

PENGARUH KONSENTRASI MEDIA NH_4OH TERHADAP BENTUK FASE GEL DAN KARAKTERISASI SETELAH PEMANASAN

Indra Suryawan, Sri Rinanti Susilowati

Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan BATAN Yogyakarta

ABSTRAK

PENGARUH KONSENTRASI MEDIA NH_4OH TERHADAP BENTUK FASE GEL DAN KARAKTERISASI SETELAH PEMANASAN. Telah dilakukan pembuatan butiran gel dengan variasi konsentrasi media NH_4OH pada proses gelasi. Variabel konsentrasi NH_4OH adalah 2, 4, 6, 8 dan 10 N. Gel setelah kering dipanaskan pada suhu 100, 400, 600 dan 800°C selama 3 jam. Karakterisasi gel diamati dengan mikroskop optik (MO) dan scanning electron microscope (SEM) untuk mengetahui bentuk dan strukturmikro permukaan. Dari hasil penelitian, menggunakan media NH_4OH dengan konsentrasi ≥ 8 N terbentuk gel yang bulat dan setelah dipanaskan sampai 800°C tidak pecah. Hasil pengamatan MO dan SEM, menunjukkan bahwa morfologi bentuk dan permukaan gel yang telah dipanaskan pada suhu 100 sampai 800°C berbentuk bulat, permukaan homogen dan tidak pecah.

ABSTRACT

INFLUENCE OF NH_4OH MEDIUM CONCENTRATION ON THE GEL PHASE FORMATION AND CHARACTERIZATION AFTER HEATED. The gel particles have been made at various NH_4OH medium concentration in the gelation process. The variables of NH_4OH concentration were 2, 4, 6, 8 and 10 N. The gels after dry were heated at 100, 400, 600 and 800°C during 3 hours. The gel characterizations were examined using an optic microscope and scanning electron microscope to know the shape and microstructure of the surface. The experiment result shown that the gel phase was formed using NH_4OH medium with concentration ≥ 8 N, and after be heated at 800°C it was unbreakable. It was also shown that the gel shape and surface morphology was spherical, homogeneous and unbreakable after heated gel at 100 until 800°C.

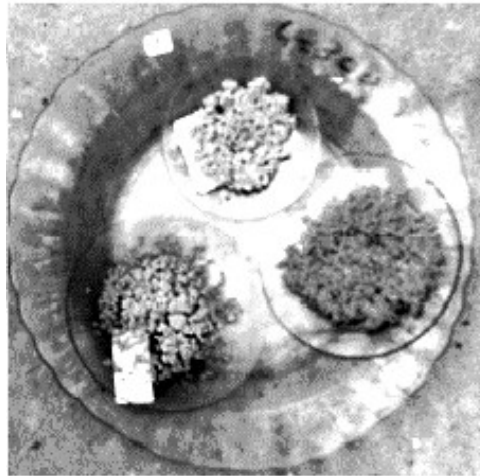
PENDAHULUAN

Fase gel dapat diartikan sebagai keadaan zat cair (*isotropic*) dan zat padat (fase kristalin), proses ini selain dikembangkan dalam teknologi nuklir juga banyak diaplikasikan untuk berbagai keperluan seperti teknologi pangan, elektronika, keramik dan optik. Transisi fase cair menjadi fase gel dapat disebabkan oleh faktor suhu (*thermotropic*), konsentrasi senyawa polar dengan pelarut (*lyotropic*) atau keduanya (*amphotropic*). Metode pembuatan gel yang berbentuk bola dilakukan dengan proses sol-gel, sehingga strukturmikro dan sifat fisis butiran yang dihasilkan setelah dipanaskan dapat dikontrol pada proses gelasi. Parameter proses yang menghasilkan butiran gel berbentuk bola di karakterisasi dengan mikroskop untuk mengetahui kualitas dan morfologi. Hal yang menarik untuk diamati pada pembuatan gel bentuk bola dengan proses sol-gel adalah terjadinya transformasi fase cair, gel dan padat. Masing-masing fase tersebut mempunyai sifat kimia dan fisis yang berbeda.

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengamati transformasi fase yang terjadi pada proses pembuatan kernel dengan proses sol-gel. Penelitian ini didasarkan hipotesis bahwa gel setelah dikeringkan kemudian dilakukan pemanasan pada suhu tinggi akan terjadi perubahan strukturmikro yang homogen dengan bentuk tetap stabil yaitu berbentuk bola⁽¹⁾.

