



Karakterisasi Fasa dan Morfologi Serbuk Nano *Manganese Oxide* (MnO) dengan Variasi *Sintering Time*

M.I.N. Sasongko

Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Widyagama Malang, Jl. Borobudur No. 35 Malang, Indonesia
Corresponding author email: ilman151294@gmail.com

INFORMASI ARTIKEL

Diterima: 28 Januari
Direvisi: 10 Februari 2022
Disetujui: 5 Maret 2022
Tersedia online: 15 Maret 2022

ABSTRACT

Phase and morphology characterization of powder Manganese Oxide (MnO) aims to reduce the grain size of micro sized MnO material into nano size using sol-gel method with sintering time variations. The results showed the phase changes in the MnO 30 minutes, 60 minutes and 90 minutes indicates the size of the crystal grains of 47,3.nm, 68,299 nm, and 84, 547 nm. (2) The change is significant, because the crystals MnO Raw at 143,44 nm. (3) Changes in the morphology shows a triangular Raw MnO after synthesis, transformed into spherical grains by agglomeration membranes MnO. The study has managed to change the grain size of micro sized MnO into nano.

Keywords: Phase, Manganese Oxide, MnO, Morphology, Sol-gel, Synthesis, Stirring time

ABSTRAK

Karakterisasi fasa dan morfologi serbuk Manganese Oxide (MnO) bertujuan untuk memperkecil ukuran butir material MnO dari ukuran mikro menjadi ukuran nano menggunakan metode sol-gel dengan variasi waktu sintering. Hasil penelitian menunjukkan perubahan fasa pada MnO 30 menit, 60 menit dan 90 menit menunjukkan ukuran butir kristal sebesar 47,3.nm, 68,299 nm, dan 84, 547 nm. (2) Perubahan sangat signifikan, karena butir kristal MnO Raw sebesar 143,44 nm. (3) Perubahan morfologi menunjukkan MnO Raw berbentuk segitiga setelah dilakukan sintesis, berubah menjadi bulat dengan aglomerasi pada membran butir MnO. Penelitian tersebut telah berhasil merubah ukuran butir MnO dari ukuran mikro menjadi nano.

DOI:

<https://doi.org/10.26905/jtmt.v18i1.8122>

Kata Kunci: Fasa, *Manganese Oxide*, MnO, Morfologi, *Sol-gel*, Sintesis, *Stirring time*

1. Pendahuluan

Dalam perkembangan globalisasi yang sangat pesat saat ini, kebutuhan akan manganese oxide juga semakin meningkat dengan seiring berkembangnya industri dan penelitian akan manganese oxide. Manganese oxide dalam ilmu pengetahuan digunakan sebagai material bahan penelitian yang bertujuan untuk mengembangkan ilmu pengetahuan yang dituntut untuk semakin berkembang, sehingga manganese oxide sangat banyak diaplikasikan untuk diteliti dengan berbagai macam variasi.

Senyawa oksida mangan sangat banyak dan beragam, salah satu yang dikenal adalah padatan MnO atau *manganese oxide* yang berwarna hijau terang. Oksida mangan juga ada yang memiliki warna hitam, yaitu Mn₂O₃, Mn₃O₄ dan MnO₂. *manganese oxide* juga ada yang berbentuk liquid berwarna hijau, yaitu Mn₂O₇. Mineral-mineral mangan yang dapat

ditemukan secara alami yang telah berbentuk oksida hanyalah MnO₂, Mn₂O₃, Mn₃O₄ dan MnO. Mangan oksida memiliki sifat magnetik yang sangat baik [1]. *Manganese oxide* (MnO) juga memiliki sifat elektrokimia yang sangat baik dibandingkan dengan MnO₂, Mn₂O₃ dan Mn₃O₄. Dengan sifat elektrokimia yang sangat baik, *manganese oxide* digunakan sebagai material *inti-shell lithium ion* atau material inti dari baterai. *Manganese oxide* (MnO) dapat diaplikasikan sebagai *fertilizer*.

Pada penelitian ini dibahas pembuatan serbuk nano *manganese oxide* (MnO) yang nantinya dapat dipergunakan sebagai katalis emisi gas buang. Pembuatan serbuk nano *manganese oxide* (MnO) menggunakan proses sintesis dengan metode *sol-gel* yang digunakan untuk mengecilkan ukuran dari serbuk *manganese oxide* (MnO) yang berukuran mikro menjadi berukuran nano. Metode *sol-gel* merupakan metode

yang sederhana dan sudah teruji keberhasilannya dalam mensintesis berbagai macam material oksida berukuran nano.

Sol adalah koloid yang memiliki fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cairan. Sedangkan *gel* (*gelation*) adalah jaringan partikel atau molekul, baik padatan dan cairan, dimana polimer yang terjadi di dalam larutan digunakan sebagai tempat pertumbuhan zat anorganik. [2]. Dalam proses sintesis menggunakan metode *sol-gel*, larutan mengalami perubahan fase menjadi *sol* (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi *gel* (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar daripada *sol*) [3].

Dalam proses pembentukan serbuk nano *manganese oxide* (MnO) dilakukan *sintering* yang bertujuan untuk menghilangkan kadar air yang terdapat dalam serbuk nano *manganese oxide*. *sintering* merupakan proses pemanasan material serbuk nano *manganese oxide* yang telah dilakukan *crushing* dengan tujuan untuk menghilangkan kadar air dalam serbuk nano *manganese oxide*. Suhu *sintering* yang digunakan untuk melakukan pengeringan material serbuk nano *manganese oxide* diatas 100 °C dan dibawah suhu 1000 °C, untuk menghilangkan kadar air dalam serbuk nano *manganese oxide* suhu *sintering* yang digunakan 600 °C dengan memvariasikan waktu lama *sintering* [4].

2. Metode Penelitian

Metode penelitian yang digunakan menggunakan metode penelitian *The One-Shot Case Study*. *The One-Shot Case Study* merupakan suatu metode yang digunakan dengan mengelompokkan suatu objek penelitian yang diberikan perlakuan tertentu, kemudian dilakukan pengukuran terhadap variabel tergantung [5]. Pengujian hipotesis dilakukan secara deskriptif, yaitu hanya menggunakan satu sampel yang merupakan proses hasil generalisasi hasil penelitian berdasarkan pada satu sampel. Kesimpulan yang nantinya dapat ditarik, yaitu apakah hipotesis yang diuji dapat digeneralisasikan. Variabel yang digunakan bersifat mandiri, sehingga hipotesis penelitian tidak terbentuk perbandingan ataupun hubungan antara dua variabel atau lebih.

