



Sintesis dan Karakterisasi *Silicon Carbide (SiC)* dari Sekam Padi Menggunakan Metode Reduksi Magnesiotermik

Ahmad Sofyan Sulaeman¹⁾, Sugianto¹⁾, Akhiruddin Maddu²⁾

¹⁾Program Studi Pendidikan Fisika, Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan,
Universitas Muhammadiyah Prof. DR. Hamka

²⁾Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,
Institut Pertanian Bogor

Email: ahmadsofyansulaeman@gmail.com

Submitted 10 Desember 2018, accepted 21 Februari 2019

ABSTRAK – *Silicon Carbide (SiC)* merupakan material keramik non-oksida yang memiliki tingkat kekerasan, titik leleh, dan konduktivitas termal yang tinggi. *SiC* dapat disintesis menggunakan prekursor silika (SiO_2) dan karbon (C) dengan memanfaatkan SiO_2 sebagai sumber silikon (Si). *SiC* telah disintesis dari sekam padi menggunakan prekursor SiO_2 dan C dengan metode reduksi magnesiotermik. Sintesis *SiC* dilakukan dengan mencampurkan SiO_2 dan C pada perbandingan rasio 1:3, kemudian diberi penambahan magnesium (Mg) dengan variasi massa dari 1,0 g, 1,5 g, dan 2,0 g. Selanjutnya, semua sampel dipanaskan dalam *furnace* pada temperatur 600°C selama 3 jam. Fase terbentuknya *SiC* diindikasikan dengan warna fisik pada setiap sampel yang berubah dari abu-abu menjadi putih kehijauan. Selanjutnya serbuk *SiC* dikarakterisasi menggunakan *fourier transform infrared (FTIR)* untuk mengetahui gugus fungsi dan *X-Ray Diffractometer (XRD)* untuk mengetahui derajat kristalinitas, sudut difraksi 2θ , dan jarak antar kisi (d). Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan adanya ikatan Si–C pada bilangan gelombang 786,89 – 941,19 cm^{-1} . *SiC* yang diperoleh pada semua sampel memiliki struktur kubik (β -phase) atau dapat disebut β -*SiC* dengan karakteristik d_{hkl} (111) dan parameter kisi pada kisaran 0,43 nm berdasarkan analisa menggunakan XRD. Penambahan 1 g Mg menghasilkan *SiC* yang terbaik dengan puncak intensitas difraksi 54 a.u pada sudut 36,04°. Semakin tinggi penambahan Mg pada proses sintesis menyebabkan penurunan intensitas, derajat kristalinitas, dan memperbesar ukuran kristal β -*SiC*. β -*SiC* yang disintesis dari sekam padi dengan temperatur rendah ini dapat diaplikasikan sebagai material keramik. Namun, diperlukan karakterisasi lebih lanjut menggunakan *thermogravimetric analysis (TGA)* untuk mengetahui titik leleh serbuk *SiC*.

Kata Kunci : Material Keramik, Reduksi Magnesiotermik, Sekam Padi, Silicon Carbide.

I. PENDAHULUAN

Silicon Carbide (SiC) merupakan material keramik non-oksida yang memiliki sifat fisika dan kimia yang baik seperti, tingginya tingkat kekerasan, titik leleh, temperatur dekomposisi, dan konduktivitas termal. Selain berperan sebagai material keramik, *SiC* juga dapat berperan sebagai material semikonduktor dan penguat komposit sehingga dapat diaplikasikan pada bidang optoelektronik, abrasif, dan nuklir (Anggono *et al.* 2007, Su *et al.* 2016, Avincola *et al.* 2017).

SiC dapat diperoleh dengan mudah, karena sebagian besar bahan baku yang

memiliki kandungan silikon (Si) dan karbon (C) dapat dijadikan sebagai prekursor untuk sintesis *SiC* (Anggono *et al.* 2007). Beberapa prekursor seperti, SiCl_4 , TEOS, CH_3SiCl_3 , dan SiO_2 dapat dijadikan sebagai sumber silikon, sedangkan karbon dapat diperoleh dari gas CO_2 , CH_4 dan serbuk grafit C (Yang *et al.* 2004, Taguchi *et al.* 2005, Guo *et al.*, 2007, Ju *et al.* 2007, Dasog *et al.* 2013, Prakash *et al.* 2015).