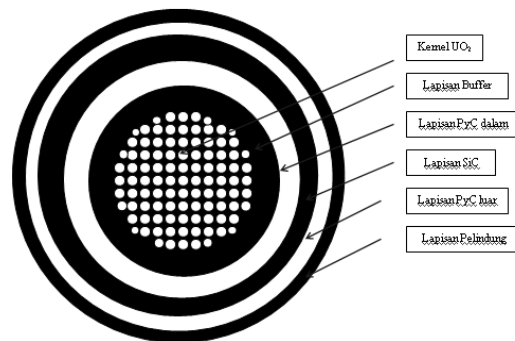
Tahap pertama dari proses sol-gel adalah pembuatan larutan sol, merupakan dispersi partikel padat dalam senyawa polimer dari suatu larutan dengan tingkat stabilitas tertentu dan dapat membentuk partikel *amorf*. Tahap kedua adalah pembentukan butiran gel, merupakan polimerisasi sol dengan tingkat kepadatan tertentu pada proses gelasi. Tahap ketiga adalah pengeringan, gel dipanaskan 100°C, gel akan mengalami pengurangan berat karena adanya penguapan air dan senyawa organik. Gambar 1 adalah gel hasil proses gelasi setelah dikeringkan pada suhu kamar (30°C) yang dibuat di laboratorium Bidang Kimia dan Proses Bahan. Tahap

keempat adalah pemanasan gel pada suhu tinggi, pada tahapan ini merupakan tahapan yang paling penting pada proses sol-gel karena terjadi perubahan fase, struktur kimia dan fisis yang kompleks untuk mendapatkan kernel dengan kerapatan tinggi. Selanjutnya butiran yang berbentuk bola dilakukan pelapisan untuk mengungkung reaksi fisi jika digunakan sebagai bahan bakar pada reaktor suhu tinggi^(2,3).



Gambar 1. Butiran-butiran gel setelah dikeluarkan dari kolom gelas.

Elemen bahan bakar reaktor suhu tinggi (HTR) terdiri dari partikel kernel yang menjadi inti bahan bakar, kemudian dilapisi dengan pyrokarbon (PyC) dengan kerapatan tinggi yang berfungsi untuk mengungkung tekanan gas hasil fisi. Partikel yang telah dilapisi PyC dilakukan pelapisan yang kedua menggunakan silikonkarbon (SiC) yang berfungsi untuk mengungkung produk fisi yang sangat aktif gerakannya seperti Ba, Sr, Cs dan Ag yang tidak efektif lagi jika hanya ditahan oleh lapisan PyC. Partikel setelah dilapisi SiC dilapisi lagi dengan PyC yang berfungsi melindungi pengaruh mekanik dari luar terhadap inti kernel sebagai bahan bakar⁽⁴⁾.



Gambar 2. Elemen kernel telah dilapisi PyC dan SiC

TATA KERJA

Bahan yang digunakan

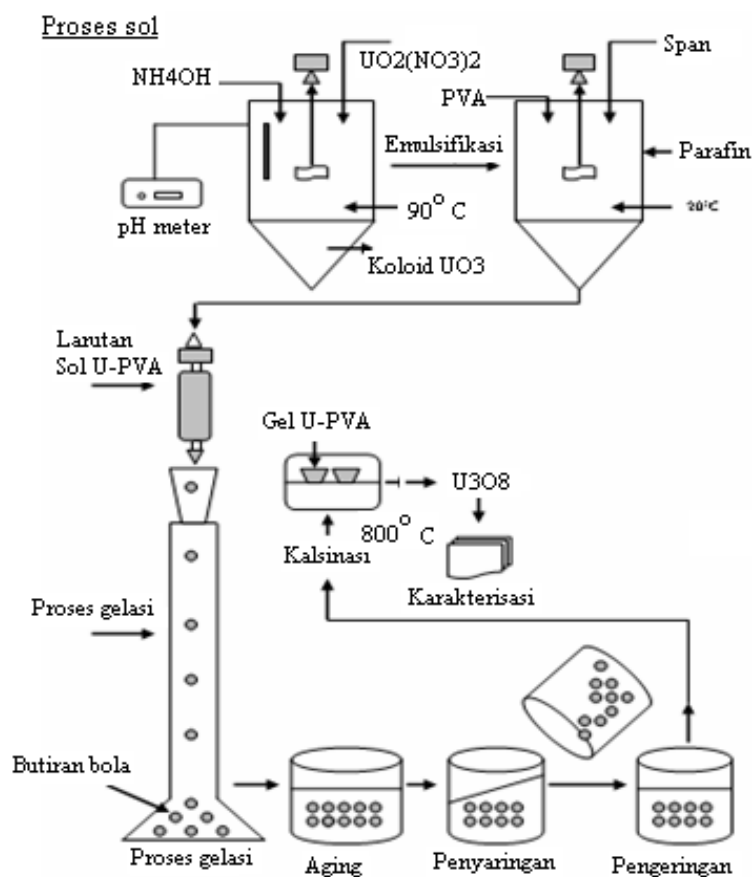
NH_4OH , $\text{UO}_2(\text{HNO}_3)_2$, H_2O , $(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n$, parafin, span, HNO_3 .

