

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Keramik Berpori

Keramik berpori adalah keramik yang sengaja dibuat berongga (porinya ~30 – 70 %) dan berfungsi sebagai media filter. Salah satu sifat penting dari keramik adalah porositasnya. Keramik berpori mempunyai rongga-rongga kecil yang dapat dirembesi oleh fluida (khususnya udara atau air). Keramik yang benar-benar rapat tidak mempunyai rongga seperti ini. Keramik berpori dapat diperoleh dengan cara mencampurkan bahan organik (produk semen, beton, gips, zeolit, lempung dan lain-lain) atau dengan mencampurkan bahan aditif seperti pasir kuarsa, serbuk kayu, arang sekam padi dengan serbuk bahan keramik. Setelah pembentukan dan pembakaran dihasilkan ukuran pori yang sesuai dengan karakteristik bahan penyusunnya. Pada penelitian ini dilakukan pembuatan keramik berpori dari campuran zeolit dengan bahan pembentuk pori digunakan arang sekam padi.

2.1.1. Aplikasi keramik berpori

Keramik berpori digunakan dalam filter untuk air limbah dan pengelolaan gas buang serta komponen detoksifikasi lingkungan seperti katalis pendukung. Selain itu, keramik berpori dapat dimanfaatkan sebagai filter dalam penuangan logam cair seperti timah. Penggunaan keramik alumina berpori sebagai filter penuangan logam cair, karena titik lebur keramik sangat tinggi (2040°C), tidak mudah berdeformasi pada suhu tinggi, dan tidak mudah terjadi kontaminasi dengan unsur lain. Karena keramik berpori lebih unggul dari plastik, resin, dan logam dalam hal ketahanan terhadap panas dan korosi, sehingga dapat digunakan dalam lingkungan yang parah.

Dalam beberapa tahun terakhir, keramik berpori diharapkan akan digunakan pada sejumlah besar aplikasi seperti di daur ulang air limbah (menyaring zat-zat beracun dari air limbah dan penggunaan kembali air di industri, dll), yang penting dari sudut pandang efisien penggunaan sumber daya, dan sebagai katalisator gas buang pada kendaraan bermotor. Katalisator yang berbentuk seperti sarang lebah ini mampu mengikat hidrokarbon sisa proses pembakaran. Keramik

berpori dipilih sebagai katalisator dalam saluran gas buang kendaraan bermotor karena tahan terhadap suhu tinggi, mampu menahan getaran selama pemakaian, dan yang utama mampu mengikat hidrokarbon. maksimum yang dapat diperoleh hanya terbatas pada sekitar 50 - 60%. Tingkat porositas yang lebih tinggi dapat diperoleh dengan penambahan bahan aditif sebagai pembentuk pori seperti arang sekam padi, serbuk kayu dan lain-lain, yang kemudian dihilangkan melalui proses pembakaran (*sintering*).

Ukuran pori-pori keramik berpori sangat penting karena mempengaruhi masuknya partikel yang akan di filter. Ukuran pori-pori yang efektif ditentukan oleh lubang minimum dalam saluran atau pori-pori, sifat ini ditentukan oleh ukuran pori-pori yang intrinsik pada keramik, dimana ukuran pori yang memenuhi standart sebagai filter berkisar antara 0.25 – 90 μm , densitas 1.104 -1.7 g/cm^3 , porositas 23-80 %.

2. 2. ZEOLIT

Zeolit yang digunakan dalam penelitian pembuatan keramik berpori pada tulisan ini adalah zeolit dari desa Pasirgombang kabupaten Lebak, Banten. Zeolit mempunyai sifat fisis secara megaskopik berwarna, putih kehijauan. Zeolit ini mempunyai komposisi mineral berdasarkan hasil analisa kuantitatif dari difraksi sinar-X (XRD) diperoleh jenis mineral mordenit (32,70 %), klinoptilotit (30,89 %), mineral-mineral lainnya terdiri dari mika, plagioklas dan kuarsa, sedangkan hasil analisa kimia rata-rata dari contoh-contoh zeolit Bayah adalah sebagai berikut : $\text{SiO}_2 = 64,55 \%$, $\text{Al}_2\text{O}_3 = 12,83$, $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 1,38$, $\text{CaO} = 1,64$, $\text{MgO} = 0,71$, $\text{K}_2\text{O} = 2,81$, $\text{Na}_2\text{O} = 0,33$, $\text{TiO}_2 = 0,22$, dan Hilang dibakar = 15,18 % (Arifin M. dan Harsodo, 1991).

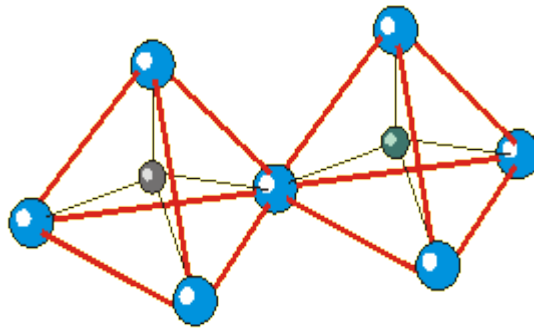
2.2.1. Pengertian Zeolit

Mineral zeolit telah dikenal sejak tahun 1756 oleh Cronstedt ketika menemukan Stilbit yang bila dipanaskan seperti batuan mendidih (*boiling stone*) karena dehidrasi molekul air yang dikandungnya. Pada tahun 1954 zeolit diklasifikasi sebagai golongan mineral tersendiri, yang saat itu dikenal sebagai *molecular sieve materials*.

Pada tahun 1984 Professor Joseph V. Smith ahli kristalografi Amerika Serikat mendefinisikan zeolit sebagai :

"A zeolite is an aluminosilicate with a framework structure enclosing cavities occupied by large ions and water molecules, both of which have considerable freedom of movement, permitting ion-exchange and reversible dehydration".

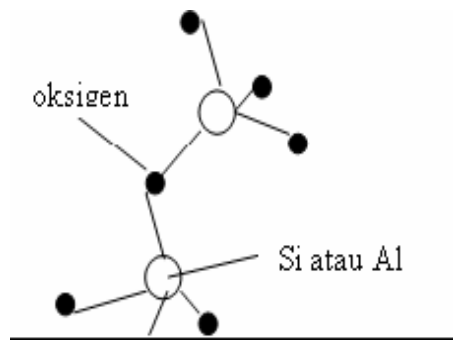
Dengan demikian, zeolit merupakan mineral yang terdiri dari kristal alumino silikat terhidrasi yang mengandung kation alkali atau alkali tanah dalam kerangka tiga dimensi. Ion-ion logam tersebut dapat diganti oleh kation lain tanpa merusak struktur zeolit dan dapat menyerap air secara reversibel. Zeolit biasanya ditulis dengan rumus kimia oksida atau berdasarkan satuan sel kristal $M_{2/n}O \cdot aAl_2O_3 \cdot bSiO_2 \cdot cH_2O$ atau $M_{c/n} \{(AlO_2)_c(SiO_2)_d\} \cdot bH_2O$. Dimana n adalah valensi logam, a dan b adalah molekul silikat dan air, c dan d adalah jumlah tetrahedra alumina dan silika. Rasio d/c atau SiO_2/Al_2O_3 bervariasi dari 1-5. Zeolit tidak dapat diidentifikasi hanya berdasarkan analisa komposisi kimianya saja, melainkan harus dianalisa strukturnya. Struktur kristal zeolit dimana semua atom Si dan Al dalam bentuk tetrahedra (TO_4) disebut Unit Bangun Primer, zeolit hanya dapat diidentifikasi berdasarkan Unit Bangun Sekunder (UBS) sebagaimana terlihat pada Gambar 2.2.1.



Gambar 2.2.1. Tetrahedra alumina dan silika (TO_4) pada struktur zeolit

Pada saat ini dikenal sekitar 40 jenis zeolit alam, meskipun yang mempunyai nilai komersial ada sekitar 12 jenis, diantaranya klinoptilolit, mordenit, filipsit, kbasit dan erionit. Zeolit sintetik dihasilkan dari beberapa perusahaan seperti Union Carbide, ICI dan Mobil Oil dan lebih dari 100 jenis telah dikenal strukturnya antara lain zeolit A, X, Y, grup ZSM/ $AlPO_4$ (*Zeolite Sieving Materials/Aluminium Phosphate*) dan bahkan akhir-akhir ini dikenal grup Zeolit, yaitu material seperti zeolit tetapi bukan senyawa alumino-silikat.

Unit pembangun utama yang membangun struktur mineral zeolit adalah SiO_2 dan Al_2O_3 yang membentuk tetrahedral, dimana setiap atom oksigen menempati/berada pada keempat sudutnya. Struktur yang terbentuk adalah jaringan tiga dimensi dengan setiap atom oksigen digunakan bersama oleh dua tetrahedral seperti dalam gambar berikut ini :



Gambar 2.2.2. Unit Penyusun Zeolit

Struktur rangka utama zeolit ditempati oleh atom silikon atau aluminium dengan empat atom oksigen di setiap sudutnya. Ini merupakan sisi aktif zeolit yang menyebabkan zeolit memiliki kemampuan sebagai penukar ion, adsorben dan katalis. Atom oksigen yang terdapat dalam struktur zeolit terbagi antara dua tetrahedral, sehingga membentuk suatu rangka yang bersambung. Penggantian Si^{4+} dengan Al^{3+} dalam kerangka zeolit menyebabkan kerangka bermuatan negatif.

