

Pengaruh Suhu Tinggi terhadap Karakteristik Keramik *Cordierite* Berbasis Silika Sekam Padi

Simon Sembiring,* Posman Manurung, dan Pulung Karo-Karo
Jurusan Fisika Bidang Material, Universitas Lampung
Jl. Prof. Dr. Sumantri Brojonegoro, Bandar Lampung 35145

Intisari

This study was carried out to investigate the effect of high temperature on the functional groups, microstructure and physical characteristics of *cordierite* ceramics obtained from an aqueous solution of *magnesium nitrate hydrate* ($(\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6.12\text{H}_2\text{O})$), *aluminium nitrate hydrate* ($(\text{Al}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9.15\text{H}_2\text{O})$) and silica sols extracted from rice husk. The samples were sintered at temperature of 1000°C, 1200°C and 1400°C. Functional groups and microstructural characteristics of *cordierite* ceramics were examined by FTIR and SEM, respectively. FTIR study shows that the absence of the vibration bands of Na-OH, Si-OH, C-O, Si-O-Si on the samples. However, the formation of *cordierite structure* was dominated on this high temperature. Microstructure results confirmed the presence of irregular morphology of the solid and compact phases. In addition, the *densities*, *shrinkage* and *hardness* of *cordierite* increase significantly with increasing temperature, but *porosity* decreases with increasing temperature.

KATA KUNCI: rice husk, *cordierite*, mikrostruktur, sintering

I. PENDAHULUAN

Cordierite salah satu material dengan struktur silika yang bervariasi, diantaranya *entatite*, *magnesium silicate*, dengan *cordierite* memiliki kandungan silika paling tinggi dan stabil [1], yang secara luas telah diaplikasikan di berbagai industri seperti, industri gelas, industri keramik dan industri elektronik sebagai isolator panas dan listrik, karena memiliki kestabilan termal dan daya tahan terhadap zat kimia yang tinggi serta koefisien termal rendah [2]. Keramik *cordierite* dapat disintesis dari berbagai bahan baku silika mineral seperti *fumed silika*, *kaolinite*, TMOS (*tetramethylortosilicate*), maupun TEOS (*tetraethylorthosilicate*), melalui berbagai metode diantaranya, teknik reaksi padatan (*solid-state reaction*) [3, 4], teknik *sol-gel* [5, 6], teknik *melting* [7, 8].

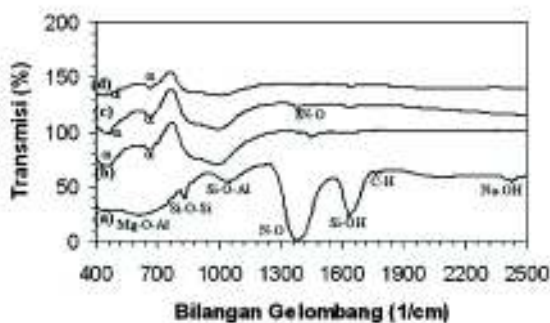
Pada penelitian yang telah dilakukan terhadap karakteristik *cordierite* pada suhu rendah yakni 300-700°C dengan menggunakan silika sekam padi [9] menunjukkan bahwa karakteristik fungsionalitas *cordierite* terdiri dari Si-OH, Si-O-Al, Mg-O-Al, Na-OH, N-O, C-O dan C-H pada suhu 300°C dan 500°C, dan proses kristalisasi pembentukan *cordierite* melalui spinel MgAlO_2 pada suhu sintering 700°C. Sebagai tambahan, hasil analisis SEM/EDS menunjukkan bahwa mikrostruktur dengan pori dan kekerasan meningkat dengan meningkatnya suhu sintering dengan kehadiran komposisi elemen Si, Al, Mg dan O. Perubahan sifat fisis (*shrinkage*, porositas, densitas dan kekerasan mengalami perubahan yang signifikan pada suhu sintering 700°C. Dari penelitian awal yang dilakukan, dapat disimpulkan bahwa proses kristalisasi diantaranya pematangan (*densification*), pemben-

tukan *cordierite* tergantung suhu sintering dan membutuhkan energi termal yang lebih tinggi untuk mengubah struktur. Berdasarkan latar belakang yang dipaparkan di atas, untuk melengkapi informasi pembentukan *cordierite* maka penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mempelajari pengaruh temperatur tinggi terhadap karakteristik fungsionalitas, mikrostruktur dan fisis bahan keramik *cordierite*.

II. METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Fisika Material, Kimia Fisik, Jurusan Kimia Universitas Lampung dan di Pusat Penelitian Bahan BATAN Bandung. Dalam penelitian ini digunakan sekam padi yang diekstrak untuk mendapatkan silika sebagai bahan dasar dalam mensintesis *cordierite* dengan bahan kimia yang digunakan meliputi larutan KOH 5%, HCl 10%, *magnesium nitrat hydrate* ($(\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6.12\text{H}_2\text{O})$), *aluminium nitrat hydrate* ($(\text{Al}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9.15\text{H}_2\text{O})$), Merck KgaA 64271 (*Darmstadt Germany*), NH_3 , aquades, etanol, metanol, indikator pH. Peralatan yang digunakan adalah *furnace* merk Nobertherm, timbangan analitik listrik (Model GR-120, Japan), dan *Spectrometer Infrared* (Shimadzu, FTIR, 8201, PC, Japan), dan *Scanning Electron Microcopy* (SEM) Philips XL-30, serta alat pendukung lain seperti *plate* panas pengaduk (*stirring-hot plate*), ayakan 125 μm (Merck Endecotts Limited London SW 3TZ England), cawan porselen, pipet, mortar dan pastle serta alat press hidrolik (*Graseby Specac*). Untuk mendapatkan silika sebagai bahan baku *cordierite*, sekam padi diekstrak dengan mengacu pada prosedur yang telah dilakukan sebelumnya [10]. Kemudian, mencampurkan bahan dasar *magnesium nitrat hydrate* ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6.12\text{H}_2\text{O}$), *aluminium nitrat hydrate* ($(\text{Al}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9.15\text{H}_2\text{O})$, dan silika sol hasil ekstraksi mengacu pada prosedur yang sudah dilakukan [9, 11] yakni diaduk dengan *magnetic stirrer* dengan meng-

*E-MAIL: Simbiring@yahoo.com.au



Gambar 1: Spektrum FTIR *cordierite* hasil sintesis dari silika sekam padi (a) tanpa Sintering, (b) 1000°C, (c) 1200°C, dan (d) 1400°C: α = *Cordierite*

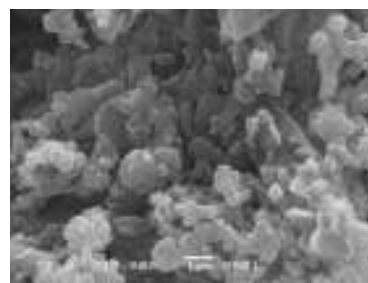
gunakan mediator air bebas ion dengan penambahan NH₃ secara bertahap, hingga sol berubah menjadi gel yang jernih putih dan transparan. Selanjutnya, dilakukan pengeringan pada suhu 110 °C selama 8 jam untuk mendapatkan gel dalam bentuk serbuk dan digerus dengan ukuran butir 125 μ m lalu disintering pada suhu 1000°C, 1200°C, dan 1400°C dengan *heating rate* 3°/min selama 2 jam.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil analisis FTIR disajikan dalam Gambar 1 yang mengindikasikan adanya beberapa gugus fungsi yang dimiliki oleh silika dan *cordierite*.

Gambar 1(a) menunjukkan hasil analisis FTIR tanpa sintering, dengan puncak vibrasi utama pada bilangan gelombang, 1631,7 cm^{-1} , 1384,8 cm^{-1} , dan 1049,2 cm^{-1} , yakni gugus fungsi Si-OH yang terjadi akibat interaksi air dengan silika [12, 13], gugus yang khas untuk vibrasi NO⁻³ muncul dari bahan yang digunakan pada penelitian ini, yang didukung oleh penelitian sebelumnya dengan mengekstrak silika dengan menggunakan HNO₃ [14], dan gugus fungsi Si-O-Al yang terjadi akibat deformasi gugus Si-O-Si [15], dan berinteraksi dengan Al membentuk gugus AlO₆ *octahedral* [16, 17]. Selain itu, puncak lain yang cukup signifikan untuk sampel tanpa sintering terdapat pada bilangan gelombang 2426,3 cm^{-1} , 1789,8 cm^{-1} , 1762,8 cm^{-1} , masing masing mengindikasikan interaksi gugus OH dengan NaOH di dalam selulosa dan ikatan C-O dengan selulosa yang terlarut dan diserap silika [13].

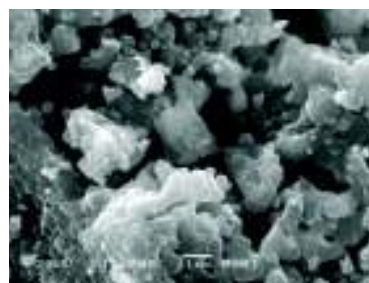
Seiring dengan kenaikan suhu sintering yakni 1000°C, 1200°C, dan 1400°C (Gambar 1 (b), (c) dan (d)) menunjukkan perbedaan gugus fungsi yang cukup signifikan dengan tanpa sintering (Gambar 1a), yakni tidak teridentifikasinya gugus fungsi Na-OH, Si-OH, C-O, Si-O-Si, namun puncak khas untuk vibrasi NO⁻³, muncul pada sampel sintering 1200°C. Hasil ini mengindikasikan bahwa mulai suhu sintering 1000°C terjadi proses kristalisasi yang mengakibatkan terjadinya pematatan (*densification*). Proses kristalisasi dapat dilihat semakin meningkat puncak vibrasi pada bilangan gelombang 987,5 cm^{-1} , 883,3 cm^{-1} , 659,6 cm^{-1} , 617,2