3. Hasil dan Pembahasan

Sintesis *manganese oxide* (MnO) yang dilakukan untuk mendapatkan ukuran nano dengan cara mencampurkan serbuk *powder* MnO berukuran mikro dengan *ethylene glycol* kedalam gelas ukur dengan perbandingan 1:3, yaitu 10 gr serbuk *powder* MnO dan 30 ml *ethylene glycol*. Pencampuran dilakukan dengan *magnetic stirrer* selama 21 jam, untuk 7 jam awal dilakukan pengadukan tanpa pemanasan sebesar 70-80°C, untuk menghasilkan campuran yang berbentuk *sol*, *Sol* merupakan koloid yang memiliki fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cairan [3]. Dalam proses pencampuran tersebut menggunakan fasa pendispersinya berbentuk cairan, yaitu *ethylene glycol*. *Ethylene Glycol* digunakan sebagai zat pelarut yang dapat

mencampur serta mengikat MnO. Setelah 7 jam awal terlampaui untuk 14 jam kemudian mulai menggunakan pemanasan 70-80°C. Tujuan dari pemanasan dalam proses pengadukan tersebut untuk menghasilkan campuran MnO dengan *ethylene glycol* berbentuk *gel*. Terbentuknya *Gel* bertujuan untuk mendapatkan reaksi kondensasi yang menghasilkan *oxygen bridge* (jembatan oksigen) yang menghasilkan metal oksida (Paveena, 2010). *Gel* tersebut juga bertujuan untuk membentuk campuran MnO dengan *ethylene glycol* menjadi kenyal. Sehingga pada saat proses pengeringan dalam *oven*, *gel* tersebut menjadi kering dan dapat dilakukan penumbukan [6].

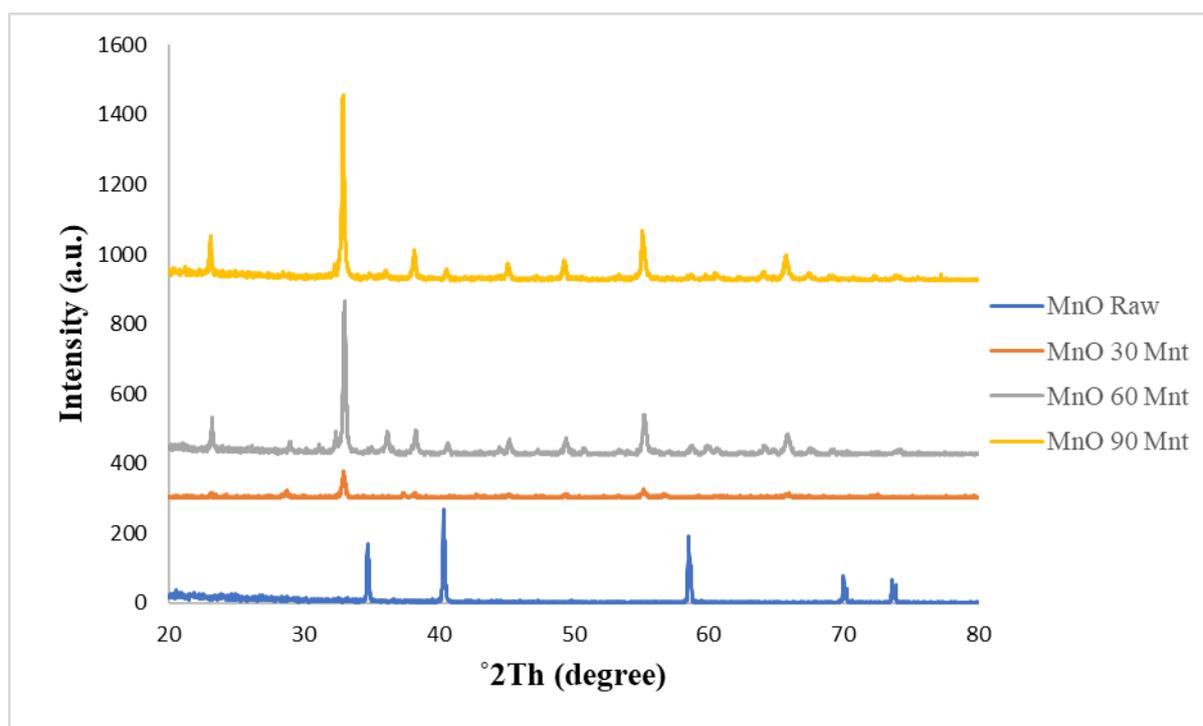
MnO yang telah menjadi *gel* dimasukkan kedalam *oven* dengan suhu 110 °C, bertujuan untuk menghilangkan kadar air dalam *gel* MnO. Pemanasan dalam *oven* tersebut dilakukan selama 7 jam untuk menghilangkan kadar airnya, sehingga didapatkan MnO yang kering. MnO yang sudah kering tersebut dikeluarkan dalam *oven* dan dilakukan pengeringan untuk dipindahkan dalam tempat penumbuk. Setelah dipindahkan dilakukan penumbukan (*crushing*) selama 1 jam. *Crushing* dilakukan untuk menghancurkan dan meratakan atau juga dapat disebut sebagai proses perubahan ukuran MnO yang telah kering tersebut. Hasil dari penumbukan tersebut dimasukkan kedalam *crushybell* untuk dilakukan *sintering* dalam dapur dengan suhu 600 °C selama 30 menit, 60 menit dan 90 menit. Penggunaan suhu 600 °C, digunakan untuk mengeringkan kadar air dalam serbuk MnO. Dalam proses *sintering* terjadi pada suhu yang lebih rendah daripada bubuk konvensional Sehingga serbuk *powder* MnO menjadi sangat kering [7].

Analisis data yang dilakukan sesuai dengan hasil penelitian yang diperoleh dari pengujian XRD, SEM-EDX, dan FTIR. Perbandingan tersebut akan menghasilkan sebuah kesimpulan bahwa penelitian yang dilakukan berhasil atau tidak.

3.1. Identifikasi fasa manganese oxide (MnO)

MnO tanpa perlakuan sintesis memiliki intensitas tertinggi, pada 264,23 cts dengan FWHM, pada 0,0590 °2Th pada posisi 40,3933 °2Th. MnO dengan perlakuan sintesis 30 menit memiliki intensitas tertinggi, pada - cts dengan FWHM, pada 0,173 °2Th pada posisi 33,016 °2Th. MnO dengan perlakuan sintesis 60 menit memiliki intensitas tertinggi, pada 436.62 cts dengan FWHM, pada 0.1378 °2Th pada posisi 33.0437 °2Th. MnO dengan perlakuan sintesis 90 menit memiliki puncak tertinggi, pada 516.91 cts dengan FWHM, pada 0.0984 °2Th pada posisi 32.9155 °2Th.