Berdasarkan beberapa prekursor yang direkomendasikan, silika (SiO_2) dan karbon (C) lebih banyak diminati para peneliti untuk sintesis *SiC*. SiO_2 dapat diperoleh dari bahan baku alam di antaranya, pasir alam (Hayati

2006) (Hadi and Triwikantoro 2011), abu vulkanik (Sudjarwo *et al.* 2015), dan sekam padi (Abu *et al.* 1876). Sedangkan C dapat diperoleh dari tempurung kelapa (Pambayun *et al.* 2013), pelepas kelapa (Ramdja *et al.* 2008), dan juga sekam padi (Asnawi *et al.* 2018).

Sekam padi menjadi bahan baku yang lebih banyak menarik perhatian dan minat para peneliti dalam sintesis SiC (Anggono *et al.* 2007), karenamemiliki 99% SiO_2 dan 41.44% C (Abu *et al.* 1876, Siahaan *et al.* 2013, Simon Sembiring & Wasinton Simanjuntak 2015).

Sintesis SiC dapat dilakukan dengan memanfaatkan temperatur tinggi di atas 1200°C pada *furnace*, microwave sintering furnace, plasma sintering, dan hidrotermal untuk mendeformasi ikatan SiO_2 dan C menjadi SiC (Krishnarao 1996, Pei *et al.* 2006, Suparman 2010, Li *et al.* 2013, Laar *et al.* 2015). Penggunaan temperatur tinggi dalam sintesis SiC membutuhkan daya listrik yang besar dan biaya yg mahal. Namun, sintesis SiC menggunakan temperatur rendah masih menjadi tantangan bagi para peneliti (Su *et al.* 2016).

Oleh karena itu, sintesis SiC dilakukan menggunakan metode reduksi magnesiotermik untuk mengurangi kebutuhan temperatur tinggi. Proses ini memerlukan penambahan magnesium (Mg) sebagai reduktan untuk mengikat O₂ dari SiO_2 sehingga menghasilkan Si. Selanjutnya Si dapat bereaksi dengan C untuk menghasilkan SiC.

II. METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Preparasi dan Fisika Membran Departemen Fisika Institut Pertanian Bogor pada bulan Agustus – September 2018. Bahan dan alat yang digunakan pada penelitian ini di antaranya, sekam padi dari pengilingan padi di kawasan Dramaga Bogor, HCl 37% dari PT. Smart Lab Indonesia, *Aquabidest Pharmaceutical Laboratories* dari PT. Ikapharmindo Putramas, Magnesium 250 g produksi Merck, Jerman, HF 38 – 40% 2,5 liter produksi Merck, Jerman, gelas ukur,

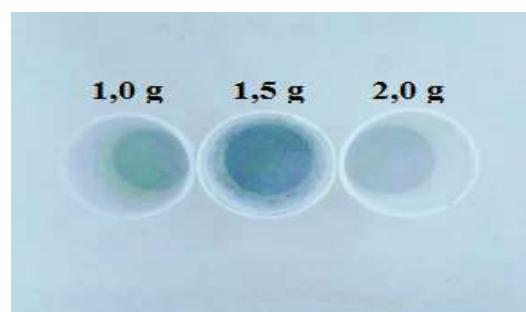
erlenmeyer, *magnetic stirrer*, cawan porselein, dan *furnace*.

Sintesis SiC dilakukan melalui beberapa tahapan di antaranya, tahap preparasi, pengarangan, pengabuan, dan sintesis. Preparasi dilakukan dengan mencuci 120 g sekam padi sebanyak 5 kali menggunakan air suling, selanjutnya sekam padi dibilas menggunakan *aquabidest* untuk menghilangkan kotoran dan debu yang masih melekat. Sekam padi dimasukkan ke dalam oven dengan temperatur 120°C selama 2 jam untuk mengurangi kadar air pada sekam padi. Selanjutnya, pada tahapan pengarangan dan pengabuan, 20 g sekam padi ditempatkan dalam cawan porselein dan dipanaskan menggunakan *furnace* masing-masing pada temperatur 400°C selama 2 jam dan 1000°C selama 4 jam. Arang dan abu yang diperoleh selanjutnya dicuci menggunakan 1 M HCl untuk membersihkan dari zat pengotor yang tidak bereaksi. Kemudian arang dan abu dicampurkan dengan rasio perbandingan 1:3 dan penambahan Mg dengan variasi penambahan 1,0 g, 1,5 g, dan 2,0 g. Campuran serbuk digerus menggunakan mortar dan alu. Sampel dipanaskan dalam *furnace* pada temperatur 600°C selama 3 jam. Serbuk yang diperoleh selanjutnya dicuci menggunakan 1 HF 38–40% dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Endapan disaring dan dikeringkan menggunakan hotplate pada temperatur 180°C selama 1 jam sehingga diperoleh serbuk SiC. SiC dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus ikat molekul. Selain itu, serbuk SiC dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui derajat kristalinitas, jarak interplanar dan sudut difraksi 2θ (Setianingsih & Sutarno, 2018).