2. 2. 2. Klasifikasi Zeolit

Klasifikasi pembagian jenis zeolit ditunjukkan pada tabel 2.2 dibawah.

Tabel 2.2. Klasifikasi zeolit

Zeolit	Rumus kimia	UBS
Grup Analsim		
Analsim	$\text{Na}_{16}[\text{Al}_{16}\text{Si}_{31}\text{O}_{96}]6\text{H}_2\text{O}$	S4R
Wairakit	$\text{Ca}_8[\text{Al}_{16}\text{Si}_{31}\text{O}_{96}] 6\text{H}_2\text{O}$	S4R
Grup Natrolit		
Natrolit	$\text{Na}_{16}[\text{Al}_{16}\text{Si}_{24}\text{O}_{80}]6 \text{H}_2\text{O}$	T5O10 (4-1)
Thomsonit	$\text{Na}_{16}\text{Ca}_8[\text{Al}_{20}\text{Si}_{20}\text{O}_{80}]24 \text{H}_2\text{O}$	T5O10
Grup Heulandit		
Heulandit	$\text{Ca}_4[\text{Al}_8\text{Si}_{28}\text{O}_{72}] 24\text{H}_2\text{O}$	T10O20 (4-4-1)
Klinoptilolit	$\text{Na}_6[\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}]24 \text{H}_2\text{O}$	T10O20
Grup Filipisit		

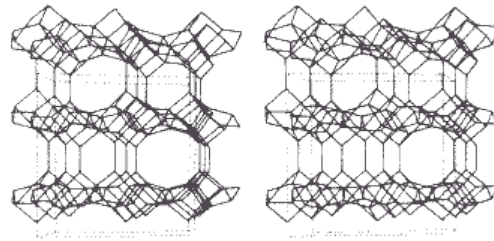
Filipsit	$K_2Ca_{1.5}[Al_6Si_{10}O_{32}]12H_2O$	S4R
Zeolit Na-P-1	$Na_8[Al_3Si_{16}O_{64}]16H_2O$	S4R
Grup Mordernit		
Mordernit	$Na_8[Al_8Si_{40}O_{160}]24 H_2O$	T8O16 (5-1)
Ferrierit	$NaCa_{0.5}Mg_2[Al_6Si_{30}O_{72}]24 H_2O$	T8O16
Grup Kabazit		
Kabazit	$Ca_2[Al_4Si_8O_{24}]13H_2O$	D4R,D6R
Zeolit L	$K_6Na_3[Al_9Si_{27}O_{72}]21H_2O$	S6R
Grup Faujasit		
Faujasit	$Na_{12}Ca_{12}Mg_{11}[Al_{58}Si_{134}O_{384}]235H_2O$	D4R,D6R
Zeolit A	$Na_{12}[Al_{12}Si_{12}O_{48}]27 H_2O$	D4R, D6R
Grup Laumontit		
Laumontit	$Ca_4[Al_8Si_{16}O_{46}]16H_2O$	S4R,S6R,S8R
Grup Pentasil		
ZSM-5	$Na_n[Al_nSi_{96}O_{192}]16 H_2O$	5-1
Grup Zeotype		
ALPO4-5	$[Al_{12}P_{12}O_{48}](C_3H_7)_4NOH q H_2O$	S4R, S6R

Pada struktur zeolit, semua atom Al dalam bentuk tertahedra sehingga atom Al akan bermuatan negatif karena berkoordinasi dengan 4 atom oksigen dan selalu dinetralkan oleh kation alkali atau alkali tanah untuk mencapai senyawa yang stabil. Lain halnya dengan batuan lempung (*clay materials*) dengan struktur lapisan, dimana sifat pertukaran ionnya disebabkan oleh 1) brokend bonds yaitu makin kecil partikel penyerapan makin besar, 2) gugus hidroksid yang mana atom hidrogen dapat digantikan dengan kation lain atau 3) substitusi isomorf Al pada tertrahedra Si menyebabkan ikatan Al-Si cukup kuat dan mengurangi swelling.

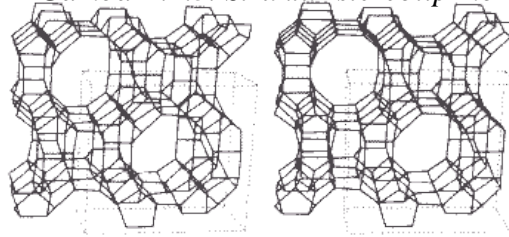
Kemampuan pertukaran ion (adakalanya dengan istilah kemampuan penyerapan ion atau adsorpsi) zeolit merupakan parameter utama dalam menentukan kualitas zeolit yang akan digunakan,

Universitas Sumatera Utara

biasanya dikenal sebagai KTK (kemampuan tukar kation). KTK adalah jumlah meq ion logam yang dapat diserap maksimum oleh 1 g zeolit dalam kondisi kesetimbangan. Kemampuan tukar kation (KTK) dari zeolit bervariasi dari 1,5 sampai 6 meq/g. Nilai KTK zeolit ini banyak tergantung pada jumlah atom Al dalam struktur zeolit, yang jauh lebih tinggi dibandingkan dengan KTK batuan lempung, seperti kaolinit (0,03-015 meq/g), bentonit (0,80-1,50 meq/g) dan vermikulit (1-1,50 meq/g).



Gambar 2.2.3. Struktur stereotip mordenit



Gambar 2.2.4. Struktur stereotip klinoptiloli

Tabel 2.3. Perbedaan Zeolit dengan Tanah Lempung

Sifat	Zeolit	Batuan Lempung
Struktur Kristal	framework 3 dim.	Layer 2 dim.
Swelling	sangat kecil	besar
Kestabilan Panas	tinggi	rendah
Kestabilan	sedang	sedang
Radiasi	tinggi	tinggi
Sorpsi	sedang	tinggi
Penukar kation	tinggi	rendah
Penyaring	tinggi	rendah
Molekul	tinggi	sedang
Katalis	tinggi	Sedang

Zeolit dengan struktur *framework* mempunyai luas permukaan yang besar dan mempunyai saluran yang dapat menyaring ion/molekul (*molecular sieving*). Bila atom Al dinetralkan dengan ion polivalen, misalnya logam Pt, Cu dsb, zeolit dapat berfungsi sebagai katalis yang banyak digunakan pada reaksi-reaksi petrokimia. Tabel 4 memperlihatkan klasifikasi zeolit berdasarkan kemampuan terhadap penyaringan molekul organik. Zeolit khabazit yang mempunyai pori 0,489-0,588 nm dan dapat digunakan untuk memisahkan senyawa parafin seperti CH₄ dan C₂H₆, n-parafin dan iso-parafin dan aromatis. Zeolit Na-mordenit dengan pori 0,400-0,489 nm dapat memisahkan gas N₂, O₂, CH₄, C₂H₆ dengan n-parafin, iso-parafin dan aromatis. Begitu pula Ca dan Ba-Mordenite yang mempunyai pori 0,384-0,400 dapat memisahkan hidrokarbon, CH₄ dengan gas Ar dan N₂. Sifat katalitis zeolit disebabkan uni kation pada atom Al zeolit yang dapat dipertukarkan dengan ion H dan aktif sebagai katalisis reaksi.

Tabel 2.4. Klasifikasi ion/ molecular sieve material

Diameter (nm)	Jenis	Penyaring	Tak disaring
0.489 - 0.558	Khabazit	CH ₄ , C ₂ H ₆ , nparaffins	iso-parafin
0.400 - 0.489	Mordenit	N ₂ , O ₂ , CH ₄ , C ₂ H ₆	n-parafin,aromatik
0.384 - 0.400	Ca-mordenit	gas Ar, N ₂	hidro karbon, CH ₄

2.2. 3. Kandungan Komposisi Zeolit

Kandungan utama sari zeolit alam yang digunakan pada penelitian ini adalah silicon, aluminium, dan oksigen. Adapun kandungan kimia lain yang terkandung pada zeolit yang digunakan pada penelitian ini, dapat dilihat dari tabel 2.5 dibawah:

Tabel 2.5. Kandungan komposisi kimia zeolit

Unsur Kimia	% kandungan unsur
SiO ₂	64,55
Al ₂ O ₃	12,83
Na ₂ O	0,33
CaO	1,64
Fe ₂ O ₃	1,38
MgO	0,71
TiO ₂	0,22
K ₂ O	2,81
Hilang terbakar	15,18

2.2.4. Peranan Zeolit di Berbagai Bidang

Pada dasawarsa ini, pemanfaatan zeolit semakin berkembang, misalnya dalam bidang pengolahan limbah industri dan nuklir, pertanian dan lingkungan, peternakan, fauna laut, perikanan, tambak udang, pengolahan air, penundaan pemasakan buah-buahan.