Identifikasi fasa yang dilakukan dengan menggunakan mesin *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui perbedaan dan membandingkan fasa kristalin di dalam material-material benda dan serbuk, dan untuk menganalisis sifat-sifat struktur (ukuran butir, fasa komposisi orientasi kristal, dan cacat kristal) dari tiap fasa [2].



Gambar 1. Grafik perbedaan intensitas dan $^{\circ}2\theta$ dari identifikasi fasa *manganese oxide* (MnO)

Untuk mendapatkan nilai ukuran *crystallite* dari material MnO dapat menggunakan rumus *Scherer Equation*, sebagai berikut:

$$d = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Keterangan:

- d: Diameter *crystallite*
- K: Konstanta = 0,89 - 0,9
- λ : Wavelegth = 1,5406 Å
- B: FWHM

Berdasarkan rumus tersebut dapat dilakukan analisis data pada material MnO yang disajikan pada Tabel 1 sebagai berikut:

Tabel 1 Nilai Intensitas, FWHM, d-spacing dan ukuran kristal dari MnO

Sample Material	X-Ray Diffraction (correspond to [222] peak)			
	Intensity (counts)	FWHM (rad)	d-spacing (Å)	Crystallite Size (nm)
Manganese Oxide (MnO) raw	264,33	1,030	2,23303	143,44
Manganese Oxide (MnO) Poppy	72	0,173	2,712	47,3
Manganese Oxide (MnO) specimen 1	436,62	2,4	2,71093	68,299
Manganese Oxide (MnO) specimen 2	516,91	1,71	2,72119	84,547

Berdasarkan perhitungan tersebut dapat diketahui bahwa ukuran kristal dari serbuk MnO setelah disintesis menghasilkan ukuran yang relatif kecil dibandingkan oleh serbuk MnO *Raw* yang memiliki ukuran 143,44 nm. Perbandingan tersebut dapat diketahui dari tabel 5.1 yang menyatakan bahwa ukuran MnO Raw lebih besar daripada ukuran MnO setelah dilakukan sintesis dengan sintering selama 30, 60, dan 90 menit. Perbandingan tersebut juga ditunjukkan pada grafik perbedaan intensitas dan $^{\circ}2\theta$, sebagai berikut [8].

Dapat diketahui bahwa perubahan kristal dari butir MnO digambarkan dalam grafik diatas, terjadi perubahan yang

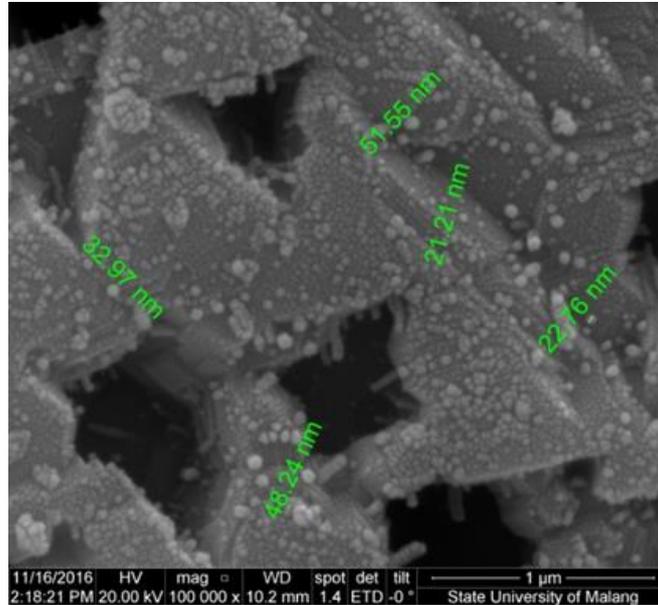
sangat signifikan antara MnO Raw dan MnO 30 menit, 60 menit dan 90 menit atau MnO setelah dilakukan proses sintesis dengan sintering. Perubahan tersebut dapat terjadi akibat dipengaruhi oleh proses sintesis dengan variasi waktu *sintering*. Perubahan perubahan tersebut dapat diketahui dengan menurunnya puncak tertinggi dari MnO. Menurunnya puncak MnO sesuai dengan grafik diatas menunjukkan penurunan dari posisi 40.3933 $^{\circ}2\theta$ ke posisi 33,016 $^{\circ}2\theta$. Penurunan tersebut menunjukkan kristalisasi butir MnO mengalami perubahan ukuran setelah dilakukan proses sintesis dengan variasi waktu sintering. Penurunan butir kristal MnO Raw dipengaruhi oleh pencampuran *solvent*,

proses *crushing* dan proses *sintering*. Pengaruh dari ke 3 proses tersebut mengakibatkan perubahan atau bergesernya puncak MnO dari posisi 40.3933 °2Th ke posisi 33,016 °2Th. Dari tiga hasil sintesis, ukuran kristal serbuk MnO yang terkecil adalah MnO 30 menit dengan ukuran kristal sebesar 47.3 nm. Hasil dari pengujian XRD sangat relevan karena

penembakan sinar X-Ray langsung mengenai titik objek yang diuji [9].

3.2. Identifikasi morfologi manganese oxide (MnO)

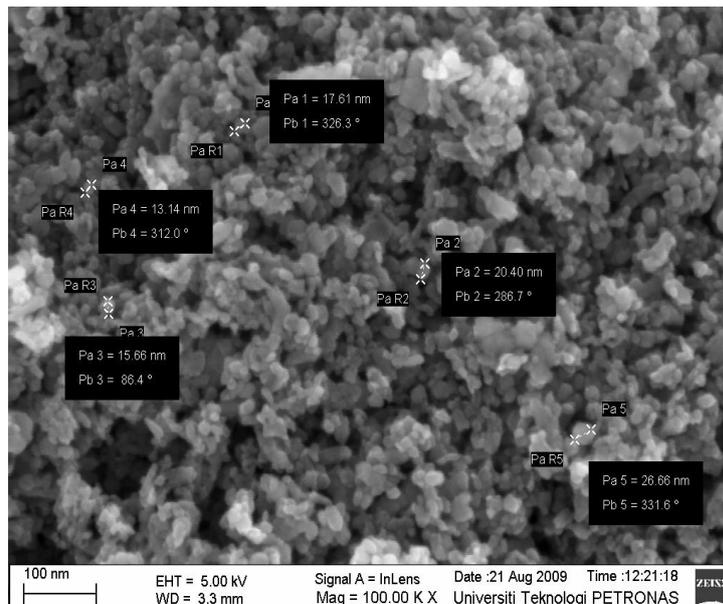
MnO tanpa perlakuan sintesis dengan *sintering*. Perbesaran yang digunakan untuk dilakukan pengamatan dengan perbesaran 100K.



