	27
Tabel 4.2. komposisi sampel referensi dalam (wt%)	29
Tabel 4.3. komposisi sampel referensi dalam % fraksi volume.	29
Tabel 4.4. identifikasi fasa sampel referensi 1.	31
Tabel 4.5. identifikasi fasa sampel referensi 2.	32
Tabel 4.6. identifikasi fasa sampel referensi 3.	33
Tabel 4.7. nilai $\frac{R \text{ CaMg}(\text{CO}_3)_2}{R \text{ CaCO}_3}$	34
Tabel 4.8. nilai $\frac{R \text{ CaMg}(\text{CO}_3)_2}{R \text{ MgO}}$	34
Tabel 4.9. nilai $\frac{R \text{ CaCO}_3}{R \text{ MgO}}$	35

Tabel 4.10. fraksi volume dolomit , CaCO_3 , dan MgO 36

Tabel 4.11. nilai n , K , dan k dari persamaan Avrami. 37

BAB 1

PENDAHULUAN

1. Latar Belakang Masalah

Salah satu sumber daya mineral yang dimiliki Indonesia adalah dolomit. Dolomit banyak terdapat di sepanjang pantai pulau Sumatra, pantai utara Jawa, Papua, Irian Jaya, Sulawesi dan Nusa Tenggara.¹ Penelitian- penelitian mengenai dolomit sampai saat ini masih terus dilakukan untuk meningkatkan nilai ekonomis dari dolomit tersebut. Lazimnya dolomit hanya dimanfaatkan sebagai pupuk dan makanan ternak.² Padahal, dari dolomit yang mengandung senyawa kalsium dan magnesium karbonat ini, dapat di peroleh manfaat yang lebih bernilai bila mineral ini dapat dikelola dengan tepat. Pengelolaan yang tepat untuk meningkatkan kegunaan dari dolomit harus dilakukan dengan menggunakan teknologi tepat guna dan dengan biaya yang cukup rendah, sehingga dolomit dapat memiliki peran besar dalam kemajuan industri logam, keramik, dan refraktori.

Dari dolomit yang memiliki rumus senyawa $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ dapat dihasilkan magnesium oksida (MgO) atau Mg. Metode perolehan MgO atau Mg dari sumber daya mineral yang beragam telah banyak dikembangkan, sedangkan perolehan MgO atau Mg dari dolomit umumnya dilakukan dengan proses pirometalurgi. MgO dan Mg banyak dipergunakan dalam berbagai industri sebagai bahan baku untuk membuat logam magnesium dan isolator pada bahan keramik. Dalam bidang farmasi MgO digunakan sebagai obat untuk mengurangi rasa panas atau luka pada perut dan asam lambung berlebih.³

Magnesium termasuk logam yang paling banyak di gunakan sebagai campuran selain besi dan alumunium. Keunggulan sifat-sifat fisis dan mekanis yang dimiliki oleh logam magnesium menjadikannya logam yang paling banyak digunakan dalam bidang otomotif untuk pembuatan badan mobil, dan berbagai komponen lainnya.

Proses kalsinasi pada temperatur tinggi umumnya diterapkan pada mineral dolomit untuk melepaskan gas CO_2 . Bergantung pada temperatur dan lamanya waktu kalsinasi, maka dolomit sebagai material fasa tunggal dapat terdekomposisi menjadi material campuran antara kalsium karbonat (CaCO_3) dan magnesium oksida (MgO) atau dapat juga berupa campuran CaO dan MgO , dimana faktor pengaruh temperatur dan faktor lamanya pemanasan merupakan faktor yang sangat penting.⁴

Konstruksi diagram TTT diperoleh berdasarkan fraksi volume MgO yang dihasilkan pada proses pemanasan dengan variasi temperatur dan waktu tertentu. Fraksi volume dari MgO dapat ditentukan dari kurva XRD (*X-Ray Diffraction*) dengan menggunakan beberapa cara, diantaranya dengan menggunakan metode perbandingan langsung (*direct comparison method*), *Internal Standard Method*, *External Standard Method*⁵ atau dengan menggunakan program GSAS. Dari diagram TTT dapat dengan mudah diketahui hubungan antara temperatur, waktu, dan fraksi volume MgO yang merupakan hasil dari dekomposisi fasa dari dolomit. Namun, sebelumnya akan ditentukan terlebih dahulu parameter-parameter kinetik berdasarkan persamaan Avrami. Dengan menggunakan investigasi kinetik ini reaksi-reaksi yang terjadi dengan adanya perlakuan panas akan diukur sebagai fungsi waktu.⁶

2. Batasan Penelitian

Penelitian ini dibatasi pada penelitian skala laboratorium dengan berat contoh sampel dolomit sebanyak 5 gram, dimana parameter proses, yaitu temperatur dan lamanya waktu kalsinasi untuk masing-masing sampel merupakan faktor penting. Selanjutnya sampel dolomit akan di analisis secara kuantitatif dengan menggunakan metode perbandingan langsung (*direct comparison method*) dari hasil kurva XRD.

3. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah :

1. Mempelajari kinetika transformasi dekomposisi fasa dolomit menjadi MgO.
2. Mengkonstruksi diagram TTT (*Time and Temperature Transformation*) yang menyatakan hubungan antara fraksi volume dengan waktu pemanasan pada temperatur tertentu.

4. Metodologi Penelitian

Penelitian ini dibagi menjadi 2 tahap, yaitu tahap untuk menghasilkan fasa MgO pada mineral dolomit setelah di beri perlakuan panas dengan waktu tertentu dan tahap pengkonstruksian diagram TTT dari berbagai parameter kinetik dengan melakukan variasi temperatur dan waktu yang diharapkan dapat menghasilkan diagram TTT yang tepat.

Bab II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Mineral Dolomit

Dolomit adalah mineral yang berasal dari alam yang mengandung unsur hara magnesium dan kalsium berbentuk tepung dengan rumus kimia $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$. Proses pembentukan dolomit merupakan pengaruh peresapan unsur-unsur magnesium dari air laut ke dalam batu gamping sehingga terjadi proses penggantian unsur kalsium dengan unsur magnesium. Dolomit termasuk rumpun mineral karbonat, mineral dolomit murni secara teoritis mengandung 45,6% MgCO_3 atau 21,9% MgO dan 54,3% CaCO_3 atau 30,4% CaO . Rumus kimia mineral dolomit dapat ditulis meliputi $\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$, $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ atau $\text{Ca}_x\text{Mg}_{1-x}\text{CO}_3$, dengan nilai x lebih kecil dari satu. Dolomit di alam jarang yang murni, karena umumnya mineral ini selalu terdapat pada batu gamping, kuarsa, rijang, pirit dan lempung. Dalam mineral dolomit juga terdapat pengotor terutama ion besi, silica, dan sulfur.⁷

Tabel 2.1 analisis kimia dari mineral dolomit⁸

Senyawa oksida	Weight %
CaO	30.77
MgO	21.54
MnO	0.1
FeO	0.008
SrO	0.17
CO ₂	47.38
Total	99.815

Dolomit berwarna putih keabu-abuan atau kebiru-biruan dengan kekerasan lebih lunak dari batu gamping, yaitu berbutir halus hingga kasar dan mempunyai sifat mudah menyerap air serta mudah dihancurkan.

Gambar 2.1 struktur kristal dolomit⁹

Tabel 2.2 sifat fisis dolomit²

Parameter	Sifat Fisik
Rumus Kimia	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$
Berat Molekul	184.4 gr/mol
Sistem Kristal	Rhombohedral
Kekerasan	3.5 – 4 (skala mohs)
Indeks Refraksi	1.67
Specific gravity	2.86
Warna	Putih, abu-abu, kemerah-merahan, kuning, hitam, hijau
Pengotor	Silikat, besi, clay, chert, feldspar

Klasifikasi dolomit dalam perdagangan mineral industri didasarkan atas kandungan unsur magnesium, Mg (kimia), mineral dolomit (mineralogi) dan unsur kalsium (Ca) dan magnesium (Mg). Kandungan unsur magnesium ini menentukan nama dolomit tersebut. Misalnya, batu gamping mengandung $\pm 10\%$ $MgCO_3$ disebut batu gamping dolomitan, sedangkan bila mengandung 20% $MgCO_3$ disebut dolomit. Tabel di bawah ini memperlihatkan tata nama batu gamping sesuai dengan kadar magnesium.

