

---

# SINTESIS DAN KARAKTERISASI FASA CRYSTOBALLITE BERBASIS SILIKA SEKAM PADI DENGAN METODE SINTERING (SOLID STATE)

---

***<sup>1)</sup>Pulung Karo-Karo dan <sup>2)</sup>Simon Sembiring***  
***Simbiring@yahoo.com.au***

---

## **Penulis**

**Simon Sembiring dan Pulung Karo-Karo** adalah staf pengajar di FMIPA Universitas Lampung pada jurusan Fisika.  
Bidang peminatan: Material Science.

---

## **Abstract**

This study was carried out to characterize the formation of *crystoballite* crystall of silica extracted from rice husk by sintering. Extraction of silica using 5% KOH and 10% HCl solution was sintered at 750, 900, 1000, and 1100 °C. The products were characterised in term of functional groups, microstructure and structure (FTIR, SEM and XRD). Characterisation of the silica using FTIR shows the presence of silanol and siloxane. XRD results confirmed that silica amorph was formed at 750°C, through the intermediate formation of *crystoballite* 900, 1000, and 1100°C. The formation of *crystoballite* structure increases with increasing temperature of sintering, which confirms the presence of regular particle size using SEM analysis.

---

## **Keywords**

*Rice Husk, Silica, Crystoballite, FTIR, SEM and XRD*

## PENDAHULUAN

Salah satu tantangan besar yang dihadapi industri keramik dewasa ini adalah ketersediaan bahan baku (Shulka, 2003), yang mencerminkan besarnya tuntutan untuk pencarian sumber bahan baku, terutama sumber yang bersifat terbaharukan. Salah satu sumber bahan baku terbaharukan yang layak untuk digali adalah sekam padi. Kelayakan sekam padi didukung dari penelitian sebelumnya diketahui mengandung silika ( $\text{SiO}_2$ ) aktif dengan kadar cukup tinggi, yakni 16-20% dari sekam padi (Daifullah, A.A.M, et.al., 2004; Hamdan, H, et.al,1997; 4 Yalcin, N, et.al.,2001).

Di samping komponen utama silika, dalam sekam padi terdapat komponen lain,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NaO}$  (Siriluk, et.al. 2005) sehingga dari komposisi kimia sekam padi tersebut, dapat digunakan sebagai salah satu bahan baku keramik berbasis silika. Keragaman pemanfaatan silika sekam padi yang sedang giat dikembangkan dewasa ini didasarkan pada sifat-sifat fisisnya yang sangat menunjang, antara lain berwarna putih, kerapatan  $2,6 \text{ gr/cm}^3$ , dan mempunyai stabilitas termal yang tinggi hingga suhu  $1414 \text{ }^\circ\text{C}$  (Hamdan, H, et.al,1997; Malik, P.K, 2002).

Silika merupakan golongan VI yang mempunyai ketahanan tinggi terhadap abrasi, stabilitas termal tinggi, dan isolator listrik, yang ditemukan di alam memiliki bentuk kristal utama, *quartz*, *crystoballite* dan *trydimite*, dimana pembentukan *crystoballite* dan *trydimite* tergantung pada perlakuan termal. Struktur dasar dari silika adalah tetrahedron, dimana satu atom silika dikelilingi oleh empat atom oksigen. Gaya gaya yang mengikat tetrahedral ini berasal dari ikat ionik dan kovalen sehingga ikatan tetrahedral ini kuat. Ikatan kovalen terjadi antara  $\text{Si}^{+4}$  sebagai kation dengan  $\text{O}^{-2}$  sebagai anion yang membentuk tetrahedral  $\text{SiO}^{+4}$ . Kristal *crystoballite* memiliki 2 yakni *crystoballite* tinggi ( $\beta$  *crystoballite*) yang terjadi pada suhu tinggi ( $1470\text{-}1710 \text{ }^\circ\text{C}$ ), dan *crystoballite* rendah ( $\alpha$  *crystoballite*) yang terbentuk pada suhu  $850\text{-}1470 \text{ }^\circ\text{C}$  (Shinohara, Y, et.al., 2004), dengan peningkatan transformasi seiring dengan kenaikan suhu sintering dan diikuti dengan peningkatan kekerasan (Nurhayati, 2006).