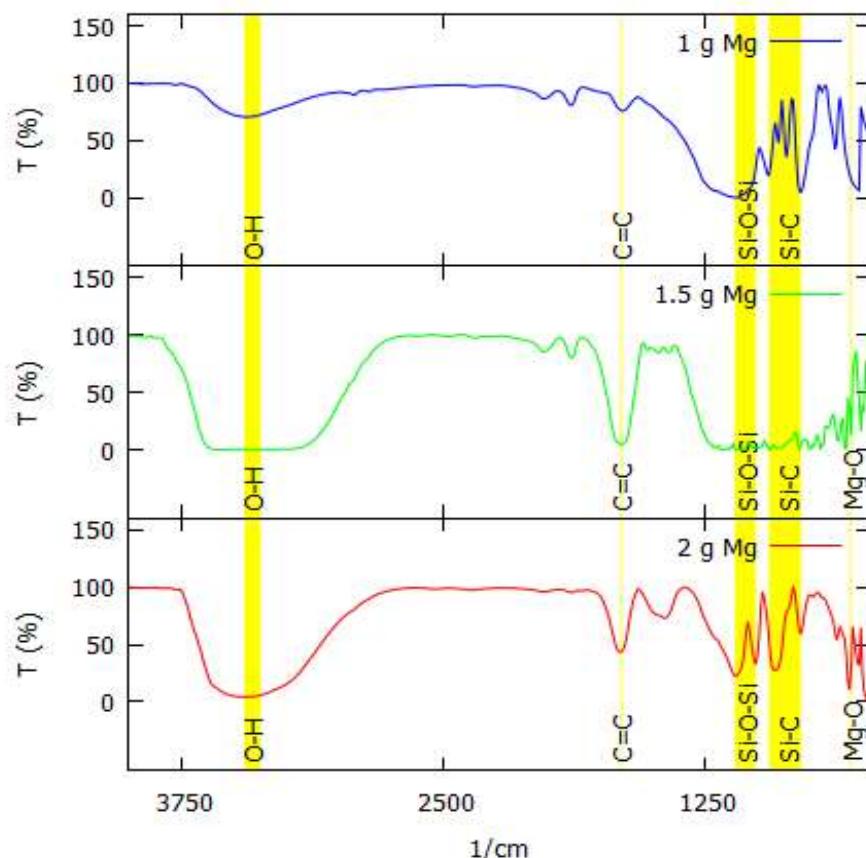
III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil yang diperoleh dari tahap preparasi, pengarangan, pengabuan, dan sintesis menunjukkan ciri fisik yang beda-beda. Arang dan abu yang diperoleh memiliki ciri berwarna hitam dan putih. Pada sampel dengan penambahan 1,0 g Mg menunjukkan warna

putih kehijauan, warna putih mengindikasikan adanya SiO_2 sedangkan warna hijau menandakan adanya kandungan SiC (Su *et al.* 2016). Selanjutnya, sampel dengan 1,5 g Mg secara fisik warna sampel didominasi oleh abu-abu dan sedikit warna putih. Kemudian pada penambahan 2,0 g Mg, sampel memiliki warna putih yang dominan. Hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1 Hasil Sintesis SiC dengan penambahan 1,0 g, 1,5 g, dan 2,0 g Mg



