

EVOLUSI MIKROSTRUKTUR DARI KERAMIK PADUAN SILIKA (SiO_2) DAN ALUMINA (Al_2O_3)

Lina Lestari¹, Ristiar Riwasa², Prima Endang Susilowati³, I Nyoman Sudiana²

¹Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Haluoleo, Kampus Bumi Tridharma Anduonohu, Kendari, Sulawesi Tenggara

²Laboratorium Fisika Material, FMIPA, Universitas Haluoleo, Kampus Bumi Tridharma Anduonohu, Kendari, Sulawesi Tenggara

³Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Haluoleo, Kampus Bumi Tridharma Anduonohu, Kendari, Sulawesi Tenggara

lina6868@gmail.com

Abstract

The study on the effect of sintering temperature on the microstructure of ceramic to microstructure of silica (SiO_2) and alumina (Al_2O_3) composite was successfully performed. The microstructure from SEM photos of samples after sintering as well as their crystallinity were studied. Sintering were performed by using electric furnace (conventional) and 2.45 GHz microwave. The crystallinity was determined by using X-Ray Diffraction (XRD). SEM photos shows that with the increasing of sintering temperature, the porosity of samples decreased quickly, the density and hardness also increased. There are differences of their properties between conventional and microwaved sintered samples at same sintering temperature. XRD graphs shows that the crystallinity of samples on sintering by using microwaves higher than that of conventional heating.

Keywords : *alumina, silica, sintering, microwave, mikrostruktur, crystallinity.*

1. Pendahuluan

Sekam padi adalah sisa pertanian yang dapat diperoleh secara mudah dan dalam jumlah yang banyak. Sisa pertanian ini kebanyakan hanya dibakar secara terbuka di luar kawasan penggilingan. Sehingga keadaan ini akan mengancam alam sekitar dan dapat menyebabkan pencemaran udara. Dari proses pembakaran limbah sekam padi akan menghasilkan abu sekam padi yang diduga sebagai sumber penting untuk menghasilkan silikon murni, karbid silikon, dan tepung nitrid. Selain didukung oleh jumlah yang melimpah, silika sekam padi dapat diperoleh dengan sangat mudah dan biaya yang relatif murah, yakni dengan cara ekstraksi sehingga padatan silika dengan kemurnian sekitar 93% dapat diperoleh [1].

Silika merupakan bahan kimia yang pemanfaatan dan aplikasinya sangat luas mulai bidang elektronik, mekanis, medis, seni hingga bidang-bidang lainnya. Salah satu pemanfaatan serbuk silika yang cukup luas adalah sebagai penyerap kadar air di udara sehingga memperpanjang masa simpan bahan dan sebagai bahan campuran untuk pembuatan keramik [2].

Selain silika bahan yang dapat diaplikasikan sebagai bahan pembuatan keramik yaitu alumina. Alumina merupakan material yang sering digunakan dalam berbagai aplikasi karena mempunyai sifat fisika dan kimia yang tinggi.

Umumnya alumina diproduksi dengan tingkat kemurnian 99,6 sampai 99,9% melalui proses bayer dan material bauksit sebagai bahan baku pembuatannya. Alumina dengan kemurnian tinggi telah

banyak digunakan dalam tabung translusen untuk tabung sodium berkekuatan tinggi [3-5].

Keramik alumina yang dikenal memiliki pertumbuhan butiran yang tidak normal pada suhu tinggi, dimana pertumbuhan ini akan menyebabkan adanya butiran mikrostruktur yang tidak seragam dapat menurunkan kualitas dari keramik alumina tersebut. Beberapa bahan aditif seperti SiO_2 ditambahkan untuk menahan pertumbuhan butiran yang tidak normal tersebut. Penambahan SiO_2 pada keramik alumina dapat membentuk fasa cair sehingga memungkinkan perbaikan densifikasi pada keramik alumina.

