

Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Sintesis Silicon Carbide (SiC) Berbahan Dasar Abu Sekam Padi dan Grafit Pensil 2B

Resky Irfanita¹, Asnaeni Ansar, Ayu Hardianti Pratiwi, Jasruddin dan Subaer
Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Makassar
¹reskyirfanita@rocketmail.com

Received 30-05-2014, Revised 27-10-2014, Accepted 3-12-2014, Published 30-04-2015

ABSTRACT

The objective of this study is to investigate the effect of sintering temperature on the synthesis of SiC produced from rice husk ash (RHA) and 2B graphite pencils. The SiC was synthesized by using solid state reaction method sintered at temperatures of 750°C, 1000°C and 1200°C for 26 hours, 11.5 hours and 11.5 hours, respectively. The quantity and crystallinity level of SiC phase were measured by means of Rigaku MiniFlexII X-Ray Diffraction (XRD). The microstructure of SiC was examined by using Tescan Vega3SB Scanning Electron Microscopy (SEM). The XRD results showed that the concentration (wt%) of SiC phase increases with the increasing of sintering temperature. SEM results showed that the crystallinity level of SiC crystal is improving as the sintering temperature increases.

Keywords : Grafit, Rice Husk Ash, Scanning Electron Microscopy (SEM), Silicon Carbide (SiC), X-Ray Diffraction (XRD)

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk menyelidiki pengaruh suhu sintering terhadap sintesis silicon carbide (SiC) berbahan dasar abu sekam padi dan grafit dari pensil 2B. Sintesis SiC dilakukan dengan metode reaksi padatan pada temperatur sintering 750°C, 1000°C dan 1200°C dengan waktu sintering masing-masing 26 jam, 11.5 jam dan 11.5 jam. Tingkat kekristalan dan kuantitas fasa SiC diuji dengan Rigaku MiniFlexII X-Ray Diffraction (XRD). Struktur mikro SiC diuji dengan Tescan Vega3SB Scanning Electron Microscopy (SEM). Hasil pengukuran dengan XRD memperlihatkan bahwa konsentrasi fasa (wt%) SiC meningkat dengan meningkatnya suhu sintering. Hasil uji SEM menunjukkan bahwa tingkat kekristalan partikel SiC semakin tinggi dengan dengan naiknya temperatur sintering.

Kata kunci: Abu Sekam Padi, Grafit, Scanning Electron Microscopy (SEM), Silicon Carbide (SiC), X-Ray Diffraction (XRD).

PENDAHULUAN

Silicon carbide (SiC) merupakan jenis material yang sangat keras dan memiliki aplikasi yang luas, terutama di bidang industri. SiC merupakan salah satu jenis material yang paling dibutuhkan tetapi jumlahnya sedikit dan memiliki harga yang sangat tinggi. *Silicon carbide* atau *carborundum* atau *moissanite* atau yang lebih dikenal dengan SiC merupakan keramik non-oksidasi yang terbentuk dari campuran silikon dan karbon. SiC pertama kali disintesa secara komersial dalam bentuk α -SiC oleh E.J. Acheson pada tahun 1891^[1,2].

SiC dapat di sintesa melalui proses reduksi *silikon dioksida* (SiO_2) dengan karbon (C) atau karbonisasi pada logam Si dengan bahan dasar yang mudah didapat di alam. Sumber Si dapat diperoleh dari sekam padi yang dibakar. Sekam padi sangat melimpah sejalan dengan meningkatnya produksi padi tiap tahunnya. Data Badan Pusat Statistik (2013) khususnya di Sulawesi Selatan menunjukkan bahwa produksi padi di tahun 2012 yaitu sekitar 4.747.910 ton^[3]. Padi menghasilkan sekam padi sebagai limbah. Limbah sekam padi dapat menghasilkan abu sekam padi dengan kandungan silika yang tinggi. Bahan dasar abu sekam padi atau *rice husk ash* (RHA) menjadi pilihan utama sebagai sumber silika. RHA merupakan limbah yang mengandung banyak unsur silika. Persentasi kandungan kimia dari sekam padi terdiri atas 50% selulosa, 25-30% lignin, dan 15-20% silika^[4]. Sekam padi, bila dibakar akan menghasilkan sekitar 20 % abu sekam. Abu tersebut mengandung silika antara 92-95 %, dengan porositas yang tinggi, ringan dan permukaan eksternal yang luas. Secara praktis, kandungan silika abu sekam padi dipengaruhi oleh teknik pembakarannya (waktu dan suhu). Pembakaran pada suhu antara 550 °C -800 °C menghasilkan silika amorf dan pembakaran pada suhu yang lebih tinggi akan menghasilkan kristal silika fase kristobalit dan tridimat^[5].

