

Reduksi Ukuran Serbuk Kayu Meranti Dan Serbuk Silikon Untuk Pembuatan Silikon Karbida (SiC) Temperatur <1500°C

Juliana Anggono[#], Edward Benny Kurniawan[#], Naniek Sulistarihani*
[#]Jurusan Teknik Mesin-Fakultas Teknologi Industri, Universitas Kristen Petra
Jalan Siwalankerto 121-131 Surabaya 60236
Telp: 031-298 3466; 031-8491215
Email: julianaa@petra.ac.id

*Balai Besar Keramik Bandung – Departemen Perindustrian
Jalan Ahmad Yani 392 Bandung 40272

ABSTRAK

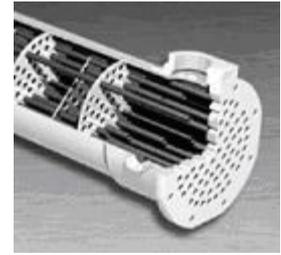
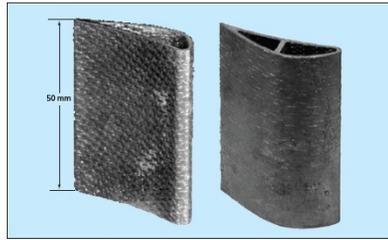
Tujuan penelitian ini adalah berfokus pada mengembangkan keramik SiC yang dibuat dari campuran serbuk kayu meranti sebagai sumber C dan serbuk Si sebagai sumber Si pada temperatur <1500°C. Penelitian sebelumnya oleh Anggono, *et al.* (2007) telah berhasil didapatkan SiC terbuat dari campuran bahan yang sama pada temperatur 1575°C. Untuk mencapai temperatur pembentukan SiC <1500°C dilakukan dengan mereduksi ukuran serbuk Si maupun serbuk C yang diperoleh dari proses pirolisa serbuk kayu meranti dalam atmosfer N₂ sampai temperatur 1025°C, dengan menggunakan *ball milling* dengan variasi waktu *milling* 1, 4, dan 8 jam. Produk C yang dihasilkan dari proses pirolisa kayu meranti dapat menghasilkan 75% berat C. Proses ceramization dilakukan pada sampel *green compact* campuran serbuk C dan serbuk Si pada temperatur 1300°C dalam atmosfer inert (argon (Ar)) untuk mereaksikan Si dan C menjadi SiC. Dari hasil pengujian XRD diketahui bahwa pada temperatur 1300°C dalam atmosfer Ar telah diidentifikasi pembentukan fasa SiC hanya pada *green compact* dengan *ball milling* 8 jam.

Kata-kata kunci: silikon karbida, *ceramization*, *ball milling*, pirolisa, kayu meranti, atmosfer argon.

1. PENDAHULUAN

SiC adalah bahan karbida yang keras, bersifat *refractory* dengan ketahanan terhadap oksidasi pada temperatur tinggi. Meski bukan keramik oksida, SiC pada temperatur tinggi membentuk lapisan SiO₂ yang dapat melindungi material.

SiC tidak terdapat di alam sebagai mineral; keberadaannya adalah hasil proses sintesa. SiC adalah bahan abrasif paling keras setelah intan karena struktur kristalnya serupa intan dengan atom-atom Si dan C yang berikatan kovalen. Patahannya sangat tajam yang membuat SiC berfungsi baik sebagai material abrasif. SiC juga digunakan sebagai *fibrous reinforcement* untuk material metal-matrix composite (MMC) dan ceramic-matrix composites (CMC). Piston telah dibuat dengan die-casting paduan Al dengan penguat *particulate* SiC. Selain itu SiC tersedia pula dalam bentuk *woven fiber* untuk CMC dengan matrix Al₂O₃ yang digunakan untuk aplikasi temperatur tinggi. Berbagai aplikasi SiC dapat dilihat pada Gambar 1.



a) Gambar 1 a) bahan abrasif, <http://www.widgetsupply.com/page/WS/PROD/dremel-polish-abrasive/WC07>
 b) Berbagai aplikasi SiC b) komposit SiC/SiC <http://www.techbriefs.com/content/view/1066/34>,
 c) *turbine van,* http://wbsic.en.alibaba.com/product/Silicon_Carbide_Heating_Elements,
 d) *Heat exchanger,* <http://www.carbo.com/product-applications/heat-exchanger-tubing>,
 c) *heating element,*