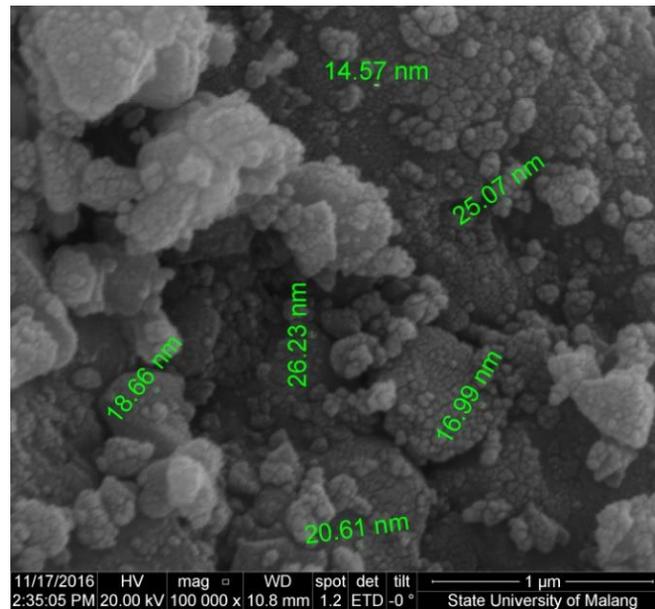
Gambar 2. Morfologi manganese oxide (MnO) tanpa perlakuan sintesis dengan sintering dalam perbesaran 100k dan penambahan ukuran.

Berikut disajikan Gambar 3, 4, dan 5 yang menunjukkan morfologi MnO setelah dilakukan perlakuan sintesis dengan *sintering* selama 30 menit, 60 menit, dan 90 menit.

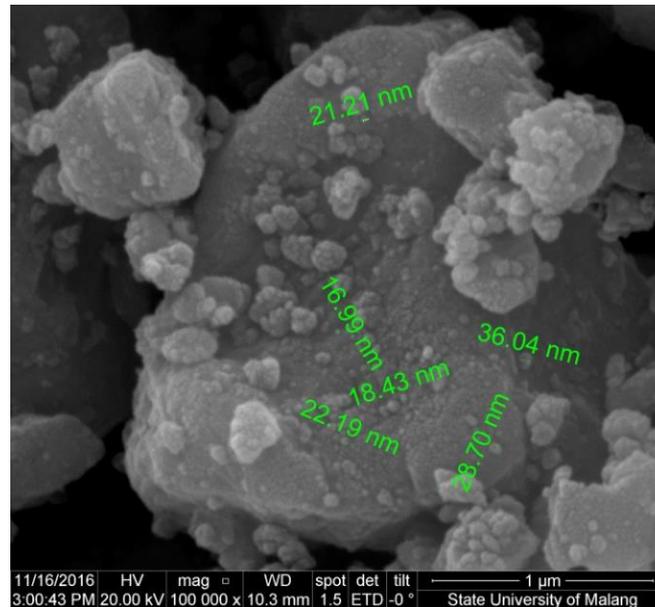
Perbesaran yang digunakan untuk dilakukan pengamatan dengan perbesaran 100K.



Gambar 3. Morfologi manganese oxide (MnO) perlakuan sintesis dengan sintering 30 menit dalam perbesaran 100k dan penambahan ukuran.



Gambar 4. Morfologi manganese oxide (MnO) perlakuan sintesis dengan sintering 60 menit dalam perbesaran 100k dan penambahan ukuran.



Gambar 5. Morfologi manganese oxide (MnO) perlakuan sintesis dengan sintering 90 menit dalam perbesaran 100k dan penambahan ukuran.

Dapat diketahui bahwa perubahan morfologi MnO dapat dilihat pada perbesaran 100K dalam pengujian SEM, dapat dilihat bentuk dari morfologi MnO yang berbeda-beda. Bentuk tersebut menggambarkan butiran MnO mengalami perubahan pada saat proses sintering dengan waktu yang divariasikan. Perubahan tersebut dapat disebabkan oleh suhu 600°C yang dijelaskan oleh Endelsten and Camarata, 1996 bahwa pengeringan dan penyusutan terjadi karena poses *sintering*. Proses *sintering* yang telah diatur keakuratannya, menjelaskan bahwa pengeringan dan penyusutan terbentuk karena reaksi molekul yang terjadi pada suhu ruang, pembentukan *gel* dan solusi pengeringan. Dalam keadaan tersebut bahan-bahan yang tercampur memiliki banyak karakteristik dan *manganese Oxide* (MnO) yang sesuai

dengan suhu *sintering* dimulai dari suhu 600 °C hingga 1000 °C [10].

Gambar 2 merupakan morfologi dari MnO *Raw* atau MnO yang belum dilakukan sintesis. Pengujian SEM pada MnO *Raw* dilakukan untuk melihat morfologinya dengan perbesaran 100K. Dari hasil pengujian SEM, morfologi MnO *Raw* berbentuk segitiga dengan sedikit bulatan yang memiliki dua ukuran terkecil dan terbesar, yaitu untuk ukuran terkecilnya berukuran 21,21 nm dan ukuran terbesar berukuran 51,55 nm. Ketidak seragaman dalam ukuran dan bentuk butir pada permukaan menunjukkan bahwa aglomerasi terjadi sebagai partikel yang diendapkan pada membran butir MnO. Serbuk MnO tersebut dilakukan pengujian SEM untuk mengetahui ukuran awal serbuk MnO sebelum dilakukan sintesis [11].

Pada gambar 3 yang merupakan gambar morfologi dari MnO setelah dilakukan *sintering* 30 menit dilakukan pengujian SEM untuk melihat morfologinya pada perbesaran 100K. Terlihat yang pada awalnya sebelum dilakukan sintesis MnO berbentuk segitiga dengan sedikit bulatan. Setelah dilakukan sintesis berubah menjadi bulatan-bulatan dengan tidak terdapatnya aglomerasi (pengelompokan dari butiran dibeberapa tempat). Bulatan tersebut memiliki keseragaman ukuran butir yang tidak terlalu signifikan hingga melampaui diatas ukuran terbesar dari MnO Raw, yaitu 51,55 nm. Ukuran butir yang terlihat pada morfologi MnO 30 menit, yaitu ukuran butir terkecil sebesar 13,24 nm dan ukuran butir terbesarnya berukuran 26,66 nm. Hal tersebut dipengaruhi oleh suhu ruang dalam *sintering* sebesar 600 °C, lama waktu sinter 30 menit dan lama waktu *crushing*. Sehingga perubahan bentuk MnO dari mikro menjadi nano sudah berhasil yang ditunjukkan pada morfologi MnO, setelah dilakukan sintesis dengan variasi waktu *sintering*.