Sumber C sendiri dapat diperoleh dari bahan alami dan grafit pensil 2B. Grafit pensil 2B mudah didapatkan serta tidak mahal dengan *fase* tunggal dari karbon yang sangat baik digunakan untuk sintesis SiC. Grafit mempunyai susunan seperti pelat pipih yang terbentuk dari atom karbon yang berbentuk heksagonal. Pada grafit, jarak antara pelat lebih dekat dan terikat lebih teratur daripada struktur karbon aktif^[6]. Grafit amorf dengan struktur kristal yang baik diaplikasikan pada pembuatan dan produksi pensil^[7]. Pensil yang diproduksi besar-besaran saat ini ada beberapa tipe, diantaranya yaitu pensil 2B. Grafit dari pensil 2B sangat baik dimanfaatkan dalam pembuatan *silicon carbide*. Berikut merupakan komposisi kimia dari pensil 2B:

Tabel 1. Konsentrasi unsur pensil 2B berdasarkan analisa metode XRF^[8].

Komposisi	Persentase (%)
C (± 3.5)	51.4
Si (± 0.2)	13.9
O (± 1.0)	20.3
Fe (± 0.1)	5.5
Al (± 0.3)	5.0
Ca (± 0.6)	1.0
K (± 1.0)	0.4
Mg (± 0.5)	0.9
Na (± 1.0)	0.6
S (± 0.5)	0.2
Ti (± 0.8)	0.4

Tabel 2.3 memperlihatkan bahwa unsur C didalam pensil 2B mencapai massa atomik 51,4 %. Kehadiran unsur lain seperti Si, Fe, Al, Ca, K, Mg, Na, S dan Ti bersumber dari jenis *clay* yang digunakan sebagai *binder* atau pengikat unsur C dalam pembuatan pensil^[9].

Secara umum reaksi dari silikon dan karbon untuk membentuk SiC, dapat dituliskan sebagai berikut ^[1,2]:



Berbagai metode telah dilakukan dalam mensintesis SiC yaitu dengan metode sol-gel dan metode carbothermal reduction. SiC juga dapat disintering menggunakan reaksi padatan,

phySiCal vapour deposition (PVT), chemical vapour deposition (CVD), liquid phase sintering (LPS) or mechanical alloying (MA) [2,9,11].

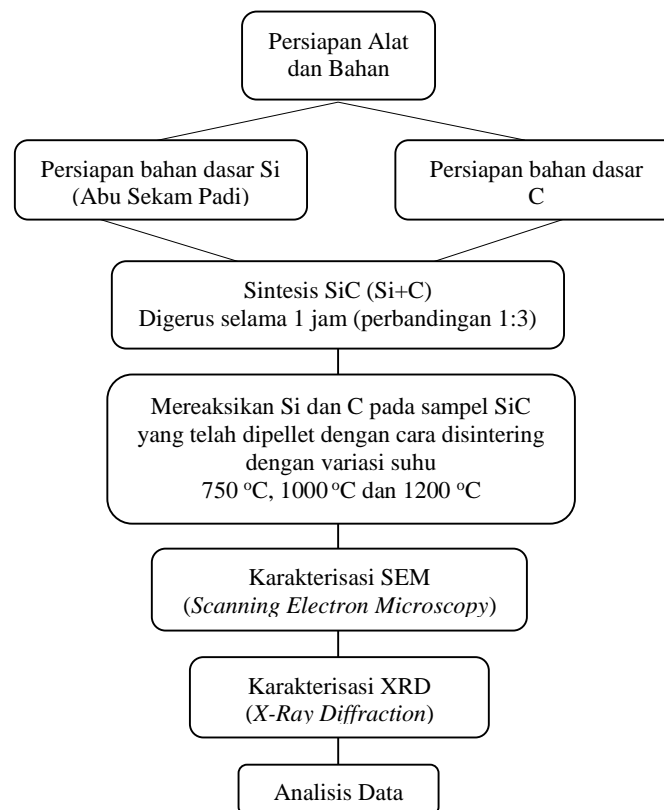
Silicon carbide (SiC) merupakan keramik yang tergolong kedalam material *Polymorphy*. Ada banyak tipe dari SiC yaitu 3C, 2H, 4H, 6H, 8H, 9R, 10H, 14H, 15R, 19R, 20H, 21H, and 24R. Dimana (C), (H) dan (R) adalah tiga dasar kristal SiC yaitu kubik, heksagonal dan rombohedral^[2]. SiC merupakan jenis keramik yang cukup kuat, tingkat kekerasannya mencapai 3500 *Vickers hardness* (VHN), dengan kekuatan luluh 450 MPa dan ketangguhannya mencapai $4,5 \text{ MPa } \sqrt{m}$, dengan titik didih 2972°C , titik lebur 2700°C dan konduktivitas panas mencapai $4,0 \text{ W/m.K}$ ^[12]. Keramik SiC memiliki ikatan kovalen, dimana tiap atom Si dikelilingi oleh atom C dengan dua polymorphy, yaitu^[2,13]:

1. Struktur *rhombohedral* yang dikenal sebagai α -SiC. Berwarna abu-abu kehitaman, terbentuk pada suhu 2000°C dan stabil pada suhu 2600°C .
2. Struktur kristal kubik yang dikenal sebagai β -SiC. Berwarna hijau, terbentuk pada suhu dibawah 2000°C dan stabil pada suhu 1500°C - 1600°C .

METODE PENELITIAN

Metode yang dipakai dalam penelitian ini adalah reaksi padatan (*solid state method*) yaitu dengan cara mereaksikan padatan silika dari abu sekam padi dengan grafit pensil 2B pada suhu sintering 750°C , 1000°C dan 1200°C .

Diagram Alir Sintesis dan Karakterisasi *silicon carbide* (SiC):



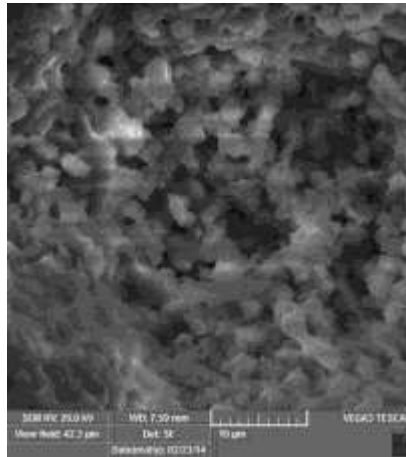
Gambar 1. Diagram alir sintesis dan karakterisasi SiC

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Karakterisasi Bahan Dasar

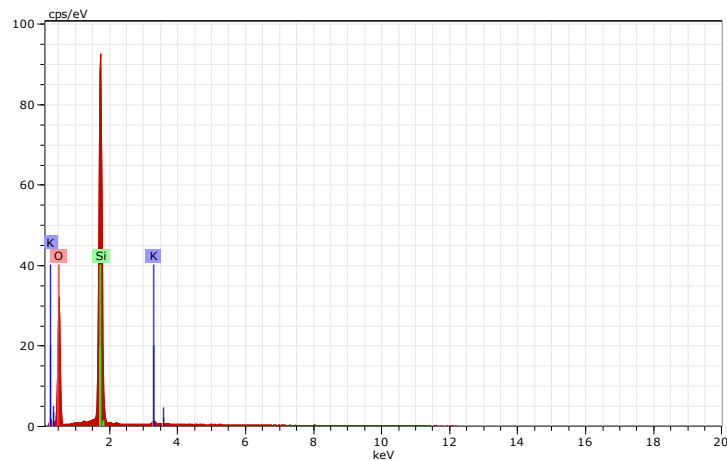
Hasil Karakterisasi Abu Sekam Padi dengan SEM & XRD

Bahan dasar Si diambil dari abu sekam padi Kabupaten Sidrap. Gambar 2 memperlihatkan morfologi abu sekam padi yang digunakan pada penelitian ini. Terlihat jelas pada struktur abu sekam padi dengan ukuran butir yang bervariasi. Skala abu-abu citra SEM yang relatif seragam menandakan komposisi kimia material dengan nomor atom yang sama yaitu atom Si terkandung pada abu sekam padi.



