

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Komposit

Komposit adalah perpaduan dari beberapa bahan yang dipilih berdasarkan kombinasi sifat fisik masing-masing material penyusunnya untuk menghasilkan material baru dan unik, dibandingkan dengan sifat material dasarnya sebelum dikombinasikan, terjadi ikatan antara masing-masing material penyusunnya (Sciti dan Bellosi, 2002). Komposit juga bisa didefinisikan sebagai material hasil kombinasi makroskopik dari dua atau lebih komponen yang berbeda, dengan tujuan mendapatkan sifat-sifat fisik dan mekanis tertentu yang lebih baik daripada sifat masing-masing komponen penyusunnya.

1. Penggolongan Komposit

Material komposit telah berkembang dengan sangat luas seiring dengan penemuan teknologi dalam bidang rekayasa material. Dengan perkembangan tersebut memungkinkan suatu material dapat memperbaiki sifat-sifat dari material, baik sifat listrik, mekanik dan sifat yang lainnya. Teknologi komposit merupakan teknologi penggunaan partikel yang terdispersif pada matriks baik berupa polimer, logam maupun keramik.

Berdasarkan penyusunnya, komposit dibedakan menjadi:

1. Komposit organik

Komposit organik merupakan komposit yang tersusun oleh senyawa organik. Shichun *et al.* (2005) telah melakukan penelitian dengan resin pelapis tembaga komposit dielektrik dengan tujuan untuk meningkatkan performa dari pelapis IC.

2. Komposit organik-anorganik

Komposit organik-anorganik adalah komposit yang tersusun oleh senyawa organik dan senyawa anorganik. Dewasa ini, penelitian yang melibatkan senyawa organik-anorganik nanometer komposit menarik perhatian banyak peneliti. Penelitian terkait tentang hal ini dilakukan pertama sekali oleh tim riset dari Toyota (Usuki *et al.*, 1993) yang melakukan analisis tentang nano komposit dari *polyamide 6* dengan *organophilic clay*.

3. Komposit anorganik-anorganik

Komposit anorganik-anorganik merupakan komposit yang tersusun oleh dua atau lebih senyawa anorganik. Abdullah dkk. (2009) telah mensintesis keramik berbasis komposisi clay-karbon dan juga melakukan karakterisasi kekuatan mekaniknya.

Berdasarkan bahan matriks yang digunakan, komposit dapat dibedakan menjadi tiga kelompok, antara lain :

a. Komposit matriks logam, yaitu logam sebagai matriks.

Komposit ini dikembangkan dalam industri otomotif, bahan ini menggunakan suatu logam seperti aluminium sebagai matriks dan

penguatnya dengan serat seperti silikon karbida. Komposit ini memiliki titik lebur dan densitas yang rendah.

- b. Komposit matriks polimer, yaitu polimer sebagai matriks.

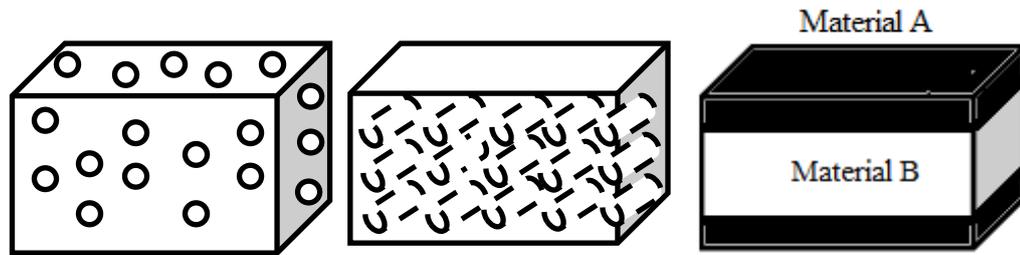
Bahan ini merupakan bahan komposit yang sering digunakan disebut polimer berpenguatan serat (FRP – *Fibre Reinforced Polymers or Plastics*). Komposit matriks polimer memiliki beberapa sifat unggul, di antaranya tahan terhadap korosi, bentuk dan panjang serat menghasilkan interaksi matriks serat yang efisien. Namun, komposit jenis ini juga memiliki beberapa kelemahan, di antaranya memiliki titik lebur yang rendah.

- c. Komposit matriks keramik, yaitu keramik sebagai matriks.

Komposit jenis ini digunakan pada lingkungan bertemperatur sangat tinggi. Bahan ini menggunakan keramik sebagai matriks dan diperkuat dengan serat pendek, atau serabut-serabut (*whiskers*) dimana terbuat dari silikon karbida atau boron nitrida. Komposit matriks keramik memiliki sifat unggul, di antaranya tahan terhadap korosi, tahan pada kondisi temperatur yang tinggi sehingga cocok diaplikasikan sebagai bahan isolator panas.

Sedangkan berdasarkan jenis penguatnya yang ditunjukkan pada Gambar 2.1, komposit dapat dibedakan atas:

- a. *Particulate composite*, penguatnya berbentuk partikel
- b. *Fibre composite*, penguatnya berbentuk serat.
- c. *Structure composite*, cara penggabungan material komposit.



Gambar 2.1 Komposit berdasarkan penguatnya, (a) *particulate composite*; (b) *fibre composite*; dan (c) *structure composite* (Ashby dan Jones, 1991)

Komposit matriks keramik merupakan salah satu komposit yang begitu menjadi perhatian. Komposit ini menjadi salah satu kandidat kuat dalam banyak rekayasa material. Alasannya jelas, yakni karena keramik memiliki sifat-sifat yang unik baik fisis, mekanik, listrik maupun optik. Sehingga sangat cocok dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi di berbagai bidang. Salah satu komposit matriks keramik yang menjadi perhatian lebih adalah komposit aluminosilikat $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$. Komposit ini memiliki beberapa kelebihan, di antaranya kapasitas termalnya rendah, konduktivitas termal yang juga rendah, cukup stabil dalam kondisi kimia dan panas yang tinggi, tahan temperatur tinggi serta tahan rapuh. Hal ini berbeda jika dibandingkan dengan material penyusunnya, silika dan alumina yang ditunjukkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Perbedaan sifat silika, alumina dan aluminosilikat (Wannaparhum and Seal, 2003)

Sifat	Silika (SiO_2)	Alumina (Al_2O_3)	Aluminosilikat
Densitas (gr/cm^3)	2.206	3.978	3.05 (mullite); 3.235 (silimanite)
Titik lebur ($^\circ\text{C}$)	1726	2054	1830
Konduktivitas listrik ($1/\Omega\cdot\text{cm}$)	$<1/10^{18}$	$>1/10^{15}$	$1/10^{18}-1/10^{15}$
Fracture toughness ($\text{MPa} \cdot \text{M}^{1/2}$)	0,94-1,15	3-5	2,45-2,83
Struktur	Tetrahedral	Oktohedral	Gabungan keduanya

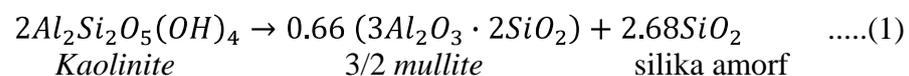
2. Pembuatan komposit aluminosilikat $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$

Pembuatan komposit aluminosilikat $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ ada beberapa metode yang umum digunakan di antaranya, metode padatan, metode melting (peleburan), metode vaporasi (penguapan) dan teknik sol-gel.

a. Metode padatan (*sintering*)

Metode ini merupakan metode dengan cara menggabungkan partikel-partikel suatu material melalui proses difusi dengan peningkatan suhu. Pada metode ini terjadi peristiwa hilangnya pori-pori antarpartikel sehingga bahan akan menyusut dan lebih rapat. Dalam metode padatan ini, komposit aluminosilikat $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ dapat dipersiapkan dari mineral alumina silika di antaranya, *kaolinite*, kelompok *silimanite* (*silimanite*, *andalusite* dan *kyanite*) dan beberapa jenis *oxide*, oksihidroksida, hidroksida, garam inorganik dan logam organik sebagai awalan alumina dan silika.