Tabel 2.3 Tata nama batu gamping sesuai dengan kadar magnesium²

Nama Batuan	dolomit (% berat)	MgO (% berat)
Batu Gamping	0-5	0.1-1.1
Batuan Gamping Bermagnesium	5-10	1.1-2.2
Batuan Gamping Dolomitan	10-50	2.2-10.9
Dolomit Berkalsium	50-90	10.9-19.7
Dolomit	90-100	19.7-21.8

2.1.1 Persebaran Mineral Dolomit di Indonesia

Madiapoera, T (1990) menyatakan bahwa penyebaran dolomit yang cukup besar terdapat di Propinsi Sumatera Utara, Sumatera Barat, Jawa Tengah, Jawa Timur dan Madura dan Papua. Di beberapa daerah sebenarnya terdapat juga potensi dolomit, namun jumlahnya relatif jauh lebih kecil dan hanya berupa serpihan-serpihan pada endapan batu gamping.¹⁰

- Propinsi Nangroe Aceh Darussalam; Aceh Tenggara, desa Kungki berupa marmer dolomit. Cadangan masih berupa sumber daya dengan kandungan MgO = 19%.
- Propinsi Sumatera Utara; Tapanuli Selatan, desa Pangoloan, berupa lensa dalam batugamping. Cadangan berupa sumber daya dengan kandungan MgO = 11 - 18%.

- Propinsi Sumatera Barat; Daerah Gunung Kajai. (antara Bukittinggi - Payakumbuh).
Umur diperkirakan Permokarbon.
- Propinsi Jawa Barat; daerah Cibinong, yaitu di Pasir Gedogan. Dolomit di daerah ini umumnya berwarna putih abu-abu atau putih serta termasuk batu gamping dolomitan yang bersifat keras, berbentuk kristal.
- Propinsi Jawa Tengah; 10 km timur laut Pamotan. Endapan batuan dolomit dan batu gamping dolomitan.
- Propinsi Jawa Timur;
 - Gn. Ngaten dan Gn. Ngembang, Tuban, formasi batu-gamping Pliosen. MgO = 18,5% sebesar 9 juta m³, kandungan MgO = 14,5% sebesar 3 juta m³;
 - Tamperan, Pacitan. Cadangan berupa sumber daya dengan cadangan sebesar puluhan juta ton. Kandungan MgO = 18%;
 - Sekapuk, sebelah Utara Kampung Sekapuk (Sedayu – Tuban). Terdapat di Bukit Sekapuk, Kaklak dan Malang, formasi gamping umur Pliosen, ketebalan 50 m, bersifat lunak dan berwarna putih. Cadangan sekitar 50 juta m³; Kandungan MgO di Sekapuk (7,1 - 20,54%); di Sedayu (9,95- 21,20 %); dan di Kaklak (9,5 - 20,8%);
 - Gunung Lengis, Gresik. Cadangan sumberdaya, dengan kandungan MgO = 11,1- 20,9 %, merupakan batuan dolomit yang bersifat keras, pejal, kompak dan kristalin;
 - Socah, Bangkalan, Madura; satu km sebelah Timur Socah. Cadangan 430 juta ton dan sumber daya. Termasuk Formasi Kalibeng berumur Pliosen, warna putih, agak lunak, sarang. Ada di bawah batugamping dengan kandungan MgO 9,32 -20,92%.
 - Pacitan, Sentul dan Pancen; batu gamping dolomitan 45,5 - 90,4%, berumur Pliosen. Di Bukit Kaklak, Gresik endapan dolomit terdapat dalam formasi batu-gamping Pliosen, tebal + 35 m dan cadangan sekitar 70 juta m³.

- Propinsi Sulawesi Selatan; di Tonassa, dolomit berumur Miosen dan merupakan serpihan-serpihan dalam batu gamping.
- Propinsi Papua; di Abe Pantai, sekitar Gunung Sejahiro, Gunung Mer dan Tanah Hitam; kandungan MgO sebesar 10,7-21,8%, dan merupakan serpihan-serpihan dan bongkahan-bongkahan dalam batu gamping.

2.1.2 Penggunaan Mineral Dolomit

Mineral dolomit telah banyak di gunakan dalam berbagai bidang. Antara lain, bidang industri, farmasi, pertanian, dsb. Umumnya dolomit lebih banyak berperan dalam bidang industri, penggunaan dolomit dalam industri tidak sebanyak penggunaan batu gamping dan magnesit. Terkadang penggunaan dolomit sama dengan penggunaan batu gamping atau magnesit untuk suatu industri tertentu. Akan tetapi, biasanya para pelaku industri cenderung untuk memilih dolomit karena jumlahnya yang lebih melimpah di alam sehingga lebih mudah didapatkan dan memiliki harga yang murah. Dolomit kalsinasi yang mengandung CaO dan MgO kering juga biasa digunakan sebagai bahan penggosok beberapa barang logam dan mutiara. Nilai ekonomis dolomit akan semakin tinggi jika dolomit diekstraksi sehingga menghasilkan magnesium yang bisa menjadi campuran logam atau lebih di kenal dengan magnesium alloy.³

2.1.3 Manfaat Dolomit Dalam Bidang Pertanian

- Dapat menurunkan/menetralkan kemasaman tanah baik karena kondisi alamiah tanah maupun karena pemberian pupuk seperti Urea/ZA, SP atau TSP yang bersifat masam,
- Dapat mengurangi resiko keracunan Fe dan Al pada tanah masam,
- Kadar Mg dalam Dolomit membantu pembentukan klorofil untuk proses fotosintesis sehingga pertumbuhan dan perkembangan tanaman menjadi optimal,

- Kadar Ca dalam Dolomit dapat memperkuat tegaknya tanaman sehingga tanaman tidak mudah roboh dan tidak mudah terserang hama dan penyakit.

Dolomit merupakan solusi utama bagi pertanian, perkebunan, dan tambak yang banyak diusahakan di atas tanah yang masam, seperti tanah-tanah di luar pulau Jawa. Faktor yang menyebabkan tanah-tanah diluar pulau Jawa memiliki tingkat kemasaman tinggi antara lain karena curah hujan yang tinggi, faktor penggunaan pupuk nitrogen yang berlebihan, asal batuan induk yang memiliki reaksi masam. Untuk itu pengapuran dan pemupukan dengan pupuk dolomit bertujuan untuk mengatasi masalah kemasaman dan miskin hara.¹¹

2.2 Dekomposisi Fasa dari Mineral Dolomit

Mineral dolomit akan terdekomposisi menjadi fasa-fasa yang baru jika di beri perlakuan panas pada waktu dan temperatur konstan tertentu. Senyawa turunan dolomit yang memiliki nilai tambah yang cukup tinggi adalah magnesium oksida.¹² Hasil dekomposisi mineral dolomit disajikan secara lengkap pada tabel di bawah ini.

Tabel 2.4 dekomposisi fasa dolomit pada berbagai temperatur²

No	T (°C)	t (jam)	Fasa yang terbentuk			
			CaMg(CO ₃) ₂	CaCO ₃	MgO	CaO
1	400	1	√			
	500	1	√			
	600	1	√			
2	650	10	√	√	√	
		13	√	√	√	
		24	√	√	√	
3	700	2	√	√	√	
		5	√	√	√	
		10	√	√	√	
4	750	0,5	√	√	√	
		1	√	√	√	

		1,5		√	√	
5	800	0,5		√	√	√
		1		√	√	√
		2		√	√	√
6	900	0.5		√	√	√
		1		√	√	√
		2		√	√	√
7	1000	0,5		√	√	√
		1			√	√
		5			√	√

Variasi temperatur yang digunakan pada proses dekomposisi di atas mengacu pada hasil dari pengukuran dengan menggunakan alat DTA atau *Differential Thermal Analyzer* yang disimpulkan bahwa mineral dolomit akan mulai terdekomposisi pada suhu 400⁰C atau lebih.