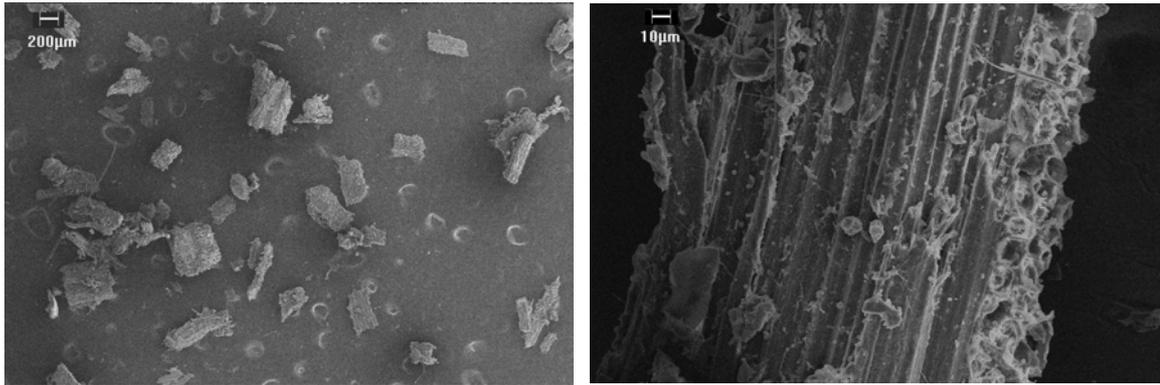
SiC dapat dibuat dari hampir semua bahan baku yang mengandung sumber Si dan sumber C. Hingga saat ini ada beberapa alternatif proses pembuatan serbuk keramik SiC, di antaranya telah berhasil disintesa SiC dari campuran serbuk logam Si dan gula. (Lee dan Rainforth, 1994) Sekam padi juga telah dimanfaatkan dalam pembuatan SiC. (Sharma *et al.*, 1984)

Bahan kayu berupa serbuk hasil gergaji yang mengandung karbohidrat sebagai sumber C dapat dimanfaatkan pula untuk membuat SiC bila direaksikan dengan sumber yang mengandung Si. (Askeland, 1994) Penelitian ini mengikuti urutan proses seperti yang dilakukan oleh Klingner namun bahan yang digunakan adalah kayu meranti dalam bentuk serbuk. (Klingner, 2003) Proses infiltrasi digantikan dengan mencampurkan serbuk Si dengan serbuk hasil pirolisa kayu meranti.

2. METODE PENELITIAN

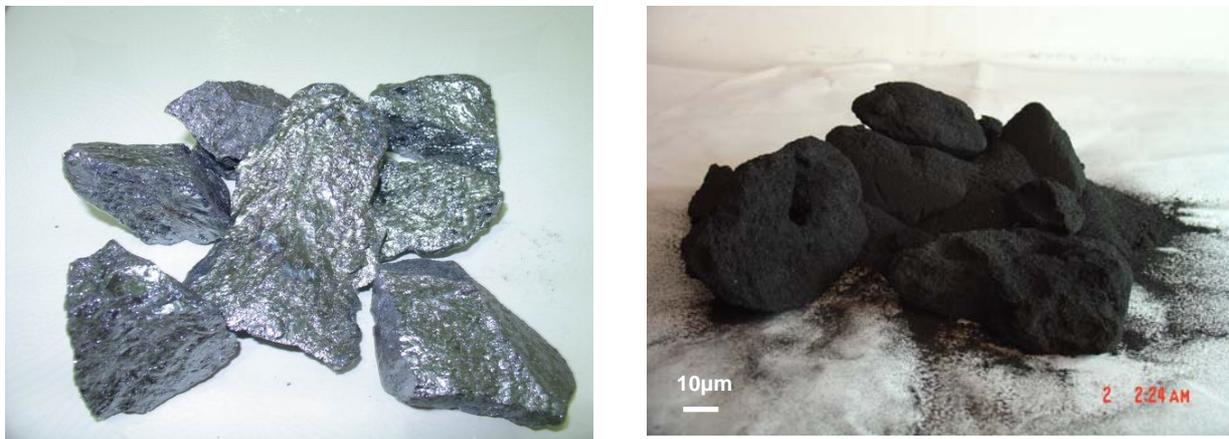
Pada tahap awal dilakukan karakterisasi *starting material* yang digunakan yaitu pada serbuk kayu meranti dan serbuk Si. Karakterisasi tersebut dilakukan dengan menggunakan SEM dan EDX. SEM dilakukan untuk melihat bentuk dan ukuran serbuk Si, kayu, dan C yang dihasilkan. Sedangkan untuk melihat komposisi kimia bahan - bahan tersebut digunakan EDX.