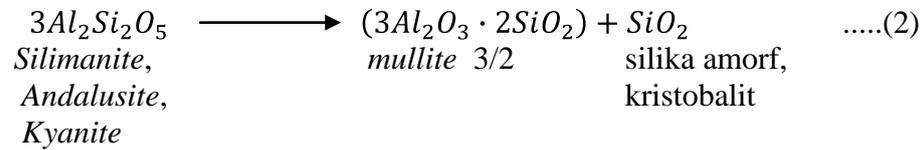
Komposit aluminosilikat $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ (*mullite*) yang dipersiapkan dari mineral *kaolinite* dapat terjadi jika dipanaskan pada temperatur di atas suhu $1000^\circ C$ dapat dilihat dari Persamaan (1) di bawah ini:



Dari Persamaan (1) diketahui bahwa *kaolinite* akan berubah menjadi *mullite* 3/2 dan silika amorf sebagai senyawa tambahan.

Sementara untuk komposit aluminosilikat $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ yang dipersiapkan dari kelompok mineral *silimanite* (*silimanite*, *andalusite* dan *kyanite*) akan bertransformasi menjadi *mullite* 3/2 plus silika (SiO_2)

jika dipanaskan pada temperatur yang tinggi di bawah kondisi oksidasi, dapat dilihat pada Persamaan (2):



Selain mempersiapkan *mullite* dari mineral alumina silika, ada cara lain untuk mensintesis *mullite*, yakni dengan cara menyinter campuran bahan dasar alumina (Al_2O_3) dan silika (SiO_2). Murthy dan Hummel (1960) melakukan penelitian dengan menggunakan aluminium hidroksida dan asam silikat, dalam prosesnya mullitisasi terjadi pada suhu $1700^\circ C$ setelah mendapat perlakuan panas selama 8 jam. Sacks dan Pask (1977) menunjukkan mullitisasi akan komplit (utuh) hanya jika mendapat perlakuan suhu sebesar $1700^\circ C$ selama 8 jam dengan mencampurkan *quartz* (kuarsa) dan γ -alumina. Penggunaan teknik ini tidak efektif karena memerlukan suhu yang tinggi dan waktu yang lain. Sehingga beberapa peneliti mencari alternatif lain.

b. Metode pelelehan (*melting*)

Metode ini dilakukan untuk mengetahui pertumbuhan kristal yang terjadi pada komposit aluminosilikat $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ hingga pada titik leburnya. Ada beberapa peneliti yang mencoba untuk mengamati pertumbuhan kristal dari komposit aluminosilikat $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$, di antaranya Guse and Mateika (1974); Guse dan Saalfeld (1990) yang menyatakan telah berhasil mengamati single kristal komposit aluminosilikat $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ dengan komposisi 2/1 ($2Al_2O_3 \cdot SiO_2$) pertumbuhan ukuran sekitar 20-50

mm dengan metode Czochralski, dimana preparasi komposit aluminosilikat $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ dilakukan dengan cara mencampurkan bubuk alumina dan silika. Teknik ini masih menggunakan suhu yang tinggi dalam prosesnya yakni menggunakan suhu di atas 2000°C .

c. Metode penguapan (evaporasi)

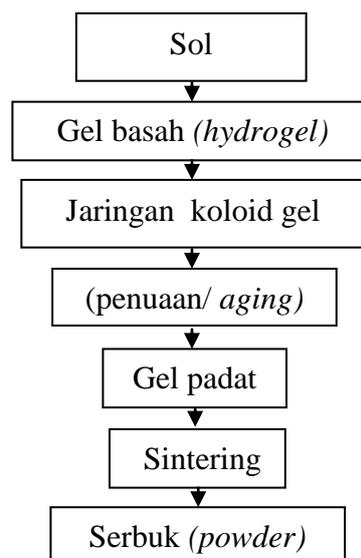
Dalam mensintesis komposit aluminosilikat $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ dengan teknik vaporasi yang biasa digunakan adalah metode penguapan *chemical vapor deposition* (CVO) atau pelapisan secara kimiawi. Itatani dkk (1995) pernah memproduksi bubuk *mullite* dalam keadaan terbaik di suhu 1200°C dengan tehnik CVD berdasarkan reaksi antara aluminium dan silikon klorida pada gas oksigen.

d. Metode *sol-gel*

Metode ini merupakan metode yang dilakukan dengan mencampurkan bahan dengan cara kimia seperti bahan anorganik dalam sintesis keramik dan gelas (Rahaman, 2003) yang dapat dilakukan dalam suhu rendah (Petrovic, 2001). Metode *sol-gel* berkembang dengan pesat karena memungkinkan pembuatan padatan pada temperatur ruang. Dalam proses pembuatan komposit aluminosilikat $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ dengan metode *sol-gel* ada beberapa kelebihan, di antaranya preparasi komposit aluminosilikat $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ menggunakan suhu yang relatif rendah dan dengan jangka waktu yang pendek. Selain itu, metode *sol-gel* ini akan menghasilkan material keramik yang memiliki kemurnian dan kekuatan yang lebih

tinggi dan temperatur yang rendah dibanding bahan yang dibuat dengan metode konvensional atau yang lainnya (Petrovic, 2001).

Istilah *sol-gel* digunakan secara luas untuk menggambarkan preparasi material keramik melalui proses yang meliputi preparasi *sol*, gelasi *sol* dan penghilangan fasa cair. *Sol* merupakan suatu sistem koloid dengan fasa terdispersi padat dalam cair. *Gel* merupakan jaringan material padat yang mengandung komponen cair, dimana keduanya berada dalam fasa terdispersi (Brinker, 1990). Dalam preparasi *mullite* dengan metode *sol-gel* dapat dibagi ke dalam tiga kelompok, yaitu larutan (*solution*) plus larutan (*solution*), larutan (*solution*) plus padatan (*sol*), dan padatan (*sol*) plus padatan (*sol*). Secara umum, sintesis padatan ini diawali dengan pembentukan *sol*, kemudian pembentukan *gel*, penuaan (*aging*), pengeringan yang diikuti pemanasan hingga proses pemadatan (*densification*) terbentuk (Rahaman, 2003; Sopyan dkk., 1997), disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2.2 Diagram alir metode *sol-gel* sederhana silika (Lampman dan Wheathon, 1991).

Secara umum metode *sol-gel* digambarkan sebagai suatu metode dimana padatan, biasanya keramik, dibentuk melalui reaksi hidrolisis dan kondensasi dari molekul dalam fasa cair.

