

Sintesis Keramik Refraktori $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{MnO}_2\cdot\text{SiO}_2$ Dengan Metoda Sol-Gel dan Sifat Fisiknya Dalam Berbagai Temperatur Kalsinasi

Rahmi Muthia¹, Deski Beri², Ali Amran³

Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Negeri Padang, Padang, Indonesia

³amrana.unp@gmail.com, ²deski_06@yahoo.com, ¹rahmimuthia88@gmail.com

Abstract - ceramic oxide $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{MnO}_2\cdot\text{SiO}_2$ ceramics has relatively high strength, tough electrical capacitance and temperature resistant. It's synthesized by sol-gel methods using raw materials *Tetraethyl Orthosilicates* (TEOS), $\text{Al}(\text{NO}_3)_3\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ and $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ with calcination temperature variation of 900-1100°C. XRD (*X-Ray Diffraction*) analysis of ceramic $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{MnO}_2\cdot\text{SiO}_2$ shows peak $2\theta=33.2875$ intensity relatif=100%, $2\theta=55.8688$ intensity relatif 24,28%, $2\theta=26.1289$ intensity relatif 13,22%, $2\theta=66.4815$ intensity relatif 12,84%, $2\theta=35.4375$ intensity relatif 11,39%. Ceramic $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{MnO}_2\cdot\text{SiO}_2$ morphology by SEM (*Scanning Electron Microscopy*) showed that the ceramic at a temperature of 1100°C was homogeneous microscopic. Capacity as measured by the LCR meter instrument empirical equation $F(C, T) = 0.01625 T - 11.0833$ can be explained that the higher the calcination temperature the higher the value of the capacitor capacity.

Keywords: XRD, raw materials, structure, $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{MnO}_2\cdot\text{SiO}_2$ sol-gel

I. PENDAHULUAN

Pembuatan keramik telah dilakukan oleh Onoda Yoshito, Satoru Inoue, Kenji Wada dan Akihiko Nuiki (1993) melakukan sintesis keramik $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{SiO}_2$ dengan metoda sol-gel dan dilanjutkan dengan pemeriksaan dengan NMR. Safrin (2011) pengaruh komposisi spinel MnO_2 pada keramik alumina (Al_2O_3) dimana semakin rendah komposisi Al_2O_3 dan semakin tinggi komposisi spinel MnO_2 distribusi grain merata dan pori pada permukaan keramik berkurang sehingga mikrostrukturnya lebih bagus [1,2].

Banyaknya kegunaan keramik alumina saat ini dalam industri maka dilakukanlah penelitian ini. Keramik $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{MnO}_2\cdot\text{SiO}_2$ terdiri dari keramik oksida dan silika dan merupakan bahan isolator yang baik karena memiliki sifat elektromagnet dan optik yang baik. Untuk mendapatkan keramik $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{MnO}_2\cdot\text{SiO}_2$ yang homogen dilakukan digunakan teknik sol-gel [3-6].

Metoda sol-gel merupakan salah satu metoda dalam pembuatan keramik [4]. Metoda ini merupakan teknik kimia basah untuk menghasilkan partikel koloid (atau sol) yang bertindak sebagai prekursor, dalam metoda ini digunakan senyawa silikon alkoksida [4]. Reaksi yang terjadi dalam proses sol-gel yaitu reaksi hidrolisis dan polikondensasi [5-8]. Metoda ini digunakan karena lebih sederhana dan cepat karena reaksi pengikatan berlangsung bersamaan dengan proses terbentuknya padatan [5,8].

Penelitian ini bertujuan mensintesis keramik refraktori $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{MnO}_2\cdot\text{SiO}_2$ dengan metoda sol-gel dan untuk melihat sifat fisiknya dalam berbagai temperatur kalsinasi. Dalam penelitian ini variasi suhu kalsinasi yang digunakan 900°C, 1000°C, 1100°C dan 1200°C.

II. METODOLOGI PENELITIAN

A. Alat dan bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah perangkat gelas, neraca analitik, furnace, pH universal, labu ukur, pipet tetes, pipet takar, shaker, XRD PANalytical tipe Philips X'Pert Powder, SEM Phenom ProX dan LCR meter. Bahan-bahan yang dibutuhkan pada penelitian ini antara lain: *Tetraethyl Orthosilicates* (TEOS), etanol, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3\cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$, HNO_3 2N dan aquades.