Paduan antara silika dan alumina sebagai bahan pembuatan keramik banyak dikembangkan karena memadukan sifat-sifat unggul dari alumina misalnya kuat, memiliki sifat dielektrik yang sangat baik, tahan terhadap perlakuan kimia dan alkali, serta konduktivitas termal baik dan memiliki ketahanan abrasi yang baik, isolator listrik yang baik dan memiliki kestabilan termal yang tinggi [5-6].

Bahwa limbah sekam padi dapat dimanfaatkan sebagai sumber pembuatan silika dan dipadu dengan alumina (Al_2O_3) yang selanjutnya dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar pembuatan paduan keramik menarik diteliti. ikrowave untuk pengolahan keramik telah dilakukan oleh kami beberapa tahun terakhir [7-13], dan juga oleh peneliti-peneliti lain seperti dirangkum dalam referensi [14] dan juga untuk bahan lain seperti pengeringan kakao [15].

Dalam penelitian ini akan disinterring dan dikarakterisasi paduan silika dan alumina dengan menggunakan energi microwave selain cara konvensional. Diharapkan diperoleh material dengan karakteristik yang diinginkan.

2. Metode Penelitian

a) Preparasi Sekam Padi

Sekam padi dicuci menggunakan air bersih secara berulang hingga diperoleh sekam padi yang bersih. Sekam padi hasil pencucian kemudian dikeringkan yang selanjutnya dilakukan pembakaran secara terbuka. Hasil sekam yang telah dibakar kemudian di *furnace* dalam oven dengan suhu 600°C untuk menghomogenkan abu sekam padi yang akan diperoleh. Setelah di *furnace* abu sekam padi kemudian di timbang sebanyak 50 gram untuk masing-masing perlakuan.

Abu sekam padi yang telah ditimbang dicampurkan dengan 500 mL larutan HCl dengan konsentrasi 1M, diaduk dan didiamkan selama 1 jam untuk proses pengendapan. Setelah mencapai 1 jam, larutan disaring dengan kertas saring biasa diambil endapannya dan dikeringkan dalam suhu ruang $\pm 25^\circ\text{C}$. Selanjutnya endapan dicampurkan dengan 500 mL larutan NaOH dengan konsentrasi 2M, dipanaskan menggunakan *hot plate* dengan suhu $150\text{--}200^\circ\text{C}$ dan diaduk menggunakan *stirrer magnetic* selama 1 jam agar diperoleh pencampuran yang homogen. Bahan yang telah tercampur disaring menggunakan kertas saring *Whatman* no. 41 sehingga diperoleh larutan natrium silikat (Na_2SiO_3).

Larutan natrium silikat (Na_2SiO_3) yang telah diperoleh selanjutnya ditetesi (titrasi) menggunakan larutan HCl atau NaOH dengan pengadukan konstan, hingga endapan bersifat netral yaitu mencapai pH 7, kemudian filtrat di diamkan selama 18 jam. Selanjutnya filtrate disaring dan dicuci dengan aquabides sampai bersifat netral. Endapan silika di masukkan kedalam oven untuk proses pengeringan dengan suhu 105°C selama 12 jam. Silika yang sudah kering di tumbuk dan diayak dengan ukuran 100 mesh.

b) Pembuatan dan Karakterisasi Sampel

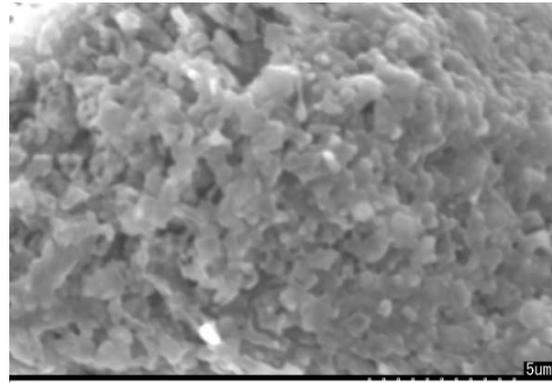
Untuk pembuatan sampel, bahan alumina oksida dan silika dari limbah sekam padi yang telah diperoleh selanjutnya ditimbang dengan perbandingan 95%:5%, dengan menggunakan neraca digital. Bahan yang telah ditimbang selanjutnya dimasukkan dalam gelas kimia dicampurkan dengan air secukupnya dan diaduk menggunakan *stirrer magnetic* hingga bahan tercampur merata. Serbuk yang telah diperoleh selanjutnya dicampurkan *polivinyl alcohol*, kemudian dilakukan pencetakan menggunakan *press hidrolis*. Setelah pencetakan selanjutnya disinterring menggunakan tanur dan *microwave* dengan variasi suhu 900°C, 1000°C dan 1100°C.