Perbedaan morfologi MnO juga ditunjukkan gambar 4 yang merupakan morfologi dari MnO setelah dilakukan *sintering* 60 menit dilakukan pengujian SEM untuk melihat morfologinya pada perbesaran 100K. Terlihat tidak terdapat perubahan ukuran butir yang signifikan terjadi apabila dibandingkan dengan MnO 30 menit. Tetapi mulai terlihat perbedaan morfologi yang ditunjukkan dengan banyaknya butiran MnO yang berbentuk bulat dan terdapat aglomerasi pada setiap butirnya. Untuk keseragaman ukuran butirnya dari proses *sintering* selama 60 menit memiliki dua ukuran yang tidak terlihat jauh perbedaannya dengan proses *sintering* selama 30 menit, yaitu ukuran butir terkecil sebesar 14,57 nm dan ukuran butir terbesarnya berukuran 26,23 nm. Hal tersebut dipengaruhi oleh suhu ruang dalam *sintering* sebesar 600 °C lama waktu sinter 60 menit dan lama waktu *crushing*. Sehingga perubahan bentuk MnO dari mikro menjadi nano sudah berhasil yang ditunjukkan morfologi MnO. Sedangkan perbedaan mulai terjadi pada gambar 5 yang merupakan morfologi MnO dengan *sintering* 90 menit. Setelah dilakukan pengujian SEM untuk melihat morfologinya pada perbesaran 100K. Perbedaan mulai terlihat dari morfologi dan ukuran butir terbesarnya. Ukuran butir MnO 90 menit memiliki dua ukuran, yaitu ukuran butir terkecil 16,99 nm dan ukuran butir terbesarnya berukuran 36,04 nm. Untuk bentuk morfologi yang terjadi pada MnO dengan waktu 90 menit, terlihat butiran yang berbentuk bulat dengan aglomerasi yang besar. Hal tersebut dipengaruhi oleh suhu ruang dalam *sintering* sebesar 600 °C lama waktu sinter 90 menit dan lama waktu *crushing*. Sehingga perubahan bentuk MnO dari mikro menjadi nano sudah berhasil yang ditunjukkan pada morfologi MnO. Ketidak seragaman dalam ukuran dan bentuk butir pada permukaan dilapisi menunjukkan bahwa aglomerasi terjadi dan berukuran besar setelah melalui proses sintesis dengan *sintering* selama 90 menit.

Hal tersebut dapat terjadi karena lama waktu *sintering*, hasil *crushing* yang kurang rata, lama waktu *crushing*, dan juga dapat dipengaruhi oleh perbesaran yang digunakan untuk melihat morfologi dari MnO dalam proses pengujian SEM, karena dalam pengujian SEM hanya dapat melihat dari sisi yang mengalami kemiringan saja, sehingga pada saat melihat morfologi MnO, hasil pengukuran butir MnO berbeda dengan hasil pengujian XRD [2].

3.3 Identifikasi kandungan unsur manganese oxide (MnO)

Hasil pengujian Kandungan unsur MnO tanpa sintesis dengan variasi waktu menggunakan alat *Energy Dispersive X-Ray* (EDX) pada puncak O dengan Wt% sebesar 10,29%, sedangkan puncak Mn memiliki Wt% sebesar 89,72%. Hasil pengujian Kandungan unsur MnO setelah sintesis dengan variasi waktu 60 menit menggunakan alat EDX pada puncak O dengan Wt% sebesar 18,24%, sedangkan puncak Mn memiliki Wt% sebesar 81,76%. Hasil pengujian Kandungan unsur MnO setelah sintesis dengan variasi waktu 90 menit menggunakan alat *Energy Dispersive X-Ray* (EDX) pada puncak O dengan Wt% sebesar 17,4%, sedangkan puncak Mn memiliki Wt% sebesar 82,6%.

Hasil pengujian EDX bertujuan untuk menganalisa dan membandingkan unsur mangan (Mn) dan oksigen (O) yang terkandung dalam material MnO. Tujuan dalam menganalisa unsur Mn dan O dalam serbuk MnO untuk mengetahui unsur jumlah prosentase kandungan Mn dan O sebelum dan setelah dilakukan sintesis dengan perlakuan *sintering* yang lama waktunya divariasikan pada material serbuk MnO [12].

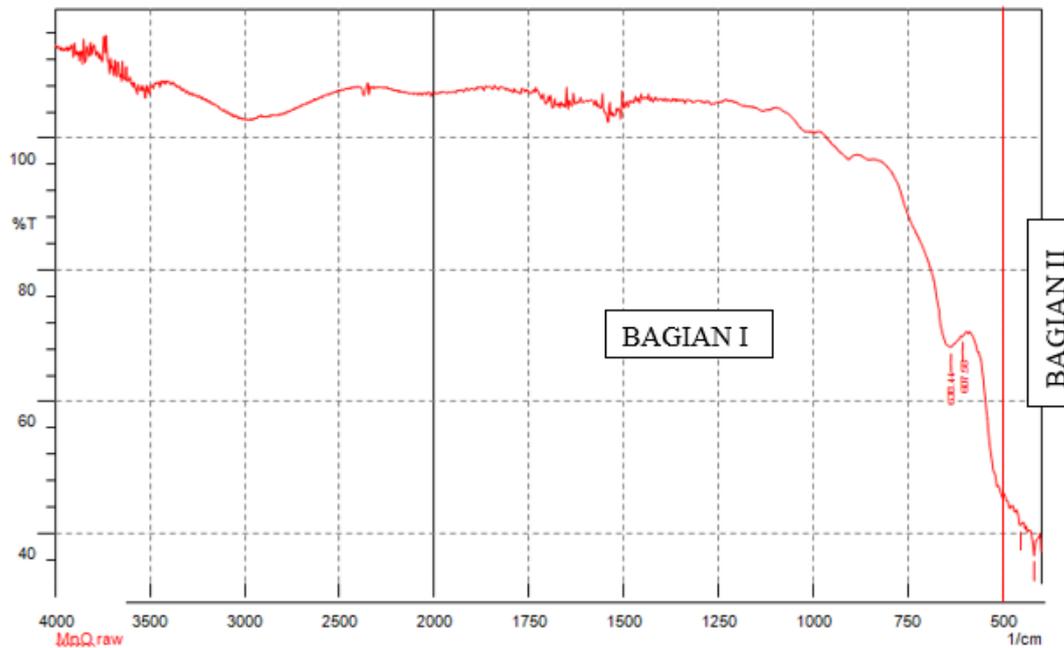
Berdasarkan hasil pengujian EDX untuk MnO Raw, diperoleh Mn sebesar 89,72% dan O sebesar 10,29%. Hasil yang didapatkan murni dari serbuk MnO yang belum diberikan perlakuan sintesis dengan variasi waktu *sintering*. Sehingga hasil yang didapat dari pengujian tersebut merupakan acuan sebelum dilakukan sintesis dengan variasi waktu *sintering*. Berdasarkan hasil pengujian EDX untuk MnO dengan perlakuan *sintering* selama 60 menit diperoleh hasil Mn sebesar 81,76% dan O sebesar 18,24%. Dapat dilihat bahwa Mn mengalami penurunan sebesar 7,96% sedangkan O mengalami kenaikan sebesar 7,95%. Perubahan tersebut dipengaruhi oleh unsur pengotor yang berada di dalam oven dan juga dapat dipengaruhi oleh *ethylene glycol* yang memiliki kandungan O₂ yang terdapat didalamnya, karena *ethylene glycol* memiliki rumus kimia C₂H₆O₂, sehingga mempengaruhi peningkatan unsur oksigen (O) yang terdapat di dalam MnO dengan perlakuan *sintering* selama 60 menit. Berdasarkan hasil pengujian EDX untuk MnO dengan perlakuan *sintering* selama 90 menit diperoleh hasil Mn sebesar 82,6% dan O sebesar 17,4%. Dapat dilihat bahwa Mn mengalami penurunan sebesar 7,12% sedangkan O mengalami kenaikan sebesar 7,11%, apabila dibandingkan dengan Mn dan O dari MnO yang tidak mengalami perlakuan, tetapi MnO dengan perlakuan *sintering* 90 menit, unsur Mn mengalami peningkatan sebesar 0,84% dan O mengalami penurunan sebesar 0,84%, jika dibandingkan oleh MnO dengan perlakuan *sintering* 60 menit. Peningkatan Mn dan penurunan O yang terjadi pada MnO dengan perlakuan 90 menit, karena *ethylene glycol* mengalami penurunan kadar O pada suhu 198 °C, apabila dilakukan penahanan pada suhu 600 °C. Sehingga didapatkan kenaikan untuk Mn dan penurunan untuk O [4].