Gambar 2. Morfologi abu sekam padi yang diambil dengan menggunakan Vega3SB *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

Gambar 3 memperlihatkan spectrum EDS untuk mengetahui kandungan elemental abu sekam padi. Hasil uji elemental dengan EDS menunjukkan puncak tertinggi dengan kandungan fase SiO_2 sebesar 99,32 wt% dan pengotor lain berupa kalsium sebesar 0,68 wt%.

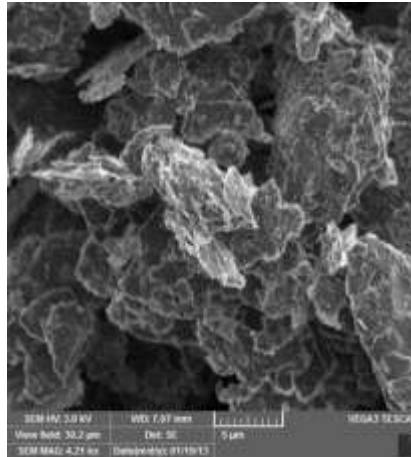


Gambar 3. Hasil analisis EDS abu sekam padi

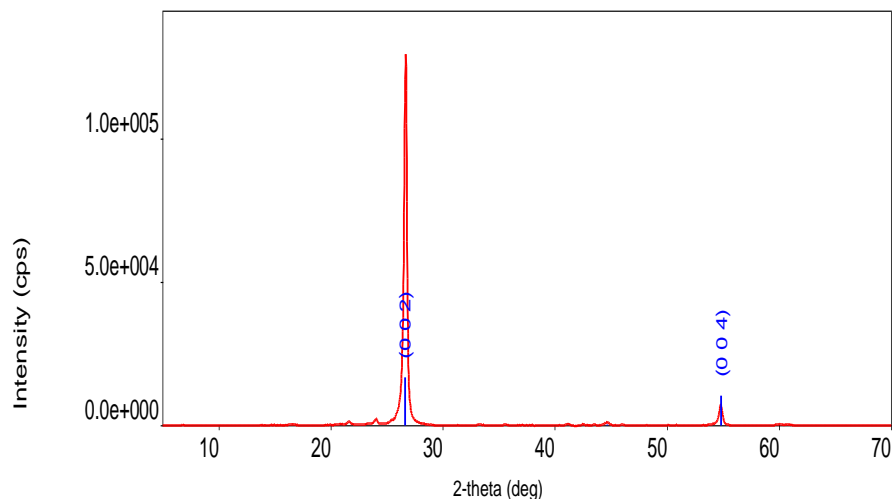
Tabel 2. Data Komposisi Abu Sekam Padi hasil analisis EDS

Element	Unn.C [wt.%]	Norm.C [wt.%]	Atom.C [at.%]	Compound norm.C	Comp.C [wt.%]	Error (3 Sigma) [wt.%]
Oxygen	29.00	53.01	66.52		0.00	10.31
Silicon	25.40	46.43	33.19	SiO ₂	99.32	3.33
Pottasium	0.31	0.56	0.29	K ₂ O	0.68	0.12
Total	54.7	100.00	100.00		100.00	

Gambar 4 memperlihatkan citra SEM grafit yang digunakan sebagai bahan dasar. Struktur grafit pada gambar berbentuk seperti lempengan.