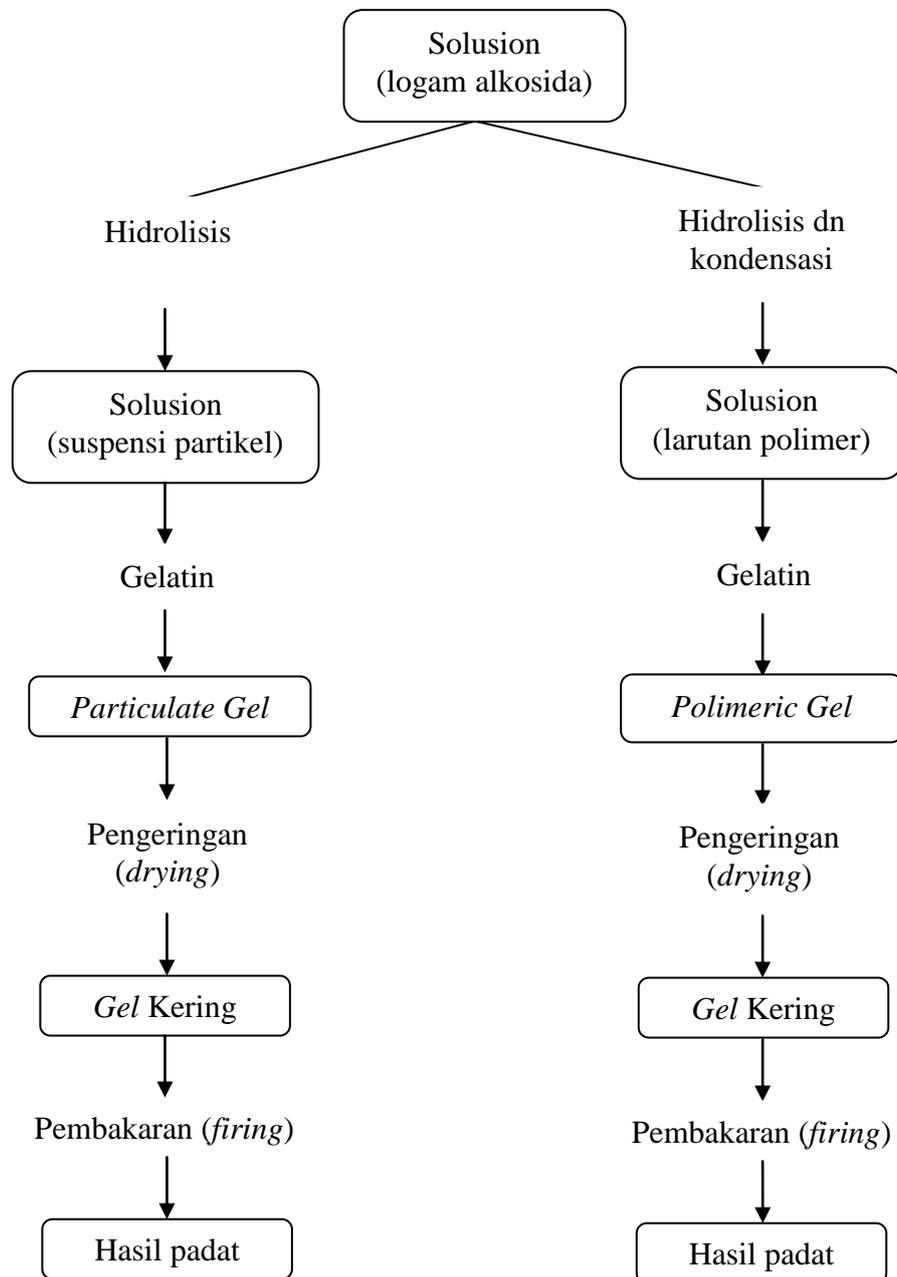
Teknik pemrosesan *sol-gel* umumnya dibagi menjadi 2 dapat dilihat pada Gambar 2.3, yaitu:

1. Teknik *particulate (colloidal) gel* yang mana solnya terdiri dari partikel koloid partikel koloid padat yang berukuran 1-1000 nm. Pada teknik ini prekursor hanya mengalami reaksi hidrolisis sehingga akan dihasilkan gel dalam bentuk partikel.
2. Teknik *polimeryc gel* yang mana solnya terdiri dari rantai polimer tetapi tidak memiliki partikel padat, ukuran partikelnya lebih besar dari 1 nm.

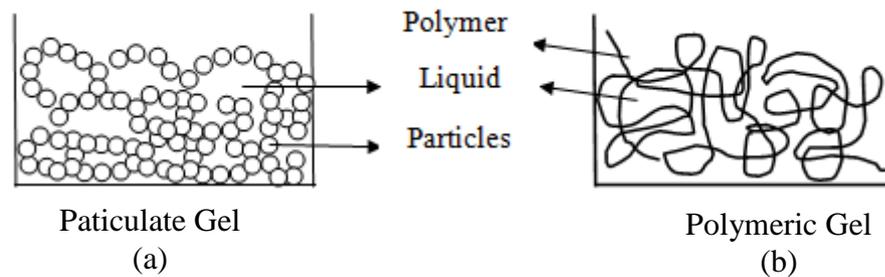
Perbedaan antara keduanya di antaranya, pada teknik *particulate gel* ini, prekursor hanya mengalami proses hidrolisis sedangkan prekursor pada teknik *polimeryc gel* mengalami proses hidrolisis serta kondensasi, ditunjukkan pada Gambar 2.3. Selain itu, ketika ukuran partikel mencapai batas terendah rentang ukuran koloid, perbedaan antara teknik *particulate gel* dan teknik *polimeryc gel* menjadi jelas dapat dilihat pada Gambar 2.4.

Pada proses sol-gel, senyawa awal untuk preparasi dari koloid terdiri dari elemen logam atau nonlogam yang dikelilingi berbagai ligan (bagian yang tidak termasuk atom kristalin dan nonkristalin). Contoh umum yang dipakai untuk penelitian-penelitian sol-gel yakni aluminium oksida yang termasuk ke dalam jenis garam *inorganic* (tidak mengandung karbon) seperti $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ dan senyawa organik seperti $\text{Al}(\text{OC}_4\text{H}_9)_3$ (Brinker, 1990). Hal ini dikarenakan kemudahannya untuk

mengalami reaksi hidrolisis dengan air (reaksi ini sangat penting pada metode *sol-gel* selain reaksi kondensasi).



Gambar 2.3. Diagram alir metode *sol gel*



Gambar 2.4. Struktur dari a) *particulate gel* berasal dari suspensi partikel halus ;
b) *polymeric gel* berasal dari larutan (Ashby dan Jones, 2001)

Okada dan Otsuka (1986) mencoba melakukan penelitian menggunakan cara yang sama seperti beberapa pendahulunya (Roy *and* Osborn; 1952; Aramaki *and* Roy, 1962, 1963; Hoffman *et al.*, 1984) yakni dengan melarutkan TEOS dan aluminium nitrat dalam etanol, tapi presipitasi yang diamati dalam studi ini dengan menambahkan amonium hidroksida yang didispersikan dalam bentuk larutan. Pada penelitian tersebut diketahui bahwa mulitisasi yang ekstensif setelah dibakar pada suhu 1150°C selama 24 jam dan formasi fase γ terjadi sebelum terjadi mulitisasi pada suhu 980°C.