Serbuk kayu meranti yang digunakan dalam penelitian ini didapatkan dari sisa penggergajian bahan mebel dengan ukuran -25 mesh (<710 μ m). Gambar 2a menunjukkan foto SEM serbuk kayu meranti dengan ukuran partikel yang bervariasi antara 100 μ m - 500 μ m. Pengamatan dengan SEM pada Gambar 2 b menunjukkan struktur sel kayu meranti. Tahap selanjutnya adalah proses pirolisa serbuk kayu untuk mendapatkan serbuk C dalam atmosfer tanpa oksigen. Atmosfir yang digunakan adalah nitrogen (N₂) sampai temperatur 1025°C dengan tahapan pemanasan sampai temperatur 500°C dengan laju pemanasan 1 °C /menit. Dari tahap ini laju pemanasan ditingkatkan menjadi 5 °C /menit sampai temperatur akhir 1025°C dengan tiga kali penahanan selama 60 menit pada temperatur 650 °C, 850 °C, dan 1025°C. Hasil residu C kemudian di-*ball milling* selama 1 jam untuk mereduksi ukuran selain pemisahan antar partikel (deaglomerisasi).



a) b)
Gambar 2 Foto SEM serbuk kayu meranti (a) berbagai variasi ukuran partikel serbuk (b) struktur kayu

Unsur Si yang diperlukan untuk membentuk SiC diperoleh dari logam Si murni (>99,99%) dalam bentuk bongkahan (Gambar 3). Sebelum direduksi ukurannya dengan *ball milling*, terlebih dahulu dilakukan reduksi ukuran secara manual dengan dihancurkan dengan palu sehingga diperoleh ukuran 25-100 mesh. *Ball milling* dilakukan dengan *grinding* media berupa bola alumina berukuran 5-7 mm, di mana wadah milling berputar terhadap sumbu horisontal dengan kecepatan 96 rpm. Untuk mereduksi ukuran serbuk Si dilakukan pada variasi waktu milling 1, 4, dan 8 jam. *Ball milling* dilakukan untuk proses pencampuran kedua serbuk dengan rasio mol Si:C = 1:1 (selama 2 jam) untuk mendapatkan campuran homogen serta dilakukan penambahan wax sebagai binder (10% berat) sebelum dikompaksi menjadi sampel pelet.



a) b)
Gambar 3 Foto SEM a) serbuk Si hasil penumbukan manual yang siap di-*ball milling* sebelum dicampurkan dengan sumber C dan b) Serbuk C hasil proses pirolisa kayu meranti..

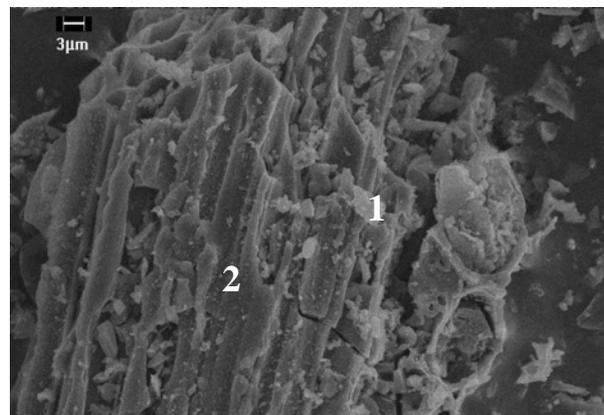
SEM digunakan untuk karakterisasi secara kualitatif bentuk dan ukuran kedua serbuk setelah *ball milling*. Proses ceramization untuk mereaksikan serbuk Si dan C dilakukan dalam atmosfer Ar (99,9995%) pada temperatur 1300°C menggunakan muffle furnace. Laju pemanasan adalah 20°C/menit dengan lama penahanan 2 jam pada temperatur 1300°C. Seluruh *as-sintered* sampel

kemudian diidentifikasi fasanya menggunakan XRD. SEM dan EDX digunakan untuk identifikasi bentuk dan ukuran partikel serta komposisi fasa yang terbentuk setelah proses *ceramization* pada temperatur 1300°C. Untuk pengamatan dengan SEM/EDX digunakan partikel lepasan dari pelet untuk menghindari luas penampang pelet yang besar sehingga membutuhkan waktu lama untuk proses *coating* (*sputtering*) dalam persiapan sampel SEM.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Karakterisasi Serbuk C dan Serbuk Si