2.2.4.1. Peranan Zeolit dalam pengolahan limbah industri dan nuklir

Untuk pemisahan ammonia/ammonium ion dari air limbah industri, untuk pemisahan hasil fisi dari limbah radioaktif dan penggunaan dibidang limbah pertanian. Clinoptilolit dapat memisahkan 99% amoniak/ ammonium dari limbah industri. Tsitsisvii(1980) dan Blanchard(1984) menemukan clinoptilolite juga dapat memisahkan logam berat (Pb, Cu, Cd, Zn, Co, Ni dan Hg) baik dalam limbah industri ataupun dalam tanah pertanian untuk *soil conditioning*. Dalam pengolahan limbah nuklir, Ames dari tahun 1959-1962 telah peneliti penggunaan clinoptilolite untuk pemisahan zat radioaktif. Terakhir clinoptilolite juga telah dipakai untuk dekontaminasi air pendingin reaktor pada kecelakaan reaktor *Three Mile Island* di Amerika pada tahun 1979 . Zeolit juga digunakan untuk dekontaminasi air pendingin reaktor *Three Mile Island* Unit II dan pada tahun 1987 untuk penyerapan gas radioaktif reaktor Chernobiel yang terbakar.

Zeolit dari deposit California digunakan untuk pemisahan radionuklida hasil fisi dalam air kolam penyimpanan bahan bakar nuklir di SIXEP (*Site Ion-Exchange Plant*) British Nuclear Fuel

Limited, Sellafield, Inggris disamping untuk pengganti pasir digunakan campuran zeolit, *fly ash* dan slug pada proses sementasi limbah. Di Inggris dan Korea, limbah sementasi tidak menggunakan pasir dengan pertimbangan pasir akan meningkatkan volume limbah yang bertentangan dengan prinsip *minimized waste* atau reduksi volume.

Beberapa mineral anorganik banyak diteliti di Cina seperti jenis mineral fosfat, oksida, magnetit yang dilakukan tidak hanya untuk penyerapan nuklida hasil fisi tetapi juga untuk penyerapan Pu, Am dan Ce dalam simulasi limbah dengan keasaman dan kandungan garam tinggi. Hasilnya menunjukkan penyerapan terhadap nuklida umumnya rendah kecuali mineral apatit yang menunjukkan penyerapan tinggi terhadap Pu, Am dan Ce.

Untuk penyerapan Cs dan Sr, Balek dari Ceko, menggunakannya untuk penyerapan Cs, Co dan Ru. Zeolit yang sama juga digunakan untuk menyerap gas RuO₄ pada suhu 50°C dan suhu kamar Tsitsisvii(1980) dan Blanchard(1984) menemukan klinoptilolit yang dapat memisahkan logam berat (Pb, Cu, Cd, Zn, Co, Ni dan Hg) baik dalam limbah industri. Akhir-akhir ini, para peneliti banyak mempelajari prospek zeolit dalam pengelolaan limbah industri. Klinoptilolit dan mordenit dapat memisahkan 99% ammoniak/ammonium dari limbah industri.

2.2.4.2. Bidang Pertanian dan Lingkungan

Makin meningkatnya kebutuhan pupuk kimia seperti urea, KCl dan SP-36 yang pada saat ini yang sulit terbeli oleh masyarakat untuk digunakan dalam peningkatan hasil pertaniannya, pada hal dalam pelaksanaan pemupukan hanya sekitar 50% pupuk yang dapat diserap oleh tanaman, sedangkan sebagian lainnya mengalami degradasi atau terbawa hanyut oleh air tanah sehingga pemupukan tidak efisien yang juga akan mencemari lingkungan dengan kandungan N, S dan P.

Zeolit digunakan sebagai *soil conditioning* yang dapat mengontrol dan menaikkan pH tanah serta kelembaban tanah. Dalam pengalaman petani di Jepang, penambahan zeolit pada pupuk tanaman bervariasi dari 15-63% terutama untuk tanaman apel dan gandum. Penambahan zeolit pada pupuk kandang ternyata juga akan meningkatkan proses nitrifikasi. Pada saat ini bidang pertanian merupakan pemakai zeolit terbesar di Indonesia. Disamping untuk *slow release fertilizer*, zeolit juga digunakan untuk sebagai carrier pestisida/herbisida dan fungisida. Namun ada keraguan penambahan zeolit pada pupuk akan terjadi akumulasi zeolit pada lahan pertanian. Jumlah penambahan zeolit ini akan tergantung pada jenis tanah setempat. Untuk tanah arid dan semi desert penggunaan zeolit sebagai campuran pupuk mungkin perlu dikurangi

2.2.4.3. Dalam bidang peternakan

Dalam bidang peternakan, zeolit juga digunakan sebagai *food supplement* pada ternak ruminansia dan non-ruminansia masing-masing dengan dosis 2.5 - 5% dari rasio pakan perhari yang dapat meningkatkan produktivitas baik susu, daging dan telur, laju pertumbuhan serta memperbaiki kondisi lingkungan kandang dari bau yang tidak sedap.

2.2.4.4. Dalam bidang Fauna Laut.

Dalam hal fauna laut, zeolit berperan sebagai pengontrol pH air dan penyerap NH_3NO_3^- dan H_2S , filter air masuk ke tambak, pengontrol kandungan alkali, oksigen dan perbaikan lahan dasar tambak melalui penyerapan logam berat Pb, Fe, Hg, Sn, Bi dan As. Selektivitas penyerapan ion sangat penting ditentukan mengingat kompleksnya komposisi kimia air (air tanah, permukaan, air limbah) yang diperlakukan terhadap zeolit baik dalam penggunaannya pada bidang pertanian dan lingkungan. Zeolit juga pernah ditaburkan dari pesawat terbang diatas reaktor Chernobil untuk maksud menyerap hasil fisi yang terdapat dalam jatuhnya debu radioaktif (*fall out*) akibat kebakaran reaktor Sovyet tahun 1985 .

2.2.4.5. Bidang Perikanan Zeolit disini berfungsi sebagai pengontrol kandungan ion NH_4^+ didalam air.

Pada umumnya ion ini berasal dari kotoran ikan dan sisa-sisa makanan yang telah membusuk. Dengan pemberian zeolit, pada ruangan yang sama jumlah ikan yang dapat dipelihara lebih banyak. Sebagai contoh , ikan salmon sekitar 30.000 ekor dapat dipelihara dalam suatu kobongan disungai yang kandungan ion NH_4^+ tetap terkontrol pada 0,05 ppm dengan pemberian zeolit setiap 6 - 8 hari.

2.2.4.6. Pemanfaatan Zeolit dalam bidang Tambak udang

Tambak yang memakai zeolit memberikan hasil nilai kelangsungan hidup udang yang jauh lebih baik dari pada yang tidak memakai zeolit. Tambak yang tidak memakai zeolit mempunyai nilai kelangsungan hidup hanya 32,9 % , sedangkan tambak yang memakai zeolit 12 ppm mempunyai nilai 90,1% dan tambak yang memakai zeolit yang disesuaikan dengan pertumbuhan berat badan udang, mempunyai nilai kelangsungan hidup 78,3% .

2.2.4.7. Bidang pengolahan air

Tahapan proses pengolahan air meliputi proses netralisasi, flokulasi/koagulasi, sedimentasi, dan filtrasi. Dalam pengolahan air, zeolit digunakan dalam tahap tersier, yakni untuk mengolah air yang sudah jernih dengan kandungan logam berat yang tidak terlalu tinggi.

2.2.4.8. Pembuatan Panel Surya

Seperti kita ketahui bersama kebutuhan listrik nasional semakin meningkat dari tahun ketahun. Berbagai sumberdaya energi yang dimiliki Indonesia telah dan akan terus dimanfaatkan untuk memenuhi kebutuhan listrik tersebut. Zeolit dengan kemampuan adsorpsi yang dimilikinya (terhadap H_2O dan gas lainnya), dapat digunakan sebagai bagian (*adsorben*) dari panel surya tersebut. Salah satu pemanfaatan yang menarik dari itu adalah panel surya untuk lemari pendingin, yang akan sangat berguna bagi negara tropis seperti Indonesia.

2.2.4.9. Penundaan pemasakan buah-buahan

Zeolit jenis modernit, klinoptilotit, dan analsim adalah jenis zeolit alam yang lazim terdapat di Indonesia. Ketiga jenis zeolit alam tersebut sedang dipelajari karakteristik dan sifat-sifat penyerapan didalam proses penundaan pemasakan buah-buahan (misalnya: pisang). Zeolit diharapkan dapat menyerap etilen sebagai zat yang memegang peranan penting dalam proses pemasakan.

2.2.5. SIFAT UNIK ZEOLIT

Zeolit mempunyai struktur yang berongga dan biasanya rongga ini diisi air dan kation yang bisa dipertukarkan dan memiliki ukuran pori tertentu sehingga dapat dimanfaatkan sebagai penyaring molekul, penukar ion, penyerap bahan dan katalisator.