Gambar 2.2 kurva DTA mineral dolomit²

2.3 Magnesium Oksida

Magnesium oksida atau bisa juga disebut magnesia merupakan mineral padat yang berwarna putih, yang terbentuk secara alami sebagai periclase dan merupakan sumber utama dari magnesium. Magnesium oksida terbentuk dari ikatan ionik antara satu atom oksigen dan satu atom magnesium. Magnesium oksida di alam bersifat higroskopis, dan harus selalu diproteksi dari campuran lain karena sifatnya yang mudah bereaksi.¹³ Sifat dari magnesium oksida dapat dilihat pada tabel di bawah ini,

Tabel 2.5 sifat fisik magnesium oksida¹³

Molecular formula	MgO
Molar mass	40.3044 g/mol
Appearance	White powder
Density	3.58 g/cm ³
Hardness	5-6 mohs scale
Melting point	2852 °C
Boiling point	3600 °C
Solubility in water	0.086 g/L
Solubility	Soluble in acid, ammonia ; insoluble in alcohol
Band gap	7.8 eV
Refractive index (n_D)	1.736

Tabel 2.6 struktur magnesium oksida¹³

Structure	
Crystal structure	Halite (cubic)
Space group	Fm3m
Coordination geometry	Octahedral (Mg ²⁺); octahedral (O ²⁻)

Gambar 2.3 struktur MgO¹⁴

Saat ini sebagian besar magnesium di peroleh dari mineral alami seperti magnesit(magnesium karbonat), air asin yang banyak mengandung magnesium klorida(MgCl₂), dan air laut. Cadangan deposit magnesit di dunia banyak terdapat di daerah Austria, Brazil, Canada, China, Yunani, Turki, Korea Utara, dan Amerika. Untuk mendapatkan MgO dari magnesit merupakan cara yang termudah di bandingkan dengan sumber lainnya, yaitu hanya dengan memberikan panas yang berkisar antara 700-1000 °C, sehingga magnesium karbonat akan terdekomposisi menjadi magnesium oksida dan karbon dioksida.

MgO juga bisa di peroleh dari resapan air laut yang asin. Air asin yang banyak mengandung $MgCl_2$ biasanya di peroleh dari kedalaman 2500 kaki dari permukaan tanah. Untuk mendapatkan magnesium dari $MgCl_2$ di butuhkan CaO dengan jumlah tertentu yang diperoleh dari mineral dolomit yang dipanaskan dengan temperatur tinggi. Tahapan reaksinya adalah sebagai berikut,

Dolomit yang dipanaskan dengan temperatur yang berkisar antara 400 samapai 800⁰ C juga bisa di jadikan sebagai sumber magnesium dengan tahapan reaksi yang berbeda. Namun, karena faktor ekonomis, saat ini MgO lebih banyak diproduksi dengan $MgCl_2$ sebagai sumbernya.¹⁵

2.3.1 Penggunaan Senyawa Magnesium Oksida

Magnesium oksida banyak digunakan dalam berbagai aplikasi. Dalam bidang farmasi magnesium oksida digunakan untuk mengurangi rasa panas pada perut, dan digunakan sebagai zat antasida/asam semut(asam yang dapat menetralkan asam-asam) selain itu magnesium oksida digunakan pula pada bidang material optik. Pada tabel di bawah ini di sebutkan kegunaan-kegunaan senyawa magnesium oksida dalam berbagai bidang industri.

Tabel 2.7 Kegunaan Magnesium Oksida pada Berbagai Bidang Industri¹⁵

Bidang Aplikasi	Fungsi
Suplemen makan hewan	Sumber ion magnesium untuk ayam dan sapi
Aditif	Meningkatkan titik lebur debu untuk menghasilkan bahan yang bisa dibakar. Mengurangi korosi pipa baja yang digunakan untuk distribusi material cair dan gas
Kimia	Penentuan titik didih awal untuk produksi garam magnesium lain seperti sulfat dan nitrat
Pelapis	Tambahan pigmen dalam cat dan pernis
Konstruksi	Bahan dasar semen oksiklorida yang digunakan untuk lantai, papan dinding, papan serat dan pelapis
Listrik	Semikonduktor: elemen pemanas pengisi insulasi antara kabel dan pelapis bagian luar
Pupuk	Sumber magnesium untuk nutrisi tanaman
Pengecoran	Katalis dan akseptor air
Manufaktur gelas	Bahan untuk pecah belah dan fiberglass
Insulasi	Bahan yang ringan dan fleksibel untuk pipa insulasi.
Minyak pelumas	Tambahan penetral untuk asam
Farmasi	Kandungan khusus $Mg(OH)_2$, $MgCO_3$ digunakan dalam antacid, kosmetik, pasta gigi dan lulur
Manufaktur plastik	Pengisi akseptor asam, katalis penebal dan tambahan pigmen
Industri baja	Proses kalsinasi: perlindungan untuk orientasi

	butir baja silikon yang digunakan dalam transformer listrik
Pemurnian gula	Mengurangi scale build-up saat digunakan dalam klarifikasi dan presipitasi jus
Uranium, galium dan boron	Pengendapan inisiasi oleh netralisasi asam
Perlakuan limbah cair	Penetralisir asam: mengendapkan logam berat.

2.4 Proses Transformasi dan Teori Kinetika

Proses transformasi fasa sangat penting dalam proses pembuatan suatu material. Biasanya transformasi fasa meliputi perubahan mikrostrukturnya. Proses transformasi terbagi menjadi beberapa macam, diantaranya proses transformasi tanpa adanya perubahan komposisi dan fasa pada suatu material dan proses transformasi yang ditandai dengan munculnya fasa baru dan terjadi perubahan komposisi pada material tersebut. Pada proses yang terakhir ini transformasi meliputi proses nukleasi dan proses *growth* (bertambahnya ukuran nuclei).⁶

Dengan menggunakan investigasi kinetik fraksi-fraksi reaksi yang terjadi pada proses transformasi diukur sebagai fungsi waktu pada temperatur yang konstan. Gambar di bawah ini merupakan grafik fraksi transformasi y sebagai fungsi waktu t yang menggambarkan sebagian besar kinetika transformasi untuk material padat dan mengikuti persamaan Avrami di mana nilai K dan n adalah konstanta yang tidak bergantung terhadap waktu.

$$Y = 1 - \exp(-K t^n)$$

Persamaan 1

Gambar 2.4 grafik fraksi transformasi vs log t pada temperatur konstan⁶

Nilai K dan n sangat bergantung pada faktor bentuk dan mekanisme nukleasi serta pertumbuhan kristal. Dengan perkataan lain nilai K dan n dapat ditentukan dari minimal tiga temperatur pembentukan, sedangkan untuk mengetahui besarnya energi aktivasi pembentukan fasa baru dapat digunakan persamaan Arrhenius⁶ sebagai berikut:

$$k = k_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad \text{Persamaan 2}$$

$k = K^{1/n}$ (konstanta kinetik yang tergantung temperatur)

k_0 (konstanta yang tidak tergantung temperatur)

Q (energi aktivasi)

R (konstanta gas)

T (temperatur pembentukan fasa baru)

Diagram TTT (*Time and Temperature Transformation*) dikenal juga dengan nama Diagram IT (*Isothermal Transformation*). Diagram TTT merupakan diagram yang menggambarkan kinetika transformasi atau pertumbuhan fasa yang terjadi pada temperatur tetap. Melalui diagram TTT ini dapat diketahui dengan tepat berapa lama waktu yang diperlukan untuk menghasilkan sejumlah fraksi dari fasa dekomposisi proses transformasi

pada temperatur konstan tertentu. Diagram TTT dapat dikonstruksi oleh kurva kinetik dari persamaan 1 dan persamaan 2 di atas. Di bawah ini diilustrasikan sebuah grafik contoh grafik TTT yang lengkap dari proses tranformasi fasa sistem Fe-C untuk *eutectoid steel*, dimana proses transformasi fasanya meliputi fasa *pearlite*, *martensite*, *bainite*, dan *austenite*.