Sampel yang sudah disinterring selanjutnya dikarakterisasi menggunakan *Scanning electron Microscopy* (SEM) untuk melihat mikrostruktur dari sampel dan karakterisasi menggunakan *X Ray Diffraction* (XRD) untuk melihat kristalinitas sampel.

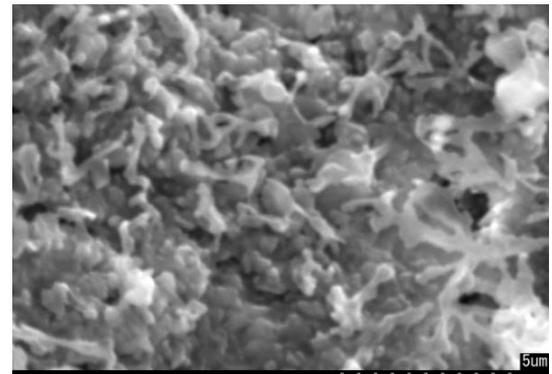
3. Hasil dan Pembahasan

a) Analisis Mikrostruktur

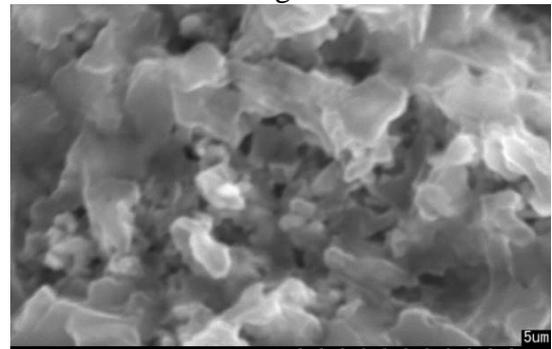
Karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) bertujuan untuk melihat karakteristik mikrostruktur sampel alumina silika dengan pembesaran 200 kali. Mikrostruktur sampel alumina silika yang disinterring menggunakan *Microwave* dan tanur padasuhu 900°C, 1000°C dan 1100°C ditunjukkan pada gambar berikut.



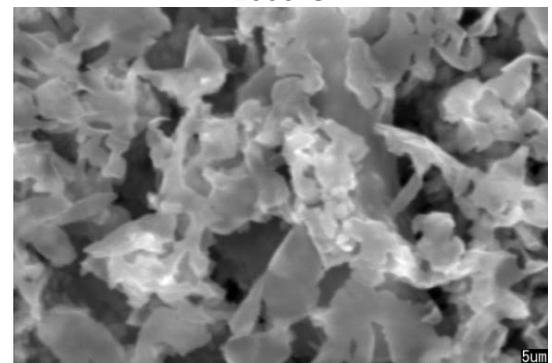
Gambar 1.Sinterring *Microwave* suhu 900°C



Gambar 2.Sinterring tanur suhu 900°C



Gambar 3.Sinterring *microwave* suhu 1000°C



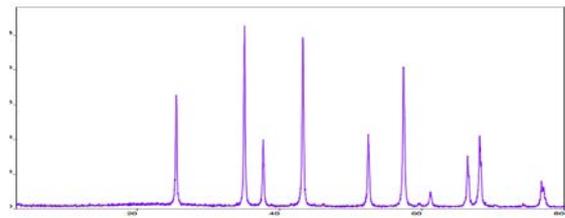
Gambar 4. Sinterring tanur suhu 1000°C

Hasil *Scanning Electron Microscope* (SEM) menunjukkan perbedaan mikrostruktur yang signifikan