Serbuk hasil pirolisa kayu meranti diuji menggunakan *proximate analysis* dengan metode gravimetri dan didapatkan kandungan C sebanyak 75% berat selain zat lain (25% berat) seperti abu, uap air, dan *volatile matter* lainnya. Untuk memverifikasi hasil *proximate analysis*, dilakukan uji EDX pada partikel C hasil proses pirolisa. Uji EDX dilakukan pada dua lokasi pada partikel C seperti yang ditunjukkan oleh foto SEM Gambar 4. Angka 1 pada Gambar 4 menunjukkan lokasi uji EDX pada bagian yang terang dan angka 2 menunjukkan lokasi uji pada bagian yang gelap. Hasil pengujian EDX nya dicantumkan pada Tabel 1. Hasil EDX menunjukkan bahwa C yang terbentuk memiliki komposisi 67 % berat C pada bagian yang gelap (poin 2) dan 13 % C pada bagian yang terang (poin 1).



Gambar 4 Foto SEM partikel C hasil pirolisa kayu meranti dan lokasi pengujian EDX pada angka 1

Kandungan unsur yang dideteksi oleh EDX pada Tabel 1 berasal dari unsur kimiawi kayu yang terdiri dari selulosa (50%), lignin (16-33%), hemiselulosa, dan sejumlah kecil zat-zat lain (5-10%). (Miller, 1999)

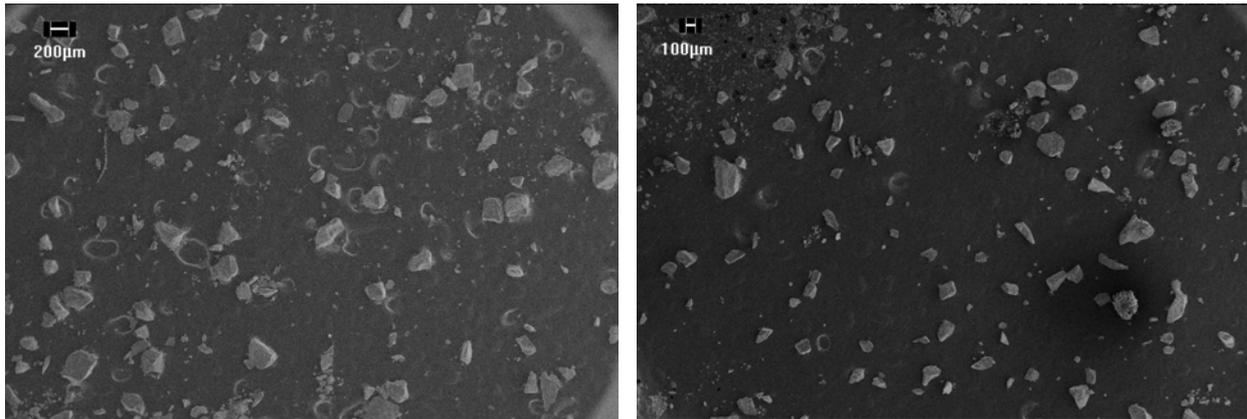
Tabel 1 Hasil pengujian EDX pada partikel C hasil pirolisa di poin 1 dan 2 foto SEM

Gambar 4

Poin	Unsur	% Berat
1	C	13.33
	O	42.47
	Na	0.85
	Al	0.74
	Si	1.89
	S	4.29
	K	18.43
	Ca	16.11
	Fe	1.88
2	C	67.33
	O	32.67