3.4 Identifikasi sebaran gugus manganese oxide (MnO)

Hasil grafik FTIR material MnO, tanpa perlakuan sintesis ditunjukkan pada grafik yang terdapat beberapa puncak gugus oksida pada [bagian I memiliki puncak

638.44 dengan *intensity* 68.34 pada koordinat 5.107; puncak 607.58 dengan *intensity* 69.948 pada koordinat 0.271], [bagian II memiliki puncak 455.2 dengan *intensity*

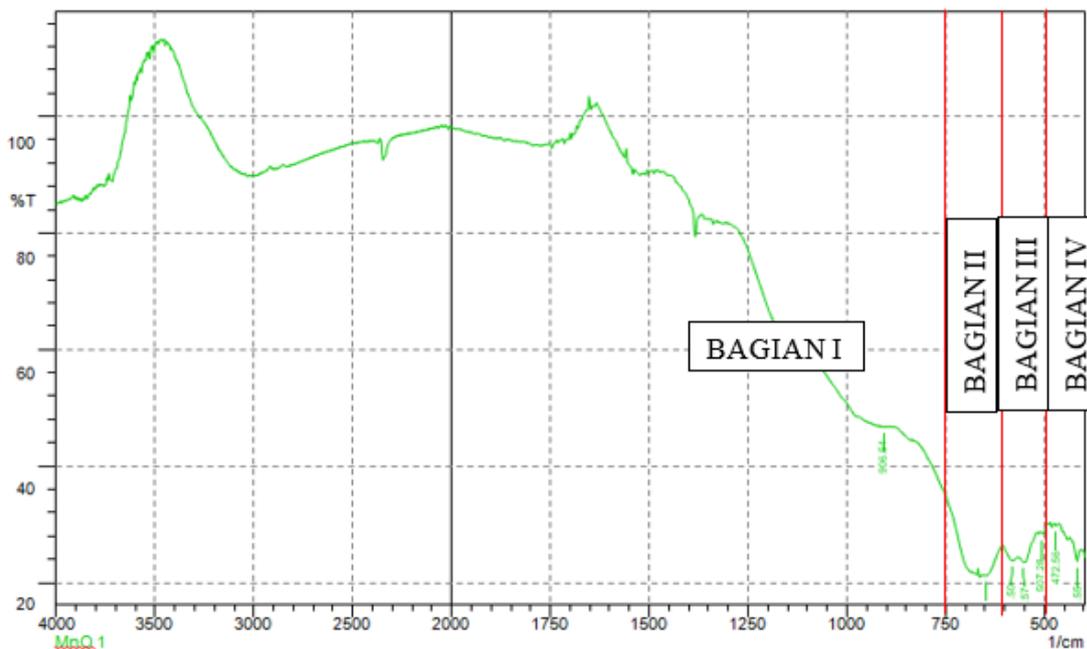
41.211 pada koordinat 1.231; puncak 418.55 dengan *intensity* 36.625 pada koordinat 3.659] [7].



Gambar 6. Grafik hasil sebaran gugus *manganese oxide* (MnO) tanpa perlakuan sintesis

Hasil grafik FTIR material *manganese oxide* (MnO) dengan perlakuan sintesis ditunjukkan pada grafik yang terdapat beberapa puncak gugus oksida pada [bagian I memiliki puncak 906.54 dengan *intensity* 46.745 pada koordinat 0.152], [bagian II memiliki puncak 648.08 dengan *intensity* 21.204 pada koordinat 0.337], [bagian III memiliki puncak 582.5 dengan *intensity* 23.823 pada