2.2.5.1. Dehidrasi

Sifat dehidrasi ini akan berpengaruh terhadap sifat adsorpsinya. Zeolit dapat melepaskan molekul dari dalam rongga permukaan yang menyebabkan medan listrik meluas ke dalam rongga utama dan

akan efektif berinteraksi dengan molekul yang akan diadsorpsi. Jumlah molekul air sesuai dengan jumlah pori-pori atau volume ruang hampa yang akan terbentuk bila unit sel kristal zeolit tersebut dipanaskan.

2.2.5.2.Penukar ion

Kenetralan zeolit dapat dijaga oleh ion-ion pada rongga atau kerangka elektrolit . Ion-ion ini dapat bergerak bebas sehingga penukaran ion yang terjadi tergantung dari ukuran dan muatan maupun jenis zeolitnya. Sifat zeolit sebagai penukar ion tergantung dari sifat kation, suhu dan jenis anion.

2.2.5.3.Katalis

Bila zeolit digunakan pada proses penyerapan atau katalistis maka akan terjadi difusi molekul ke dalam ruang bebas diantara kristal. Dengan demikian dimensi serta lokasi batuan sangat penting.

2.2.5.4.Pemisah/penyaring molekul

Oleh karena zeolit mempunyai ruang hampa yang cukup besar dengan ruang hampa yang bermacam-macam, maka zeolit dapat digunakan untuk memisahkan gas atau zat lain dari suatu campuran. Kemampuan zeolit untuk bertindak sebagai penyaring molekul tergantung dari volume dan ukuran garis tengah ruang hampa dari kristal-kristal ini.

2.2.5.5. Adsorpsi

Bila zeolit kristal dipanaskan pada suhu 200°C - 400°C, maka air tersebut akan keluar sehingga zeolit dapat berfungsi sebagai penyerap gas atau cairan. Beberapa jenis mineral zeolit mampu menyerap gas sebanyak 30% dari beratnya dalam keadaan kering. Selain itu zeolit juga mampu memisahkan molekul zat berdasarkan ukuran dan kepolarannya. Selektivitas adsorpsi zeolit terhadap ukuran molekul tertentu dapat disesuaikan dengan jalan penukaran kation, dealkalinisasi, dealuminasi secara hidrotermal dan perubahan perbandingan kadar Si.

2.3. ARANG SEKAM PADI

Sekam padi adalah bagian terluar dari butir padi, yang merupakan hasil sampingan saat proses penggilingan padi dilakukan. Sekam padi yang dibuat sebagai bahan aditif pada penelitian ini berasal dari daerah klaten, jawa tengah. Sekitar 20 % dari bobot padi adalah sekam padi dan kurang lebih 15 % dari komposisi sekam adalah abu sekam yang selalu dihasilkan setiap kali sekam dibakar. 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. Silika yang terdapat dalam sekam ada dalam bentuk amorf terhidrat. 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. Silika merupakan bahan kimia yang pemanfaatan dan aplikasinya sangat luas mulai bidang elektronik, mekanik, medis, seni hingga bidang-bidang lainnya. Salah satu pemanfaatan serbuk silika yang cukup luas adalah sebagai penyerap kadar air di udara sehingga memperpanjang masa simpan bahan dan sebagai bahan campuran untuk membuat keramik seni. Sedangkan silika amorf terbentuk ketika silikon teroksidasi secara termal. Silika amorf terdapat dalam beberapa bentuk yang tersusun dari partikel-partikel kecil yang kemungkinan ikut bergabung. Biasanya silika amorf mempunyai kerapatan 2,21 g/cm³.

2.3.1. Sifat dan karakteristik sekam padi

Dibandingkan bahan bakar fosil, sifat dan karakteristik bahan bakar biomasa lebih kompleks serta memerlukan persiapan dan pemrosesan yang lebih khusus. Sifat dan karakteristik meliputi berat jenis yang kecil sekitar 2.21 g/cm³, jumlah abu hasil pembakaran yang tinggi dengan temperatur titik lebur abu yang rendah. Abu hasil pembakaran berkisar antara 16-23% dengan kandungan silika sebesar 95%. Titik lebur yang rendah disebabkan oleh kandungan alkali dan alkalin yang relatif tinggi.

Kandungan

uap air (*moisture*) pada biomasa umumnya lebih tinggi dibandingkan bahan bakar fosil, akan tetapi kandungan uap air pada sekam padi relatif sedikit karena sekam padi merupakan kulit padi yang kering sisa proses penggilingan. Sekam padi mempunyai panjang sekitar 8-10 mm dengan lebar 2-3 mm dan tebal 0,2 mm.

Karakteristik lain yang dimiliki bahan bakar sekam padi adalah kandungan zat volatil yang tinggi (*high-volatile matter*) yaitu zat yang mudah menguap. Kandungan zat volatilnya berkisar

antara 60-80% dimana , bahan bakar fosil hanya mempunyai 20-30% untuk jenis batu bara medium. Energi konversi yang dihasilkan lebih banyak berasal dari zat volatil ini dibandingkan dengan bara api (*solid residue*) biomasa . Uap air adalah komponen zat volatil pertama yang muncul sesaat setelah temperatur mencapai 100oC untuk rentang temperatur operasi sampai 900oC.

2.3.2. Kandungan Kimia

Sifat kimia yang unik tentang sekam padi ialah kandungan silika-selulosa yang ada pada sekam padi amat berbeza berbanding dengan hasil sampingan tumbuhan yang lain. Kandungan silika yang tinggi ini tidak akan terurai walau pun melalui pembakaran yang sempurna. Pembakaran sempurna akan menghasilkan abu sekam padi putih. Komponen utama sekam padi ialah selulosa, hemiselulosa dan lignin. Masalah yang sering dihadapinya untuk menjadi pengisi yang baik ialah penyerapannya terhadap kelembapan.

Dari proses penggilingan padi biasanya diperoleh sekam sekitar 20-30%, dedak antara 8- 12% dan beras giling antara 50-63,5% data bobot awal gabah. Sekam dengan persentase yang tinggi tersebut dapat menimbulkan masalah lingkungan.

Ditinjau data komposisi kimiawi, sekam mengandung beberapa unsur kimia penting seperti dapat dilihat di bawah.

Komposisi kimia sekam padi menurut DTC - IPB :

- Karbon (zat arang) : 1,33%
- Hidrogen : 1,54%
- Oksigen : 33,64%
- Silika : 16,98%
- Lignin : 25 %
- Selulosa : 20 %
- Komponen organi berupa minyak, protein : 3,51 %

Dengan komposisi kandungan kimia seperti di atas, sekam dapat dimanfaatkan untuk berbagai keperluan di antaranya:

- sebagai bahan baku pada industri kimia, terutama kandungan zat kimia furfural yang dapat digunakan sebagai bahan baku dalam berbagai industri kimia,

- sebagai bahan baku pada industri bahan bangunan, terutama kandungan silika (SiO_2) yang dapat digunakan untuk campuran pada pembuatan semen portland, bahan isolasi, *husk-board* dan campuran pada industri bata merah, sebagai sumber energi panas pada berbagai keperluan manusia, kadar selulosa yang cukup tinggi dapat memberikan pembakaran yang merata dan stabil.

2. 4. Proses Sintering

Suhu sintering yang digunakan pada penelitian ini adalah pada suhu 900, 1000, dan 1100 °C. Hal ini dilakukan untuk melihat pengaruh suhu sintering terhadap sifat fisis, mekanik, termal, struktur dan mikrostruktur kristal keramik berpori.

2.4.1. Prinsip Dasar Proses Sintering

Keramik umumnya diproses pada suhu tinggi sehingga bersifat keras, kuat dan stabil pada temperatur tinggi, tetapi keramik juga bersifat getas dan mudah patah. Dalam penelitian ini, keramik yang dibuat dari campuran zeolit alam dengan zat aditif sekam padi bertujuan untuk menghasilkan pori, sehingga keramik berpori ini dapat digunakan sebagai filter.

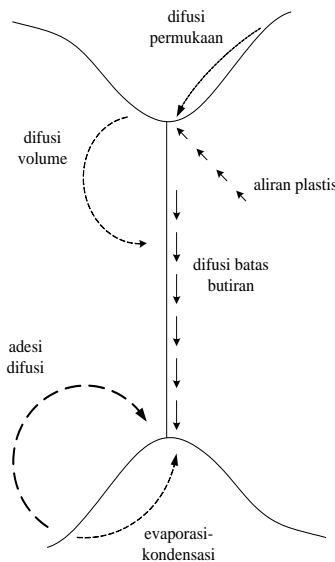
Dalam proses sintering terjadi gaya tarik-menarik antar molekul atau atom yang menyebabkan terjadinya bentuk padatan dengan masa yang koheren dari keramik yang dihasilkan. Beberapa variabel yang dapat mempercepat proses sintering yaitu: densitas awal, ukuran partikel, atmosfer sintering, suhu, waktu dan kecepatan pemanasan.

Serbuk yang belum disintering memiliki energi permukaan yang tinggi. Sintering menyebabkan pergerakan atom yang meng-eliminasi energi permukaan. Energi permukaan per unit volume berbanding terbalik dengan diameter partikel. Jadi partikel yang kecil mempunyai energi yang lebih sehingga proses sintering lebih cepat dibandingkan dengan partikel yang besar. Bagaimanapun, tidak seluruhnya energi permukaan yang dibutuhkan tersedia sebagai gaya penggerak untuk sintering. Untuk padatan kristal, hampir setiap kontak partikel akan mengembangkan batas butiran dengan adanya energi batas butiran.