Serbuk C yang diperoleh dari proses pirolisa kayu meranti berasal dari kandungan polimer yang terkandung pada selulosa maupun lignin. (Miller, 1999) Zat lain yang ikut terbentuk selain C sebagai hasil proses pirolisa diidentifikasi oleh *proximate analysis* sebagai abu (*ash*), uap air (*moisture*), dan bahan mudah menguap (*volatile matter*). Hasil tersebut didukung oleh hasil EDX poin 1 dimana diidentifikasi unsur - unsur Na, Al, Si, S, K, Ca, dan Fe yang merupakan kandungan zat anorganik dalam zat-zat lain yang sudah disebutkan di atas. Menurut Miller (1999), unsur-unsur Ca, K, dan Mg adalah kandungan terbanyak yang diikuti oleh sejumlah kecil (<100 ppm) unsur P, Na, Fe, Si, Mn, Cu, Zn, dan elemen lainnya. Selama proses pirolisa unsur-unsur tersebut terbakar dan menjadi unsur yang membentuk abu kayu. (Patterson *et. al*, 2004)

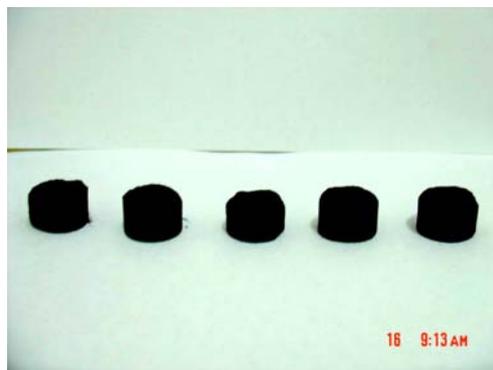
Gambar 5 a dan b adalah foto SEM serbuk Si hasil *ball milling* 1 jam dan 8 jam (pengamatan SEM tidak dilakukan pada hasil *ball milling* 4 jam dengan asumsi distribusi ukuran partikelnya di antara hasil 1 jam dan 8 jam). Dari perbandingan kedua foto tersebut diketahui dengan jelas bahwa terdapat perbedaan ukuran serbuk Si antara hasil *ball milling* selama 1 jam dengan 8 jam. Hal tersebut menunjukkan bahwa lama proses *ball milling* menentukan besar reduksi ukuran partikel Si. Dalam penelitian ini tidak dilakukan pengukuran distribusi ukuran partikel Si yang dihasilkan dari proses *ball milling* sehingga data tersebut tidak diketahui secara pasti.



a) b)
Gambar 5 Foto SEM serbuk Si hasil *ball milling* a) 1 jam dan b) 8 jam

3.2 Hasil Proses Ceramization

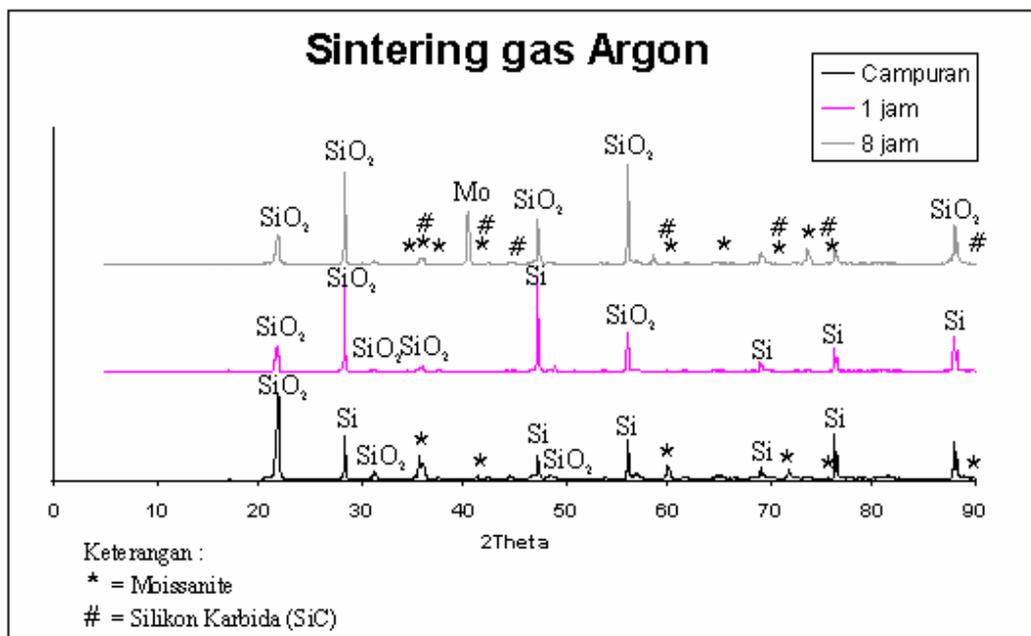
Proses *ceramization* dilakukan pada sampel *green compact* berbentuk pelet berdiameter 20 mm dan tinggi 10 mm pada temperatur 1300°C dalam dapur listrik beratmosfir Ar. Pelet tersebut dibentuk dari campuran serbuk C dan serbuk Si yang dibedakan ukurannya melalui proses *ball milling* 1, 4, dan 8 jam. Pelet hasil proses *ceramization* ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6 Sampel hasil proses *ceramization*.