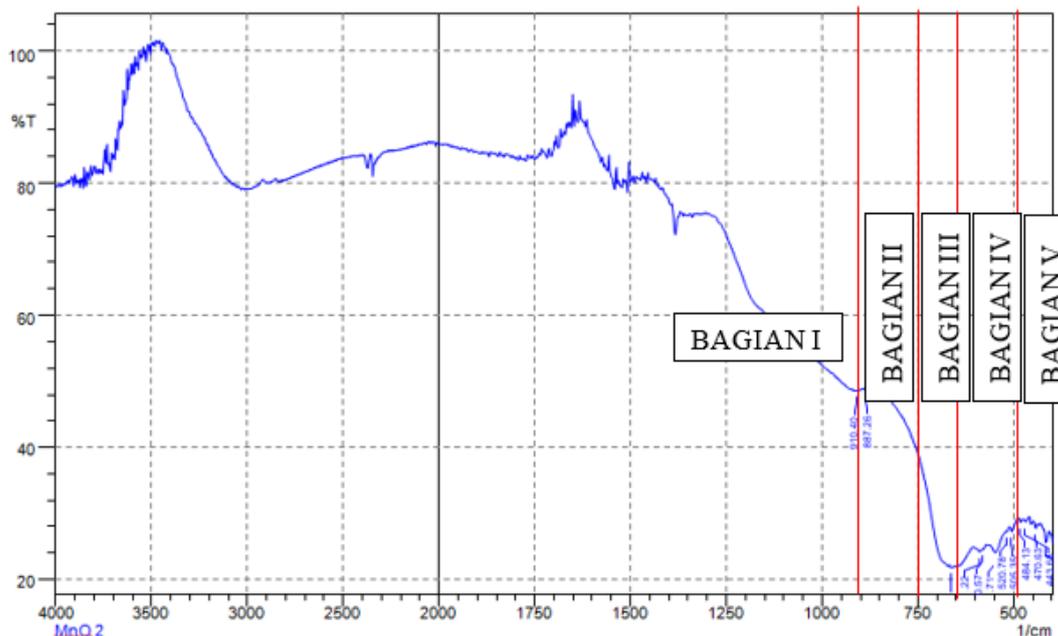
koordinat 1.209; puncak 553.57 dengan *intensity* 23.476 pada koordinat 2.051; puncak 507.28 dengan *intensity* 28.344 pada koordinat 0.922], [bagian IV memiliki puncak 472.56 dengan *intensity* 29.752 pada koordinat 0.352; puncak 418.55 dengan *intensity* 23.673 pada koordinat 2.645] [1].



Gambar 7 Grafik hasil sebaran gugus *manganese oxide* (MnO) dengan *sintering* 60 menit

Hasil grafik FTIR material *manganese oxide* (MnO) dengan perlakuan sintesis ditunjukkan pada grafik yang terdapat beberapa puncak gugus oksida pada [bagian I memiliki puncak 910.4 dengan *intensity* 48.6 pada koordinat 0.041], [bagian II memiliki puncak 887.26 dengan *intensity* 48.865 pada koordinat 0.063], [bagian III memiliki puncak 663.51 dengan *intensity* 21.898 pada koordinat 0.631], [bagian IV memiliki puncak 590.22 dengan *intensity* 24.182 pada koordinat 0.498; puncak 580.57 dengan *intensity* 24.581 pada koordinat 0.167];

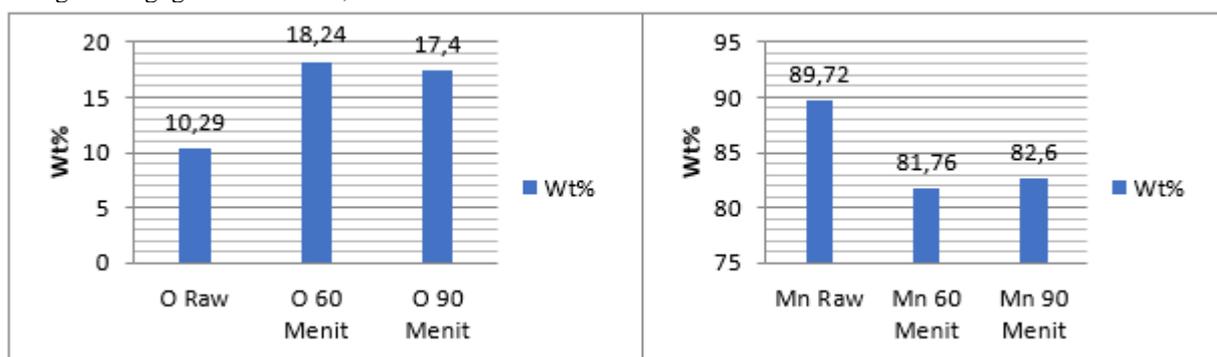
puncak 549.71 dengan *intensity* 24.14 pada koordinat 1.801; puncak 520.78 dengan *intensity* 27.265 pada koordinat 0.191; puncak 505.35 dengan *intensity* 27.237 pada koordinat 1.055], [bagian V memiliki puncak 484.13 dengan *intensity* 28.694 pada koordinat 0.465; puncak 470.63 dengan *intensity* 28.738 pada koordinat 0.525; puncak 443.63 dengan *intensity* 27.772 pada koordinat 0.852; puncak 418.55 dengan *intensity* 25.632 pada koordinat 1.98].



Gambar 8. Grafik Sebaran Gugus *Manganese Oxide* (MnO) Dengan *Sintering* 90 Menit

Hasil pengujian FTIR bertujuan untuk menganalisa dan membandingkan kandungan gugus oksida pada MnO. Tujuan dalam menganalisa gugus oksida pada serbuk MnO untuk mengetahui gugus oksida dari, sebelum dan setelah

dilakukan sintesis dengan perlakuan *sintering* yang lama waktunya divariasikan dapat digambarkan dalam grafik, sebagai berikut.



Gambar 9 Grafik perbedaan unsur Mn dan O dalam satuan wt% pada *manganese oxide* (MnO) sebelum dan sesudah sintesis dengan variasi waktu *sintering*

Pada gambar di atas diketahui bahwa MnO *raw* tanpa sintesis dengan perlakuan *sintering* yang divariasikan pada bagian I memiliki puncak 638,44 hingga puncak 607,58, terdapat gugus C-H yang ditunjukkan pada intensitas 68,34 hingga puncak 69,948 yang berarti meregang, sehingga mengalami deformasi. Kedua puncak tersebut termasuk dalam pita serapan ~622 yang merupakan getaran tertentu dari Mn-O obligasi yang dapat disuperposisikan. Pada bagian II

memiliki puncak 455,2 hingga puncak 418,55, termasuk ~500 yang mengalami penurunan dengan meningkatnya konten MnO [9].

Pada grafik diatas pula dapat diketahui bahwa MnO dengan perlakuan *sintering* 60 menit pada bagian I memiliki puncak 906,54, termasuk dalam gugus =C-H *bending vibration* dengan intensitas yang meregang (Database. staff.uab.edu.2011). Pada bagian II memiliki puncak 648.08

menunjukkan gugus O-H bending (*out-of plane*) yang ditunjukkan dengan intensitas variabel yang melemah (Databases. staff.uab.edu.2011). Bagian III memiliki puncak 582,5 merupakan gugus MnO; puncak 553,57 hingga puncak 507,28, merupakan gugus C-Br dengan intensitas meregang dan termasuk dalam gugus pengotor yang masuk ke dalam serbuk MnO (Database. staff.uab.edu.2011). Bagian IV memiliki puncak 472,56 hingga puncak 418,55, termasuk ~500 yang mengalami penurunan dengan meningkatnya konten MnO [6].