**Gambar 4.** Morfologi grafit pensil 2B

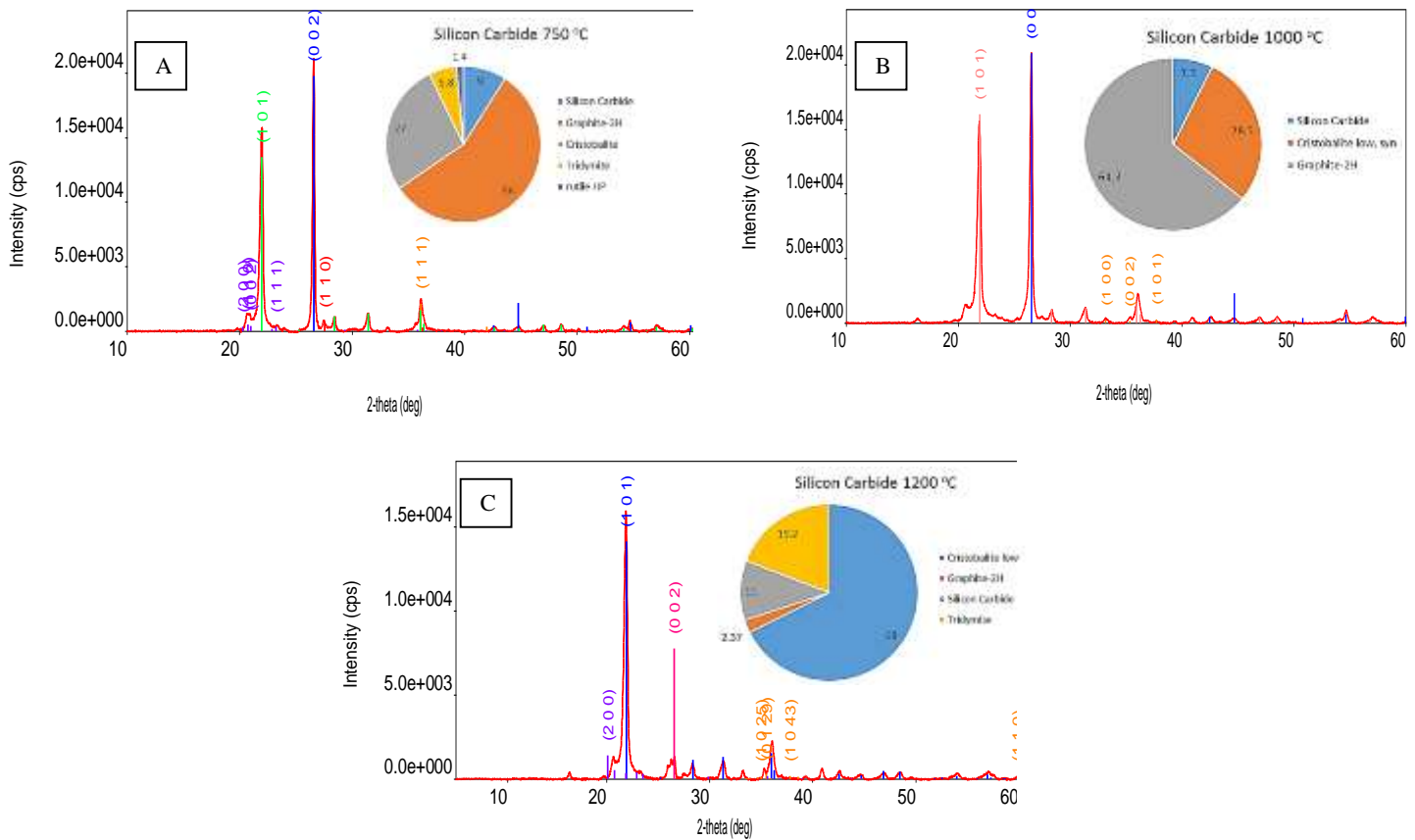
Data komposisi grafit pensil 2B dianalisis menggunakan Rigaku MiniFlexII *X-Ray Diffraction* (XRD). Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa kandungan pensil 2B didominasi oleh fase grafit dengan kelimpahan mencapai 100 wt%. Data grafit pensil 2B ini sesuai dengan data asli grafit PDF Card No. : 00-023-0064.