Berdasarkan latar belakang yang dipaparkan di atas, secara garis besar penelitian ini dilakukan diawali dengan mengkarakterisasi gugus fungsi silika sekam padi dengan Fourier Transformed Infrared (FTIR), dan selanjutnya mengkarakterisasi perubahan/tranformasi pembentukan struktur/fasa kristal *crystoballite* dari silika sekam padi yang diperoleh melalui proses ekstraksi dengan metode difraksi sinar-x (XRD), pada suhu sintering yang berbeda beda. Selanjutnya untuk karakterisasi mikrostruktur *crystoballite* dilakukan dengan menggunakan *Scanning electron microscopy* (SEM).

## METODE PENELITIAN

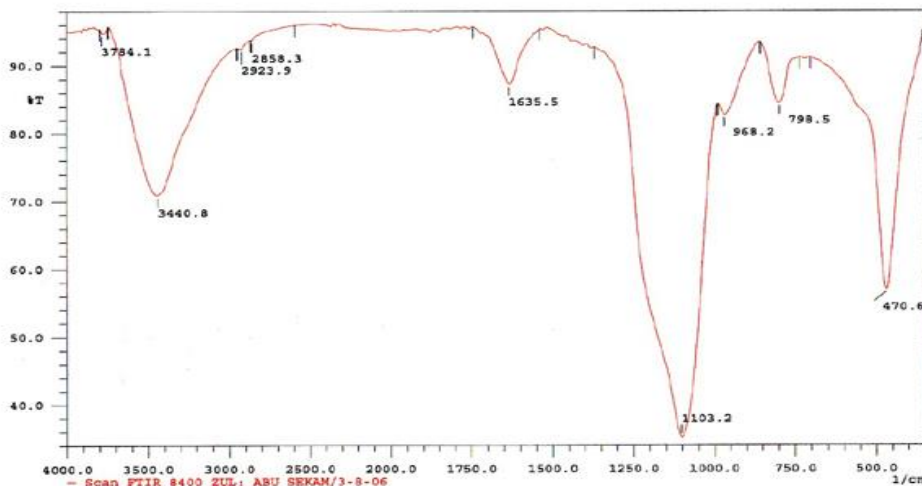
Penelitian ini akan dilakukan di Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika Universitas Lampung. Ekstraksi silika sekam padi dilakukan di laboratorium Kimia Fisik Universitas Lampung. Karakterisasi dengan XRD dan SEM di Pusat Penelitian Bahan BATAN Serpong. Untuk proses pengambilan silika dari sekam padi digunakan secara ekstraksi (Karo-Karo, P. dll, 2007)

Karakterisasi awal gugus fungsi silika sekam padi dengan menggunakan FTIR, dan selanjutnya dilakukan karakterisasi struktur dengan menggunakan XRD, merk SHIMADZU Type XD-600 dengan range sudut  $2\theta = 15 - 50^\circ$ . Identifikasi fasa *crystoballite* dilakukan dengan *search-match* melalui program *powder diffraction data base*, PCPDFWIN (1997). Karakterisasi mikrostruktur dilakukan menggunakan *scanning electron microscopy* (SEM), merk Philips 515.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Karakterisasi Gugus Fungsi dengan FTIR

Hasil analisis gugus fungsi silika sekam padi dengan FTIR disajikan dalam Gambar 1, dengan puncak spektrum menunjukkan adanya beberapa gugus fungsi, diantaranya puncak dengan bilangan gelombang  $3440,8 \text{ cm}^{-1}$  adalah gugus fungsi silika dan gugus OH (hidroksil), menghasilkan ikatan Si-OH atau silanol yang terjadi akibat interaksi air dengan silika (Adam, F, et.al., 2006). Puncak kedua adalah puncak gelombang  $1103,2 \text{ cm}^{-1}$ , menunjukkan gugus *siloxane*, Si-O-Si<sup>2</sup>, serta akibat deformasi Si-O dengan munculnya puncak  $470,6 \text{ cm}^{-1}$  dan  $798,5 \text{ cm}^{-1}$  (Lin J., et.al.,2001; Prasetyoko, D, dkk., 2005). Puncak lain dengan intensitas yang cukup relevan terdapat pada daerah  $1635,5 \text{ cm}^{-1}$ , menunjukkan adanya ikatan C-O dari hemiselulosa (Prachayawarakon, J. et.al., 2004), yang terlarut dan diserap silika. Puncak lainnya yang cukup signifikan terdapat pada daerah  $968,2 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan Si-O dengan logam. Dari Hasil awal dengan menggunakan FTIR mengindikasikan bahwa sekam padi mengandung ikatan dengan matriik silika sebagai komponen utama.