Hasil pengujian XRD pada pelet setelah proses *ceramization* pada temperatur 1300°C ditunjukkan oleh Gambar 7. Yang dimaksud dengan sampel campuran pada hasil XRD Gambar 7 adalah partikel lepasan dari *green compact* yang terbuat dari serbuk pelet yang dibuat dari campuran serbuk C dan serbuk Si hasil *milling* 1, 4, dan 8 jam. Hasil XRD mengidentifikasi SiC yang sudah terbentuk pada temperatur 1300°C pada sampel yang dibuat dari serbuk Si dengan waktu *milling* 8 jam dan juga pada sampel campuran. Hal ini menunjukkan efektivitas reduksi ukuran partikel Si dengan waktu *milling* 8 jam dibanding dengan waktu *milling* 1 dan 4 jam. Ukuran partikel yang didapatkan kecil (Gambar 5b) sehingga menyediakan luas permukaan kontak yang lebih besar untuk bereaksi dengan partikel C selama pemanasan. Selain fasa SiC, masih dijumpai fasa Si yang belum

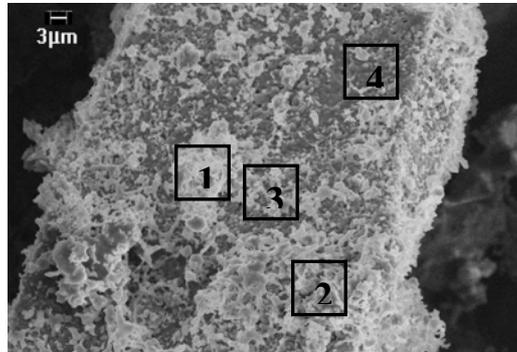
tuntas bereaksi pada temperatur 1300°C. Meski fasa SiC yang terbentuk bukan fasa mayoritas, hal ini membuktikan bahwa pembentukan SiC sudah terjadi pada temperatur 1300°C. Fasa SiC yang teridentifikasi adalah moissanite-6H (JCPDS no. 29-1131) dan SiC (JCPDS no. 03-0880). Dua jenis SiC yang berbeda tersebut juga telah diidentifikasi oleh Anggono *et al.* (2007) pada temperatur *ceramization* 1575°C. Moissanite-6H merupakan jenis SiC yang paling sering dijumpai dan memiliki struktur kristal heksagonal. (Lee dan Rainforth, 1994) Perlu dilakukan studi lebih lanjut tentang keberadaan fasa ini dalam struktur. Sementara hasil penelitian Klingner (2003) dihasilkan dua jenis SiC yang berbeda, yaitu β -SiC dan α -SiC. α -SiC memiliki struktur kristal heksagonal dan β -SiC memiliki struktur kristal *face-centered cubic*. (Lee and Rainforth, 1994) *Peak* lain yang teridentifikasi dan tidak diharapkan terjadi adalah SiO₂ yang juga teridentifikasi pada pengujian EDX.



Gambar 7 Hasil pengujian XRD pada sampel *ceramization* dalam atmosfer Ar pada temperatur 1300°C.

Pengujian EDX pada sampel campuran yang dilakukan di sembarang titik di salah satu partikel lepasannya menunjukkan bahwa pada setiap titik yang diuji hanya terdeteksi unsur Si, C dan O. Lokasi pengujian EDX pada poin 1-4 dapat dilihat pada foto SEM Gambar 8. Hasil pengujian EDXnya dapat dilihat pada Tabel 2. Partikel yang diamati dengan SEM ini adalah partikel Si yang ditandai dengan jumlah Si yang besar yang dilapisi pada permukaan luarnya dengan glassy layer SiO₂ seperti terdeteksi oleh XRD. Keberadaan SiO₂ menjadi temuan menarik dan fasa ini juga teridentifikasi pada penelitian Anggono *et al.* (2007) pada pembuatan SiC pada temperatur 1575°C. Belum diketahui secara pasti dari manakah sumber O₂ yang mengkontaminasi dapur dan apakah SiO₂