Fase aditif memperbaiki laju difusi selama proses sintering sehingga sering digunakan dalam banyak material komposit. Fase ini dapat digunakan untuk menstabilkan struktur ksirtal atau mendapatkan tipikal komposit yang diinginkan.

2.4.2. Mekanisme Transport Pada Proses Sintering

Mekanisme transport adalah suatu metode dimana laju massa terjadi akibat respon gaya penggerak. Dua jenis mekanisme transport adalah transport permukaan dan *bulk transport*. Kedua jenis mekanisme ini sebagai kontributor laju massa terlihat pada gambar 2.



Gambar 2.4.2. Laju massa sebagai respon gaya penggerak pada metoda mekanisme transport (Randall. M.German, 1991).

Transport permukaan melibatkan pertumbuhan leher tanpa perubahan posisi partikel (tanpa densifikasi) dikarenakan aliran masa dihasilkan dan dibatasi pada permukaan partikel. Difusi permukaan dan evaporasi kondensasi adalah kontributor utama selama transport permukaan untuk mengontrol proses sinter. Transport permukaan yang besar akan mengontrol proses sinter yang menyebabkan pengerutan. Mekanisme transport besar meliputi difusi permukaan, difusi volume, difusi batas butir, aliran plastis, adhesi difusi. Aliran plastis biasanya paling penting selama waktu pemanasan, khususnya untuk serbuk padat, dimana kepadatan dislokasi besar. Umumnya proses transport besar lebih aktif pada suhu lebih tinggi.

2.4.3. Tahapan Sintering

Tahapan sintering menurut Hirschorn, pada sampel yang telah mengalami kompaksi sebelumnya, akan mengalami beberapa tahapan sintering sebagai berikut:

2.4.3.1. Ikatan mula antar partikel serbuk.

Saat sampel mengalami proses sinter, maka akan terjadi pengikatan diri. Proses ini meliputi difusi atom-atom yang mengarah kepada pergerakan dari batas butir. Ikatan ini terjadi pada tempat dimana terdapat kontak fisik antar partikel-partikel yang berdekatan. Tahapan ikatan mula ini tidak menyebabkan terjadinya suatu perubahan dimensi sampel. Semakin tinggi berat jenis sampel, maka akan banyak bidang kontak antar partikel, sehingga proses pengikatan yang terjadi dalam proses sinter juga semakin besar. Elemen-elemen pengotor yang masih terdapat, berupa serbuk akan menghalangi terjadinya proses pengikatan ini. Hal ini disebabkan elemen pengotor akan berkumpul dipermukaan batas butir, sehingga akan mengurangi jumlah bidang kontak antar partikel.

2.4.3.2. Tahap pertumbuhan leher.

Tahapan kedua yang terjadi pada proses sintering adalah pertumbuhan leher. Hal ini berhubungan dengan tahap pertama, yaitu pengikatan mula antar partikel yang menyebabkan terbentuknya daerah yang disebut dengan leher (*neck*) dan leher ini akan terus berkembang menjadi besar selama proses sintering berlangsung. Pertumbuhan leher tersebut terjadi karena adanya perpindahan massa, tetapi tidak mempengaruhi jumlah porositas yang ada dan juga tidak menyebabkan terjadinya penyusutan. Proses pertumbuhan leher ini akan menuju kepada tahap penyusutan. Proses pertumbuhan leher ini akan menuju kepada tahap penghalusan dari saluran-saluran pori antar partikel serbuk yang berhubungan, dan proses ini secara bertahap.

Model sederhana sintering terfokus pada pertumbuhan leher isothermal sebagai perbandingan ukuran leher dan partikel, X/D :

$$(X / D)^n = Bt / D^m \dots\dots\dots(2.1)$$

Dengan :

X = diameter leher

D = diameter partikel

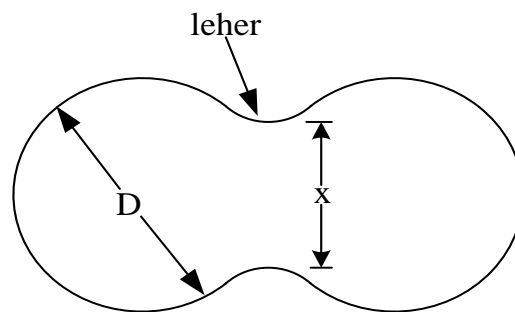
t = isothermal waktu sintering

B = konstanta geometri

Nilai n , m , dan B bergantung kepada mekanisme transport massa. Umumnya model persamaan 2.4 terbatas untuk $X/D < 0,3$.

Persamaan diatas menjelaskan beberapa proses yaitu:

- a. Sensitivitasnya yang tinggi berbanding terbalik dengan ukuran partikel, semakin kecil ukuran partikel meyebabkan proses sintering menjadi cepat.
- b. Dalam semua kasus, termperatur memperlihatkan keadaan eksponensial, yang berarti perubahan suhu yang kecil dapat memberikan efek besar.
- c. Waktu mempunyai efek yang relatif rendah dibandingkan dengan suhu dan ukuran partikel. Proses ini ditunjukkan pada gambar 2.4.2.



Gambar 2.4.3. Skema pembentukan dan pertumbuhan leher pada model dua partikel (Randall. M.German, 1991).

2.4.3.3. Tahap penutupan saluran pori.

Merupakan suatu perubahan yang utama dari salam proses sinter. Penutupan saluran pori yang saling berhubungan akan menyebabkan perkembangan dan pori yang tertutup. Hal ini merupakan suatu perubahan yang penting secara khusus untuk pori yang saling berhubungan untuk pengangkutan cairan, seperti pada saringan-saringan dan bantalan yang dapat melumas sendiri. Salah satu penyebab terjadinya proses ini adalah pertumbuhan butiran.

Proses penutupan saluran ini dapat juga terjadi oleh penyusutan pori (tahap kelima dari proses sinter), yang menyebabkan kontak baru yang akan terbentuk di antara permukaan-permukaan pori.

2.4.3.4. Tahapan pembulatan pori.

Setelah tahap pertumbuhan leher, material dipindahkan di permukaan pori dan pori tersebut akan menuju kedaerah leher yang mengakibatkan permukaan dinding tersebut menjadi halus. Bila perpindahan massa terjadi terus-menerus melalui daerah leher, maka pori disekitar permukaan leher

akan mengalami proses pembulatan. Dengan temperatur dan waktu yang cukup pada saat proses sinter maka pembulatan pori akan lebih sempurna.

2.4.3.5. Tahap penyusutan

Merupakan tahap yang terjadi dalam proses sinter. Hal ini berhubungan dengan proses densifikasi (pemadatan) yang terjadi. Tahap penyusutan ini akan menyebabkan terjadinya penurunan volume, disisi lain sampel yang telah disinter akan mejadi lebih padat. Dengan adanya penyusutan ini kepadatan pori akan meningkat dan dengan sendirinya sifat mekanis dari bahan tersebut juga akan meningkat, khususnya kekuatan dari sampel setelah sinter.

Tahap penyusutan pori ini terjadi akibat pergerakan gas-gas yang terdapat di daerah pori keluar menuju permukaan. Dengan demikian tahap ini akan meningkatkan berat jenis yang telah disinter. Secara keseluruhan laju penyusutan selama sintering terjadi pada sampel, mengikuti hukum kinetika:

$$(\Delta l / l_0)^{\frac{n}{2}} = Bt / (2^n D^m) \dots \dots \dots (2.2)$$

Dengan n/2 berkisar antara 2,5 dan 3, D adalah diameter partikel, dan t adalah waktu isothermal. Parameter B adalah eksponensial yang bergantung pada suhu:

$$B = B_0 \exp(-Q / KT) \dots \dots \dots (2.3)$$

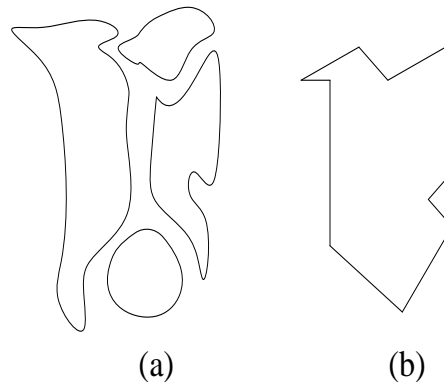
Dengan k adalah konstanta Boltzman, T adalah suhu mutlak dan Bo adalah konstanta yang bergantung pada energi permukaan, ukuran atom, frekuensi vibrasi atom, dan system geometri. Energi aktivasi Q merupakan ukuran pada energi yang medekati untuk merangsang pergerakan atom.

2.4.3.6. Tahap pengkasaran pori

Proses ini akan terjadi apabila kelima tahap sebelumnya terjadi dengan sempurna. Pengkasaran pori akan terjadi akibat adanya proses bersatunya lubang-lubang kecil dari pori sisa akan menjadi besar dan kasar. Jumlah total dari pori adalah tetap, tetapi volume pori berkurang dengan diimbangi oleh pembesaran pori tersebut.