Gambar 2 Hasil Karakterisasi FTIR SiC (1,0 g, 1,5g, 2,0 g) Mg

Kandungan SiC yang terlihat secara fisik dikonfirmasi menggunakan FTIR. Pada serbuk dengan penambahan 1,0 g Mg ikatan Si–C ditandai dengan adanya puncak serapan asimetris pada bilangan gelombang $786,56\text{ cm}^{-1}$ dan simetris pada $856,33\text{ cm}^{-1}$, 894 cm^{-1} , dan $941,19\text{ cm}^{-1}$. Kemudian penambahan 1,5 g Mg ikatan Si–C juga terdeteksi pada bilangan gelombang $794,61\text{ cm}^{-1}$ dan $941,19\text{ cm}^{-1}$. Selain itu, Si–C yang terdeteksi pada serbuk dengan 2,0 g Mg diwakili oleh adanya puncak serapan pada

bilangan gelombang $786,89\text{ cm}^{-1}$ dan $910,33\text{ cm}^{-1}$. Hasil karakterisasi dapat dilihat pada Gambar 2.

Puncak serapan lebar pada rentang bilangan gelombang $3371,32\text{ cm}^{-1}$ hingga $3448,47\text{ cm}^{-1}$ mewakili adanya gugus O–H. Puncak serapan tajam di $1643,23\text{ cm}^{-1}$ hingga $1650,94\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus C=C. kemudian pada bilangan gelombang $1002,91\text{ cm}^{-1}$ sampai $1103,20\text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan adanya ikatan Si – O – Si. Adapun ikatan Mg–O terdeteksi pada bilangan gelombang $547,74\text{ cm}^{-1}$.

Tabel 1 Hasil Karakterisasi FTIR

Posisi pita serapan IR (cm ⁻¹)	Gugus fungsi	Mode vibrasi	Referensi
547,74	Mg–O	Tajam	(Palacio <i>et al.</i> 2014)
786,89 – 941,19	Si–C	Lemah–sedang	(M Jinnah Sheik Mohamed 2012)(Zhang <i>et al.</i> 2018)(Abdurazik 2016)(Sastrohamidjojo 2013)
1002,91–1103,20	Si–O–Si	Lebar	(Zhang <i>et al.</i> 2018)
1643,23–1650,94	C=C	Tajam	(M. Kandiban, P. Vigneshwaran 2015)
3371,32–3448,47	O–H	Lebar	(Dasog <i>et al.</i> 2013)

Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan XRD SiC dengan penambahan 1,0 g, 1,5 g, dan 2,0 g Mg menghasilkan intensitas dan tingkat kristalinitas yang berbeda-beda. SiC dengan penambahan 1,0 g Mg ditunjukkan pada sudut 36,02°. Indeks bidang, parameter kisi, dan ukuran kristal yang dimiliki secara berturut-turut yaitu, $d_{hk\bar{l}}$ (111), 0,4312, dan 42,9 nm. SiC pada penambahan 1,5 g Mg ditunjukkan pada sudut 35,99° memiliki indeks bidang (111), parameter kisi 0,4317, dan ukuran kristal 52,5

nm. Kemudian pada SiC dengan penambahan 2,0 g Mg diperoleh pada sudut 35,69° indeks bidang, parameter kisi, dan ukuran kristal pada SiC secara berturut-turut yaitu, (111), 0,4352 nm, dan 124,5 nm. Hasil yang diperoleh dari analisa menggunakan XRD melalui *software Joint Committe onPowder Diffraction Standards* (JCPDS) untuk mengetahui indeks bidang, jarak antar kisi, ukuran kristal, dan parameter kisi pada SiC yang ditampilkan pada Tabel 2.