Grafik 2.5 kurva TTT untuk *eutectoid steel*¹⁶

2.5 Analisis Kuantitatif dan Metode Perbandingan Langsung

Analisis kuantitatif dengan menggunakan teknik sinar X adalah hal yang bergantung pada karakteristik pola difraksi sinar X yang dihasilkan dari sebuah material sehingga bisa ditentukan apakah material itu terdiri dari satu fasa atau lebih. Dengan berpedoman pada buku referensi yang ada dapat di tentukan fasa-fasa yang terdapat pada material tersebut berdasarkan pola difraksinya. Jika material yang di analisis adalah material yang memiliki

lebih dari satu fasa, maka intensitas dari puncak fasa tertentu dalam suatu fasa campuran tergantung pada konsentrasi fasa pada suatu campuran. Namun, hubungan antara intensitas dan konsentrasi tidak linier karena intensitas difraksi sangat tergantung pada koefisien absorpsi campuran yang bervariasi dengan konsentrasi fasa.¹⁷

Intensitas sinar difraksi dari spesimen serbuk fasa polikristal tunggal mengandung butir yang berorientasi acak dalam bentuk plat datar dalam sebuah defraktometer seperti terlihat pada persamaan 3 berikut

$$I = \left(\frac{I_0 A \lambda^3}{32\pi r} \right) \left[\left(\frac{\mu_0}{4\pi} \right)^2 \frac{e^4}{m^2} \right] \frac{1}{v^2} \left[F^2 p \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) \right] \frac{e^{-2M}}{2\mu} \quad \text{Persamaan 3}$$

Dimana I adalah intensitas terintegrasi dari puncak difraksi, I_0 adalah intensitas berkas yang masuk, A adalah panjang gelombang sinar yang masuk, r adalah jari-jari lingkaran defraktometer, μ_0 adalah konstanta dengan harga $4\pi \times 10^{-7} \text{ kg C}^{-2}$, e adalah muatan elektron, m adalah masa elektron, v adalah volume unit sel, F adalah faktor struktur, p adalah faktor pengali, θ adalah sudut Bragg, e^{-2M} adalah faktor temperatur ($M=B ((\sin\theta/\lambda)^2)$, dimana faktor B mengandung temperatur), dan μ adalah koefisien absorpsi linier. Dengan mengingat bahwa $(1+\cos^2 2\theta)/(\sin^2 \theta \cos \theta)$ merupakan faktor polarisasi Lorentz. Persamaan 1 adalah benar untuk unsur murni atau alloy fasa tunggal. Jika ingin menghitung intensitas refleksi dari suatu fasa (α) dalam suatu fasa campuran, kemudian persamaan 3 dikalikan dengan fraksi volume C_α dari fasa α dalam campuran maka intensitas dari refleksi fasa α dapat ditulis sebagai berikut,

$$I_\alpha = \frac{K_1 C_\alpha}{\mu_m} \quad \text{Persamaan 4}$$

Dimana K adalah konstanta. Karena kita berhubungan dengan campuran, kita dapat menggantikan koefisien absorpsi linier μ dengan μ_m , koefisien absorpsi linier campuran. Persamaan 4 dapat dinyatakan dengan μ_m sebagai konsentrasi atau fraksi berat. Untuk campuran biner yang mengandung dua fasa α dan β , maka absorpsi massa dinyatakan sebagai,

$$\frac{\mu_m}{\rho_m} = w\alpha \left[\frac{\mu_\alpha}{\rho_\alpha} \right] + w\beta \left[\frac{\mu_\beta}{\rho_\beta} \right] \quad \text{Persamaan 5}$$

Dimana w menyatakan fraksi berat, μ koefisien absorpsi linier, ρ densitas. Berat dari volume unit campuran adalah ρ_m dan berat dari α dalam campuran adalah $w_\alpha \rho_m$. kemudian volume dari α dalam campuran adalah $w_\alpha \rho_m / \rho_\alpha$ yang sama dengan C_α , persamaan yang sama dapat ditulis untuk C_β . Maka persamaan 4 dapat ditulis menjadi,

$$I_\alpha = \frac{K_1 W_\alpha}{\mu_m \rho_\alpha} \rho_m \quad \text{Persamaan 6}$$

$$I_\alpha = \frac{K_1 W_\alpha}{(\rho_\alpha (\mu/\rho)_m)} \quad \text{Persamaan 7}$$

Meskipun kita tidak dapat mengetahui K_1 , dengan mengambil perbandingan dari I_α untuk intensitas dari beberapa puncak referensi standar, maka harga W_α atau C_α selanjutnya dapat ditemukan dari perbandingan ini.

Didalam prakteknya, C_α dapat ditentukan melalui puncak referensi melalui tiga metode yang berbeda yaitu,

1. Metode standar eksternal
2. Metode perbandingan langsung

3. Metode standar internal

Metode perbandingan langsung sering digunakan untuk estimasi keseimbangan fasa di dalam fasa campuran, sebagai contoh adalah fasa austenit dalam spesimen baja atau jumlah dari besi oksida yang berbeda dalam skala oksidanya di dalam suatu baja atau juga jumlah suatu fasa dalam fasa campuran.⁵ Di dalam persamaan 3 dapat dimasukkan,

$$K_2 = \frac{I_0 A \lambda^3}{32 \pi r^2} \left[\left(\frac{\mu_0}{4\pi} \right)^2 \frac{e^4}{m^2} \right] \quad \text{Persamaan 8}$$

$$R = \frac{1}{v^2} \left[F^2 P \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) \right] e^{-2m} \quad \text{Persamaan 9}$$

Maka intensitas difraksi akan menjadi

$$I = \frac{K_2 R}{2\mu} \quad \text{Persamaan 10}$$

Dimana K_2 adalah suatu konstanta, yang tidak tergantung dari tipe dan jumlah dari unsur difraksi akan tetapi hanya tergantung pada defraktometer. Di sisi lain, R tergantung pada sifat fasa, θ , dan hkl. Persamaan 10 dapat ditulis untuk dua fasa yang berbeda α dan β sebagai berikut,

$$I_\alpha = \frac{K_2 R_\alpha C_\alpha}{2\mu_m} \quad \text{Persamaan 11}$$

Dan persamaan 10

$$I_\beta = \frac{K_2 R_\beta C_\beta}{2\mu_m} \quad \text{Persamaan 12}$$

Kemudian persamaan 9 di bagi dengan persamaan 10 maka K_2 dan μ_m dapat dihilangkan menjadi persamaan 11 berikut ini,

$$\frac{I_\alpha}{I_\beta} = \frac{R_\alpha C_\alpha}{R_\beta C_\beta} \quad \text{Persamaan 13}$$

Harga C_α/C_β dapat diperoleh dari pengukuran I_α/I_β dan kalkulasi dari R_α dan R_β , yang diperlukan suatu pengetahuan tentang struktur kristal dan parameter kisi dari dua fasa. Jika perbandingan C_α/C_β ditemukan maka C_α atau C_β akan diketahui dari persamaan berikut,

$$C_\alpha + C_\beta = 1 \quad \text{Persamaan 14}$$

Metode perbandingan langsung ini dapat diperluas untuk ketika kondisi ketika sampel mengandung lebih dari dua fasa. Hal yang harus diperhatikan dalam penggunaan metode perbandingan langsung adalah refleksi α dan β yang dipilih harus tidak terjadi overlap antara satu dengan yang lain agar tidak sulit untuk menghitung intensitasnya (harus terjadi pemisahan dengan baik)¹⁸.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Diagram Alir Penelitian

Pada Gambar 3.1 diperlihatkan diagram alir penelitian yang menjadi acuan tahap-tahap penelitian ini.

Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

Bahan dan Peralatan Penelitian

Bahan-bahan utama pada penelitian ini antara lain, bubuk magnesium oksida dan kalsit produksi Merck yang digunakan untuk membuat sampel referensi, dan serbuk dolomit halus yang tersedia di laboratorium Departemen Fisika Universitas Indonesia.

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain timbangan digital Bosch tipe SAE 200, disk mill vibrator, dan furnace thermolyn. Peralatan untuk pengujian sampel menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD)- Phillips PW 3710 dengan kontrol komputer yang dilengkapi dengan program PC APD menggunakan radiasi Co K_{α} dengan $\lambda = 1,7889 \text{ \AA}$ pada kondisi tegangan $\sim 40 \text{ kV}$ dan arus 30 mA pada rentang sudut difraksi $20\text{-}100^{\circ}$.

Tahapan Penelitian

kegiatan utama penelitian ini adalah tentang kinetika pembentukan senyawa MgO hasil dekomposisi material dolomit selama proses pemanasan tetap yang juga dengan variasi waktu tertentu. Temperatur dekomposisi dalam kegiatan ini dipilih masing-masing pada temperatur 675°C , 700°C , dan 750°C dan pada ketiga temperatur tetap ini diidentifikasi senyawa hasil dekomposisi adalah magnesium oksida, kalsit, dan mineral dolomit yang masih belum terdekomposisi. Adapun kinetika transformasi fasa dari dolomit menjadi fasa MgO diasumsikan mengikuti persamaan avrami (persamaan 1 dan persamaan 2). Dari persamaan ini parameter kinetik seperti K , k_o , n , Q dapat ditentukan setelah ditentukannya fraksi volume untuk masing-masing sampel dengan menggunakan metode perbandingan langsung yang merupakan analisis kuantitatif dengan menggunakan teknik difraksi sinar X.

3.2. Preparasi Sampel

Proses preparasi sampel ini meliputi proses preparasi untuk sampel referensi untuk mengetahui perbandingan nilai-R dan proses preparasi sampel dolomit yang akan diberikan perlakuan panas pada waktu tertentu dan temperatur yang konstan. Dolomit yang digunakan berupa serbuk kasar yang kemudian dihaluskan dengan menggunakan alat disk mill vibrator. variasi waktu pemanasan dilakukan pada temperatur 675°C , 700°C , dan 750°C (lihat tabel 3.1) dengan menggunakan *furnace termolyne* yang ada di Laboratorium Departemen Fisika FMIPA Universitas Indonesia - Depok.

Tabel 3.1 kode-kode sampel yang digunakan pada penelitian

Kode Sampel	Variasi T dan t
Dol-A1	675°C , 5 jam
Dol-A2	675°C , 8 jam
Dol-A3	675°C , 12 jam
Dol-B1	700°C , 2 jam
Dol-B2	700°C , 5 jam
Dol-B3	700°C , 10 jam
Dol-D1	750°C , 45 menit
Dol-D2	750°C , 60 menit
Dol-D3	750°C , 90 menit

Sedangkan preparasi sampel referensi digunakan senyawa murni yang berupa campuran dari MgO , CaCO_3 dan $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ dengan perbandingan komposisi tertentu. Sampel-sampel tersebut seterusnya dinamakan sebagai, Ref 1, Ref 2, dan Ref 3 dengan komposisi yang diperlihatkan pada tabel di bawah ini,

Tabel 3.2 komposisi tiga sampel referensi dalam wt%

Sampel Referensi	Dolomit (wt%)	CaCO ₃ (wt%)	MgO (wt%)
Ref 1	75	20	5
Ref 2	60	30	10
Ref 3	40	40	20

3.3. Pengambilan Data

Pengujian sampel dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer (XRD)*-Phillips PW 3710 dengan kontrol komputer yang dilengkapi dengan PC APD menggunakan radiasi Cu K α pada $\lambda = 1,7889 \text{ \AA}$ pada kondisi tegangan $\sim 40 \text{ kV}$ dan arus 30 mA pada rentang sudut difraksi 20-100 $^\circ$ yang dilakukan di Laboratorium Program Studi Ilmu Material Program Pascasarjana FMIPA, Universitas Indonesia, Salemba – Jakarta.

3.4. Analisis Data

Analisis data dimulai dengan menganalisis sampel simulasi campuran antara MgO, CaCO₃, CaMg(CO₃)₂ yang dibuat dengan perbandingan nilai konsentrasi yang telah ditentukan, kemudian diukur dengan menggunakan XRD sehingga diperoleh besarnya intensitas puncak masing-masing senyawa, nilai ini dimasukkan ke persamaan 13 yang pada akhirnya diperoleh nilai R ratio. Dari nilai R ratio ini dapat dihitung fraksi volume untuk semua sampel dolomit yang diberikan perlakuan panas dengan variasi waktu dan temperatur. Kemudian, Analisis data dilanjutkan dengan menggunakan persamaan 1 untuk menentukan nilai parameter tetapan laju (K), dan konstanta n . Harga K dan n diperoleh dari persamaan regresi linier pada masing-masing temperature sesuai dengan persamaan kinetik Avrami (persamaan 1). Kurva sigmoidal dapat dibangun dengan memasukkan kedua harga tersebut ke persamaan $Y = 1 - \exp(-Kt^n)$ dalam bentuk $\ln t$ dan $Y(\%)$. Selain itu juga dihitung besar

energi aktivasi pembentukan fasa MgO dari persamaan 2 dalam bentuk $\ln t$ dan $1/T$ agar diketahui parameter kinetik lainnya yaitu nilai k_0 dalam proses transformasi tersebut. Berdasarkan data tersebut dapat dikonstruksi diagram TTT pada temperatur 675°C, 700°C, dan 750°C dalam bentuk T dan $\log t$ dengan mengasumsikan nilai Y sebesar 10%, 50% dan 90%.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Identifikasi fasa pada mineral dolomit murni

Pada gambar 4.1 ditunjukkan pola difraksi dari serbuk mineral dolomit sebelum mengalami perlakuan panas pada sudut difraksi antara 20° sampai 100° . Dalam rentang sudut ini dapat diidentifikasi 9 puncak difraksi dari mineral dolomit sebagaimana yang tercantum pada tabel 4.1.

Gambar 4.1 pola difraksi sinar-x mineral dolomit

Jarak antar bidang kristal atom (d-spacing) pada masing-masing puncak pada sampel mineral dolomit ini dapat diketahui dengan menggunakan program PC APD, dan identifikasi senyawa-senyawa yang terkandung dalam sampel mineral dolomit ini dilakukan dengan

membandingkan nilai d-spacing yang terukur dengan nilai d-spacing standar yang terdapat dalam database International Committee Diffraction Data (ICDD).

Tabel 4.1 hasil identifikasi puncak difraksi sinar-x dari mineral dolomit

no	2θ	d ukur	d standar	senyawa	h k l	card number
1	27.889	3.71175	3.6945	CaMg(CO ₃) ₂	0 1 2	75-1763
2	36.078	2.88857	2.8866	CaMg(CO ₃) ₂	1 0 4	75-1763
3	38.959	2.68237	2.6703	CaMg(CO ₃) ₂	0 0 6	75-1763
4	43.507	2.41348	2.404	CaMg(CO ₃) ₂	1 1 0	75-1763
5	48.056	2.19675	2.1949	CaMg(CO ₃) ₂	1 1 3	75-1763
6	52.453	2.02407	2.0149	CaMg(CO ₃) ₂	2 0 2	75-1763
7	59.882	1.79216	1.7866	CaMg(CO ₃) ₂	1 1 6	75-1763
8	70.494	1.54995	1.5442	CaMg(CO ₃) ₂	2 1 2	75-1763
9	80.113	1.39094	1.3879	CaMg(CO ₃) ₂	3 0 0	75-1763

Dari hasil identifikasi puncak-puncak difraksi sampel mineral dolomit, terlihat bahwa nilai d-spacing dari puncak-puncak tersebut sesuai dengan pola difraksi dari senyawa pada database ICDD dengan nomor 75-1763, yang merupakan pola difraksi dari senyawa dengan nama Calcium Magnesium Carbonat. Dari hasil pengujian ini dapat dibuktikan bahwa mineral dolomit memiliki senyawa utama yaitu CaMg(CO₃)₂, selain itu dapat diasumsikan pula bahwa mineral dolomit terdiri dari 100% senyawa CaMg(CO₃)₂.