2.4.4. Klasifikasi Sintering

Sintering dapat diklasifikasikan dalam dua bagian besar yaitu sintering dalam keadaan padat (*solid state sintering*) dan sintering fasa cair (*liquid phase sintering*). Sintering dalam keadaan padat dalam pembuatan komposit yang diberi tekanan diasumsikan sebagai fasa tunggal oleh karena tingkat pengotornya rendah. Sedangkan sintering pada fasa cair adalah sintering untuk serbuk yang disertai terbentuknya fase liquid selama proses sintering berlangsung.



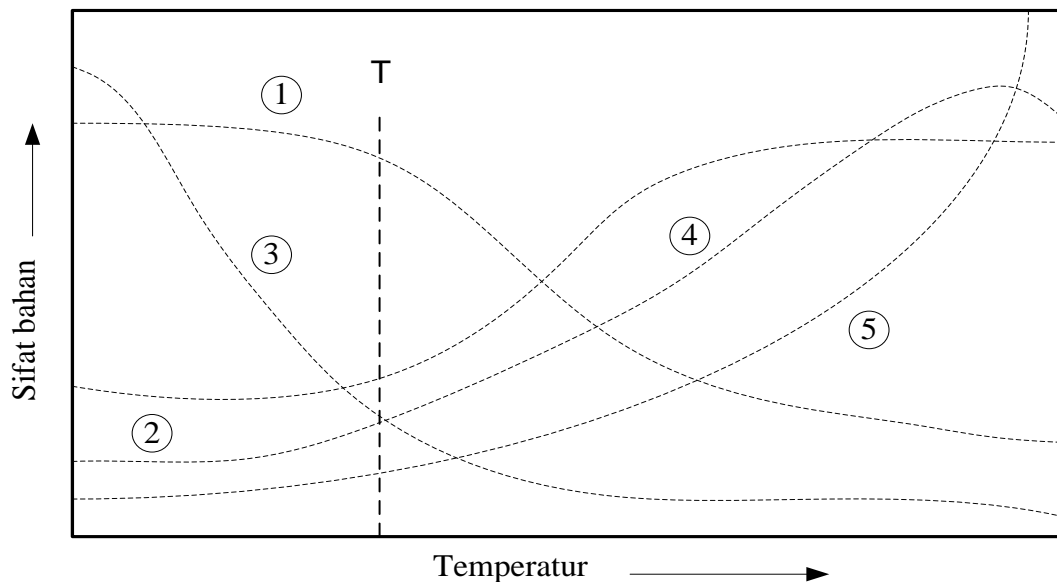
Gambar 2.4.4. Proses sinter padat

- (a) **Sebelum sinter partikel mempunyai permukaan masing-masing.**
- (b) **Setelah sinter hanya mempunyai satu permukaan (Van Vlack, 1989).**

Gambar 2.4.4. memperlihatkan proses sinter padat, selama sintering penyusutan serbuk bertambah kekuatan, pori-pori dan ukuran butir berubah. Perubahan ini diakibatkan oleh sifat dasar serbuk, kondisi tekanan, aditif, waktu sintering dan suhu. Sintering memerlukan pemanasan agar partikel halus menjadi padat. Sinter tanpa cairan memerlukan difusi dalam bahan padat itu sendiri, sehingga diperlukan suhu tinggi.

2.4.5. Efek Sintering Terhadap Sifat Sampel

Efek suhu sintering terhadap sifat fisik dan listrik dari pemadatan serbuk selama proses sintering ditunjukkan pada gambar 2.4.4.



Gambar 2.4.5. Pengaruh suhu sintering pada (1) Porositas, (2) Densitas, (3) Tahanan listrik, (4) Kekuatan, dan (5) Ukuran butir (M.M. Ristic, 1979).

Pada gambar 2.2. terlihat bahwa proses sintering dimulai dari suhu T. Tahanan listrik dan porositas menurun dengan meningkatnya suhu sintering, sedangkan densitas, kekuatan dan ukuran butir bertambah besar secara eksponensial.

2.5 Karakterisasi Keramik Berpori

Untuk mengetahui sifat-sifat dan kemampuan suatu keramik berpori maka perlu dilakukan pengujian dan analisis. Beberapa jenis pengujian dan analisis yang dibahas untuk keperluan penelitian ini antara lain: pengujian sifat fisis (densitas, porositas, susut bakar), pengujian sifat mekanis (kuat tekan, kuat patah), pengujian sifat thermal (koefisien ekspansi termal) dan analisa struktur yang menggunakan *XRD (X-Ray Diffraction)* dan *SEM (scanning Electron Microscope)*.

2.5.1. Sifat Fisis

Pengujian sifat fisis keramik berpori pada penelitian ini dilakukan dengan prinsip Archimedes.

Prinsip Archimedes

“Sebuah benda yang tenggelam seluruhnya atau sebagian dalam suatu fluida diangkat keatas oleh sebuah gaya yang sama dengan berat fluida yang dipindahkan”

$$\text{Densitas} = \frac{\text{massa benda di udara}}{\text{massa benda didalam air}} \dots\dots\dots(2.4.)$$

Gaya apung merupakan gaya yang diberikan oleh fluida pada benda yang tenggelam di dalamnya. Gaya ini tergantung pada kerapatan fluida dan volume benda ,tetapi tidak pada komposisi atau bentuk benda da besarnya sama dengan berat fluida yang dipindahkan oleh benda.

2.5.1.1. Densitas

Densitas merupakan ukuran kepadatan dari suatu material atau sering didefenisikan sebagai perbandingan antara massa (m) dengan volume (v) dalam hubungannya dapat dituliskan sebagai berikut:

$$\rho = \frac{m}{v} \dots\dots\dots(2.5.)$$

Dimana:

ρ = Densitas (gram/cm³)

m = Massa sampel (gram)

v = Volume sampel (cm³)

Dalam pelaksanaannya kadang-kadang sampel yang diukur mempunyai ukuran bentuk yang tidak teratur sehingga untuk menentukan volumenya menjadi sulit, akibatnya nilai kerapatan yang diperoleh tidak akurat. Oleh karena itu untuk menghitung nilai densitas suatu material yang memiliki bentuk yang tidak teratur (*bulk density*) digunakan metode Archimedes yang persamaannya sebagai berikut:

$$\rho = \frac{m_u - m_o}{m_o - (m_A - m_k)} \times \rho_{H_2O} \dots\dots\dots(2.6)$$

Dimana:

ρ = Densitas bulk sampel (gram/cm³)

m_o = Berat awal sampel setelah dikeringkan di dalam oven (gram)

m_A = Massa sampel yang ditimbang digantung didalam (gram)

m_k = Massa kawat yang digunakan untuk menggantungkan sampel (gram)

$$\rho_{H_2O} = \text{Densitas air} = 1 \text{ gram/cm}^3$$

2.5.1.2. Porositas

Porositas dapat didefinisikan sebagai perbandingan antara jumlah volume lubang-lubang kosong yang dimiliki oleh zat padat (volume kosong) dengan jumlah dari volume zat padat yang ditempati oleh zat padat.

Porositas pada suatu material dinyatakan dalam persen (%) rongga fraksi volume dari suatu rongga yang ada dalam material tersebut. Besarnya porositas pada suatu material bervariasi mulai dari 0 % sampai dengan 90 % tergantung dari jenis dan aplikasi material tersebut. Ada dua jenis porositas yaitu porositas terbuka dan porositas tertutup. Porositas yang tertutup pada umumnya sulit untuk ditentukan karena pori tersebut merupakan rongga yang terjebak didalam padatan dan serta tidak ada akses ke permukaan luar, sedangkan pori terbuka masih ada akses ke permukaan luar, walaupun rongga tersebut ada ditengah-tengah padatan. Porositas suatu bahan pada umumnya dinyatakan sebagai porositas terbuka atau *apparent porosity*, dan dapat dinyatakan dengan persamaan sebagai berikut:

$$P = \frac{m_u - m_o}{m_o - (m_A - m_k)} \times 100\% \dots\dots\dots(2.7)$$

Dimana:

P = Porositas (%)

m_o = Massa awal sampel setelah dikeringkan di dalam oven (gram)

m_u = Massa di udara setelah direbus dalam air mendidih (gram)

m_A = Massa sampel di air setelah direbus dalam air mendidih lalu ditimbang dengan digantung di dalam air (gram)

m_k = Massa kawat yang digunakan untuk menggantungkan sampel (gram)

2.5.1.3. Susut Bakar

Susut bakar diartikan sebagai perubahan volume, yaitu berkurangnya volume bahan akibat keluarnya air pada saat bahan tersebut dalam pembakaran atau pada saat pencetakan. Penyusutan

pada keramik dipengaruhi oleh beberapa factor yaitu temperature pembakaran, lama pembakaran, pembentukan, ukuran butiran dan sebagainya.