Tabel 2 Hasil Analisa XRD

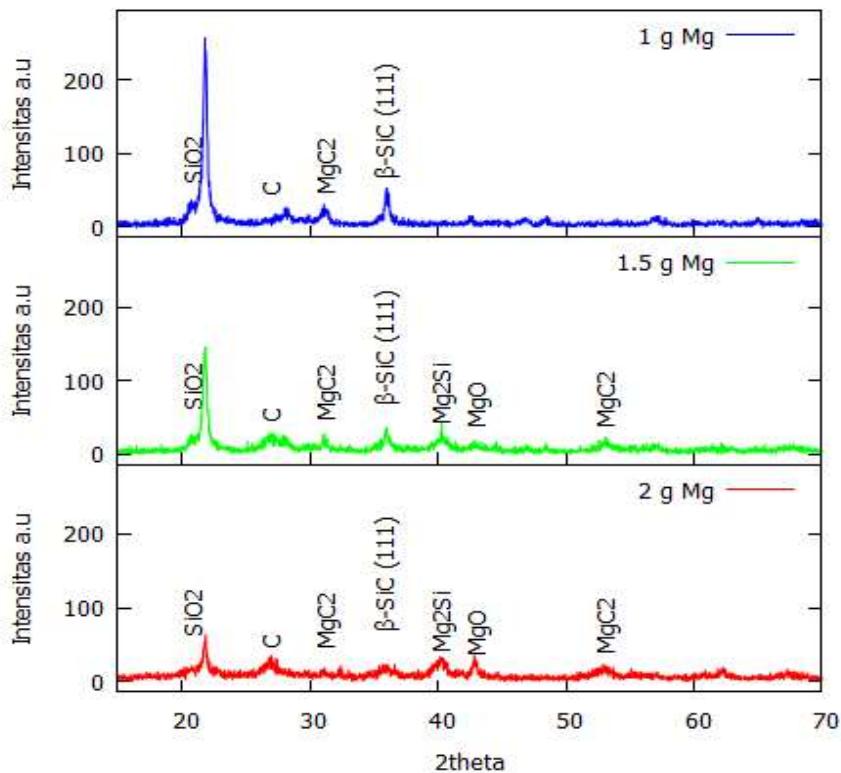
Sampel	Kristalinitas (%)	2θ (deg)	hkl	d (nm)	α (nm)	D (nm)
1,0 g Mg	77,38	36,02	111	0,249	0,4312	42,9
1,5 g Mg	54,78	35,99	111	0,249	0,4317	52,5
2,0 g Mg	41,67	35,69	111	0,251	0,4352	124,5

Peningkatan massa Mg menyebabkan penurunan derajat kristalinitas dan intensitas difraksi pada SiC. hal tersebut dapat diasumsikan bahwa pada saat penggerusan homogenitas pada partikel rendah sehingga menyebabkan ukuran kristal membesar seiring dengan penambahan massa Mg. Hubungan tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.

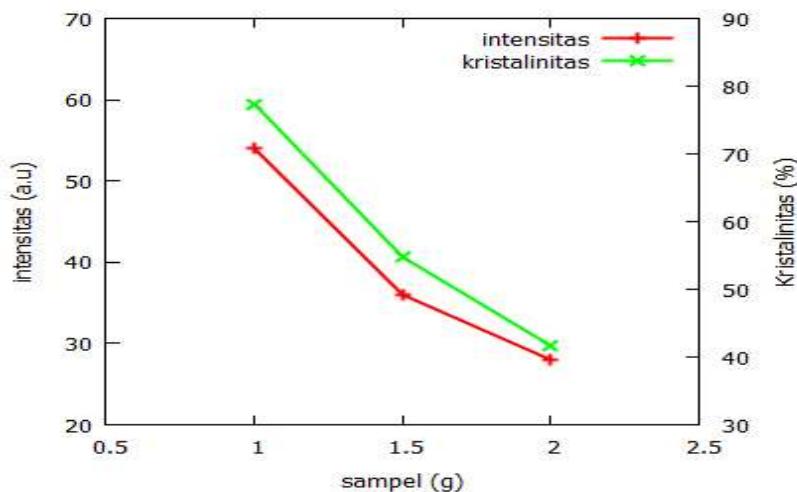
Sebuah SiC yang diperoleh memiliki

struktur kubik atau dapat disebut β –SiC. Hasil ditunjukkan pada Gambar 3.

Selain itu, beberapa senyawa yang terbentuk seperti, MgC₂ dan Mg₂Si dapat diasumsikan adanya reaksi metatesis. Reaksi ini terjadi karena adanya pertukaran ion antar unsur, sehingga terjadi transposisi untuk mencapai kestabilan reaksi (Astruc 2005, Dasog *et al.* 2013).