4.2 Dekomposisi fasa mineral dolomit

Telah dilakukan penelitian untuk mengidentifikasi fasa dari sampel dolomit pasca proses kalsinasi pada rentang temperatur 400 0C sampai 1000 0C. Dari hasil identifikasi diperoleh bahwa telah terjadi proses dekomposisi dolomit yang memiliki rumus senyawa

$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ menjadi suatu senyawa baru berupa CaCO_3 dan MgO pada temperatur $650\text{ }^\circ\text{C}$ sampai dengan $750\text{ }^\circ\text{C}$. Kemudian pasca kalsinasi pada suhu di atas $800\text{ }^\circ\text{C}$ mineral dolomit akan terdekomposisi menjadi fasa CaO dan MgO .²

Dari hasil penelitian tersebut dilakukan penelitian untuk studi kinetika dekomposisi fasa dolomit menjadi MgO pada rentang temperatur $675\text{ }^\circ\text{C}$ sampai $775\text{ }^\circ\text{C}$ yang secara eksperimental terbukti bahwa pada rentang temperatur ini dolomit terdekomposisi menjadi CaCO_3 dan MgO .

4.3 Kinetika pembentukan senyawa MgO dari dolomit

Dalam studi kinetika pembentukan MgO dari hasil dekomposisi dolomit pasca kalsinasi, digunakan metode perbandingan langsung untuk mengetahui banyaknya dolomit yang terdekomposisi menjadi CaCO_3 dan MgO dan dolomit yang belum terdekomposisi. Dari rumus metode perbandingan langsung (persamaan 13 dan 14) dapat ditulis menjadi,

$$\frac{I \text{ CaMg}(\text{CO}_3)_2}{I \text{ CaCO}_3} = \frac{R \text{ CaMg}(\text{CO}_3)_2}{R \text{ CaCO}_3} \frac{C \text{ CaMg}(\text{CO}_3)_2}{C \text{ CaCO}_3} \quad \text{persamaan 15}$$

$$\frac{I \text{ CaMg}(\text{CO}_3)_2}{I \text{ MgO}} = \frac{R \text{ CaMg}(\text{CO}_3)_2}{R \text{ MgO}} \frac{C \text{ CaMg}(\text{CO}_3)_2}{C \text{ MgO}} \quad \text{persamaan 16}$$

$$\frac{I \text{ CaCO}_3}{I \text{ MgO}} = \frac{R \text{ CaCO}_3}{R \text{ MgO}} \frac{C \text{ CaCO}_3}{C \text{ MgO}} \quad \text{persamaan 17}$$

dimana,

$$C \text{ CaMg}(\text{CO}_3)_2 + C \text{ CaCO}_3 + C \text{ MgO} = 1 \quad \text{persamaan 18}$$

Dari persamaan di atas nilai konsentrasi masing-masing senyawa dapat di hitung dari hubungan nilai I (Integrated Intensity/peak area) dari $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$, CaCO_3 , MgO dan besarnya nilai R yang merupakan besaran kristalografi yang diperlukan pengetahuan dan

informasi yang cukup kompleks tentang struktur kristal dan parameter kisi dari masing-masing fasa. Besarnya nilai R tidak hanya dapat diketahui dengan penghitungan besaran kristalografi, tetapi dapat pula ditentukan dengan membuat suatu campuran yang telah diketahui komposisinya untuk kemudian di ukur masing-masing intensitasnya dengan menggunakan alat uji XRD.

Besarnya nilai $\frac{R_{CaMg(CO_3)_2}}{R_{CaCO_3}}$, $\frac{R_{CaMg(CO_3)_2}}{R_{MgO}}$, $\frac{R_{CaCO_3}}{R_{MgO}}$ pada persamaan 15, 16, dan 17 ditentukan dengan membuat suatu sampel campuran yang telah diketahui komposisinya. Untuk menentukan nilai R ini dibuat tiga buah sampel campuran dengan variasi komposisi yang diharapkan nilai R yang dihasilkan tidak jauh berbeda. Selanjutnya sampel campuran ini dinamakan sampel referensi. Besarnya komposisi masing-masing sampel referensi dapat dilihat dari tabel di bawah ini,

Tabel 4.2 komposisi sampel referensi dalam (wt%)

Sampel Referensi	Dolomit (wt%)	CaCO ₃ (wt%)	MgO (wt%)
Ref 1	75	20	5
Ref 2	60	30	10
Ref 3	40	40	20

Tabel 4.3 komposisi sampel referensi dalam % fraksi volume

Sampel Referensi	Dolomit	CaCO ₃	MgO
Ref 1	0.71	0.21	0.04
Ref 2	0.60	0.32	0.08
Ref 3	0.41	0.43	0.16

Hasil pengukuran difraksi sinar-x dan pengidentifikasiannya dari ketiga sampel referensi dapat dilihat pada gambar dan tabel di bawah ini,

Gambar 4.2 pola difraksi sinar-x sampel referensi 1

Tabel 4.4 identifikasi fasa sampel referensi 1

no	2θ	d ukur	d standard	senyawa	h k l	Card number
1	34.217	3.04052	3.0355	CaCO ₃	1 0 4	47-1743
2	35.963	2.89751	2.8866	CaMg(CO ₃) ₂	1 0 4	75-1763
3	38.998	2.67979	2.6703	CaMg(CO ₃) ₂	0 0 6	75-1763
4	41.985	2.49684	2.4948	CaCO ₃	1 1 0	47-1743
5	43.592	2.40905	2.43	MgO	1 1 1	02-1207
6	46.054	2.28672	2.2846	CaCO ₃	1 1 -3	47-1743
7	48.099	2.19492	2.1921	CaMg(CO ₃) ₂	1 1 -3	75-1763
8	50.540	2.09537	2.1	MgO	2 0 0	02-1207
9	51.256	2.06802	2.0345	CaMg(CO ₃) ₂	0 2 1	75-1763

10	55.308	1.92721	1.9273	CaCO ₃	0 2 4	47-1743
----	--------	---------	--------	-------------------	-------	---------

Gambar 4.3 pola difraksi sinar-x sampel referensi 2

Tabel 4.5 identifikasi fasa sampel referensi 2

no	2θ	d ukur	d standard	senyawa	h k l	Card number
1	34.228	3.03445	3.0355	CaCO ₃	1 0 4	47-1743
2	36.076	2.88871	2.8866	CaMg(CO ₃) ₂	1 0 4	75-1763
3	39.198	2.66664	2.6703	CaMg(CO ₃) ₂	0 0 6	75-1763
4	43.735	2.40153	2.43	MgO	1 1 1	02-1207
5	46.177	2.28097	2.2846	CaCO ₃	1 1 -3	47-1743
6	48.199	2.19064	2.1921	CaMg(CO ₃) ₂	1 1 -3	75-1763
7	50.653	2.09101	2.1	MgO	2 0 0	02-1207
8	51.411	2.06221	2.0345	CaMg(CO ₃) ₂	0 2 1	75-1763

9	55.357	1.92564	1.9273	CaCO ₃	0 2 4	47-1743
10	57.026	1.8753	1.8753	CaCO ₃	1 1 -6	47-1743

