JURNAL KIMIA ANDALAS, 9(2), 36-39, 2003 ISSN : 0853-8018

PENGARUH TEMPERATUR TERHADAP PEMBENTUKAN KOMPOSIT SILIKA-ZIRKONIA MELALUI PROSES SOL-GEL

Novesar Jamarun, Yulizar Yusuf dan Meri susanti
Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas

INTISARI

Proses sol-gel telah digunakan untuk menghasilkan komposit silika-zirkonia melalui hidrolisis dan kondensasi Tetraetoksisilana (TEOS) dan zirkonium propoksida (ZrPr). Penelitian pengaruh temperatur terhadap permukaan komposit silika-zirkonia melalui proses sol-gel telah dilakukan. Hasil penelitian dengan analisis SEM menunjukan bahwa temperatur optimum untuk menghasilkan komposit silika-zirkonia yang homogen adalah pada temperatur 60 °C. Analisis dengan spektrofotometer infra merah menunjukan adanya pembentukan ikatan Si-O-Zr. Analisis EDX membuktikan komposit silica zirkonia murni mengandung Si, O, Zr. Analisis XRD memperlihatkan komposit silika zirkonia bersifat amorf.

Kata Kunci: Komposit, Silika-zirkonia, Proses sol-gel

ABSTRACT

The sol-gel process was used to produce silica-zirkonia composite by hidrolisis and condensation of tetraetoxiortosilane (TEOS) and Zirconium Propoxide (ZrOPr). The effect of temperature to prepare silica-zirkonia composite by sol-gel process has been studied. The experiment result by SEM analysis show that the optimum temperatur obtain homogenous the silica-zirkonia composite is 60°C. The formation of Si-O-Zr bond show in the infra red spectrofotometry spectrum. EDX analisys prove that pure silica-zirkonia composite contain Si, O, Zr and XRD analisys leads to the amorf characteristic of silica-zirkonia composite

Key Words: Composite, Silika-zirkonia, Process sol-gel

PENDAHULUAN

Perkembang teknologi selalui diserta dengan pengembangan bahan baru. Bahan material merupakan campuran dua atau lebih dalam skala makroskopi. Sifat yang dapat dihasilkan dengan membentuk suatu bahan material antara lain adalah kekuatan, kekakuan, ketahanan korosif, ketahanan aus, sifat konduktif listrik, kekerasan. Penganekaragaman bahan komposuit dapat dilakukan baik berdasarkan jenis maupun besar komposisi masing-masing komponen penyusun bahan material. Karaktersasi material tergantung pada karakterisasi dari masing-masing penyusun antara lain [1]:

A. Jumlah relatif dari masing –masing komponen (peningkatan fraksi volume bahan penguap akan meningkatan bahan secara menyeluruh)
B. Ukuran sama, bentuk dan disribusi bahan penguap (penguat berbentuk serabut dan partikel akan memberikan kekuatan yang lebih bella terdistribusi merata dalam matrik)

Pembuatan material silika-Zirkonia melalui proses sol-gel banyak keuntungannya. Untruk menghasikkan material dengan tingkat kemurnian yang tinggi dan homogen sangat tergantung pada kesempurnaan reaksi hidrolisis dan polokondensasi dari tertra etoksi ortosilan (TEOS) dengan Zirkonium (IV) propoksida (ZrOPr). Suhu sangat berpengaruh terhadap reaksi hidrolisis pada reaksi kondensasi. Bentuk mikrostruktur dan kehomogenan material yang diahsilkan tergantung pada kesempurnaan reaksi [1-3].

Agar dihasilkan material dengan tingkat kemurnian dan kehomogenan yang tinggi, maka dilakukan penelitian pembuatan material dengan cara memvariasikan suhu proses pembentukan. Dengan memvariasikan suhu maka pembuatan material yang homogen dan tidak pecah setelah pengeringan. Parameter yang digunakan untuk memtukan tingkat keretaka dari material silika-zirkonia yaitu dilakukan secara visual dan untuk melihat miktrostruktur serta kehomogenan dari material dilakukan pengukuran dengan

mengunakan Scannging Elekron Microskop (SEM). Sedangkan dengan Spektroskopi Inframerah bertujuan untuk mengetahui perubahan gugus fungsi yang terjadi pada proses hidrolisis dan kondensasi. Dalam penelitian ini dipelajari pengaruh suhu proses pembentukan terhadap pembuatan komposis silika–zirkonia memalui proses sol-gel dan mementukan kondisi suhu optimum yang dapat menghasilkan material yang lebih baik .