Gambar 3 Hasil Karakterisasi XRD SiC (1,0 g, 1,5 g, 2,0 g) Mg



Gambar 4 Hubungan antara intensitas difraksi, kristalinitas, dan peningkatan massa Mg

IV. KESIMPULAN

Sekam padi dapat dijadikan sebagai sumber SiO₂ dan C untuk sintesis SiC. Penambahan 1 g Mg memberikan hasil terbaik dengan ciri fisik berwarna putih kehijauan. Selain itu, SiC 1,0 g memiliki kristalinitas dan intensitas yang tinggi sehingga memungkinkan untuk di aplikasikan sebagai material keramik dengan catatan,

perlu adanya karakterisasi lebih lanjut menggunakan TGA untuk mengetahui titik lelehnya.

V. UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih penulis haturkan kepada Departemen Fisika Institut Pertanian Bogor yang telah memfasilitasi eksperimen penulis melalui Laboratorium Preparasi dan Fisika Membran

yang didanai oleh program PDUPT Kemenristek Dikti Nomor: 1726/IT3.11/PN/2018.

VI. DAFTAR PUSTAKA

- Abdurazik, D., 2016. *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) Analysis of Silicon Carbide, Nanowires by.*
- Abu, R., Yahya, R., & Neon, S., 1876. Production of High Purity Amorphous Silica from Rice Husk. *Procedia Chemistry*, 19, Page: 189–195.
- Anggono, J., Anggono, J., Tjitro, S., Wijaya, E., Teknik, J., & Petra, M. K., 2007. *Pembuatan Keramik Silikon Karbida Menggunakan Campuran Serbuk Kayu Meranti dan Silikon.*
- Asnawi, M., Azhari, S., Hamidon, M.N., Ismail, I., & Helina, I., 2018. Synthesis of Carbon Nanomaterials from Rice Husk via Microwave Oven. *Journal of Nanomaterials.*
- Astruc, D., 2005. The metathesis reactions: From a historical perspective to recent developments. *New Journal of Chemistry*, 29 (1), Page: 42–56.
- Avincola, V.A., Fitzgerald, K., Kinay, D., & Steinbrueck, M., 2017. ScienceDirect ScienceDirect High-temperature tests of silicon carbide composite of GFR silicon carbide composite cladding tests under conditions cladding under GFR conditions the feasibility of using heat demand-outdoor function for a c long-term district heat demand forecast. *Energy Procedia*, 127, Page: 320–328.
- Dasog, M., Smith, L.F., Purkait, T.K., & Veinot, J.G.C., 2013. Low temperature synthesis of silicon carbide nanomaterials using a solid-state method. *Chemical Communications*, 49 (62), Page: 7004–7006.
- Guo, J.Z., Zuo, Y., Li, Z.J., Gao, W.D., & Zhang, J.L., 2007. Preparation of SiC nanowires with fins by chemical vapor deposition. *Physica E: Low-Dimensional Systems and Nanostructures*, 39 (2), Page: 262–266.
- Hadi, S. & Triwikantoro, D., 2011. Sintesis Silika Berbasis Pasir Alam Bancar menggunakan Metode Kopresipitasi. *Fisika Dan Aplikasinya*, 7 (2), Hal: 7–10.
- Hayati, M., 2006. Penggunaan Sekam Padi Sebagai Media Alternatif dan Pengujian Efektivitas Penggunaan Media Pupuk Daun Terhadap Pertumbuhan dan Hasil Tanaman Tomat Secara Hidroponik. *journal Floratek*, 2, Hal: 63–68.
- Ju, Z., Ma, X., Fan, N., Li, P., Xu, L., & Qian, Y., 2007. High-yield synthesis of single-crystalline 3C-SiC nanowires by a facile autoclave route. *Materials Letters*, 61 (18), Page: 3913–3915.
- Jyoti Prakash, Ramani Venugopalan, B.M. Tripathi, S.K., & Ghosh, J. K. C., 2015. Chemistry of one dimensional silicon carbide materials : Principle , production , application and future prospects. *Progress in Solid State Chemistry*, Page: 1–25.
- Krishnarao, R. V., 1996. Formation of Sic from Rice Husk Black Mixture : Effect of Rapid Heating, 8842 (95), Page: 1–4.
- Laar, J.H. Van, Slabber, J.F.M., Meyer, J.P., Walt, I.J., Puts, G.J., and Crouse, P.L., 2015. Microwave-Plasma Synthesis of Nano-sized Silicon Carbide at Atmospheric Pressure, Page: 1–24.
- Li, J., Shirai, T., & Fuji, M., 2013. Rapid carbothermal synthesis of nanostructured silicon carbide particles and whiskers from rice husk by microwave heating method. *Advanced Powder Technology*.
- M. Kandiban, & P. Vigneshwaran, I. V. P., 2015. *Synthesis and Characterization of Mgo Nanoparticles for Photocatalytic*, (January).
- M Jinnah Sheik Mohamed, N.S., 2012. Experimental Investigation of Silicon Carbide Reinforced MoSi₂ Ceramic Nanocomposite Prepared by Mechanical Milling. *International Journal of Mechanical Engineering and Robotics Research*, 1 (1).
- Palacio, S., Aitkenhead, M., Escudero, A., Montserrat-Martí, G., Maestro, M., & Robertson, A.H.J., 2014. Gypsophile chemistry unveiled: Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy provides new insight into plant adaptations to gypsum soils. *PLoS ONE*, 9(9).

