

Analisis Komposisi Fasa Komposit Keramik Berbasis SiO₂-MgO dengan Penambahan B₂O₃ Pada Temperatur Sinter 1150°C

Fahad, Suminar Pratapa

Jurusan Fisika, Fakultas IPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111

E-mail: Suminar.pratapa@gmail.com

Abstrak—Komposit keramik berbasis SiO₂-MgO menggunakan pasir Tanah Laut sebagai bahan baku dengan penambahan variasi B₂O₃ telah berhasil disintesis. Tujuan penambahan B₂O₃ adalah untuk meningkatkan densitas dan mereduksi porositas. Komposit dibuat dengan cara mencampurkan serbuk pasir Tanah Laut dan MgO dengan penambahan massa B₂O₃ sebesar 0%, 4,8%, dan 9,1% (berat) diaduk menggunakan mortar selama 30 menit. Campuran serbuk dicetak dalam bentuk pelet silinder dengan tekanan 4.500 N kemudian disinter pada temperatur 1150°C untuk membentuk komposit keramik padat. Identifikasi fasa dilakukan menggunakan X-Ray Diffractometer (XRD). Data XRD dianalisis secara kualitatif menggunakan *Match!*2 dan secara kuantitatif menggunakan *Rietica*. Hasil analisis data XRD menunjukkan bahwa pada temperatur sinter 1150°C tanpa B₂O₃ fasa yang ditemukan adalah kuarsa, forsterit dan enstatit. Sedangkan pada penambahan 4,8% dan 9,1% B₂O₃ fasa yang ditemukan kuarsa dan protoenstatit. Komposit mengalami penyusutan diameter maksimal sebesar 5,4(1)% pada 9,1% B₂O₃. Dari pendekatan RoM dalam analisis komposisi fasa maka nilai KET sampel-sampel komposit tersebut dapat dikategorikan sebagai kandidat *seal fuel cell*.

Kata Kunci—B₂O₃, SiO₂-MgO, koefisien ekspansi termal, pasir Tanah Laut.

I. PENDAHULUAN

Indonesia memiliki cadangan bahan baku pasir alam yang melimpah, terutama di daerah pantai. Namun demikian, penggunaan bahan baku pasir alam hingga saat ini masih belum optimal dan masih terdapat potensi pasar yang terbuka lebar, sehingga perlu adanya solusi untuk memanfaatkan dan meningkatkan nilai ekonomis pasir alam. Dalam kajian sebelumnya, pasir alam memiliki kandungan silika yang cukup tinggi, sehingga dimunculkan gagasan untuk memanfaatkan pasir alam sebagai bahan dasar pembuatan *seal fuel cell*.

Pasir alam merupakan material yang terbentuk secara alamiah dan memiliki komposisi yang kompleks. Dalam penggunaannya, material alam yang kompleks memiliki sifat-sifat yang sulit untuk dikendalikan karena komposisi fasa penyusunnya yang tidak dapat diprediksi. Maka dari itu, perlu dilakukan beberapa pengujian dan karakterisasi pasir alam untuk mempelajari lebih jauh mengenai potensi pasir alam sebagai bahan dasar *seal fuel cell*.

Seal, salah satu komponen fuel cell, berperan sebagai pengikat tumpukan cell, pencegah pencampuran gas pada

anoda dan katoda, penyekat aliran listrik, penstabil panas selama proses operasi *fuel cell*. Syarat dari bahan seal ini adalah memiliki nilai ekspansi termal $9.5-12.0 \times 10^{-6} \text{C}^{-1}$, tahan terhadap vaporisasi dan perubahan komposisi selama proses oksidasi dan reduksi pada rentang suhu operasi 650-900°C, tahan terhadap tekanan dinamis dan statis selama proses operasi, resistivitas listrik sebesar $\geq 10^4 \Omega \text{cm}$ pada temperatur operasi, dan tahan terhadap perubahan tekanan 14-35 kPa. Salah satu jenis *seal fuel cell* berasal dari bahan keramik dengan penambahan bahan aditif golongan alkali dan alkali tanah, dengan proses pengerjaan yang rumit[1]. Berdasarkan penelitian sebelumnya[2][3] yang menggunakan bahan komposit keramik berbasis SiO₂-MgO, dengan SiO₂ berasal dari pasir silika Bancar, Tuban, sudah bisa memenuhi beberapa kriteria sifat fisis untuk digunakan sebagai *seal fuel cell*. Namun, ada salah satu aspek yang belum terpenuhi, yaitu porositas yang masih cukup besar – lebih besar dari pada 30%[4]. Oleh karena itu dalam penelitian ini digunakan bahan aditif B₂O₃ untuk menurunkan porositasnya. Dalam penelitian ini akan dilakukan karakterisasi pasir Tanah Laut, Kalimantan Selatan yang selanjutnya akan ditambahkan 10% MgO[5], variasi penambahan aditif B₂O₃ dan disinter pada 1150°C. Kemudian pada fasa terhadap sampel-sampel uji yang disintesis dilakukan analisis komposisi fasanya.