3. Aplikasi komposit aluminosilikat $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$

Komposit matriks keramik merupakan salah satu komposit yang begitu menjadi perhatian. Komposit ini menjadi salah satu kandidat kuat dalam banyak rekayasa material. Alasannya jelas, yakni karena keramik memiliki sifat-sifat yang unik baik fisis, mekanik, listrik maupun optik. Sehingga sangat cocok dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi diberbagai bidang. Hal inilah yang kemudian banyak peneliti yang mencoba mengembangkan penggunaan komposit aluminosilikat

$3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ di berbagai bidang dari industri, listrik dan optik sampai dengan katalisator dan filter.

a. Material Industri

Dalam industri diperlukan alat yang baik digunakan dalam berbagai kondisi baik secara fisika, kimia dan mekanis. Dengan alasan inilah kemudian komposit aluminosilikat $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ dapat dijadikan pilihan yang tepat untuk aplikasi di bidang ini, seperti sebagai refraktori dan pelapis pada furnace. Refraktori merupakan bahan non-logam, anorganik yang mempunyai titik leleh tinggi dan digunakan dalam industri temperatur tinggi.

b. Material Listrik

Sebagaimana aplikasi dalam bidang industri, komposit aluminosilikat $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ juga baik digunakan untuk membuat komponen-komponen listrik. Hal ini dikarenakan komposit aluminosilikat $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ merupakan isolator listrik yang baik. Aplikasi *mullite* di bidang ini contohnya *LSI chips (Large Scale Integration)*.

c. Material Optik

Selain digunakan pada industri dan material listrik, komposit aluminosilikat $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ juga digunakan sebagai material optik sebagai layer dan jendela optik.

d. Katalisator dan filter

Sebagai katalisator karena adanya Al_2O_3 yang berperan sebagai situs aktif, yakni tempat berlangsungnya reaksi kimia. Selain itu, komposit aluminosilikat $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ juga merupakan amorp yang memiliki pori yang dapat digunakan sebagai filter (penyaring).

B. Silika Sekam Padi

1. Sumber Silika

Mineral silika merupakan salah satu mineral yang jumlahnya berlimpah di muka bumi. Menurut sumber perolehannya, silika digolongkan menjadi 3, yaitu silika mineral, silika nabati dan silika sintesis.

Sumber silika mineral yang paling sering diperbincangkan antara lain adalah pasir kuarsa, kaolin, dan abu terbang batubara. Dalam memperoleh silika mineral ini berdampak merusak keseimbangan alam karena silika mineral adalah bahan yang tidak dapat diperbaharui. Selain itu, dalam memperoleh silika membutuhkan waktu dan biaya yang besar. Sementara untuk silika sintesis yang saat ini sering digunakan adalah TEOS dan TMOS. Silika jenis ini diketahui dapat menimbulkan efek racun. Sehingga untuk alternatif terakhir dalam memperoleh silika adalah silika nabati. Salah satu yang sedang dikembangkan adalah silika sekam padi. Komposisi silika mineral, dan nabati dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2. Komposisi silika mineral dan silika nabati

Sumber silika	Kadar (%)	Referensi
Silika Mineral		
Mineral lempung	49,64	Darwanta dan Sriwanto (2009)
Abu layang batubara	63	Kusumawati dan Ediati (2010)
Silika Nabati		
Abu ampas tebu	64,65	Hanafi dan Nandang (2010)
Abu sekam padi	94,5	Herina (2000)

Dari Tabel 2.2 diketahui bahwa sekam padi memiliki komposisi silika paling besar. Oleh karena itu, Indonesia sebagai negara agraris dengan makanan pokok sebagian besar masyarakatnya adalah beras, tentu juga akan menghasilkan sekam padi yang merupakan hasil samping (residu) dari padi. Menurut Ismunadji (1988) dari penggilingan padi dihasilkan beras sebesar 65%, sekam padi sebanyak 20% dan sisanya hilang. Sementara itu, kurang lebih 15% dari komposisi sekam adalah abu sekam yang selalu dihasilkan setiap kali sekam dibakar (Hara, 1986).

2. Metode Perolehan Silika Sekam Padi

Perolehan silika dari sekam padi dikenal dengan 2 (dua) metode, di antaranya metode pengabuan dan metode ekstraksi.

a. Metode pengabuan

Sekam padi yang diproses dengan menggunakan metode ini dilakukan dengan memanaskan atau membakar sekam di atas suhu 400-500°C. Pada suhu sekitar 450°C sekam yang telah menjadi abu telah mulai muncul silika amorf, dan jika dipanaskan lagi pada suhu antara 700-1350°C baru

akan muncul silika kristal (tridimit dan kristobalit) dan silika amorf (Juliano, 1985).

b. Metode ekstraksi

Sekam padi yang diproses dengan metode ini sangat mungkin dilakukan karena sifat kelarutan silika dalam larutan alkalis sangat baik (Vogel, 1985). Dari beberapa peneliti yang telah berhasil mengekstraksi silika sekam padi di beberapa jenis alkali, ternyata hasil kemurnian silika yang tinggi didapat ketika filtrat hasil ekstraksi diendapkan pada larutan asam (Kalapathy, 2000). Ebtadiyanti (2007) menyatakan ada beberapa keuntungan yang diperoleh jika menggunakan metode ini, di antaranya suhu yang diperlukan tidak terlalu tinggi sehingga sifat reaktif silika amorf lebih dapat dipertahankan, homogenitas bahannya tinggi karena ketika mencampurkan bahan dilakukan dalam skala molekuler.

3. Pemanfaatan Silika Sekam Padi

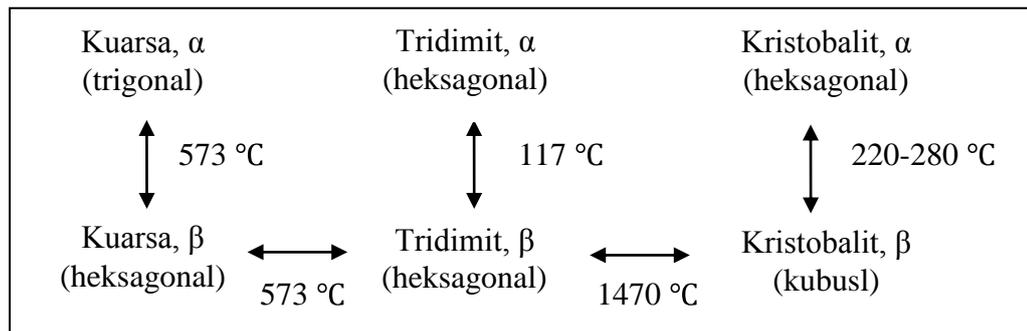
Sekam padi sebagai salah satu sumber silika nabati dalam jumlah besar, sekam padi hanya digunakan sebagai abu pembakaran batu bata atau hanya dimanfaatkan sebagai pupuk kompos. Hal ini karena sifat yang dimilikinya antara lain kasar, nilai gizi rendah, kepadatan yang juga rendah, serta kandungan abu yang cukup tinggi (Houston, 1972). Padahal jika penggunaan silika yang terkandung dalam sekam padi dapat dimanfaatkan dengan lebih baik, sekam padi bisa bernilai ekonomi yang cukup tinggi. Dalam beberapa dekade terakhir, penggunaan silika dari sekam padi sudah menjadi perhatian beberapa peneliti. Mereka

mengklasifikasikannya ke dalam dua kategori: 1) pemurnian dan modifikasi dari dari sekam padi untuk menghasilkan silikon dan senyawa silika murni yang tinggi (Nakata *et al.*, 1989; Okutani *et al.*, 1996; Real *et al.*, 1996); 2) pemanfaatan sebagai sumber silika yang bernilai ekonomi untuk industri semen, produk konstruksi berat, abrasif dan absorben (Hara, 1988; Tomita *et al.*, 1992).