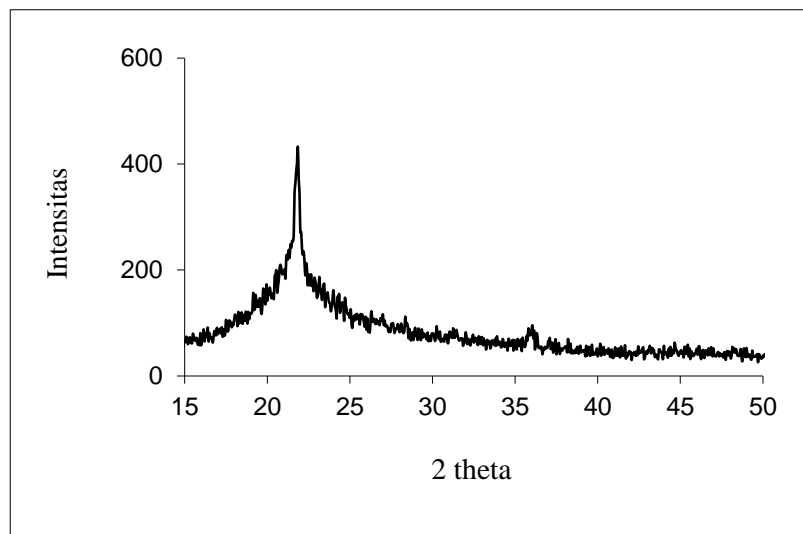


Gambar 1. Pola spektrum FTIR silika sekam padi hasil ekstraksi tanpa sintering

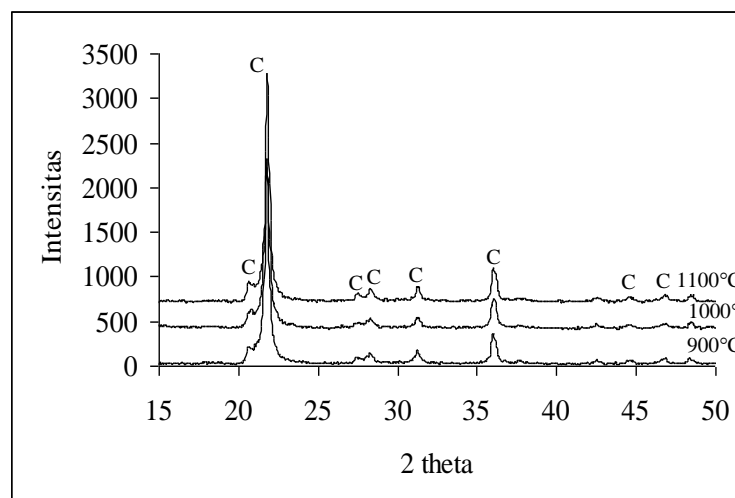
### Karakterisasi Struktur Dengan XRD

Gambar 2 adalah hasil pola difraksi sampel yang telah mengalami sintering pada suhu  $750^\circ\text{C}$ , sedangkan Gambar 3 menunjukkan pola difraksi sampel yang disintering masing masing pada suhu  $900$ ,  $1000$  dan  $1100^\circ\text{C}$ . Dengan