II. METODE

A. Tahap Telaah

Pasir silika dari Tanah Laut, Kalimantan dicuci dengan aquades agar pengotor yang melekat dapat dihilangkan, kemudian disaring dan dikeringkan dengan suhu $\pm 80^\circ\text{C}$ selama 1 hari. Setelah kadar air hilang, dipisahkan kadar pengotor yang terdapat dalam pasir silika dengan menggunakan magnet permanen.

Proses penggilingan basah pasir alam dilakukan dengan tujuan untuk memperkecil ukuran partikel pasir tersebut sehingga lebih mudah ditekan dan dicetak. Proses penggilingan dilakukan dengan alat Fritsch Planetary Ball Mill, kecepatan 150 putaran per menit selama 1 jam menggunakan bola zirconia dengan *ball to powder* (bpr) 6:1 melalui media alkohol. Kemudian, pasir dikeringkan dengan temperatur 80°C sampai kering, Setelah itu pasir diayak dengan menggunakan ayakan 120 mesh untuk menghomogenkan ukuran partikelnya yang kemudian

dipisahkan kembali kadar pengotor yang terdapat dalam pasir silika dengan menggunakan magnet permanen, lalu di uji EDX untuk membandingkan perbedaan hasilnya. Hasil pengujian ini menjadi dasar untuk analisis komposisi fasa.

Pembuatan komposit dilakukan dengan mencampurkan serbuk MgO dan variasi B₂O₃ dalam pasir silika. Agar terjadi ikatan setelah proses kompaksi maka ditambahkan PVA sebanyak 3% ke dalam campuran. Proses pencampuran dilakukan dengan mengaduk sampel dengan mortar selama 30 menit agar distribusi campuran merata.

Selanjutnya serbuk yang telah tercampur dibentuk menjadi pelet dengan diameter 1,33 mm. Serbuk dikompaksi dengan beban 4.500N selama 1 menit. Selanjutnya pelet disinter menggunakan furnace Carbolite RHF 1400 pada temperatur 1150°C agar terbentuk keramik yang padat.

Kemudian dilakukan karakterisasi dengan menggunakan XRD, dan pengukuran dimensi sampel.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

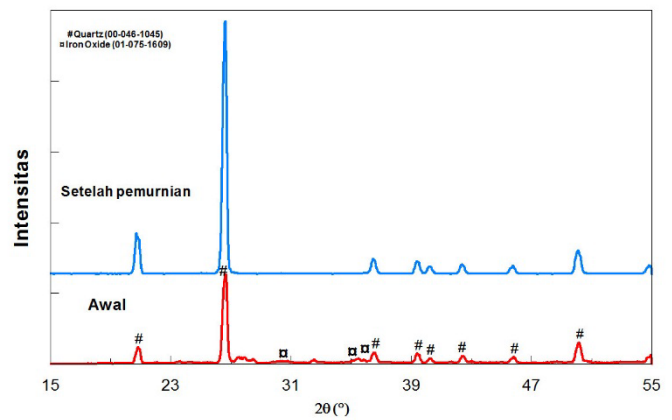
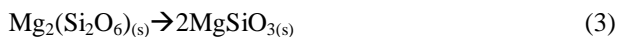
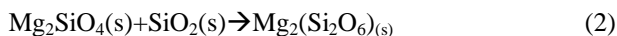
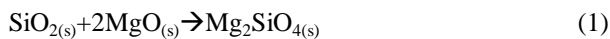
Pola-pola difraksi pasir sebelum dan sesudah dimurnikan ditunjukkan pada Gambar 1. Pasir sebelum pemurnian mengandung fasa-fasa pengotor, sementara pasir sesudahnya hanya mengandung SiO₂ (kuarsa).

Untuk membuat sampel berupa komposit maka campuran-campuran tersebut dipadatkan dalam bentuk silinder dengan tekanan 4.500 N dan disinter pada temperatur 1150°C dengan waktu penahanan 1 jam. Hasil sinter tersebut berupa pelet padat seperti ditunjukkan pada Gambar 2.

Dari Gambar 3 terlihat bahwa pada sampel 0% B₂O₃ teridentifikasi kuarsa, forsterit (Mg₂SiO₄) dan enstatit (Mg₂(Si₂O₆)), sedangkan pada 4,8% dan 9,1% B₂O₃ fasa yang ditemukan adalah kuarsa, dan protoenstatit (MgSiO₃).