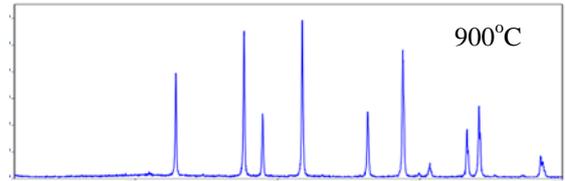
antara sampel yang disinterring menggunakan *microwave* dan sampel yang disinterring menggunakan tanur. Pada sampel yang disinterring menggunakan *microwave* menunjukkan adanya efek gelombang mikro (*microwave effect*), yang terlihat dari perubahan dan perbedaan mikrostruktur untuk tiap-tiap suhu sinterring yang digunakan. Dimana semakin tinggi suhu sinterring yang digunakan, mikrostruktur permukaan sampel alumina silika semakin padat dan menyatu (*solid and compact*), porositas mengalami penurunan dan diikuti peningkatan densitas, *shrinkage* maupun kekerasannya. Sedangkan pada proses sinterring menggunakan tanur mikrostruktur sampel alumina silika pada setiap suhu sinterring semakin padat dan menyatu pula tetapi bentuk permukaan sampel tidak merata dan memiliki pori yang cukup besar sehingga akan mengalami penurunan densitas maupun kekerasannya. Hal ini menunjukkan adanya perbedaan kecepatan difusi atom selama sinterring menggunakan *microwave* dan sinterring konvensional (menggunakan tanur).

b) Analisis Kristalinitas

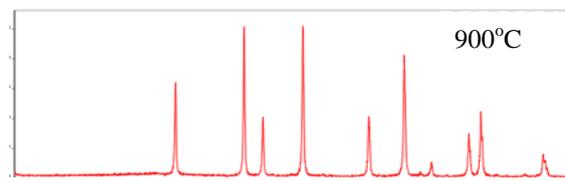
Karakterisasi dengan difraksi sinar X dapat memberikan informasi kristalinitas pada keramik paduan silika sekam padi dan alumina. Hasil analisis kristalinitas menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) merupakan data difraktogram yang *discaning* pada daerah pengamatan 0° - 80° . Hasil difraktogram berupa puncak (*peak*) yang menunjukkan kristalinitas dari alumina silika. Hasil difraktogram sampel silika yang disinterring menggunakan *microwave* dan konvensional (yaitu menggunakan tanur) ditunjukkan pada grafik-grafik dibawah ini.



Gambar 5. Tanpa sinterring



Gambar 6. Sinterring *microwave* suhu 900°C



Gambar 7. Sinterring tanur suhu 900°C

Hasil difraktogram aluminasilika yang tidak disinterring (Gambar 5) menunjukkan satu puncak luas kecil sebelum munculnya puncak serapan yang tajam yang pertama. Hal ini menunjukkan bahwa silika masih bersifat amorf.

Hasil difraktogram aluminasilika yang disinterring menggunakan *microwave* pada suhu 900°C (Gambar 6) terdapat puncak dengan intensitas kristal pada $2\theta = 21,983^{\circ}$. Fase ini diyakini sebagai fase kristobalit dimana identifikasi fase yang dihasilkan mendekati identifikasi fase dari hasil yang dilakukan oleh Nuryono dkk. (2004) yang melaporkan identifikasi fase kristobalit pada posisi $2\theta = 21,97^{\circ}$. Puncak serapan tajam pada intensitas $2\theta = 21,983^{\circ}$ dibandingkan dengan data JCPDS nomor 49-1425 ternyata hampir sama. Pada data JCPDS terdapat puncak tajam $2\theta = 22,003^{\circ}$

Hasil difraktogram aluminasilika yang disinterring secara konvensional menggunakan tanur pada suhu 900°C dan

(Gambar 7) menunjukkan satu puncak luas kecil sebelum munculnya puncak serapan tajam yang pertama yang menandakan silika masih bersifat amorf. Sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Haji Aripin dkk. [12,16-19], bahwa semakin besar muatan Al_2O_3 maka intensitas puncak difraksi silika amorf menurun dan intensitas puncak alpha alumina meningkat.