menggunakan PDF *diffraction pattern database* (1997) yang dikeluarkan *International Centre for Diffraction Pattern Database* (ICDD) mengindikasikan bahwa struktur kristal yang terbentuk adalah *crystoballite* (PDF-39-1425) dengan puncak tertinggi ( $2\theta = 21,9^\circ$ ). Dapat dilihat dari spektrum yang disajikan pada Gambar 2 menunjukkan bahwa silika yang terbentuk adalah fasa amorph, yang memiliki puncak tertinggi ( $2\theta = 22,8^\circ$ ). Puncak ini diyakini sebagai fasa *crystoballite* ( Yalcin, N, et.al., 2001; Paya, J,et.al., 2000; Della, V.P.,2002), yang menyimpulkan bahwa fasa amorph terjadi mulai suhu sintering  $750^\circ\text{C}$  ke bawah. Seiring dengan kenaikan suhu sintering fasa amorph mengalami tranformasi menjadi kristal yakni membentuk fasa *crystoballite* dengan puncak-puncak tertinggi, ( $2\theta = 21,9^\circ$ ,  $31,2^\circ$ , dan  $36,4^\circ$ ), dimana kedua puncak yang lain tidak muncul pada sampel yang disintering pada suhu  $750^\circ\text{C}$  (Siriluk, et.al., 2005; Shinohara, Y, et.al., 2004; Kalapathy, Cet.al., 2000) yang menyimpulkan bahwa kristal *crystoballite* meningkat seiring dengan kenaikan suhu sintering.



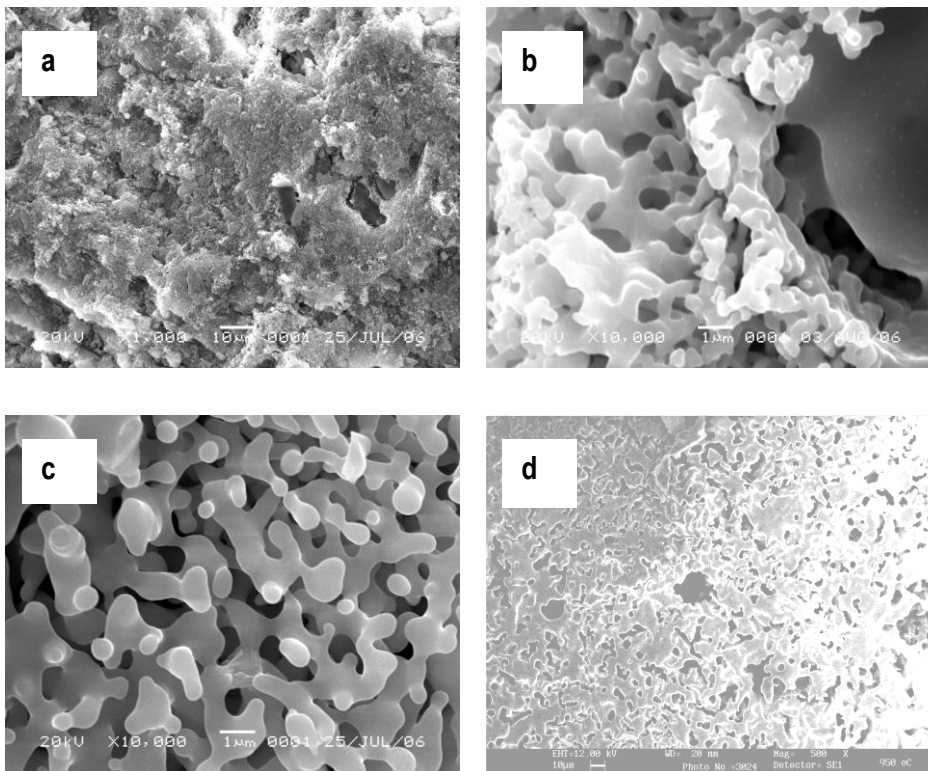
Gambar 2. Pola difraksi XRD silika sekam padi hasil ekstraksi setelah disintering pada suhu  $750^\circ$



Gambar 3. Pola difraksi XRD silika sekam padi yang disintering pada suhu  $900^\circ\text{C}$ ,  $1000^\circ\text{C}$  dan  $1100^\circ\text{C}$ . Simbol C = *crystoballite* (PDF-39-1425)

## Karakterisasi Mikrostruktur Dengan SEM

Hasil analisis mikrostruktur dengan SEM silika sekam padi setelah disintering pada suhu 750°C, 900°C, 1000°C dan 1100°C masing-masing ditunjukkan pada Gambar 4 (a), (b),(c) dan (d). Gambar 4 (a) menunjukkan belum terlihat adanya *grain boundary* dengan ukuran pori-pori cukup besar membentuk gumpalan (*cluster*), yang mengindikasikan ukuran butiran beragam dengan distribusi tidak merata pada permukaan sampel. Hasil ini mengindikasikan bahwa silika sekam padi mempunyai stabilitas rendah yang didukung hasil spektrum XRD seperti ditunjukkan dalam Gambar 2 yang menunjukkan silika amorph dan adanya komposisi unsur kimia meliputi, O, Na, Mg, Al, Si, K, Ca (Siriluk, et.al., 2005), yang tersebar tidak merata dipermukaan sampel.