Penambahan B₂O₃ mengakibatkan penurunan titik leleh pada kuarsa[6] sehingga dapat mempercepat reaksi dengan forsterit untuk membentuk protoenstatit. Pembentukan protoenstatit pada sampel-sampel dengan B₂O₃ dapat dijelaskan pada persamaan berikut.

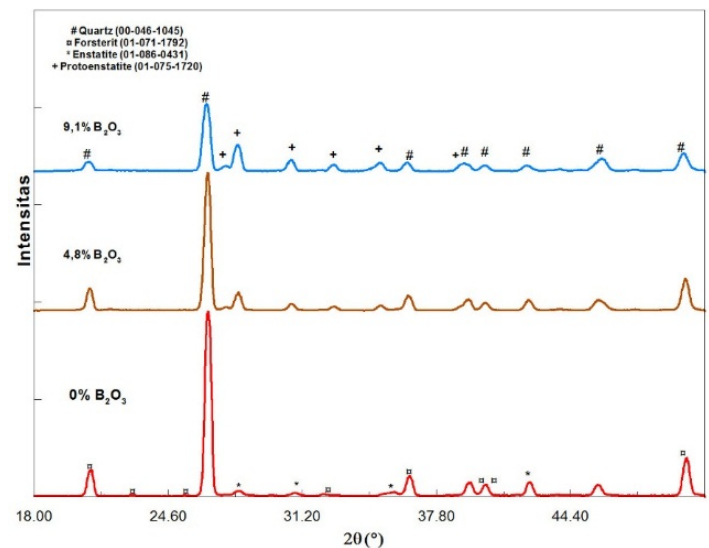
Forsterit terbentuk pada permulaan temperatur 800°C [7], fasa tersebut mengakibatkan menurunnya periklas. Semakin tinggi temperatur sinter pada material akan menaikkan berat forsterit yang terbentuk, maka sesuai dengan pola difraksi Gambar 3, periklas sudah habis bereaksi dengan kuarsa. Selanjutnya ketika temperatur sinter sudah mencapai 1.000°C maka mulai terbentuk enstatit yang memiliki struktur orthorombik[8] yang terjadinya digambarkan pada Persamaan 2.



Gambar 1. Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-Kα) dari pasir Tanah Laut awal dan setelah pemurnian.



Gambar 2. Wujud fisik keramik komposit SiO₂-MgO setelah sinter pada temperatur 1150°C selama 1 jam.



Gambar 3. Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-Kα) keramik komposit SiO₂-MgO dengan penambahan B₂O₃ tersinter 1150°C.

Tabel 1.

Fraksi hasil penghalusan pola difraksi komposit keramik SiO₂-MgO temperatur sinter 1150°C dengan penambahan B₂O₃ 0%, 4,8%, dan 9,1% menggunakan metode rietveld.

Sampel	Fraksi berat relatif (%)			
	Kuarsa	Enstatit	Forsterit	Protoenstatit
0% B ₂ O ₃	73,8 (20)	16,9 (10)	9,3 (15)	-
4,8% B ₂ O ₃	59,1 (13)	-	-	40,9 (9)
9,1% B ₂ O ₃	22,6 (10)	-	-	77,4 (44)

Tabel 2.

Dimensi silinder pada proses sinter temperatur 1150°C.

Sampel	Diameter (mm)	Penyusutan (%)
0% B ₂ O ₃	1,31 (1)	1,4 (1)
4,8% B ₂ O ₃	1,28 (1)	4,6 (1)
9,1% B ₂ O ₃	1,27 (1)	5,4 (1)

Tabel 3

Nilai KET teoretik berdasarkan metode RoM untuk sampel komposit keramik SiO₂-MgO pada temperatur sinter 1150°C.

No	Sampel	Koefisien Ekspansi Termal (ppm/°C) RoM
1	0% B ₂ O ₃	11,05
2	4,8% B ₂ O ₃	10,65
3	9,1% B ₂ O ₃	10,30

Persamaan 3 menunjukkan perubahan fasa dari enstatit menjadi protoenstatit. Perubahan tersebut akan stabil pada temperatur 1.480°C[8] Penambahan B₂O₃ menyebabkan ditemukannya protoenstatit pada temperatur sinter 1150°C. Hal ini seperti yang dilaporkan[9], komposisi SiO₂-MgO-B₂O₃ mulai terbentuk MgSiO₃ pada temperatur 800°C.

Pengukuran dimensi yaitu diameter dari material komposit keramik yang dibentuk pelet dan diukur diameternya menggunakan jangka sorong, untuk menganalisis sifat fisik akibat dari proses sinter yang menyebabkan terjadi perubahan pada material selama pemanasan temperatur 1150°C, yaitu perubahan morfologi, ukuran bentuk, peningkatan densitas dan juga ukuran pori. Data ukuran diameter setelah sinter dapat dilihat pada Tabel 2.