- Pambayun, G. S., Yulianto, R.Y.E., Rachimoellah, M., & Putri, E. M. M., 2013. Pembuatan karbon aktif dari arang tempurung kelapa dengan aktivator ZnCl₂ dan Na₂CO₃ sebagai adsorben untuk mengurai kadar fenol dalam air limbah. *Jurnal Teknik POMITS*, 2 (1), Hal: 116–120.
- Pei, L.Z., Tang, Y.H., Chen, Y.W., Guo, C., Li, X.X., Pei, L.Z., Tang, Y.H., Chen, Y.W., Guo, C., Li, X.X., Yuan, Y., & Zhang, Y., 2006. Preparation of silicon carbide nanotubes by hydrothermal method, 114306.
- Ramdja, A.F., Halim, M., & Handi, J., 2008. Pembuatan Karbon Aktif dari Pelepah Kelapa (Cocus nucifera). *Jurnal Teknik Kimia*, 15 (2), Hal: 1–8.
- Sastrohamidjojo, H., 2013. *Dasar-dasar Spektroskoppi*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Siahaan, S., Hutapea, M., Hasibuan, R., Kimia, D.T., Teknik, F., and Utara, U.S., 2013. Penentuan Kondisi Optimum Suhu Dan Waktu Karbonisasi. *Jurnal Teknik Kimia USU*, 2 (1), 26–30.
- Simon Sembiring & Wasinton Simanjuntak., 2015. *Silika Sekam Padi Potensinya Sebagai Bahan Baku Keramik Industri*. Plantaxia.
- Su, J., Gao, B., Chen, Z., Fu, J., An, W., Peng, X., Zhang, X., Wang, L., Huo, K., & Chu, P. K., 2016. Large-Scale Synthesis and Mechanism of β -SiC Nanoparticles from Rice Husks by Low-Temperature Magnesiothermic Reduction. *ACS Sustainable Chemistry and Engineering*, 4(12), Page: 6600–6607.
- Sudjarwo, W.A.A., Dipayana, D.K., Setia, U., & Surakarta, B., 2015. *Sintesis Silika Gel dari Abu Vulkanik Gunung Merapi*.
- Suparman, S., 2010. *Sintesis Silikon Karbida (SiC) dari Silika Sekam Padi dan Karbon Kayu dengan Metode Reaksi Fasa Padat*.
- Taguchi, T., Igawa, N., Yamamoto, H., Shamoto, S.I., & Jitsukawa, S., 2005. Preparation and characterization of single-phase SiC nanotubes and C-SiC coaxial nanotubes. *Physica E: Low-Dimensional Systems and Nanostructures*, 28 (4), Page: 431–438.
- Tutik Setianingsih, S., 2018. *Prinsip Dasar dan Aplikasi Metode Difraksi Sinar-X untuk Karakterisasi Material*. Malang: UB Press.
- Yang, W., Araki, H., Hu, Q., Ishikawa, N., Suzuki, H., and Noda, T., 2004. In situ growth of SiC nanowires on RS-SiC substrate(s). *Journal of Crystal Growth*, 264 (1–3), 278–283.
- Zhang, X.-F., Chen, Z., Feng, Y., Qiu, J., & Yao, J., 2018. Low-Temperature Transformation of C/SiO₂ Nanocomposites to β -SiC with High Surface Area. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 6 (1), Hal: 1068–1073.