Gambar 4. Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) silika sekam padi setelah disintering (a) 750°C, (b) 900°C (c) 1000°C, dan (d) 1100°C.

Seiring dengan kenaikan suhu sintering terlihat dengan jelas *grain boundary* yang berbentuk butiran-butiran dengan ukuran relatif besar tersebar tidak merata pada permukaan sampel (Gambar 4b) mengindikasikan mulai terjadinya proses dekomposisi dan kristalisasi *crystoballite* seperti yang ditunjukkan hasil XRD pada Gambar. Analisis mikrostruktur (Gambar 4c) menunjukkan bahwa pori-pori semakin kecil dengan tingkat homogenitas relatif tinggi dan memiliki stabilitas tinggi dibandingkan dengan hasil SEM dalam Gambar 4 (a) dan (b). Hasil mikrostruktur Gambar 4 (d) menunjukkan bahwa butiran butiran tersebar merata dengan pori-pori semakin kecil yang mengindikasikan meningkatnya kristalinitas *crystoballite* (Kalapathy, C, et.al., 2000); Jean, J.H, et.al.,1995; Goncalves, M.R.F, et.al. ,2006).

## KESIMPULAN DAN SARAN

Dari hasil serangkaian karakterisasi silika sekam padi hasil ekstraksi yang dilakukan dapat ditarik beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Karakteristik gugus fungsi silika sekam padi hasil ekstraksi dengan FTIR menunjukkan bahwa silika merupakan komponen utama pembentuk sekam padi yang berikatan dengan oksida maupun hidroksida.
2. Karakteristik struktur dan mikrostruktur silika sekam padi membentuk fasa amorph dan mikrostruktur dengan pori yang relatif besar pada suhu sintering 750°C
3. Karakteristik struktur dengan kenaikan suhu sintering (900°C, 1000°C dan 1100°C) menunjukkan bahwa silika sekam padi mengalami tranformasi fasa amorph menjadi kristal dengan struktur *cristoballite*.
4. Karakteristik mikrostruktur hasil analisis dengan SEM menunjukkan ukuran butiran dan pori cenderung mengecil, homogen seiring dengan dengan kenaikan suhu sintering.

Pada penelitian selanjutnya disarankan agar dilakukan proses ekstraksi dengan konsentrasi yang berbeda beda dan di sintering pada 1400°C untuk mendapatkan tingkat kristalinitas *cristoballite* agar dapat dimanfaatkan sebagai bahan isolator tahan suhu tinggi.

## DAFTAR PUSTAKA

- Cullity, B.D. 1978. *Elements of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing. Company. Inc. USA. Page 81-85.
- Hunter, B.A and Howard, C.J. 2000. A Computer Program Rietveld Analysis of X-Ray and Neutron Powder Diffraction Patterns. Australian Nuclear Science and Technology Organization. Australia.
- Kisi, E.H. 1994. Rietveld Analysis of Powder Diffraction Patterns. *Material Forum*, 18 p 135-153.
- Maiyuni. 2005. *Karakterisasi Timah Dioksida (SnO<sub>2</sub>) dari Pengendapan Timah Diklorida*. Skripsi Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Manurung, P. 2001. Microstructural Design and Characterisation of Alumina/Aluminium Titanate Composites. Thesis of Curtin University of Technology.
- Nakahara, T and Koda, H. 1992. *Chemical Sensor Technology*. Vol. 3 Elsevier, Kodansha p 19-31.
- Rietveld, H.M. 1969. A Profile Refinement for Nuclear and Magnetic Structures, *Journal of Applied Crystallography*. page 2, 65, 71.
- Santos, D.O., Weiller, M.L., Junior, D.Q., Medina, A.N. 2000. CO Gas-Sensing Characteristics of SnO<sub>2</sub> Ceramics Obtained by Chemical Precipitation and Freeze-Drying. *Sensors and Actuators B* 75. page 83-87.
- Sze, M. 1985. *Semiconductor Devices, Physics and Technology*. John Wiley & Sons, New York, p 2.
- Winchell, A. and Winchell, H. 1964. Microscopic Character of Artificial Inorganic. *Solid Sub.*, 69.