METODA PENELITIAN

Peralatan yang digunakan adalah: Hot plate dan magnetik stirer, Oven, Stopwach, Termometer, Spkreoskopi IR, SEM, Gelas-gelas laboratorium. Bahan-bahan yang digunakan adalah zirkonium(IV) Propoksida (ZrOPr) 70 %, Tetraetoksiortosilan (TEOS) 99 %, Isopropanol, Aquades, HCl 37 %, Metanol 95 %

Prosedur Kerja

Pembuatan Material Silika-Zirkonia

Disiapkan larutan A yang merupakan campuran dari etanol, HCl dan H_2O. Kedalam labu destilasi dimasukkan 10 ml larutan A, ditambahkan 5,5 gram TEOS, diaduk dengan mengunakan mangetik stirer selama 2 jam. Suhu proses divariasikan 40, 50, 70 dan 80 °C. Pada bagian terpisah disiapkan komponen zirkoniun dengan penambahan 1 gram ZrOPr kedalam 20ml isopropanal. Komponen zirkonium ditambahkan kedalam TEOS, pengadukan dilanjukanan selama 2 jam. Gel yang terbentuk dipindahkan kedalam cawan perti, ditutup dan dibiarkan selama 1 minggu untuk pengeringan. Pengeringan dilanjutkan dalam oven pada suhu 40°C, tekanan dibawah 20 mmHg selama 24 jam.

Karakterisasi Material

Spktroskopi Inframerah

Pada pengukuran inframerah 0,2 gram sampel digurus bersama-sama dengan kristal KBr. Kristal yang sudah digerus kemudian dipress agar terbentuk pelet. Pelet yang terbentuk diukur denagn alat spektrofotometer inframerah.

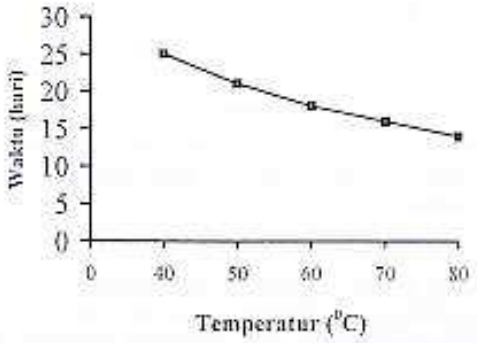
SEM

Untuk penentuan mikrostruktur material silika - zirkonia digunakan SEM. Material silika-zirkonia yang akan ditentukan adalah material yang dikeringkan selama 24 jam pada suhu 40 °C. Sampel material silika-zirkonia ditentukan mikrostrukurnya dalam pengukuran partikel. Sampel yang akan dianalisa terlebih dahulu dilapisi dengan Au (emas) setebal 100 A°.

HASIL DAN DISKUSI

Pengaruh Temperatur Terhadap Waktu Pembentukan Gel Silika-Zirkonia

Hasil pengukuran pengaruh temperatur terhadap waktu pembentukan gel dapat dilihat pada Gambar 1.



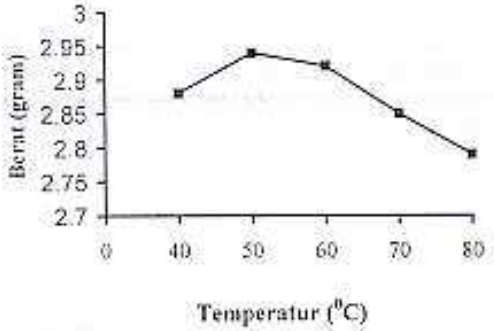
Gambar 1. Pengaruh temperatur terhadap waktu pembentukan gel.

Gambar 1 menunjukkan bahwa waktu pembentukan gel berbanding terbalik dengan temperatur. Pada temperatur 40 °C gel terbentuk setelah 25 hari dan waktu pembentukan gel semakin menurun dengan peningkatan temperatur untuk setiap kali pengulangan sampai temperatur 80 °C, dimana gel terbentuk setelah 14 hari. Hal ini disebabkan dengan makin tinggi temperatur maka laju reaksi akan makin cepat dan penguapan pelarut juga cepat sehingga pembentukan gel semakin cepat. Hasil ini sesuai dengan pengaruh temperatur terhadap waktu pembentukan gel, dimana semakin tinggi temperatur pembentukan gel akan semakin cepat. Hal ini disebabkan oleh laju reaksi hidrolisi dan kondensasi semakin cepat dengan naiknya termperatur sehingga gel semakin cepat terbentuk [4,5].

Pengaruh Temperatur Terhadap Berat Material Silika-Zirkonia Yang Dihasilkan

Hasil pengaruh temperatur terhadap berat material silika-zirkonia ditunjukkan pada Gambar 2.