B. Prosedur Kerja

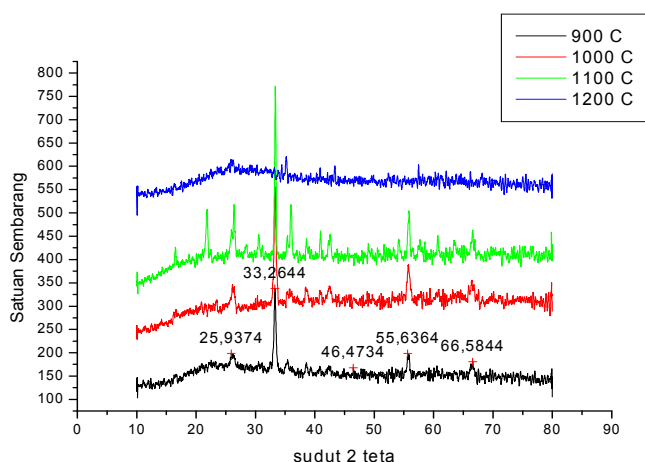
Preparasi keramik $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{MnO}_2\cdot\text{SiO}_2$, diambil *Tetraethyl Orthosilicates* (TEOS) sebanyak 2,23 mL, ditambahkan 1,3 mL etanol dan aquades 2,25 mL terjadi proses hidrolisis dimana HNO_3 2N ditambahkan sebagai katalis. Kemudian dilakukan pengadukan sampai semua larutan tercampur. Tambahkan aluminium nitrat ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3\cdot 9\text{H}_2\text{O}$) 4,7000 gram dan mangan nitrat ($\text{Mn}(\text{NO}_3)_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 2,429 gram. Campuran diaduk selama 6 jam dengan flash shaker sampai homogen, kemudian diuapkan pada temperatur 60 °C sehingga didapatkan gel basah dan digelasi pada suhu kamar sampai gel lepas sendiri dari tabung. Gel kering kemudian dihaluskan dan dikalsinasi pada suhu 900, 1000, 1100 dan 1200°C selama 3 jam. Hasil kalsinasi di karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan diukur nilai kapasitas kapasitor arus yang dipakai 2 volt dengan variasi waktunya 60 detik.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil sintesis $Al_2O_3.MnO_2.SiO_2$ pada variasi temperatur kalsinasi 900, 1000, dan 1100°C mempunyai bentuk hampir sama yaitu serbuk berwarna hitam tetapi pada variasi suhu 1200°C keramik $Al_2O_3.MnO_2.SiO_2$ meleleh berbentuk bongkahan berwarna hitam.

Dalam proses pembakaran keramik $Al_2O_3.MnO_2.SiO_2$ dipengaruhi kondisi larutan karena terjadi reaksi kimia antara senyawa penyusun bahan dengan gas yang dihasilkan pada waktu pembakaran terjadi proses oksidasi terhadap logam, dimana proses pembakaran dengan suhu 1200°C mempengaruhi logam-logam. Logam akan saling berikatan dengan penyusun keramik lainnya menjadi bentuk kristal-kristal (memadat). Proses ini membentuk senyawa-senyawa oksida logam, sehingga pengikatan terjadi dalam proses pembakaran lebih sempurna.

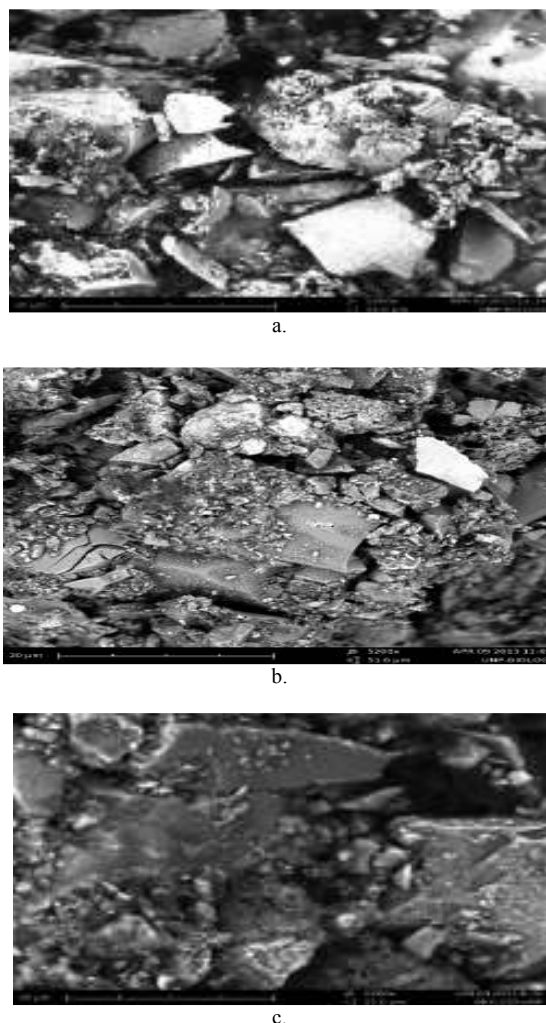
1. Analisa X-Ray Diffraction (XRD) Keramik $Al_2O_3.MnO_2.SiO_2$