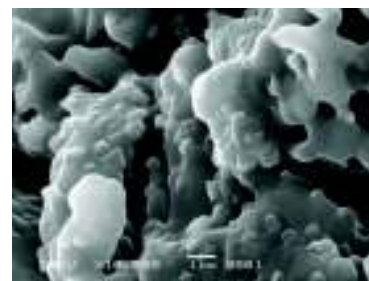
(a)



(b)



(c)

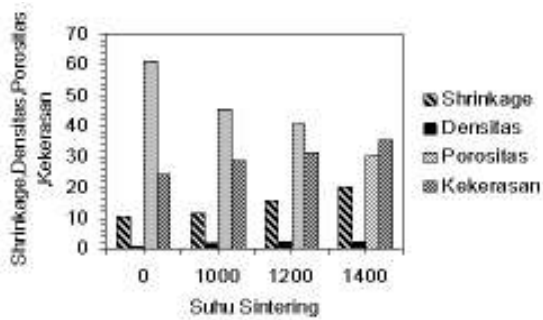


(d)

Gambar 2: Analisis SEM sampel *cordierite* hasil sintesis dari silika sekam padi (a) tanpa sintering, (b) 1000°C, (c) 1200°C dan (d) 1400°C

cm^{-1} , 466,7 cm^{-1} , dan 439 cm^{-1} , yang menunjukkan karakteristik *cordierite*, akibat interaksi Mg dan Al dengan oksigen (Gambar 1 (a)) dengan bilangan gelombang 825,2 cm^{-1} dan 447,5 cm^{-1} bereaksi dengan Si-O-Si, yang sesuai dengan penelitian sebelumnya [12, 18] yang menyimpulkan bahwa pembentukan *cordierite* diikuti dengan MgAlO₂ spinel.

Karakteristik mikrostruktur sampel *cordierite* tanpa sintering dan yang disintering pada suhu 1000°C, 1200°C dan



Gambar 3: Pengaruh sintering terhadap sifat fisis (*shrinkage*, porositas, densitas dan kekerasan) sampel *cordierite* hasil dari ekstraksi silika sekam padi.

1400°C disajikan dalam Gambar 2, sedangkan karakteristik fisis (*shrinkage*, densitas, porositas dan kekerasan) akibat perlakuan sintering disajikan pada Gambar 3. Morfologi permukaan (Gambar 2(a)) kelihatan tidak homogen dan memiliki pori, terdiri dari gumpalan dan bulat (*cluster and globular*) membentuk butiran-butiran kecil (*granular*) dengan ukuran dan bentuk partikel yang berbeda, dan tersebar secara tidak merata pada permukaan. Perbedaan ukuran dan bentuk partikel menunjukkan bahwa mikrostruktur permukaan sampel *cordierite* berbentuk amorph, terdiri dari beberapa komponen yang berikatan dengan silika membentuk gugus, seperti yang ditunjukkan hasil analisis FTIR (Gambar 1(a)), sehingga memiliki jumlah pori (porositas) yang besar (Gambar 3).

Selanjutnya permukaan sampel *cordierite* pada suhu sintering 1000°C kelihatan membentuk *cluster* dan butiran yang lebih kecil, padat dan menyatu (*solid and compact*), sehingga jumlah pori (porositas) mengalami penurunan (Gambar 3), sementara permukaan sampel *cordierite* pada suhu sintering 1200°C kelihatan membentuk *cluster* yang lebih besar, padat dan menyatu (*solid and compact*) dengan luas permukaan semakin besar, sehingga jumlah pori (porositas) mengalami

penurunan (Gambar 3), dan diikuti peningkatan densitas, *shrinkage* maupun kekerasan karena mencapai pembentukan kristal *cordierite* yang ditunjukkan hasil analisis FTIR (Gambar 1(c)). Pada suhu sintering 1400°C (Gambar 2 (d)), morfologi permukaan kelihatan semakin *solid* dan *compact*, dengan luas permukaan meningkat, ukuran dan bentuk butiran terdistribusi merata (homogen). Hasil ini mengindikasikan bahwa proses kristalisasi pembentukan *cordierite*, dengan penurunan porositas diikuti dengan peningkatan *shrinkage* dan kekerasan yang cukup signifikan (Gambar 3).