Beberapa peneliti yang memanfaatkan sekam padi di antaranya, Pandiangan dkk (2008) membuat bahan dasar pembuatan katalis silika-Fe dengan silika yang telah diekstraksi dari sekam padi. Malawi (1996) untuk skripsinya meneliti tentang potensi abu sekam padi (Rice Husk Ash) sebagai bahan pozzolan pada mortar semen serta Ajiwe *et al* (2000) melakukan studi awal pembuatan semen dari abu sekam padi dan menyatakan telah sukses memproduksi semen dari sampah pertanian, abu sekam padi.

4. Karakteristik Silika Sekam Padi

Hampir di setiap makhluk hidup maupun tak hidup mengandung mineral silika. Hanya saja yang kandungan silikanya berlimpah tidak cukup banyak. Silika memainkan peran yang sangat penting dalam kehidupan sehingga tidak berlebihan jika seorang Professor Adolf Butenant bahwa kehidupan tidak dapat berlanjut tanpa silika. Menurut Worrall (1986) bentuk umum fasa kristal silika antara lain tridimit, quartz dan kribalit dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5. Fasa kristal silika

Sekam padi (kulit padi) adalah salah satu hasil sisa utama setelah produksi beras.

Sekam terdiri dari 13-19 % komponen inorganik, dimana 87–97 % adalah SiO_2 (silika) (Nakata *et al*, 1989) dalam keadaan amorf.

Tabel 2.3. Komposisi kimia abu sekam padi (Balakrishnan, 2006)

Komponen	% Berat
SiO_2	94.05
Al_2O_3	0.249
K_2O	2.49
Na_2O	0.023
CaO	0.,622
MgO	0.442
Fe_2O_3	0.136
Kandungan yang hilang	3.52
Total	101.5

Berdasarkan Tabel 2.3 diketahui bahwa kandungan yang paling tinggi dalam abu sekam padi adalah silika (SiO_2) dengan persentase 94.05 %. Nilai paling umum kandungan silika dari abu sekam adalah 94 - 96 % dan apabila nilainya mendekati atau di bawah 90% kemungkinan disebabkan oleh sampel sekam yang telah terkontaminasi dengan zat lain yang kandungan silikanya rendah. Hal ini yang menunjukkan bahwa sekam padi dapat dimanfaatkan sebagai sumber silika. Silika yang terdapat dalam sekam ada dalam bentuk amorf terhidrat (Houston, 1972).

Tapi jika pembakaran dilakukan secara terus-menerus pada suhu di atas 650°C akan menaikkan kristalinitasnya dan akhirnya akan terbentuk fasa kristobalit dan tridimit dari silika sekam (Hara,1986).

Beberapa studi telah menunjukkan bahwa abu sekam padi diperoleh pada suhu sekitar 1000°C mengandung antara tridimit dan kristobalit (Nakata *et al.*, 1989; Real *et al.*, 1996; Hara, 1988). Meskipun ada beberapa peneliti sepakat dengan transformasi dari silika amorf ke tridimit dan kristobalit pada suhu sekitar 1000 °C (Tomita *et al.*, 1992; Higuchi dan Azuma, 1997; Venezia *et al.*, 2001), sedikit peneliti yang telah memeriksa jumlah dan karakteristik dari fase kristaline dalam silika yang telah dipanaskan (Venezia *et al.*, 2001).

C. Sintering

Sintering adalah proses pengikatan partikel-partikel oleh panas (Vlack, 2004). Pada proses sintering, partikel-partikel bersatu dengan cara difusi padatan pada temperatur yang sangat tinggi di bawah titik leburnya (Smith, 2006). Pada proses sintering ini terjadi perubahan struktur mikro seperti penghilangan pori-pori antar partikel serbuk penyusun, pertumbuhan butir dan terbentuknya ikatan yang kuat antar partikel tersebut. Perubahan yang terjadi selama sintering, yaitu:

1. Perubahan bentuk dan ukuran butir
2. Perubahan bentuk dan ukuran pori

Secara fisik, keramik yang telah disintering akan mengalami penyusutan. Proses sintering keramik ada beberapa tahapan yaitu:

1. Tahap awal

Pada tahap ini partikel-partikel keramik akan saling kontak setelah proses pencetakan. Di sini serbuk masih dalam keadaan bebas.

2. Tahap mulai sintering

Pada tahap ini mulai terjadi pembentukan ikatan dan permukaan kontak kedua partikel semakin lebar. Perubahan ukuran butiran maupun pori belum terjadi.

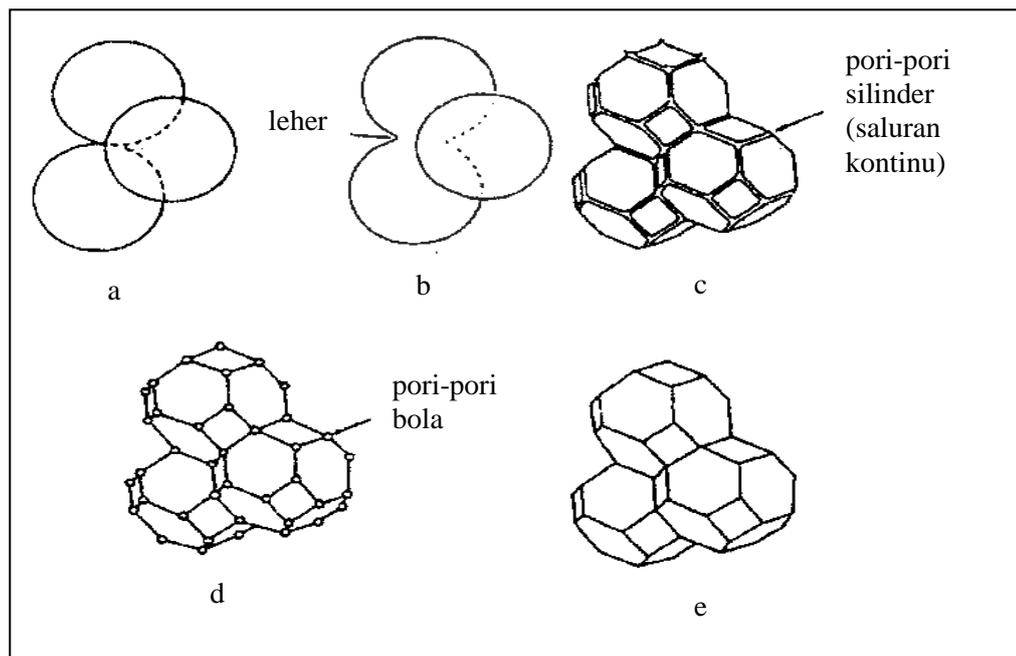
3. Tahap pertengahan sintering

Pada tahap ini terjadi pembentukan batas butir.