**Gambar 5.** Diffragtogram XRD grafit pensil 2B

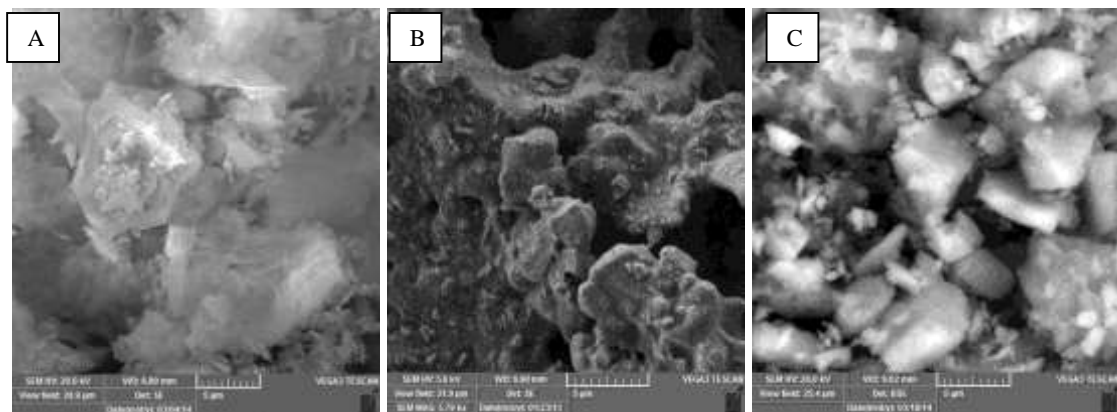
Hasil Karakterisasi Silicon Carbide (SiC)

Silicon carbide (SiC) disintesis dengan metode reaksi padatan, yaitu dengan mereaksikan padatan SiO₂ dari abu sekam padi dan grafit dari pensil 2B dengan perbandingan Si dan C yaitu 1:3 pada suhu sintering yang bervariasi. Pada penelitian ini dibuat 3 sampel yaitu sampel A, B dan C yang dipanaskan pada suhu sintering berbeda, berturut-turut 750°C,

1000°C dan 1200°C dengan mempertahankan parameter lain. Variasi suhu sintering dilakukan untuk melihat perbedaan ketiga sampel baik dari persentase kandungan SiC yang terbentuk maupun morfologi dari masing-masing sampel. Hasil Karakterisasi XRD & SEM dari SiC untuk ketiga sampel dapat dilihat pada gambar 6 dan 7:



Gambar 6. Diffraktogram *silicon carbide* (SiC) dengan XRD pada suhu sintering yang berbeda (a) 750 °C, (b) 1000 °C dan (c) 1200 °C.



Gambar 7. Morfologi *silicon carbide* (SiC) pada perbesaran 5 µm dengan suhu sintering yang berbeda (a) 750 °C, (b) 1000 °C dan (c) 1200 °C.

Karakterisasi derajat kekristalan SiC dilakukan dengan Rigaku MiniFlexII *X-Ray Diffraction* (XRD) dari rentang sudut 10° - 60° dan Struktur mikro SiC diuji dengan Tescan Vega3SB Scanning Electron Microscopy (SEM). Berdasarkan hasil karakterisasi, diperoleh

bahwa untuk sampel A dengan suhu sintering 750°C selama 26 jam, telah terbentuk fase SiC sebesar 9 wt%, namun yang lebih mendominasi adalah fase graphite 2H yaitu sebesar 56 wt%. Untuk sampel B dengan suhu sintering 1000°C selama 11.5 jam telah terbentuk fase SiC sebesar 7.3 wt%, pada sampel B ini fase graphite masih mendominasi puncak tertinggi. Untuk sampel C dengan dengan suhu sintering 1200°C selama 11.5 jam fase SiC yang terbentuk meningkat menjadi 11 wt%, pada sampel C ini cristobalite muncul dengan fase tertinggi dan menggantikan fase graphite. Hal ini dikarenakan perubahan suhu sintering yang bervariasi menyebabkan perbedaan kuantitas fase SiC yang diperoleh. Suhu sintering menjadi parameter penting yang berpengaruh terhadap sintesis SiC. Pada penelitian ini suhu sintering belum cukup untuk mereaksikan Si dan C untuk membentuk SiC seperti penelitian Tjitro, J.A., dkk(2007) baru berhasil memperoleh fase dominan SiC dengan mereaksikan campuran serbuk kayu meranti dan silikon, pada suhu 1575 °C^[14].

Morfologi kristal SiC juga berubah seiring dengan perubahan suhu sintering. Dapat dilihat pada gambar 7 morfologi struktur kristal SiC dengan *scale bar* 5 µm, menunjukkan bahwa pada sampel a dengan suhu sintering 750°C, Si dan C telah menunjukkan terjadinya nukleasi yang merupakan cikal bakal terbentuknya kristal kubik dari SiC. Struktur kubik tersebut mulai terbentuk pada sampel b dengan suhu sintering 1000°C, dan hampir sempurna pada suhu sintering 1200°C dengan bentuk yang lebih jelas.