Gambar 1. Hasil Analisa XDR dari Keramik $Al_2O_3.MnO_2.SiO_2$ yang di Kalsinasi pada Suhu 900, 1000, 1100, dan 1200°C.

Hasil analisa XRD menunjukkan puncak-puncak yang semakin tajam dan intensitas yang semakin tinggi dengan dengan kenaikan temperatur. Pada temperatur kalsinasi 900°C, 1000°C, dan 1100°C terlihat puncak makin tajam dengan intensitas yang lebih tinggi daripada difratogram XRD pada suhu 1200°C, hal ini menunjukkan struktur menyerupai material yang bersifat kristal seperti terlihat pada Gambar 1. Dengan kenaikan temperatur material berbentuk kristal seperti ditunjukkan pada pola XRD untuk temperatur kalsinasi 900°C, 1000°C, dan 1100°C dengan puncak yang tajam dan intensitasnya yang tinggi. Sedangkan difraktogram pada suhu 1200°C terjadi perubahan karena pada suhu 1200°C keramik meleleh disebabkan suhu pembakaran lewat dari titik lelehnya menyebabkan strukturnya pun jauh berbeda.

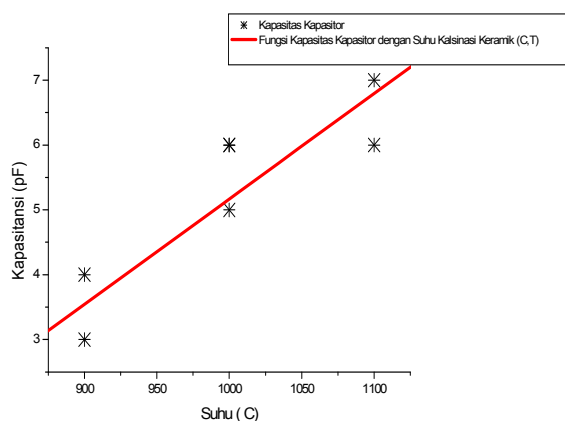
2. Morfologi Keramik $Al_2O_3.MnO_2.SiO_2$ dengan SEM



Gambar 2. Hasil Morfologi SEM Keramik $Al_2O_3.MnO_2.SiO_2$ yang di Kalsinasi pada (a) suhu 900, (b) 1000 dan (c) 1100°C dengan perbesaran 5200X.

Dari foto SEM yang dihasilkan menunjukkan bahwa keramik pada suhu 1100°C sudah homogen secara mikroskopis, terlihat dari gumpalan-gumpalan partikel keramik yang merata sedangkan keramik pada suhu 900°C dan 1000°C kurang homogen yang dapat dilihat pada Gambar 2. Perubahan kristal keramik berlangsung dua tahap, yaitu pembentukan inti kristal dan dilanjutkan dengan pertumbuhan kristal. Keduanya dipengaruhi oleh temperatur yang diberikan. Temperatur kalsinasi 1100°C merupakan optimum pembentukan fasa kristal keramik $Al_2O_3.MnO_2.SiO_2$.