4. Tahap akhir sintering

Pada tahap ini terjadi densifikasi dan eliminasi pori sepanjang batas butir, yakni terjadi pembesaran ukuran butiran sampai kanal-kanal pori tertutup dan sekaligus terjadi penyusutan butiran dan terbentuklah fasa baru.

Gambar 2.6 merupakan ilustrasi tentang proses perubahan dari geometri partikel yang mengalami sintering. Perubahan-perubahan yang terjadi, yaitu: (a) Butiran awal sebelum sintering berlangsung, (b) Sintering memasuki tahap awal yang ditandai dengan pembentukan leher, (c) Sintering memasuki tahap antara dengan adanya pori-pori berbentuk saluran kontinu, (d) Sintering memasuki tahap akhir dimana pori-pori bulat pada batas empat butiran, (e) Bentuk akhir tetrakaidekahedron, dari butiran dimana proses sintering telah selesai.



Gambar 2.6. Perubahan geometri partikel sintering

Nurhayati (2006) menyatakan bahwa semakin tinggi suhu perlakuan termal yang dikenakan pada silika sekam padi yang diperoleh dengan metode *sol-gel*, bentuk butir semakin homogen dengan ukuran butir juga semakin besar dan jumlah pori semakin kecil tetapi ukurannya semakin besar. Hasil tersebut menunjukkan dengan jelas bahwa perlakuan termal merupakan faktor yang sangat penting dalam menentukan karakteristik suatu material padat.

D. Karakterisasi Komposit

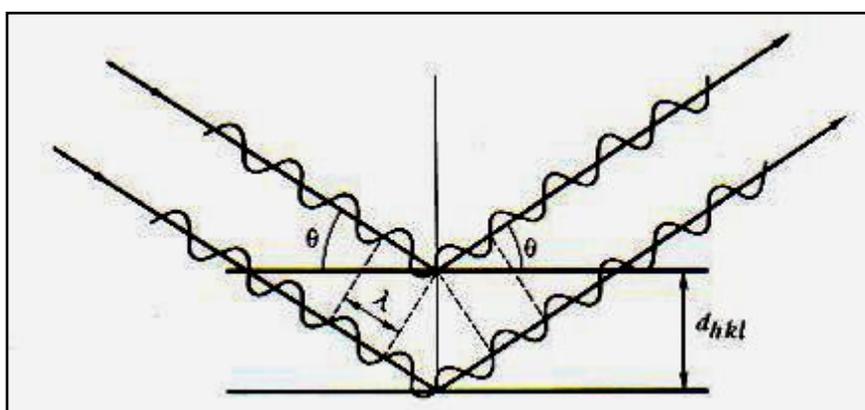
1. X-Ray Diffraction (Difraksi Sinar X)

Pembuktian mengenai struktur kristal pada suatu bahan dapat dibuktikan dengan percobaan difraksi sinar-X. Teknik sinar-x merupakan instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi cuplikan berupa kristal dengan memanfaatkan radiasi

gelombang elektromagnetik sinar-x. Secara umum, eksperimen difraksi pada saat ini menggunakan difraktometer yang dikontrol oleh komputer dan memanfaatkan software canggih untuk analisis data, dapat dilihat pada Gambar 2.7. Difraksi dapat terjadi kapanpun jika hukum Bragg, $\lambda = 2 d \sin\theta$ terpenuhi, ditunjukkan pada Gambar 2.8.



Gambar 2.7 Difraktometer (www.wikipedia.org)



Gambar 2.8 Pola difraksi sinar-x (Hikam, 2009)

Ada beberapa metode yang digunakan dalam difraksi sinar-X, di antaranya:

- Metode Laue

Pada metode ini berkas radiasi putih diarahkan mengenai kristal tunggal.

Sudut Bragg θ ditetapkan untuk semua set bidang dalam kristal, di setiap set

kemudian akan memilih dan mendiffraksi dengan panjang gelombang tertentu yang cocok dengan hukum Bragg dengan melibatkan nilai d dan θ .

- Metode perputaran kristal

Pada metode ini suatu kristal tunggal di-*mounting* dengan satu sumbu atau dengan beberapa arah kristal yang normal terhadap berkas sinar-x monokromatis. Film berbentuk silinder ditempatkan di sekitarnya dan kristal diputar sekitar arah yang dipilih.

- Metode serbuk

Pada metode ini, bahan yang akan diuji harus ditumbuk hingga menjadi serbuk halus yang selanjutnya ditempatkan dalam berkas sinar-X monokromatis. Setiap partikel serbuk tersebut merupakan sekumpulan kristal-kristal kecil yang terorientasi secara acak dengan berkas datang.

Dari ketiga metode di atas, difraksi sinar-X pada umumnya menggunakan metode serbuk halus atau bubuk (Vlack, 2004), dimanfaatkan sebagai kontrol kualitas pada industri logam dan keramik, identifikasi mineral bagi para ahli geologi serta karakteristik asbestos bagi ilmuwan kesehatan.

Dari difraksi sinar-X (X-ray diffraction) akan didapatkan informasi berupa data, di antaranya struktur kristal suatu bahan dengan kisi, analisa jenis (analisis kualitatif) dan prosentase (analisis kuantitatif) unsur atau senyawa yang terkandung dalam suatu bahan, analisis efek temperatur pada transisi fasa. Alasan inilah yang kemudian menjadikan XRD digunakan dalam bidang industri baik logam atau

keramik, bahkan digunakan juga oleh para ahli geologi dalam mengidentifikasi mineral hingga ilmu kesehatan.

2. SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Berbagai jenis material memiliki fasa tunggal. Material-material ini mengandung banyak butir (*grain*) dari fasa yang sama, dengan berbagai mikrostruktur (Vlack, 2004). Mikrostruktur adalah penataan geometrik dari butir-butir dan fasa-fasa dalam suatu material. Karena dimensi mikrostruktur yang dimiliki material cukup kecil sehingga diperlukan alat yang memiliki perbesaran yang besar untuk dapat mengamatinya. Alat yang biasa digunakan dalam memperhatikan suatu benda/material dalam bentuk mikro, antara lain mikroskop optik dan mikroskop elektron (SEM). Namun, dari kedua jenis mikroskop tersebut mikroskop elektron memiliki beberapa kelebihan dibandingkan dengan mikroskop optik. Kelebihan yang dimiliki SEM dibandingkan dengan mikroskop optik antara lain, daya pisah (resolusi) dan kedalaman fokus yang dimiliki SEM lebih tinggi dibandingkan Mikroskop Optik sehingga tekstur, morfologi dan topografi serta tampilan permukaan sampel dalam ukuran mikron dapat dilihat. Dengan daya pisah (resolusi) yang tinggi yakni sekitar 500.000 kali, SEM juga mampu memberikan informasi skala atomik. SEM juga dilengkapi dengan sistem pencahayaan menggunakan radiasi elektron yang mempunyai daya pisah dalam ukuran 1-200 Å sehingga dapat difokuskan ke dalam bentuk spot(titik) yang sangat kecil atau dengan perbesaran 1000.000 kali.