yang terbentuk ini adalah produk oksidasi dari unsur Si atau dari SiC terbentuk yang kemudian teroksidasi. Namun dari pengamatan SEM pada Gambar 8 menunjukkan bahwa pembentukan SiO₂ (fasa terang) terjadi pada permukaan partikel Si. Jumlah SiC yang belum dominan pada temperatur 1300°C sulit ditemukan pada pengamatan SEM dan hasil EDX.



Gambar 8 Foto SEM partikel lepasan pelet sampel campuran hasil *ceramization* temperatur 1300°C.

Tabel 2 Hasil pengujian EDX pada partikel lepasan pelet sampel campuran

Poin	Unsur	% Berat
1	C	1.21
	O	61.69
	Si	37.1
2	C	3.91
	O	64.95
	Si	31.15
3	C	1.13
	O	56.89
	Si	41.98
4	C	0.91
	O	58.34
	Si	40.75

4. KESIMPULAN

1. Hasil proses pirolisa kayu meranti dalam atmosfer N₂ telah berhasil membentuk C sebanyak 75% dan sisanya adalah zat lain yaitu abu (*ash*), uap air (*moisture*), dan bahan mudah menguap (*volatile matter*).
2. SiC berhasil disintesa dari campuran serbuk Si hasil *ball-milling* 8 jam dan hasil pirolisa serbuk kayu meranti setelah pemanasan sampai pada temperatur 1300°C dalam atmosfer Ar. Namun

demikian masih dijumpai fasa-fasa yang tidak diinginkan seperti SiO₂ dan Si yang belum tuntas bereaksi.

UCAPAN TERIMA KASIH

Tim peneliti mengucapkan terima kasih kepada Balai Besar Keramik – Bandung, Center for Materials Processing and Failure Analysis, Kampus UI, Depok, dan Laboratorium Difraksi Sinar-X, ITS, Surabaya untuk fasilitas penelitian yang disediakan.

REFERENSI:

1. Anggono, J., Tjitro, S., dan Wijaya, E. (2007), Pembuatan Keramik Silikon Karbida Menggunakan Campuran Serbuk Kayu Meranti dan Silikon, Seminar Nasional Teknik Mesin ke-2, 14-15 Februari 2007, Universitas Kristen Petra, Surabaya.
2. Lee, W. E. dan Rainforth, W. M. (1994), *Ceramic Microstructures: Property Control by Processing*, London: Chapman and Hall.
3. Sharma, N.K., Williams, W.S., dan Zangvil, A. (1984), Formation and Structure of Silicon Carbide Whiskers from Rice Hulls, *J. Am. Ceram. Soc.*, 67 (11), 715.
4. Askeland, D. R. (1994), *The Science and Engineering of Materials*, Boston: PWS Publishing Company.
5. Klingner, R., *et al.* (2003), Wood-Derived Porous Ceramics via Infiltration of SiO₂-Sol and Carbothermal Reduction, *Journal of Holzforschung*, 57 (4), 440-446.
6. Miller, R. B., *Wood Handbook – Wood as an Engineering Material*, Madison: Department of Agriculture, Forest Service.
7. Patterson, S.J., *et al.* (2004). Application of Wood Ash to Acidic Boralf Soils and Its Effect on Oilseed Quality of Canola. *Agronomy Journals*, 96 (5), 1344.
8. Dramel 511. (2007). *Abrasive materials*. Retrieved 6 Agustus 2007 from <http://www.widgetsupply.com/page/WS/PROD/dremel-polish-abrasive>.
9. NASA techb briefs. (2007) *SiC/SiC composite turbine van*. Retrieved 6 Agustus 2007 from <http://www.techbriefs.com/content/view/1066/34>.
10. Alibaba Corp. (2006). *Heating element*. Retrieved 6 Agustus 2007 from http://wbsic.en.alibaba.com/product/Silicon_Carbide_Heating_Elements.
11. CARBO. (2007). *Heat exchanger*. Retrieved 6 Agustus 2007 from <http://www.carbo.com/product-applications/heat-exchanger-tubing>