Rumus yang digunakan untuk menentukan besarnya susut baker, yaitu

$$\text{Susut baker} = \frac{V_0 - V_1}{V_0} \times 100\% \dots \dots \dots (2.8)$$

Dengan :

V_0 = diameter sample sebelum disinterring (cm)

V_1 = diameter sample setelah disinterring (cm)

2.5.2. Sifat Thermal

Sifat termal yang diuji pada penelitian keramik berpori ini adalah koefisien ekspansi termal. Hal ini dilakukan untuk mengetahui kemampuan suatu bahan di dalam menerima perubahan suhu secara mendadak atau temperatur tinggi. Semakin rendah koefisien ekspansi thermal (α) suatu bahan maka semakin tinggi daya tahan bahan tersebut terhadap perubahan temperatur.

2.5.2.1. Koefisien Ekspansi Termal

Pada umumnya material apabila dipanaskan atau didinginkan akan mengalami perubahan panjang dan volume secara bolak-balik (*reversible*), sepanjang material tersebut tidak mengalami kerusakan (*distorsi*) yang permanen.

Sifat ekspansi termal suatu bahan material komposit sangat penting karena ada kaitannya dengan aplikasi komposit tersebut. Perubahan panjang relatif terhadap panjang awal sampel yang berhubungan dengan suhu (T) disebut sebagai koefisien ekspansi thermal. Koefisien ekspansi termal dapat ditentukan melalui persamaan berikut:

$$\begin{aligned} \alpha_m &= [(L_2 - L_1) / L_o (T_2 - T_1)] \\ &= \frac{(\Delta L / L_o)}{\Delta T} \dots \dots \dots (2.9) \end{aligned}$$

Dimana:

$\Delta L / L_o$ = Perubahan panjang terhadap panjang awal

$T_2 - T_1 = \text{Temperatur akhir} - \text{Temperatur awal (}^\circ\text{C)}$

Koefisien ekspansi termal (α) didefinisikan sebagai kemampuan suatu bahan di dalam menerima perubahan suhu secara mendadak atau temperatur tinggi. Semakin rendah koefisien ekspansi termal (α) suatu bahan tersebut maka semakin tinggi daya tahan bahan tersebut terhadap perubahan temperatur.

2.5.3. Sifat Mekanik

Kekuatan mekanik keramik berpori ditentukan oleh beberapa factor, antara lain :

1. Ukuran butir
2. Kemurnian
3. Homogenitas
4. Laju kenaikan suhu pemanasan

Semakin kecil ukuran butir akan memberikan kekuatan mekanik yang baik. Selain ukuran butir, kekuatan mekanik juga ditentukan oleh kemurnian dan komposisi bahan penyusunnya. Pengujian mekanik ditujukan untuk mensimulasikan pola pembebanan yang akan dialami oleh material tersebut pada kondisi operasi material keramik berpori/komposit keramik, biasanya adalah uji tekan dan torsi.

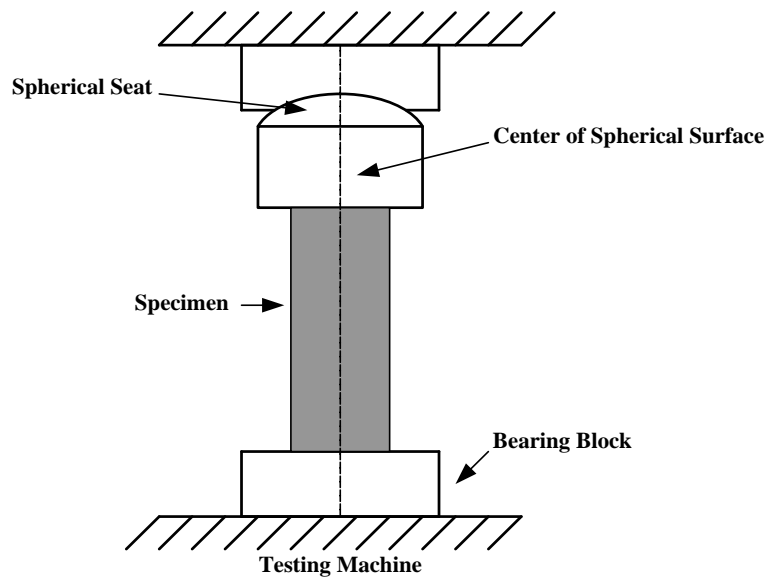
2.5.3.1. Kuat Tekan

Kuat tekan suatu material didefinisikan sebagai kemampuan material dalam menahan beban atau gaya mekanis sebagai kemampuan material dalam menahan beban atau gaya mekanis sampai terjadinya kegagalan (*failure*).

Pengujian kuat tekan dapat dilihat pada gambar 2.5.1 bentuk sampel uji biasanya berbentuk silinder dengan perbandingan panjang dan diameter, (L/d) adalah 1 banding 3. Akan tetapi, nilai perbandingan antara panjang dan tinggi bisa sampai 10 pada saat pengujian sampel untuk menentukan nilai dari modulus elastik.

Dalam melakukan pengujian kuat tekan, panjang sampel harus sesuai dengan yang telah ditetapkan. Apabila perbandingan panjang dan diameter terlalu besar maka akan terjadi *buckling*. Jika hal ini terjadi, maka hasil dari uji kuat tekan tidak akan menghasilkan nilai yang berarti artinya

kuat tekan dari sampel sangat kecil. *Buckling* merupakan nilai yang sangat kecil dalam pengujian kuat tekan dan tidak perlu dimasukkan kedalam perhitungan tes hasil uji dan perlu di lakukan pengujian kembali. Seperti contoh pengujian kuat tekan dapat dibuat secara paralel tetapi tidak akan menghasilkan nilai yang sempurna untuk pengujian tersebut.



Gambar 2.5.1. Pengujian kuat tekan dengan menggunakan *Universal Testing Machine-UTM*

Apabila perbandingan antara panjang dan diameter terlalu kecil, maka hasil dari pengujian dapat dilihat secara detail pada kondisi akhir pengujian. Secara umum apabila sampel ditekan, maka diameter dari sampel akan semakin bertambah karena keseimbangan dari sampel, tetapi gerakan tersebut diperlambat akibat adanya pergeseran yang berlawanan pada sampel dan hasil perubahan bentuk berupa silinder.

Perbandingan kedua panjang dengan diameter dimana apabila panjang jauh lebih besar dari pada diameter akan menimbulkan *bulcking* dan apabila perbandingan panjang dengan diameter terlalu kecil juga perlu dihindari, jadi perbandingan panjang dengan diameter yang ideal untuk pengujian kuat tekan adalah $L/d = 3$ untuk material yang liat. Nilai pada L/d 1,5 atau 2 untuk material yang rapuh.

Persamaan untuk pengujian kuat tekan dengan menggunakan *Universal Testing Machine* adalah sebagai berikut:

$$\text{Kuat Tekan}(\tau) = \frac{F}{A} \dots\dots\dots(2.10)$$

Dimana :

F = Beban maksimum (Lb)

A = Luas bidang permukaan (cm²)

Persamaan untuk menguji kuat tekan dengan menggunakan *hydraulic press* secara umum menggunakan hukum Pascal, dimana persamaannya adalah sebagai berikut:

$$P_1 A_1 = P_2 A_2 \dots \dots \dots (2.11)$$

Dimana:

P1 = Beban maksimum yang diberikan terhadap benda uji (kg/cm²).

P2 = Beban maksimum yang diterima benda uji (kg/cm²).

A1 = Luas permukaan silinder piston *hydraulic press* (cm²).

A2 = Luas permukaan benda uji (cm²).

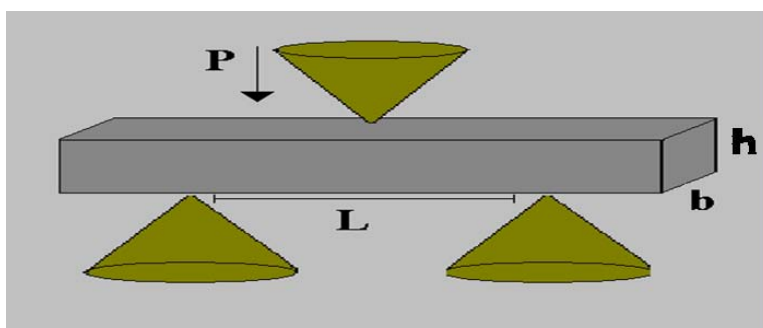
2.5.3.2. Kuat Patah

Kekuatan patah sering juga disebut dengan *Modulus of Raptur* (MOR) yang menyatakan ukuran ketahanan bahan terhadap tekanan mekanis dan tekanan panas (*thermal stress*) selama penggunaannya. Kekuatan patah ini berkaitan dengan komposisi, struktur material, pori dan ukuran butir.

Ada dua cara pengujian untuk menentukan kekuatan patah material yang berdasarkan titik tumpuan, yaitu tiga titik tumpu (*triple point bending*) dan empat titik tumpu (*four point bending*). Dalam penelitian ini dibatasi hanya pada pengujian tiga titik tumpu saja.