3. Kapasitas Kapasitor dari Keramik $Al_2O_3.MnO_2.SiO_2$



Gambar 3. Grafik Hubungan Kenaikan Suhu Kalsinasi Keramik $\text{Al}_2\text{O}_3.\text{MnO}_2.\text{SiO}_2$ dengan Besar Nilai Kapasitas Kapasitor

Dari grafik diatas dilakukan fitting kurva sehingga diperoleh persamaan empiris seperti pada **Persamaan 1.**

$$F(C,T) = 0,01625T - 11,0833 \quad (1)$$

Nilai kapasitas persamaan 1. dapat dijelaskan bahwa kenaikan suhu kalsinasi mengakibatkan nilai kapasitas kapasitor semakin tinggi. Bila dihubungkan dengan hasil analisa XRD keramik $\text{Al}_2\text{O}_3.\text{MnO}_2.\text{SiO}_2$, semakin baik derajat kristal dilihat dari banyaknya puncak yang dihasilkan mengakibatkan nilai kapasitansi makin tinggi.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Keramik $\text{Al}_2\text{O}_3.\text{MnO}_2.\text{SiO}_2$ dapat disintesis dengan metoda sol-gel dengan prekursor yang digunakan adalah TEOS sebagai silika, aluminium nitrat ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3.9\text{H}_2\text{O}$) dan mangan nitrat ($\text{Mn}(\text{NO}_3)_2.4\text{H}_2\text{O}$)
2. Temperatur kalsinasi sangat berpengaruh terhadap hasil sintesis keramik $\text{Al}_2\text{O}_3.\text{MnO}_2.\text{SiO}_2$. Terlihat dari hasil analisa XRD terhadap keramik $\text{Al}_2\text{O}_3.\text{MnO}_2.\text{SiO}_2$ pada temperatur 900°C yang dihasilkan terlihat puncak tajam tetapi hanya sedikit fasa yang terlihat, ini menunjukkan keramik sudah bersifat kristalin. Sedangkan pada temperatur 1000 dan 1100°C puncak terlihat sangat kuat dan fasa yang terlihat juga banyak. Kalsinasi pada temperatur 1200°C dimana pada suhu ini keramik meleleh.

3. Morfologi SEM menunjukkan bahwa keramik sudah homogen secara mikro terlihat dari gumpalan-gumpalan partikel keramik $\text{Al}_2\text{O}_3.\text{MnO}_2.\text{SiO}_2$ yang merata. Hal ini menunjukkan bahwa kristal yang sempurna terbentuk pada keramik $\text{Al}_2\text{O}_3.\text{MnO}_2.\text{SiO}_2$ pada temperatur kalsinasi 1100°C.
4. Dari pengukuran kapasitas kapasitor keramik $\text{Al}_2\text{O}_3.\text{MnO}_2.\text{SiO}_2$ semakin tinggi suhu kalsinasi maka nilai kapasitas semakin tinggi. Bila dihubungkan dengan hasil analisa XRD keramik $\text{Al}_2\text{O}_3.\text{MnO}_2.\text{SiO}_2$, derajat kristalnya semakin baik dilihat banyaknya puncak yang dihasilkan mengakibatkan nilai kapasitansi makin tinggi.

REFERENSI

- [1] Onoda, Yoshito, Satoru Inoue, Kenji Wada dan Akihiko Nukui. (1993). "The Role of Precursors in the Structure of $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ Sols and Gels by the Sol-Gel Process". *Journal of Sol-Gel and Technology* 1:47-56. Kluwer Academic Publishers Manufactured in the Netherlands.
- [2] Safrin. (2011). "Pengaruh Komposisi Spinel MnO_2 pada Keramik Al_2O_3 terhadap Konstanta Dielektrik, Kekerasan, Porositas dan Mikrostruktur". *Jurnal Penelitian Kimia*. Malang : FMIPA Jurusan Kimia Universitas Negeri Malang.
- [3] Sawada, H. (1999). "Electron density study of garnets: $\text{Z}_3\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$ ($\text{Z} = \text{Mg, Fe, Mn, Ca}$) and $\text{Ca}_3\text{Fe}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$ ". *Journal of Solid State Chemistry*.
- [4] Taira, M. M. Yamaki (1995). "Preparation of $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ glass powders by the sol-gel process for dental applications". *Journal of Materials Science Materials in Medicine* 6:197-200. Osaka University Osaka Japan.
- [5] Jamarun, N. (2000). "Proses Sol-Gel". FMIPA. UNAND.
- [6] Norton. (1974). "Industri Proses Kimia". Erlangga. Jakarta.
- [7] Schreiner, G. W. and C. J, Brinker (1996). "Sol-Gel Science the Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing", pp. 908-1013. Academic Press. New York.
- [8] Schidmit. H (1988). "Chemistry of Material Preparation by the Sol-Gel Process, Non Cryst Solid."