Gambar 4.4 pola difraksi sinar-x sampel referensi 3

Tabel 4.6 identifikasi fasa sampel referensi 3

no	2θ	d ukur	d standard	senyawa	h k l	Card number
1	34.185	3.04336	3.0355	CaCO ₃	1 0 4	47-1743
2	35.945	2.89889	2.8866	CaMg(CO ₃) ₂	1 0 4	75-1763
3	44.270	2.37393	2.43	MgO	1 1 1	02-1207
4	46.072	2.28584	2.2846	CaCO ₃	1 1 -3	47-1743
5	48.083	2.19558	2.1921	CaMg(CO ₃) ₂	1 1 -3	75-1763
6	50.441	2.09921	2.1	MgO	2 0 0	02-1207
7	55.714	1.91429	1.9273	CaCO ₃	0 2 4	47-1743
8	56.924	1.87689	1.8753	CaCO ₃	1 1 -6	47-1743

9	59.407	1.80517	1.8048	CaMg(CO ₃) ₂	0 1 8	75-1763
10	60.054	1.78751	1.7886	CaMg(CO ₃) ₂	1 1 -6	75-1763

Dari hasil uji difraksi sinar-x dapat dilihat bahwa puncak-puncak fasa CaMg(CO₃)₂, CaCO₃, dan MgO dapat terdeteksi dengan baik. Karena banyaknya puncak yang terdeteksi maka dalam penghitungan nilai $\frac{R \text{ CaMg(CO}_3)_2}{R \text{ CaCO}_3}$, $\frac{R \text{ CaMg(CO}_3)_2}{R \text{ MgO}}$, $\frac{R \text{ CaCO}_3}{R \text{ MgO}}$ akan diambil puncak pola difraksi sinar-x masing-masing fasa yang terdeteksi pada kisaran sudut 46⁰ untuk CaCO₃, 48⁰ untuk CaMg(CO₃)₂, dan sudut 50⁰ untuk MgO. Hasil dari proses penghitungan nilai R (lampiran 1) disajikan pada tabel di bawah ini,

Tabel 4.7 nilai $\frac{R \text{ CaMg(CO}_3)_2}{R \text{ CaCO}_3}$

Sampel	fraksi	% volume	2θ	I	$\frac{R \text{ CaMg(CO}_3)_2}{R \text{ CaCO}_3}$
Ref 1	CaMg(CO ₃) ₂	0.70	48.099	139.56	0.93
	CaCO ₃	0.21	46.054	42.35	
Ref 2	CaMg(CO ₃) ₂	0.60	48.199	107.9	1.06
	CaCO ₃	0.32	46.177	53.72	
Ref 3	CaMg(CO ₃) ₂	0.41	48.083	66.9	1.08
	CaCO ₃	0.43	46.072	65.87	

Tabel 4.8 nilai $\frac{R \text{ CaMg(CO}_3)_2}{R \text{ MgO}}$

Sampel	fraksi	% volume	2θ	I	$\frac{R \text{ CaMg(CO}_3)_2}{R \text{ MgO}}$
--------	--------	----------	----	---	--

Ref 1	CaMg(CO ₃) ₂	0.70	48.099	139.56	0.32
	MgO	0.04	50.540	23.08	
Ref 2	CaMg(CO ₃) ₂	0.60	48.199	107.9	0.42
	MgO	0.08	50.653	34.24	
Ref 3	CaMg(CO ₃) ₂	0.41	48.083	66.9	0.55
	MgO	0.16	50.441	45.64	

Tabel 4.9 nilai $\frac{R \text{ CaCO}_3}{R \text{ MgO}}$

Sampel	fraksi	% volume	2θ	I	$\frac{R \text{ CaCO}_3}{R \text{ MgO}}$
Ref 1	CaCO ₃	0.70	46.054	42.35	0.35
	MgO	0.21	50.540	23.08	
Ref 2	CaCO ₃	0.60	46.177	53.72	0.39
	MgO	0.32	50.653	34.24	
Ref 3	CaCO ₃	0.41	46.072	65.87	0.55
	MgO	0.43	50.441	45.64	

Dari hasil penghitungan nilai R di atas dapat terlihat bahwa nilai R untuk masing-masing

sampel referensi tidak jauh berbeda, sehingga salah satu nilai $\frac{R \text{ CaMg(CO}_3)_2}{R \text{ CaCO}_3}$,

$\frac{R \text{ CaMg(CO}_3)_2}{R \text{ MgO}}$, $\frac{R \text{ CaCO}_3}{R \text{ MgO}}$ dapat digunakan untuk menghitung besarnya % fraksi volume dari

sampel mineral dolomit yang di beri perlakuan panas dengan temperatur dan waktu pemanasan yang berbeda-beda.

Untuk menghitung besarnya nilai fraksi volume senyawa-senyawa pada sampel mineral dolomit pasca kalsinasi digunakan hubungan keempat persamaan metode perbandingan langsung (persamaan 15, 16, 17, dan 18), dengan nilai $\frac{R \text{ CaMg}(\text{CO}_3)_2}{R \text{ CaCO}_3}$, $\frac{R \text{ CaMg}(\text{CO}_3)_2}{R \text{ MgO}}$, $\frac{R \text{ CaCO}_3}{R \text{ MgO}}$ telah diketahui pada tabel-tabel di atas, dan nilai $\frac{I \text{ CaMg}(\text{CO}_3)_2}{I \text{ CaCO}_3}$, $\frac{I \text{ CaMg}(\text{CO}_3)_2}{I \text{ MgO}}$, $\frac{I \text{ CaCO}_3}{I \text{ MgO}}$ diperoleh dari pola difraksi sinar-x. Besarnya nilai fraksi volume senyawa-senyawa pada masing-masing mineral dolomit pasca kalsinasi (penghitungan pada lampiran 2) terlihat pada tabel di bawah ini.

Tabel 4.10 fraksi volume dolomit, CaCO_3 , dan MgO

T	t(menit)	fraksi volume			
		$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$	CaCO_3	MgO	% MgO dari $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$
675	300	0.41	0.42	0.17	29
	480	0.26	0.53	0.21	44
	720	0.01	0.71	0.28	90
700	120	0.52	0.34	0.14	20
	300	0.22	0.56	0.22	50
	600	0.01	0.71	0.28	90
750	45	0.48	0.37	0.15	23
	60	0.15	0.61	0.24	61
	90	0.01	0.71	0.28	90

Nilai-nilai fraksi volume masing-masing senyawa untuk temperatur tertentu di atas akan dimasukkan ke dalam persamaan kinetika Avrami (persamaan 1) sebagai nilai Y. Dari penurunan persamaan 1 yang menyatakan hubungan antara Nilai $\ln\{\ln/(1-Y)^{-1}\}$ terhadap

nilai $\ln t$ (persamaan 19) akan di ketahui parameter-parameter kinetik, yaitu nilai n , dan K pada proses dekomposisi dolomit menjadi MgO untuk masing-masing temperatur (lihat lampiran 3) Sebagaimana yang terlihat pada tabel 4.11. Dengan demikian nilai k juga akan di ketahui dengan menggunakan hubungan $k = K^{1/n}$.

$$\ln\{\ln(1-Y)^{-1}\} = \ln K + n \ln t$$

persamaan 19

Gambar 4.5 plot grafik $\ln\{\ln(1-Y)^{-1}\}$ terhadap $\ln t$

Tabel 4.11 nilai n , K , dan k dari persamaan Avrami

T(kelvin)	n	K	K
948	2.14	1.4×10^{-6}	0.0019
973	1.44	2.1×10^{-4}	0.0028
1023	3.07	2.4×10^{-6}	0.0151

Dengan di ketahuinya nilai n dan K pada proses transformasi dolomit menjadi MgO , maka plot persamaan kinetika pada masing-masing temperatur atau yang di kenal sebagai kurva S akan terlihat seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.5.