Hasil difraktogram alumina silika mengindikasikan bahwa penggunaan *microwave* pada proses sintering mempercepat proses terjadinya kristalinitas dari sampel alumina silika, dimana pada proses sintering menggunakan *microwave* seiring dengan naiknya suhu akan memberikan tambahan energi pada alumina silika untuk memutuskan ikatan antar atom-atom pembangun unsur dan molekul, sehingga pada alumina silika dapat terbentuk fase yang lebih sempurna dengan bentuk puncak difraktogram yang dihasilkan lebih tajam atau kristalinitas yang terjadi lebih cepat dari proses sintering konvensional (menggunakan tanur).

Hasil *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan bahwa pada proses sintering menggunakan *microwave* seiring dengan naiknya suhu, puncak (*peak*) difraktogram yang terbentuk lebih tajam atau kristalinitas yang terjadi lebih cepat, jarak antar kisi dan ukuran partikel semakin teratur daripada sintering menggunakan tanur. Hal ini menunjukkan adanya efek gelombang mikro (*microwave effect*) terhadap kristalisasi alumina silika selama proses sintering.

4. Kesimpulan

Hasil SEM menunjukkan bahwa pada proses sintering menggunakan *microwave*

seiring dengan naiknya suhu, permukaan sampel alumina silika semakin padat dan menyatu (*solid and compact*), porositas mengalami penurunan dan diikuti peningkatan densitas, *shrinkage* maupun kekerasan. Sedangkan pada proses sintering menggunakan tanur mikrostruktur sampel alumina silika pada setiap suhu sintering semakin padat dan menyatu pula tetapi bentuk permukaan sampel tidak merata dan memiliki pori yang cukup besar sehingga akan mengalami penurunan densitas maupun kekerasannya. Sedangkan hasil XRD menunjukkan bahwa pada proses sintering menggunakan *microwave* seiring dengan naiknya suhu, puncak (*peak*) difraktogram yang terbentuk lebih tajam atau kristalinitas yang terjadi lebih cepat, jarak antar kisi dan ukuran partikel semakin teratur daripada sintering menggunakan tanur.

Daftar Pustaka

- [1] Kim, H.S., Yang, H.S., Kim, H.J. & Park, H.J. 2004. *Thermogravimetric Analysis of Rice Husk Flour Filled Thermoplastic Polymer Composites*. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 76:395–404.
- [2] Harsono, H. 2002. *Pembuatan Silika Amorf dari Limbah Sekam Padi*. Jurnal Ilmu Dasar FMIPA Universitas Jember Jawa Timur, 3(2):98–102.
- [3] Worrall W. E. 1986. *Clay And Ceramic Raw Material*. Elsevier Scientific Publishing Company, Vol 4, 7.3-7, London.
- [4] H. Aripin, S. Mitsudo, I. N. Sudiana, N. Jumsiah, I. Rahmatia, B. Sunendar, L. Nurdiwijayanto, S. Mitsudo, S. Sabchevski, *Preparation of Porous Ceramic with Controllable Additive and Firing Temperature*, Advanced Materials Research, Vol. 277 (2011) pp. 151-158