Kekuatan patah dari suatu bahan berbentuk balok dihitung menggunakan persamaan berikut :

$$\sigma = \frac{3PL}{2bh^2} \dots \dots \dots (2.12)$$



Gambar 2.5.2. Teknik pengujian kuat patah dengan menggunakan tiga titik tumpu
(*three point bending*)

Dimana:

σ = Kekuatan patah (N/m²)

P = Gaya pada puncak beban (N)

L = Jarak tumpuan (m)

b = Lebar benda uji (m)

h = Tinggi beban uji (m)

2.5.4. Analisa Struktur dan Mikrostruktur Kristal

Analisa struktur dan mikrostruktur kristal dilakukan dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*). Hal ini bertujuan untuk mengetahui fasa kristal yang terbentuk dan ukuran pori keramik berpori.

2.5.4.1 XRD (*X-Ray Diffraction*)

Sinar X merupakan radiasi elektromagnetik yang memiliki energi tinggi sekitar 200 eV sampai 1 MeV. Sinar X dihasilkan oleh interaksi antara berkas elektron eksternal dengan elektron pada kulit atom. Spektrum sinar - X memiliki panjang gelombang 10⁻⁵ –10 nm, berfrekuensi 10¹⁷-10²⁰ Hz dan memiliki energi 10³-10⁶ eV. Panjang gelombang sinar X memiliki orde yang sama dengan jarak antar atom sehingga dapat digunakan sebagai sumber difraksi kristal.

Difraksi Sinar X merupakan teknik yang digunakan dalam karakteristik material untuk mendapatkan informasi tentang ukuran atom dari material kristal maupun nonkristal. Difraksi tergantung pada struktur kristal dan panjang gelombangnya. Jika panjang gelombang jauh lebih dari pada ukuran atom atau konstanta kisi kristal maka tidak akan terjadi peristiwa difraksi karena sinar akan dipantulkan sedangkan, jika panjang gelombangnya mendekati atau lebih kecil dari ukuran atom atau kristal maka akan terjadi peristiwa difraksi. Ukuran atom dalam orde angstrom (Å) maka

supaya terjadi peristiwa difraksi maka panjang gelombang dari sinar yang melalui kristal harus dalam orde angstrom (\AA).

2.5.4.1.1. Prinsip XRD (X – Ray Diffraction)

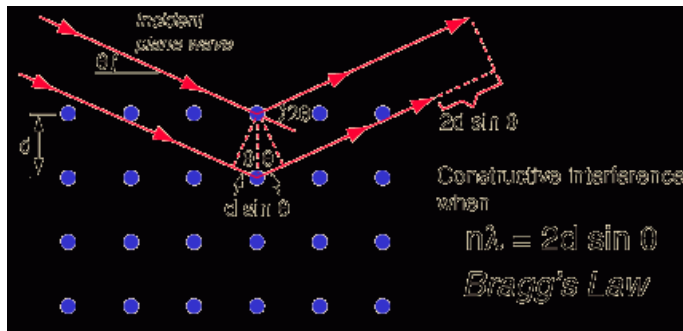
Metode difraksi sinar X digunakan untuk mengetahui struktur dari lapisan tipis yang terbentuk. Sampel diletakkan pada sampel holder difraktometer sinar X. Proses difraksi sinar X dimulai dengan menyalakan difraktometer sehingga diperoleh hasil difraksi berupa difraktogram yang menyatakan hubungan antara sudut difraksi 2θ dengan intensitas sinar X yang dipantulkan. Untuk difraktometer sinar X, sinar X terpancar dari tabung sinar X. Sinar X didifraksikan dari sampel yang konvergen yang diterima dalam posisi simetris dengan respon ke fokus sinar X. Sinar X ini ditangkap oleh detektor sintilator dan diubah menjadi sinyal listrik. Sinyal tersebut, setelah dieliminasi komponen noisennya, dihitung sebagai analisa pulsa tinggi. Teknik difraksi sinar x juga digunakan untuk menentukan ukuran kristal, regangan kisi, komposisi kimia dan keadaan lain yang memiliki orde yang sama.

Keuntungan utama penggunaan sinar-X dalam karakterisasi material adalah kemampuan penetrasinya, sebab sinar-X memiliki energi sangat tinggi akibat panjang gelombangnya yang pendek. Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang 0,5-2,0 mikron. Sinar ini dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron berenergi tinggi. Elektron itu mengalami perlambatan saat masuk ke dalam logam dan menyebabkan elektron pada kulit atom logam tersebut terpental membentuk kekosongan. Elektron dengan energi yang lebih tinggi masuk ke tempat kosong dengan memancarkan kelebihan energinya sebagai foton sinar-X.

Dari metode difraksi kita dapat mengetahui secara langsung mengenai jarak rata – rata antar bidang atom. Kemudian kita juga dapat menentukan orientasi dari kristal tunggal. Secara langsung mendeteksi struktur kristal dari suatu material yang belum diketahui komposisinya. Kemudian secara tidak langsung mengukur ukuran, bentuk dan internal stres dari suatu kristal.

Prinsip dari difraksi terjadi sebagai akibat dari pantulan elastis yang terjadi ketika sebuah sinar berinteraksi dengan sebuah target. Pantulan yang tidak terjadi kehilangan energi disebut pantulan elastis (*elastic scattering*). Ada dua karakteristik utama dari difraksi yaitu geometri dan intensitas. Geometri dari difraksi secara sederhana dijelaskan oleh Bragg's Law. Misalkan ada dua pantulan sinar α dan β . Secara matematis sinar β tertinggal dari sinar α sejauh $xy+yz$ yang sama dengan $2d \sin\theta$ secara geometris. Agar dua sinar ini dalam fasa yang sama maka jarak ini harus

berupa kelipatan bilangan bulat dari panjang gelombang sinar λ . Maka didapatkanlah Hukum Bragg:
 $2d \sin \theta = n\lambda$



Gambar 2.5. Difraksi Bragg

Secara matematis, difraksi hanya terjadi ketika Hukum Bragg dipenuhi. Secara fisis jika kita mengetahui panjang gelombang dari sinar yang membentur kemudian kita bisa mengontrol sudut dari benturan maka kita bisa menentukan jarak antar atom (geometri dari latis). Persamaan ini adalah persamaan utama dalam difraksi. Secara praktis sebenarnya nilai n pada persamaan Bragg diatas nilainya 1. Sehingga cukup dengan persamaan $2d \sin \theta = \lambda$. Dengan menghitung d dari rumus Bragg serta mengetahui nilai h, k, l dari masing – masing nilai d , dengan rumus – rumus dibawah ini kita bisa menentukan latis parameter (a, b dan c) sesuai dengan bentuk kristalnya.

Rumus untuk latis ortogonal (kubik, tetrtagonal, ortorombik):

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \left(\frac{h}{a}\right)^2 + \left(\frac{k}{b}\right)^2 + \left(\frac{l}{c}\right)^2 \dots\dots\dots(2.13)$$

Untuk latis heksagonal

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{4}{3} \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} + \left(\frac{l}{c}\right)^2 \dots\dots\dots(2.14)$$

(Referensi <http://www.matter.org.uk/diffraction/>
<http://escher.epfl.ch/eCrystallography/>

2.5.4.2. SEM (Scanning Electron Microscope)

Tidak jauh dari lahirnya TEM, SEM dikembangkan pertama kali tahun 1938 oleh Manfred von Ardenne (ilmuwan Jerman). Konsep dasar dari SEM ini sebenarnya disampaikan oleh Max Knoll

(penemu TEM) pada tahun 1935. SEM bekerja berdasarkan prinsip scan sinar elektron pada permukaan sampel, yang selanjutnya informasi yang didapatkan diubah menjadi gambar. Imajinasi mudahnya gambar yang didapat mirip sebagaimana gambar pada televisi.

2.5.4.2.1. Pembentukan gambar pada SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Cara terbentuknya gambar pada SEM berbeda dengan apa yang terjadi pada mikroskop optic dan TEM. Pada SEM, gambar dibuat berdasarkan deteksi elektron baru (elektron sekunder) atau elektron pantul yang muncul dari permukaan sampel ketika permukaan sampel tersebut discan dengan sinar elektron. Elektron sekunder atau elektron pantul yang terdeteksi selanjutnya diperkuat sinyalnya, kemudian besar amplitudonya ditampilkan dalam gradasi gelap-terang pada layar monitor CRT (*cathode ray tube*). Di layar CRT inilah gambar struktur obyek yang sudah diperbesar bisa dilihat. Pada proses operasinya, SEM tidak memerlukan sampel yang ditipiskan, sehingga bisa digunakan untuk melihat obyek dari sudut pandang 3 dimensi.

Prinsip kerja dari SEM adalah sebagai berikut:

1. Sebuah pistol elektron memproduksi sinar elektron dan dipercepat dengan anoda.
2. Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel.
3. Sinar elektron yang terfokus memindai (scan) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai.
4. Ketika elektron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor (*CRT*).

Adapun kelemahan dari teknik SEM antara lain:

1. Memerlukan kondisi vakum
2. Hanya menganalisa permukaan
3. Resolusi lebih rendah dari TEM
4. Sampel harus bahan yang konduktif, jika tidak konduktor maka perlu dilapis logam seperti emas