KESIMPULAN

Serbuk SiC berhasil disintesis dari bahan abu sekam padi dan grafit pensil 2b dengan perbandingan si:c=1:3. Suhu sintering yang berbeda mempengaruhi struktur kristal dan morfologi SiC. Konsentrasi fasa (wt%) SiC meningkat dengan meningkatnya suhu sintering, demikian pula dengan morfologi kristal SiC yang semakin baik pada temperatur yang tinggi. Konsentrasi fasa (wt%) SiC tertinggi pada suhu sintering 1200°C yaitu sebesar 11 wt % dengan morfologi SiC berbentuk kubus.

DAFTAR PUSTAKA

- 1 Niyomwas, S., 2008. The effect of carbon mole ratio on the fabrication of silicon carbide from SiO₂-C-Mg system via self-propagating high temperature synthesis. *Songklanakar Journal. Science and Technol*, Volume 30 No.2, pp. 227-231.
- 2 Abderrazak, H. & Bel Hadj Hmida, E. S., 2011. Silicon Carbide: Shynthesis and properties. In: P. R. Gerhardt, ed. *Properties and Applications of Silicon Carbide*. Europe: Intech, p. 363.
- 3 Statistik, B. P., 2013. *Perkembangan Beberapa Indikator Utama Sosial Ekonomi Indonesia 2012*. Jakarta: BPS-Statistik Indonesia.
- 4 Bakri, 2008. Komponen Kimia dan Fisika Abu Sekam Padi Sebagai SCM untuk Pembuatan Komposit Semen. *Perennial*, Volume 5 No.1.
- 5 Subaer, 2012. *Pengantar Fisika Geopolimer*. Makassar: Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi.
- 6 Suhartana, 2006. Pemanfaatan Tempurung Kelapa Sebagai Bahan Baku Arang Aktif dan Aplikasinya untuk Penjernihan Air Sumur di Desa Belor Kecamatan Ngaringan Kabupaten Grobogan. *Berkala Fisika*, Volume 9 No. 3.
- 7 Crosley, P., 2000. *Graphite: High-tech Supply Sharpens Up*, s.l.: Industrial Minerals.
- 8 Bhowmik, R., 2012. *Ferromagnetism in lead graphite-pencils and magnetic composite with CoFe₂O₄ particles*, India: Department of Physics, Pondicherry University, R. Venkataraman Nagar, Kalapet, Pondicherry-60014.
- 9 Nugraha, E. Y., 2013. *Atribut Produk Pensil 2B Staedler serta Pengaruhnya Terhadap keputusan Pembelian*. Bandung: Universitas Pendidikan Indonesia.

- 10 Mas'udah, K. W., Fuad, A., Ayu Hana Margareta, M. & Alfiah Ilmiawati, S., 2012. Sintesis Silikon Karbida (SiC) dari Silika Sekam Padi dengan Metode Sol-Gel. Issue 978-602-97895-6-0, pp. 187-192.
- 11 Namini, A. S., Azadbeh, M. & Mohammadzadeh, A., 2013. Microstructure and Densification Behavior of Liquid Phase Sintered Cu-28Zn Prealloyed Powder. *Science Of Sintering*, Volume 45, pp. 351-362.
- 12 Zamheri, A., 2011. Pengaruh Waktu Stirring, Fraksi Volume dan Ukuran Besar Butir Partikel SiC Terhadap Kekerasan MMC Al 6061-SiC Dengan Sistem Stirrcasting. *Austenit*, Volume 3 No.2, pp. 23-26.
- 13 Wigayati, E. M. & Muljadi, 2008. Karakteristik Sifat Termal, Sifat Listrik. *Urania*, 14 No.3(0852-4777), pp. 106-160.
- 14 Tjitro, J. A. & Wijaya, E., 2007. *Pembuatan Keramik Silikon Karbida Menggunakan Campuran Serbuk Kayu Meranti dan Silikon*. s.l., Universitas Kristen Petra (karya ilmiah).