SEM merupakan suatu teknik analisis yang telah banyak digunakan untuk mengatasi permasalahan analisis struktur mikro dan morfologi yang mampu memberi hasil analisis secara rinci dalam berbagai material di antaranya keramik.

Hal-hal mengenai karakteristik dari alat SEM, antara lain:

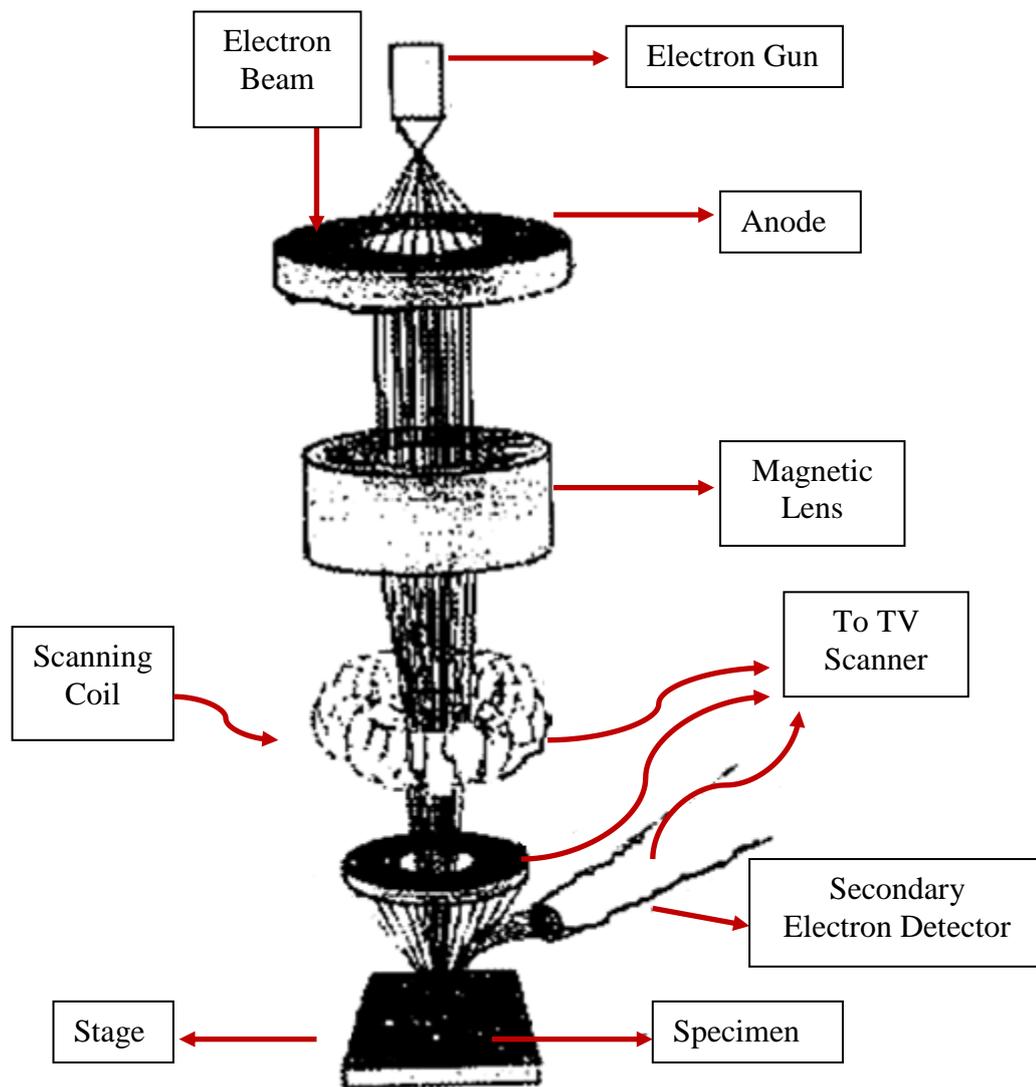
1. Daya pisah (resolusi)

Kemampuan daya pisah pada suatu alat adalah parameter penting berkaitan dengan analisis mikrostruktur untuk tampilan gambar sehingga dapat membedakan dengan jelas mikrostruktur yang terekam. SEM memiliki daya pisah sekitar 5 nm yang lebih kecil nilainya dibanding mikroskop optik sebesar 0,2 micron. Sehingga dapat disimpulkan bahwa semakin kecil objek yang dapat diamati semakin besar daya pisahnya.

2. Kedalaman fokus

SEM mampu memperlihatkan bayangan (gambar) yang ditimbulkan oleh berkas elektron, sehingga dengan ketajaman fokus tertentu mampu menampilkan gambar dengan pola tiga dimensi. Untuk pengamatan topografi seperti permukaan patahan, maka kedalaman fokus harus maksimum, yaitu dengan cara mengatur celah/diafragma dan jarak kerja sekecil mungkin.

Secara lebih detail sistem alat SEM terdiri dari beberapa komponen di antaranya sistem sumber elektron (*electron gun*), sistem lensa, sistem deteksi, sistem scanning dan sistem vakum. Gambar 2.9 menunjukkan skematik Alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM).



Gambar 2.9. Skematik alat scanning electron microscopy (SEM) (Goldstein *et al*, 1981)

- Sumber elektron (electron gun)

Terdiri dari sumber elektron berupa filamen sebagai kutub katoda yang berfungsi sebagai penghasil elektron dan sumber tegangan negatif/celah pelindung dan kutub anoda. Ketika arus dialirkan pada filamen maka terjadi perbedaan potensial pada katoda dan anoda yang akhirnya menghasilkan elektron. Elektron selanjutnya akan melewati celah pelindung menuju anoda

setelah melewati lensa konvergen. Celah pelindung berfungsi menangkap elektron yang terpisah dari berkas elektron dan mencegah penyimpangan elektron setelah dipantulkan kembali oleh permukaan. Sumber elektron (filamen) yang paling banyak digunakan pada SEM adalah tungsten, lanthanum hexaboride dan field emission.

- Sistem lensa

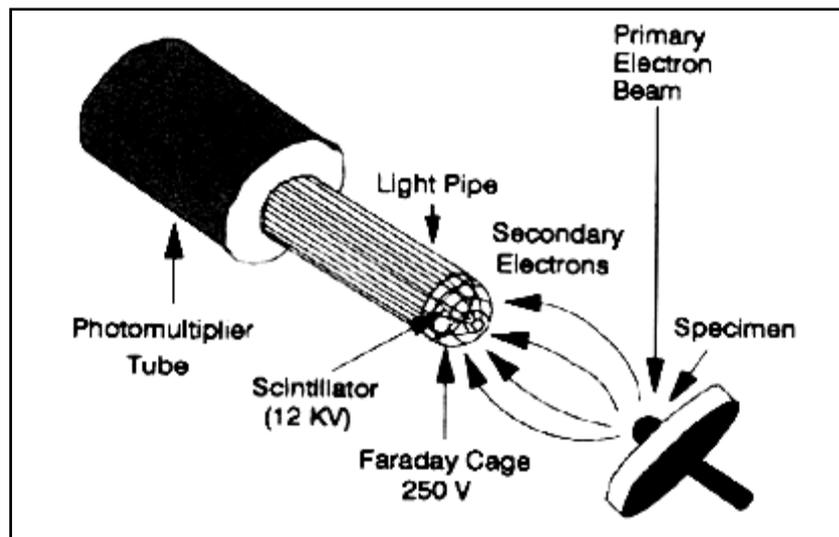
Berkas elektron yang dihasilkan sumber elektron memiliki diameter 25.000-50.000 Angstrom. Diameter sebesar ini ternyata kurang efektif untuk menghasilkan gambar dengan kecepatan tinggi, sehingga sebelum mencapai permukaan sampel berkas elektron tersebut harus difokuskan oleh sebuah lensa magnetik yang terdiri dari 2 lensa kondensor yang berasal dari lilitan solenoida. Pada lensa kondensor yang terdapat 2 kondensor dapat menyesuaikan panjang fokus.