Gambar 2 menunjukkan bahwa berat material silika-zirkonia yang dihasilkan dengan berbagai temperatur memperlihatkan perbedaan berat yang tidak jauh berbeda. Pada temperatur 60 °C menghasilkan berat material silika-zirkonia paling tinggi dibandingkan dengan yang lainnya. Begitu juga pada temperatur 60 °C berat material yang dihasilkan mendekati nilai maksimal. Hal ini disebabkan terjadi kesempurnaan reaksi selama proses pada temperatur tersebut, sehingga memberikan hasil yang maksimal dibandingkan pada temperatur yang lain.



Gambar 2. Grafik pengaruh temperatur terhadap berat material silika-zirkonia yang dihasilkan.

Secara teoritis semakin tinggi temperatur maka laju reaksi akan semakin cepat dan reaksi akan berlangsung sempurna, sehingga memberikan hasil yang maksimal. Tetapi pada grafik dapat kita lihat dengan peningkatan tempertur 70 °C dan 80 °C, ternyata berat material silika-zirkonia yang dihasilkan semakin menurun. Dalam hal ini berkemungkinan telah terjadi penguapan sebahagian dari senyawa alkoksida yang digunakan, karena senyawa alkoksida merupakan senyawa yang mudah menguap. Penguapan ini akan mempengaruhi berat akhir material silika zirkonia yang dihasilkan.

Untuk melihat kandungan ZrO_2-SiO_2 dalam material silika-zirkonia yang telah dihasilkan, dilakukan kalsinasi pada temperatur 900 °C selama 4 jam. Setelah dikonversikan maka didapatkan berat SiO_2-ZrO_2 yang terkandung dalam material silika-zirkonia ditunjukkan pada Tabel 1.

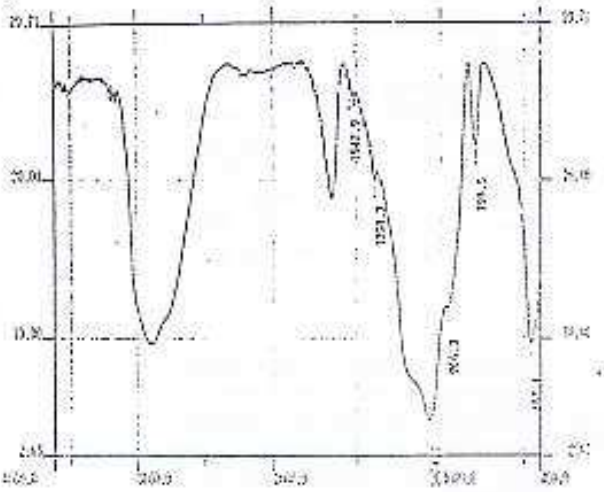
Tabel 1. Berat SiO_2-ZrO_2 dalam material silika-zirkonia pada berbagai temperatur.

No	Temperatur (°C)	Berat SiO_2-ZrO_2 (gram)	Berat Teori (gram)
1.	40	1,952	1,965
2.	50	1,947	1,965
3.	60	1,914	1,965
4.	70	1,728	1,965
5.	80	1,469	1,965

Tabel 1 menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur berat SiO_2-ZrO_2 yang dihasilkan semakin kecil. Hal ini mungkin disebabkan adanya penguapan senyawa alkoksida bersamaan dengan penguapan pelarutnya selama proses berlangsung, walaupun sistem sudah dilengkapi dengan pendingin. Pada umumnya senyawa alkoksida bersifat mudah menguap[6-7].

Analisis Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Pengukuran dengan menggunakan inframerah bertujuan untuk melihat gugus fungsi pada material silika-zirkonia. Dari hasil pengamatan terhadap berat dan waktu pembentukan gel, maka pengukuran inframerah dilakukan terhadap material silika-zirkonia yang dihasilkan pada temperatur 60 °C, yang gunanya untuk melihat perbedaan dari ketiga spektrum tersebut. Hasil spektrum dari material silika-zirkonia ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Spektrum inframerah dari material silika-zirkonia yang dilakukan pada temperatur 60°C.

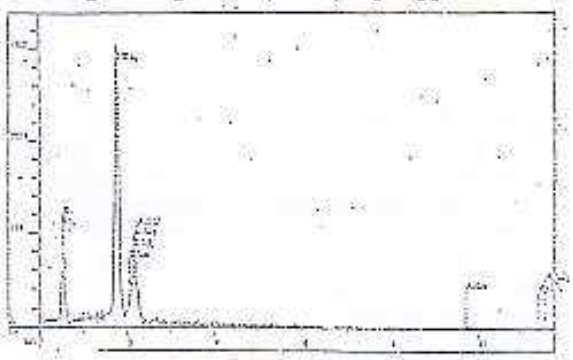
Gambar 3 menunjukkan adanya penyerapan inframerah yang terjadi pada daerah 798 cm^{-1} yang merupakan puncak dari Si-O, pada daerah 966 cm^{-1} puncak serapan dari Si-OH, pada daerah 1071 cm^{-1} puncak serapan dari Si-O-Zr, pada daerah 1398 cm^{-1} dan 1542 cm^{-1} puncak serapan C-H dan 3200-3600 cm^{-1} puncak serapan dari –OH. Menurut Brinker 949 cm^{-1} puncak dari Si-OH, 1330 –1500 cm^{-1} puncak C-H bending[3]. Puncak Si-O-Zr adalah sangat sukar dilakukan, karena puncak Si-O-Si adalah sama dengan Si-O-Zr yaitu 920-1100 cm^{-1} [1,9]. Perbedaan puncak hanya dapat dilihat dari segi ketajaman, dimana penyerapan Si-O-Si memberikan puncak yang lebih lebar dibandingkan dengan puncak Si-O-Zr[8,9].