Diamater awal silinder sebelum disinter sebesar 1,33(1) mm dan mengalami penyusutan (shrinkage) pada temperatur sinter 1150°C. Hasil maksimal penyusutan sekitar 5,4%, hal ini terjadi karena pada tahap awal sinter terjadi pemaian partikel sehingga mengalami kontak permukaan antar butir dan terjadi difusi yang mengurangi porositas komposit.

Nilai koefisien ekspansi termal komposit dapat ditentukan dengan pendekatan *Rule of Mixing* (RoM). Berdasarkan hasil analisis kuantitatif data XRD, fraksi berat relatif setiap fasa dapat diubah ke dalam fraksi volum dengan persamaan sebagai berikut.

$$\%Vol_1 = \frac{w_1 \rho_1}{\rho_1 \frac{w_1}{\rho_1} + \rho_2 \frac{w_2}{\rho_2} + \rho_3 \frac{w_3}{\rho_3} + \rho_4 \frac{w_4}{\rho_4} + \dots} \quad (4)$$

$$\alpha_k = \alpha_1 V_1 + \alpha_2 V_2 \dots + \alpha_i V_i \quad (5)$$

Dengan %vol₁ adalah fraksi volum yang dicari (pertama), w adalah fraksi berat relatif dan ρ adalah densitas masing-masing hasil keluaran. Subskrip 1, 2, 3 dan 4 untuk membedakan fasa yang ada dalam komposit berbasis SiO₂-MgO. Pada Persamaan 4, α_k koefisien ekspansi termal komposit, α_i koefisien ekspansi termal fasa ke-i, V_i fraksi volum fasa ke i [10].

IV. KESIMPULAN

Telah berhasil disintesis komposit keramik berbasis pasir

SiO₂-MgO dengan variasi penambahan B₂O₃ dan temperatur sinter 1150°C, fasa-fasa yang terbentuk adalah kuarsa, forsterit, dan enstatit pada 0% B₂O₃ sedangkan pada 4,8% dan 9,1% B₂O₃ adalah kuarsa dan protoenstatit. Dengan meningkatnya penambahan B₂O₃, fraksi berat relatif protoenstatit meningkat dan fraksi berat relatif kuarsa semakin turun. Dari pendekatan RoM dalam analisis komposisi fasa maka nilai KET sampel-sampel komposit tersebut dapat dikategorikan sebagai kandidat *seal fuel cell*.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada LPPM ITS yang telah memberikan fasilitas pendanaan bagi penelitian ini melalui skema EPI-Unet Penelitian Unggulan ITS kontrak nomer 013674.36/IT2.7/PN.01.01/2013.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] M. K. Mahapatra and K. Lu, "Seal glass for solid oxide fuel cells," *Journal of Power Sources*, vol. 195, no. 21, pp. 7129–7139, Nov. 2010.
- [2] Istiqomah, "Komposisi Fasa dan Ekspansi Termal Komposit Keramik Berbasis Pasir Silika-MgO," Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, 2013.
- [3] Y. Hakim, "Kestabilan Sifat Fisik dan Fasa Komposit Keramik Pasir Silika-MgO," Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember, 2013.
- [4] J. C. Lee, H. C. Kwon, Y. P. Kwon, J.-H. Lee, and S. Park, "Porous ceramic fiber glass matrix composites for solid oxide fuel cell seals," *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 300, no. 1–2, pp. 150–153, Jun. 2007.
- [5] G. Aristia, "Analisis Komposisi Fasa Komposit Pasir Silika dan MgO," Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, 2013.
- [6] H. Wang, G. Li, B. Li, X. Zhang, and Y. Yan, "Effect of B₂O₃ on Melting Temperature of CaO-Based Ladle Refining Slag," *Journal of Iron and Steel Research, International*, vol. 17, no. 10, pp. 18–22, Oct. 2010.
- [7] M.-E. Song, J.-S. Kim, M.-R. Joung, S. Nahm, Y.-S. Kim, J.-H. Paik, and B.-H. Choi, "Synthesis and Microwave Dielectric Properties of MgSiO₃ Ceramics," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 91, no. 8, pp. 2747–2750, Aug. 2008.
- [8] W. R. Foster, "High-Temperature X-Ray Diffraction Study of the Polymorphism of MgSiO₃," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 34, no. 9, pp. 255–259, Sep. 1951.
- [9] M. M. Kržmanc, U. Došler, and D. Suvorov, "The nucleation and crystallization of MgO–B₂O₃–SiO₂ glass," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 31, no. 13, pp. 2211–2219, Nov. 2011.
- [10] N. Hidayat, Triwikantoro, M. A. Baqiya, and S. Pratapa, "Thermal expansion coefficient prediction of fuel-cell seal materials from silica sand," 2013, AIP vol. 1555(1), pp. 99–101.