Gambar 4.5 kurva sigmoidal pembentukan fasa MgO berdasarkan eksperimen

Dari parameter-parameter kinetik yang telah di ketahui yaitu nilai n , k , dan K akan ditentukan nilai k_0 yaitu suatu nilai konstanta yang tidak bergantung terhadap temperatur dan akan di tentukan pula energi aktivasi pembentukan fasa baru yang dalam hal ini adalah pembentukan fasa MgO dari dolomit sesuai persamaan Arrhenius (persamaan 3). Penurunan persamaan 3 akan menghasilkan;

$$\ln k = (Q/R) (1/T) + \ln k_0 \quad \text{persamaan 20}$$

Dari plot grafik yang merupakan hubungan antara $\ln k$ terhadap $1/T$ (gambar 4.6) dan sesuai dengan persamaan regresi linearnya akan diperoleh nilai k_0 yaitu sebesar 8.1×10^9 dan besarnya energi aktivasi (Q) pada proses transformasi sebesar 230.3 KJ/mol (penghitungan pada lampiran 4). Nilai Q yang diperoleh dari percobaan dalam proses transformasi dolomit menjadi MgO ternyata masih masuk kedalam batas dari nilai energi aktivasi mineral padatan yaitu berkisar antara 100 - 400 kJ/mol.²

Gambar 4.6 hubungan antara Ln k dan 1/T

Setelah diketahuinya parameter-parameter kinetik pada proses transformasi dolomit menjadi MgO dan dengan memasukan nilai k pada persamaan 2 ke dalam persamaan 1 dan dengan menggunakan hubungan $k = K^{1/n}$ maka akan diperoleh persamaan umum kinetika pada proses transformasi sebagai fungsi waktu dan temperatur sebagai berikut :

$$Y = 1 - \exp(-K t^n) \quad \text{persamaan 1}$$

$$k = k_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad \text{persamaan 2}$$

Dimana,

$$k = K^{1/n}$$

maka persamaan 1 menjadi,

$$Y = 1 - \exp[-k_0 \cdot t \cdot \exp(-Q/RT)]^n \quad \text{persamaan 21}$$

Sehingga diperoleh persamaan kinetik transformasi yaitu,

Persamaan kinetik di atas akan dijadikan dasar membangun kurva sigmoidal pada berbagai temperatur (gambar 4.7) dan untuk mengkonstruksi diagram *Time Temperature Transformation* atau *TTT diagram* yang dapat dijadikan acuan pemilihan temperatur dan waktu yang tepat untuk menghasilkan fraksi volume MgO yang diinginkan. Dari kurva sigmoidal dapat dilihat bahwa pembentukan fasa MgO sangat efektif terjadi pada temperatur 750°C karena hanya dibutuhkan waktu yang relatif singkat yaitu sekitar 100 menit untuk mendapatkan fasa MgO sebanyak 90%. Pada temperatur transformasi yang lain misalnya 700°C dibutuhkan waktu 400 menit dan pada temperatur 675°C dibutuhkan waktu lebih lama lagi yaitu 900 menit untuk memperoleh fraksi volume fasa MgO yang sama. Diagram TTT pembentukan MgO dari dolomit dapat dilihat pada Gambar 4.8 (penghitungan pada lampiran 5). Berdasarkan diagram TTT tersebut dapat diketahui bahwa pemilihan temperature dan waktu yang tepat sangat diperlukan untuk memperoleh fraksi MgO yang diinginkan.

Gambar 4.7 kurva sigmoidal untuk berbagai temperature

Gambar 4.8 diagram TTT dekomposisi fasa dolomit menjadi MgO

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil dan pembahasan pada bab sebelumnya, dapat disimpulkan bahwa,

1. Mineral dolomit yang dijadikan objek utama penelitian ini merupakan suatu senyawa yang memiliki rumus struktur $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$. Pada rentang temperatur 675°C sampai 750°C dolomit terdekomposisi menjadi senyawa baru berupa campuran CaCO_3 dan MgO , dengan besarnya nilai fraksi volume masing-masing senyawa sangat bergantung dari temperatur dan lamanya waktu pemanasan.
2. Dekomposisi dolomit pada pemanasan temperatur tetap mengikuti kinetik Avrami dengan persamaan kinetik:

$$Y = 1 - \exp [-8,1 \times 10^9 \cdot t \cdot \exp (-230,3 \times 10^3 / RT)]^{2,22}$$

3. Telah dikonstruksi diagram TTT dekomposisi material dolomit.

5.2 Saran

Saran yang dapat dilakukan sebagai perbandingan hasil penelitian ini yaitu dengan melakukan analisis kuantitatif XRD dengan metode yang berbeda dan validasi diagram TTT dengan mengekstraksi MgO dari dolomit yang telah dipanaskan pada temperatur dan waktu tertentu.

DAFTAR PUSTAKA

1. Erlina Yustanti, “Ekstrasi Calcite dan Hydromagnesite dalam Dolomit Secara Hidrasi dan Karbonisasi”, Tesis Magister Ilmu Material, PPS-FMIPA, Universitas Indonesia, 2004.
2. Dianafitri, “Kinetika Pembentukan Fasa MgO Dari Dolomit dan Ekstrasi MgO Melalui Proses Hidrasi dan Karbonisasi”, Tesis Magister Ilmu Kimia, PPS-FMIPA, Universitas Indonesia, 2006.
3. Lukman Hadi Surya, “Proses Perolehan Magnesium Dengan Cara Elektrolisis Bahan Hidromagnesit dan Magnesium Oksida”, Skripsi Program Studi Fisika, FMIPA, 2008.
4. M. Iul Sidik, “Studi Analisis Dekomposisi Fasa & Ekstrasi MgO Pada Mineral Dolomit”, Skripsi Program Studi Fisika, FMIPA, 2006.
5. Cullity, B. D. Elements of X-Ray Diffraction. 1978. Addison Wesley Publishing Company Inc. page 407-415
6. Callister, William D. Materials Science and Engineering. 2000. John Wiley & Sons, Inc. page 325-327
7. Tekmira.ESDM.
<http://www.tekmira.esdm.go.id/data/Dolomit/ulasan.asp?xdir=Dolomit&commId=10&comm=Dolomit> . di unduh pada tanggal 10 maret 2010 pukul 13.00
8. Althoff P.L. 1977. Structural Refinement of Dolomite and a Magnesian Calcite and Implication for Dolomit Formation in the Marine Environment. American Mineralogist volume 62, pages 772-783.

9. Antao Style M., Mulder Willem H., Hasaan Ismael, Wilson A. Crichton, Parise John B. Cation Disorder in Dolomite and Its influence on the Aragonite+Magnesite & Dolomite Reaction Boundary. 2004. American Mineralogist volume 89, pages 1142-1147.
10. Dolomit gresik . <http://dolomit-gresik.blogspot.com/>. di unduh pada tanggal 24 Februari 2010 pukul 13.00.
11. Pupuk Dsp. <http://www.pupukdsp.com/> di unduh pada tanggal 24 Februari 2010 pukul 13.00.
12. Yustanti E., Azwar Manaf. Ekstraksi MgO dari Mineral Dolomit Melalui Proses Hidrasi dan Karbonisasi. 2004. Peningkatan Daya Saing Nasional Dalam Pemanfaatan Sumber Daya Alam dan Energi Alternatif. ISSN 1410-9891.
13. Wikipedia. http://en.wikipedia.org/wiki/Talk:Magnesium_oxide di unduh pada tanggal 10 Maret 2010 pukul 13.00.
14. Wikipedia. NaCl_polyhedra. http://en.wikipedia.org/wiki/File:NaCl_polyhedra.png. di unduh pada tanggal 10 Maret 2010 pukul 13.00.
15. Magnesiaspecialties. <http://www.magnesiaspecialties.com/students.htm>. di unduh pada tanggal 10 maret 2010 pukul 13.00.
16. Fe-C system. Lecture handout of material phase transformation. 2009. Departemen Fisika. Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam. Universitas Indonesia.
17. Katalog.Pdii.Lipi.
<http://katalog.pdii.lipi.go.id/index.php/searchkatalog/downloadDatabyId/6590/6591.pdf>
di unduh pada tanggal 8 maret 2010 pukul 14.00

18. Handayani Murni. Setiawan Iwan. 2005. Analisis Kuantitatif Campuran Serbuk SiO_2 Ca(OH)_2 dengan Difraksi Sinar X Menggunakan Metode Perbandingan Langsung. Seminar Material dan Metalurgi. Serpong 29 Desember 2005. ISBN 9-793-68847-5