- Sistem deteksi

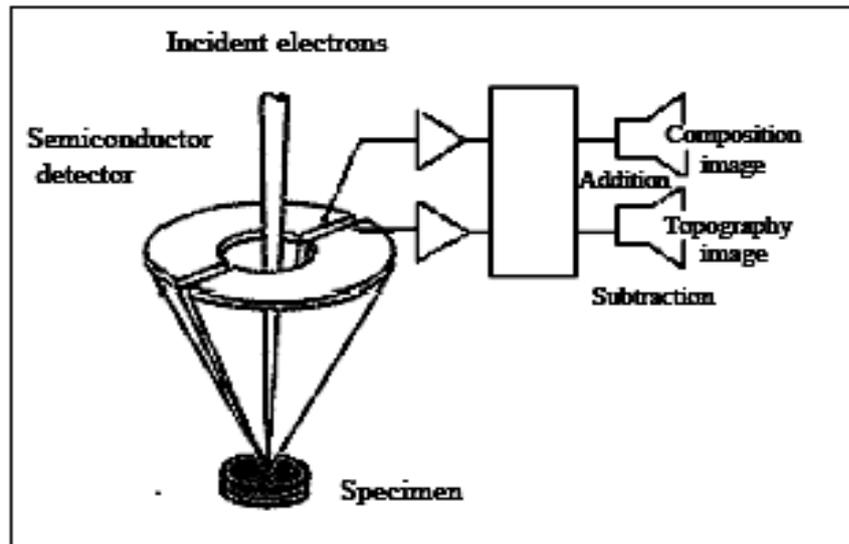
SEM pada umumnya dapat mendeteksi elektron melalui 2 alat deteksi yaitu *Secondary electron* (SE) yang ditunjukkan pada Gambar 2.10 dan *Backscattered electron* (BE) yang ditunjukkan pada Gambar 2.11. BE atau elektron hambur balik dihasilkan dari tumbukan elastis dengan energi yang tinggi yang dipantulkan kembali oleh sampel. Energi elektron yang diantulkan hampir sama besarnya dengan energi saat elektron datang yang berfungsi membawa serangkaian data informasi topografi, komposisi bahan dan orientasi kristal yang ditunjukkan pada Gambar 2.12. Gambar yang dihasilkan dari BE memiliki hubungan erat dengan nomor atom Z. Pada

sampel dengan nomor atom tinggi akan menghasilkan mikrostruktur dengan kontras yang lebih terang pada daerah yang memiliki nomor atom rendah. Hal ini disebabkan karena daerah yang memiliki nomor atom tinggi mempunyai koefisien hamburan balik yang lebih besar.

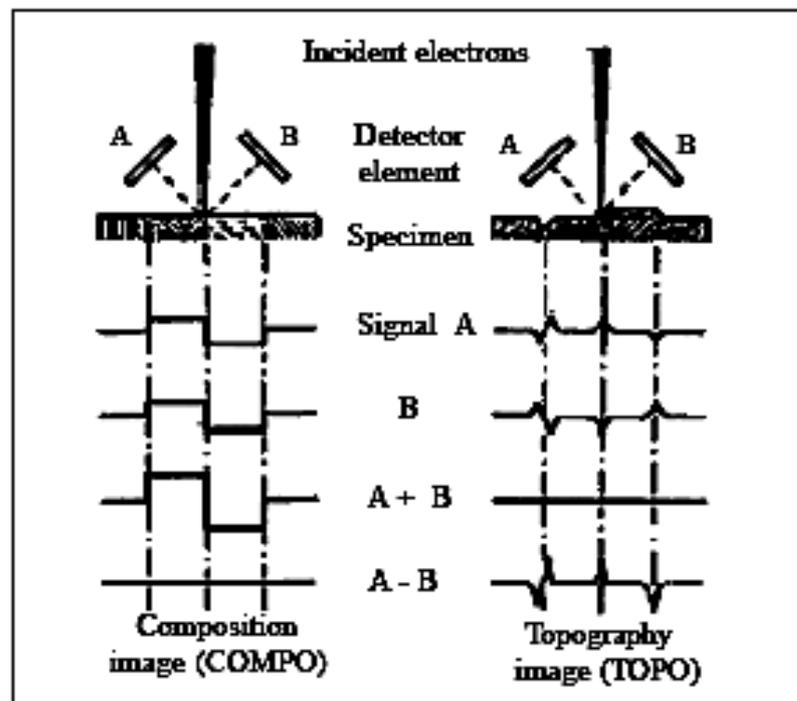
Tumbukan nonelastis dari berkas elektron primer akan memasukkan energi ke dalam sampel melalui proses absorpsi dan akan dikembalikan sebagai energi kuantum yang lebih rendah dalam bentuk SE sebagai informasi topografi, kontras bahan dan orientasi kristal.



Gambar 2.10. Secondary electron detector(www.udel.edu)



Gambar 2.11. Backscattered electron detector



Gambar 2.12. Komposisi dan topografi (www.phy.cuhk.edu.hk)

- Sistem *Scanning*

Pembentukan gambar pada SEM dilakukan melalui prinsip penyusuran, dimana berkas elektron bergerak dari satu titik ke titik lainnya. Penyusuran berkas elektron dihasilkan oleh scanning coil, dimana hasil interaksi berkas

elektron menghasilkan SE, BSE dan cahaya foton dalam bentuk sinar x. Elektron ini akan diubah menjadi sinyal listrik yang akan diperkuat oleh amplifier yang disinkronkan oleh scanning unit, sehingga terbentuklah gambar pada layar tabung sinar katoda. Ukuran berkas elektron harus disesuaikan dengan perbesaran yang digunakan. Jika ukuran elektron terlalu besar maka gambar akan terlihat kabur dan jika terlalu kecil akan kekurangan sinyal.

- Sistem Vakum

Kondisi Vakum dilakukan untuk menghindari pembauran elektron dengan kecepatan yang berbeda, mencegah abrasi kromatis yang mengurangi daya resolusi, mengurangi kecepatan proses oksidasi pada filamen sebagai sumber elektron dan menghindari kontaminasi sampel. SEM dilengkapi dengan pompa difusi dan pompa turbo molekuler.

Analisis sampel dengan menggunakan SEM dibutuhkan beberapa persyaratan yang berkaitan dengan interaksi elektron dengan sampel agar diperoleh hasil yang optimal sesuai dengan yang diinginkan di antaranya sampel harus kering, bersifat konduktif, halus dan rata sehingga perlu dihaluskan (*polish*).