Analisis Scanning Electron Mikroskop (SEM)

Hasil analisa mikrostruktur dilakukan dengan menggunakan SEM. Perbesaran SEM untuk masing-masing sampel material silika-zirkonia adalah 40.000 kali. Hasil pemotretan dengan SEM ditunjukkan pada Gambar 4.

Gambar 4. Foto permukaan material pada temperatur 60 °C

Gambar SEM diatas menunjukkan bahwa material silika-zirkonia yang terbentuk pada temperatur 60 °C mempunyai bentuk mikrostruktur dan permukaan yang homogen. Kehomogenan tersebut terjadi karena pertumbuhan partikel material silika-zirkonia yang terjadi pada temperatur tersebut berlangsung sempurna dan bentuk yang seragam, sehingga pada saat proses kondensasi dan polimerisasi dari partikel material silika-zirkonia lebih homogen dengan kerapatan yang tinggi.



Gambar 5. Spektrum EDX untuk material silika-zirkonia

Gambar 5 memperlihatkan puncak Si pada sekitar 1,7 keV, puncak O pada 0,5 keV dan puncak Au pada sekitar 2,2 keV. Hal ini menunjukkan bahwa sampel mengandung Si dan O. Sampel zirkonia memperlihatkan puncak Zr pada sekitar 2,2 keV, puncak O sekitar 0,5 keV. Ini menunjukkan sampel mengandung Zr dan O. Hal ini menunjukkan bahwa sampel material silika-zirkonia yang terbentuk hanya mengandung Si, O, Zr sedangkan Au berasal dari pelapisan saat analisis SEM.

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Berdasarkan tingkat kehomogenan, waktu pembentukan gel dan berat material silika-zirkonia yang dihasilkan, maka material yang terbaik adalah material yang dihasil pada temperatur 60 °C. Walaupun berat dan waktu pembentukan gel lebih baik pada temperatur 50 °C tetapi tingkat kehomogenannya kurang sempurna.

Analisis dengan inframerah menunjukkan adanya pembentukan ikatan Si-O-Zr, analisis EDX membuktikkan bahwa material silika-zirkonia yang dihasilkan adalah murni dan analisis XRD menunjukkan bahwa material silika-zirkonia adalah amorf.

Ucapan terima Kasih

Diucapkan terima kasih kepada Dr. wan Ahmad Kamil Mahmood, Dr. Ismail Abd Rahman, atas bimbingannya dalam proses pembuatan sol-gel, Depdiknas Jakarta atas bantuan dana yang diberikan dalam penelitian Hibah Bersaing IX.

DAFTAR KEPUSTAKAAN

1. C.J. Brinker and Scherer," *Sol-Gel Science , the physics and chemistry of Sol-Gel processing*", Academic Press, New York, pp 908-945, 1990.
2. D.SC. F.R.S. Sir Peter Kent. "Mineral From the Marine Enviroment ",Jhon Willey and Sons Ltd, New York, pp 27, 1980.
3. Djamin, Martin dan Budiharto," Pengaruh Suhu Sinter Pada Pembuatan Material Cu/SiC" Prosiding Seminar Nasional Indonesia, Himpunan Kimia Indonesia, Jakarta, hal 97-102, 1999.
4. J.D. Mickenzie In: "Ultrastructure Proceding of Ceramic Glasses and Composites", Wiley, New York, pp 15, 1984.
5. A.J. Hartomo. "Keramik Cangih Cerdas", Andi Offset, Yogyakarta, hal 121-144, 1994.
6. R.A. Day dan A.L. Underwood. " Analisa Kimia Kualitatif " Erlangga, hal 338 – 400, 1990.
7. A.J. Hartomo. "Menggenal Keramik Modren ", Andi Offset, Yogyakarta, hal 59-68, 1994.
8. A.R West "Solid States Chemistry and Aplication" Jhon Willey and Sons Ltd, New york, pp 65-75, 1984.
9. N. Jamarun dan Y. Yusuf "Pengenalan Teknologi Sol – Gel" Proseding Seminar PP I-USM, hal 221- 229, 1997.