IV. SIMPULAN DAN SARAN

Dari serangkaian percobaan yang dilakukan pada penelitian ini, diperoleh beberapa kesimpulan berkaitan dengan karakteristik keramik *cordierite* berbasis silika sekam padi pada suhu tinggi yakni (1) karakteristik fungsionalitas pada suhu tinggi menunjukkan tidak teridentifikasi komponen Na-OH, Si-OH, C-O, Si-O-Si, (2) proses kristalisasi didominasi oleh pembentukan *cordierite* dan perubahan karakteristik fisis (porositas, densitas dan kekerasan) pada suhu tinggi mengalami perubahan yang cukup signifikan, (3) karakteristik mikrostruktur menunjukkan terbentuknya kristal keramik *cordierite* dengan membentuk gumpalan (*cluster*).

Untuk mendapatkan hasil yang lebih rinci disarankan dilakukan karakterisasi pada suhu 1500°C dengan menggunakan XRD dan DTA untuk mendapatkan struktur dan sifat termal dan kekerasan maximum. Penelitian ini merupakan lanjutan dari serangkaian penelitian yang kami lakukan di Fisika Bidang Material FMIPA Universitas Lampung.

Ucapan Terima Kasih

Penelitian ini dapat dilakukan berkat bantuan Dana Direktorat Penelitian Dan Pengembangan Kepada Masyarakat DIKTI Dengan Surat Kontrak NO 010/SP2H/DP2M/III/2008

- [1] Kingrey, W.D, Bowen, H.H, Uhlmann, D.R, *Introduction to Ceramics* (2nd, Eddition, Jhon Wiley & Sons, 1976).
- [2] Goncalves, M.R.F, Bergmann, C.P, *Thermal Insulator made with Cordierite: Production and Correlation between Properties and Microstructure* (Contruction and Building Materials, 2006).
- [3] Kurama, S and Kurama, H, *The Reaction Kinetics of Rice Husk Based Cordierite Ceramic* (Ceramic International, 1 - 4, 2006).
- [4] Kurama, S and Ozel, N., *Synthesis and Sintering of Cordierite at Low Temperature from Kaolinite and Magnesium Hydroxide*, Key Engineering Materials, 92 - 928 (2004).
- [5] Douy, A., *Organics Gels in The Preparation of Silicate Powders Example of Mullite and Cordierite*, In Chemical Processing of Advanced Materials, New York, pp. 585 - 594, 1992.
- [6] Naskar, M.K and Chatterjee, Materials Letters, **59**, 998-1003 (2005).
- [7] Rudolph, T; Pannhorst, W; Petzow, G., Journal Non-Crystalline Solid, **155**, 273-281 (1993).
- [8] Amista, P; Cesari, M; Montenero, A; Gnappi, G; Lan, L., Journal Non-Crystalline Solid, **192**, 529-533 (1995).
- [9] Sembiring, S, *Karakteristik Keramik Cordierite Berbasis Silika Sekam Padi Pada Temperatur Rendah (Low Temperature)*, to be submitted in Journal Saintika, Universitas Medan (UNIMED) (2008).
- [10] Sembiring, S dan Karo-Karo, K, *Pengaruh suhu Sintering Terhadap Karakteristik Termal dan Mikrostruktur Silika Sekam Padi*, jurnal Sains dan Teknologi, Mipa Unila (2007).
- [11] Triyanti, S, *Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Fungsionalitas dan Karakteristik Thermal Bahan Keramik Cordierite Berbasis Silika Sekam Padi*, Thesis Universitas Lampung , 2008.
- [12] Adam, F, Kandasamy, Balakrishnan, S., J. Coloid and Interface Science, **304**, 137-143 (2006).
- [13] Ndazi, B.S, Karlsoon, S, Tesha, J.V, Nyahumwa, C.W, *Chemical and Physical Modification of Rice Husks for Use as Composite panels*, Composite Part A: Applied Science and Manufacturing,

- p1-11 (2006).
- [14] Ebsworth, E.A.V, Rankin, D.W.H, Cradock, S, *Structural Methods in Organic Chemistry* (Second ed, Blackwell Scientific Publication Oxford United Kingdom, p222, 1991).
- [15] Daifullah, A.A.M; Girgis, B.S and Gad, H.M.H, *Materials Letters*, **57**, 1723-1731 (2003).
- [16] Chatterjee, M and Naskar M.K., *Ceramic International*, **32**, 623-632 (2006).
- [17] Naskar, M.K dan Chatterjee, M., *Journal of The European Ceramic Society*, **24**, 3499-3507 (2004).
- [18] Petrovic, R, Janaclovic, D, Bozovic, B, Zec, S and Gvozdenovic, L.K, *Journal Sebian Chemical Society*, **66**(3), 335-343 (2001).