- [5] H. Aripin, I. N Sudiana, B. Sunendar. *Preliminary study on silica xerogel extracted from sago waste ash*, Jurnal Sains Materi Indonesia., 6, 24 – 30 (2010).
- [6] Mawardani, Putri. 2014. *Pengaruh Kemurnian Bahan Baku alumina Terhadap Temperatur Sintering dan karakteristik Keramik Alumina*. Fakultas Sains dan Teknologi Univ. Islam Negeri Syarif Hidayatullah. Jakarta.
- [7] S. Mitsudo, K. Sako, S. Tani, I.N. Sudiana, *High Power Pulsed Submillimeter Wave Sintering of Zirconia Ceramics*, The 36th Int. Conference on Infrared, Millimeter and THz Waves (IRMMW-THz 2011), Hyatt Regency Houston, Houston, Texas, USA, October 2-7, 2011.
- [8] Sudiana, I.N, S. Mitsudo, T. Nishiwaki, P. E. Susilowati, L. Lestari, M. Z. Firihi, H. Aripin, *Effect of Microwave Radiation on the Properties of Sintered Oxide Ceramics*, Contemporary Engineering Sciences, Vol. 8 No. 34, 2015, pp. 1607-1615.
- [9] I.N. Sudiana, Ryo Ito, S. Inagaki, K. Kuwayama, K. Sako, S. Mitsudo, *Densification of Alumina Ceramics Sintered by Using Sub-millimeter Wave Gyrotron*, J. Infrared, Millimeter, and Terahertz Waves. 34 (2013), 627-638.
- [10] I N Sudiana, M. Z. Firihi, *Effect of initial green samples on mechanical properties of alumina ceramic*, Contemporary Engineering Sciences, Vol. 9, 2016, no. 12, 595-602
- [11] S. Mitsudo, S. Inagaki, I.N. Sudiana, K. Kuwayama, *Grain Growth in Millimeter Wave Sintered Alumina Ceramics*, Advanced Materials Research, Vol.789 (2013), pp. 279-282.
- [12] H. Aripin, S. Mitsudo, I.N. Sudiana, T. Saito, S. Sabchevski, *Structure Formation of a Double Sintered Nanocrystalline Silica Xerogel Converted From Sago Waste Ash*, Transactions of the Indian Ceramic Society, DOI: 10.1080/0371750X.2014.980850 (2015)
- [13] S. Mitsudo, R.Ito, I.N. Sudiana, K.Sako, and K. Kuwayama, *Grain Growth in Submillimeter Waves Sintered Alumina*, IRMMW-THz 2012, September, Wollongong, Australia.
- [14] W. H. Sutton, *Microwave processing of Ceramic Materials, Microwave Solutions for Ceramic Engineers*, American Ceramic Society, (2005), 35-65.
- [15] M. Z. Firihi, I.N. Sudiana, *2.45 GHz microwave drying of cocoa bean*, ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences Vol. 12 No. 19
- [16] H. Aripin, S. Mitsudo, E.S. Prima, I.N. Sudiana, H. Kikuchi, Y. Fujii, T. Saito, T. Idehara, S. Sano, S. Sabchevski, *Crystalline mullite formation from mixtures silica xerogel converted from sago-of alumina and a novel material waste ash*, Ceramics International, 41,pp.6488–6497 (2015).
- [17] H. Aripin, S. Mitsudo, E.S. Prima, I.N. Sudiana, H. Kikuchi, S. Sano, S. Sabchevski, *Structural Characterization of Mullite-based Ceramic Material from Al₂O₃ and Silica Xerogel Converted from Sago Waste Ash*, Adv. Mat. Res. Vol. 789 (2013) pp. 262-268
- [18] H. Aripin, S. Mitsudo, E. S. Prima, I. N. Sudiana, H. Kikuchi, S. Sano, S. Sabchevski, *Microstructural and Thermal Properties of Nanocrystalline Silica Xerogel Powders converted from Sago Waste Ash Material*, Material Science Forum, Vol. 737 (2013) pp. 110-118
- [19] H. Aripin, S. Mitsudo, I.N. Sudiana, S. Tani, K. Sako, Y. Fujii, T. Saito, T. Idehara, *Rapid sintering of silica xerogel ceramic derived from Sago waste ash using sub-millimeter wave heating of a 300 GHz CW gyrotron*, J. of Infrared and Millimeter waves, Vol. 32, Issue 6, pp. 867-876 (2011)