Pada grafik diatas juga dapat diketahui bahwa MnO dengan perlakuan sintering 90 menit pada bagian I memiliki puncak 910,4 merupakan gugus =C-H bending dengan intensitas meregang (Database. staff.uab.edu.2011). Bagian II memiliki puncak 887,26, merupakan gugus =C-H bending dengan intensitas yang memiliki dua peregangan (Database. staff.uab.edu.2011). Bagian III memiliki puncak 663,51, merupakan gugus NH₂ & N-H wagging (shifts on H-bonding) (Database. staff.uab.edu.2011). Bagian IV memiliki puncak 590,22 hingga puncak 580,57 merupakan gugus MnO sedangkan puncak 549,71; hingga puncak 505,35, merupakan gugus C-Br dengan intensitas meregang dan termasuk dalam gugus pengotor yang masuk ke dalam serbuk MnO (Database. staff.uab.edu.2011). Bagian V memiliki puncak 484,13 hingga puncak 418,55, termasuk ~500 yang mengalami penurunan dengan meningkatnya konten MnO [12].

4. Kesimpulan

Kesimpulan dari penelitian yang dilakukan dalam proses identifikasi fasa diperoleh ukuran kristal serbuk MnO yang terkecil adalah MnO dengan lama waktu *sintering* 30 menit dengan ukuran kristal sebesar 47.3 nm, jika dibandingkan dengan lama waktu *sintering* 60 yang memiliki ukuran kristal sebesar 68,299 nm dan pengujian dengan waktu *sintering* 90 menit yang memiliki ukuran kristal 84,547 nm.

Dalam proses sintesis dengan variasi waktu *sintering* 30, 60 dan 90 menit, mengalami perubahan morfologi dari butiran yang berbentuk segitiga menjadi butiran berbentuk bulat. Perubahan tersebut sudah menunjukkan bahwa MnO mengalami perubahan dari mikro menjadi nano yang dapat dilihat dari ukuran MnO Raw yang memiliki ukuran butir terkecilnya sebesar 21,21nm dan ukuran terbesarnya 51,55 nm. Setelah dilakukan proses *sintering* dengan variasi waktu 30 menit, didapatkan ukuran terkecil 13,24 nm dan ukuran terbesar 26,66 nm, pada waktu 60 menit, ukuran terkecil 14,57 nm dan terbesar 26,23 nm, dan pada waktu 90 menit, ukuran butir terkecil 16,99 nm dan ukuran terbesarnya 36,04 nm, sehingga perubahan morfologi dengan ukuran terkecil dapat dilihat dari perlakuan sintering selama 30 menit.

Dalam proses sintesis dengan variasi waktu *sintering* 30, 60 dan 90 menit, kandungan unsur dari MnO setelah dilakukan pengujian EDX didapatkan penurunan pada nilai Mn dan mengalami kenaikan pada nilai O. Hal tersebut terjadi karena penambahan *ethylene glycol* pada MnO, karena *ethylene glycol* memiliki rumus kimia C₂H₆O₂, sehingga mempengaruhi penurunan Mn dan kenaikan O.

Dalam proses sintesis dengan variasi waktu *sintering* 30, 60 dan 90 menit, gugus oksida pada manganese oxide setelah dilakukan pengujian FTIR didapatkan hasil untuk puncak tertinggi sebesar 910,4 yang memiliki gugus =C-H dan

puncak terkecil sebesar 418,55 yang memiliki gugus MnO. hal tersebut terjadi akibat proses sintering pada suhu 600 °C dengan waktu penahanan selama 30, 60, dan 90 menit.

Sehingga dapat disimpulkan bahwa sintesis yang dilakukan sudah berhasil merubah MnO dari butiran yang berukuran mikro menjadi MnO berbutir mikro. Hal tersebut terjadi karena proses sintesis dengan *sintering*. Hasil yang terbaik untuk sintesis MnO terjadi pada variasi waktu sinter selama 30 menit, dilihat dari fasa, morfologi, kandungan dan gugus oksida yang dimiliki MnO setelah dilakukan sintesis.

Referensi

- [1] B. K. Pandey, "Synthesis, optical properties and growth mechanism of MnO nano structures," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 283, pp. 430–437, 2013.
- [2] D. Anggraini, "STUDI XRD MANGAN OKSIDA BIRNESSITE YANG DIPREPARASI MELALUI METODE SOL-GEL DAN KERAMIK," 2014.
- [3] X. Gu, "General Synthesis of MnO_x (MnO₂, Mn₂O₃, Mn₃O₄, MnO) Hierarchical Microspheres as Lithium-ino Battery Anodes," *Electrochim. Acta*, vol. 184, pp. 250–256, 2015.
- [4] F. Gao, "Easy synthesis of MnO-graphene hybrids for high-performance lithium storage," *New Carbon Mater.*, vol. 29, no. 4, pp. 316–324, 2014.
- [5] Arikunto, "Metodologi Penelitian, Suatu Pengantar Pendidikan," in *Rineka Cipta, Jakarta*, 2019, p. 21.
- [6] A. Hajalilou, "A comparative study of in-situ mechanochemically synthesized Mn_{0.5}Zn_{0.5}Fe₂O₄ ferrite nanoparticles in the MnO/ZnO/Fe₂O₃ and MnO₂/Zn/Fe₂O₃ systems," *Ceram. Int.*, vol. 41, pp. 8070–8079, 2015.
- [7] Q. Hao, "Synthesis of MnO/C composites through a solid state reaction and their transformation into MnO₂ nanorods," *J. Alloys Compd.*, vol. 509, pp. 6217–6221, 2011.
- [8] C.-C. Lin, "Facile synthesis of monodisperse MnO nanoparticles from bulk MnO," *J. Cryst. Growth*, vol. 338, pp. 152–156, 2012.
- [9] R. Wu, "Magnetic powder MnO–Fe₂O₃ composite—a novel material for the removal of azo-dye from water.," *Water Res.*, vol. 39, no. 4, pp. 630–638, 2005.
- [10] X. Wu, "Mn₂O₃ doping induced the improvement of catalytic performance for oxygen reduction of MnO," *Int. J. Hydrogen Energy*, vol. 41, no. 36, pp. 16087–16093, 2016.
- [11] J. Yang, "Porous MnO/Mn₃O₄ nanocomposites for electrochemical energy storage," *Nano Energy*, vol. 13, pp. 702–708, 2015.
- [12] P. Puspitasari, M. I. N. Sasongko, G. A. Kurniawan, and D. I. Tsamroh, "Nanocatalyst manganese oxide (MnO) for exhaust emissions (CO and HC) reduction Nanocatalyst manganese oxide (MnO) for exhaust

emissions (CO and HC) reduction,” 2018, doi:
10.1088/1757-899X/432/1/012005.