- Adam, F, Kandasamy, Balakrishnan, S, (2006), "Iron incorporated Catalyst from Rice Husk Ash", *J. Colloid and Interface Science*, 304, 137-143
- Daifullah, A.A.M; Awwad, N.S; El-Reefy (2004), "Purification of Phosphoric Acid from Ferric Ion Using Modified Rice Husk", *Chemical Engineering and Processing*, 43, 193- 201.
- Della, V.P; Kuhn, I; Hotza, D (2002), "Rice Husk Ash an Alternate Source for Active Silica Production", *Materials Letters*, 57. 818 – 821.
- Goncalves, M.R.F, Bergmann, C.P, (2006),"Thermal Insulator made with Cordierite: *Production and Correlation between Properties and Microstructure*", *Construction and Building Materials*
- Hamdan, H; Muhid, M.N; Endud, S; Listioine, E; Ramli, Z (1997), " <sup>29</sup>Si MAS, NMR, XRD and FESEM Studies of Rice Husk Silica for Synthesis Zeolit", *Journal Non Crystal Solids* 211, 126 – 131.
- Jean, J.H, Kuan, T.H and Chang, C.R, (1995),"Low –Temperature-Fired, Low-Dielectric-Constant Silica Glass Composite for Substrate Application, *Materials Chemistry and Physica*, 41, Elsevier Science Ltd.
- Kalapathy, C; Protor, A and Shultz, J (2000), "A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice Husk Ash", *Biosource Technology*, 73, 257 – 264
- Karo-Karo, P dan Sembiring S, 2007, Karakterisasi Silika Sekam Padi Sebagai Bahan Keramik Dengan Teknik Sintering, Laporan Penelitian, Lembaga Penelitian Universitas Lampung
- Lin J., Siddiqui, J.A., and Ottenbrite, M., (2001),"Surface Modification of Inorganic Oxide Particles with Silane Coupling Agent and Organic Dyes", *Polym, Adv.Technol*, 12 285-292.
- Malik, P.K, (2002)," Used of activated Carbons Prepared from Saw dust and Rice Husk for adsorption of Acid Dyes: A case of Acid Yellow," *Dyes and Pigment* elsevier Science, Ltd.
- Nurhayati (2006), "Karakteristik Silika Sekam Padi Akibat Perlakuan Sintering Terhadap Pemanfaatannya Sebagai Bahan Keramik, Skripsi, Universitas Lampung.
- Paya, J, Monzo, J, Borrachero, M.V, Mellado, A, Ordonez, I.M, (2000),"Determination of Amorphous Silica in Rice Husk Ash by a Rapid Analytical Method", *Cement and Concrete Research*, 31, 227-231
- Prachayawarakon, J and Yaembunying, N, (2004),"Effect of recycling on properties of rice Husk Filled Polypropylene, *J. Sci. Technol*, 27, 187-191.
- Prasetyoko, D, Ramli, Z, Endud, S Hamdan H, and sulikowski, B, 2005,"Conversion of rice husk Ash to Zeolite Beta, *Waste management*, 26, 1173-1179
- Shulka, B.D, Pojha, T, Gupta, S.P, (2003), "Agricultural Mechanisation in Asia, Africa and Latin America", 16 (6) 53-56.
- Shinohara, Y and Kohyama, N (2004), "Quantitative Analysis of Tridymite and Crystobalite Crystallized in Rice Husk Ash by Heating", *National Institute of Health*.

Siriluk and Yuttapong (2005), "Structure of Mesoporous MCM-41 Prepared from Rice Husk Ash", *Asian Symposium on Visualization, Chaingmai, Thailand*.

Yalcin, N and Sevinc, V (2001), " Study on Silica Obtained From Rice Husk", *Journal Ceramic International*, 29, 219 – 224.