Alat yang digunakan

Neraca analitik, *magnetic stirrer*, tungku pemanas, Mikroskop Optik (MO), alat-alat gelas dan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

Cara kerja

- Larutan $\text{UO}_2(\text{HNO}_3)_2$ dengan konsentrasi uranium 400 g/l dipanaskan pada 70°C , ditambah NH_4OH sampai tampak terbentuk koloid.
- Larutan ditambahkan polivinil alkohol dan diaduk sampai homogen, dipanaskan sampai suhu 90°C , larutan dipeptisasi dengan menambahkan aditif span dan parafin untuk pembentukan emulsi. Hasil dari proses ini adalah larutan sol.
- Larutan sol diteteskan pada kolom gelas yang berisi medium NH_4OH untuk pembentukan bola-bola gel.
- Untuk mendapatkan bola-bola gel dengan kualitas yang baik dilakukan variasi konsentrasi media NH_4OH 2, 4, 6, 8 dan 10 N.
- Gel dikeringkan, kemudian dipanaskan dalam tungku kalsinasi pada suhu 100, 400, 600 dan 800°C selama 3 jam.
- Morfologi bentuk dan permukaan sampel diamati dengan mikroskop optik (MO) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM).
- Diagram proses pembuatan dan pemanasan gel dapat dilihat pada Gambar 3.



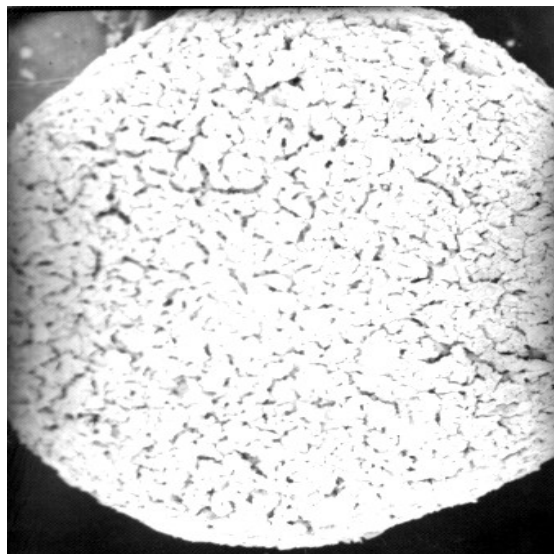
Gambar 3. Proses pembuatan gel dan pemanasan

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam proses gelasi media NH_4OH bereaksi dengan larutan sol menjadi amonium poliuranat berupa fase padat. Agar gel yang dihasilkan berbentuk bola (bulat) maka reaksi antara larutan sol dengan media NH_4OH harus berlangsung dengan cepat. Pengaruh variabel konsentrasi media NH_4OH pada pembentukan fase gel pada proses gelasi ditampilkan dalam Tabel 1.

Pembuatan gel bentuk bola

Variabel konsentrasi media NH_4OH dilakukan pada proses gelasi dimana media akan bereaksi dengan larutan sol menjadi amonium poliuranat. Perubahan konsentrasi media dilakukan untuk mendapatkan gel yang bulat dan tidak retak atau pecah setelah dikeringkan dan dipanaskan pada suhu tinggi. Dari penelitian yang telah dilakukan, maka pada konsentrasi media NH_4OH 2 N, reaksi larutan sol dengan media lambat sehingga gel yang dihasilkan bentuknya tidak bulat. Larutan sol saat diteteskan berbentuk bola dan setelah melewati media mengalami perubahan bentuk dari bulat menjadi tidak beraturan karena larutan tidak bereaksi secara sempurna dengan media. Pada konsentrasi media NH_4OH 4 N absorpsi lebih cepat tetapi pembentukan fase padat tidak sempurna, karena jika gel bertumbukan dengan gel yang lain butiran akan saling menempel (lengket), dan setelah dikeringkan dan dipisahkan akan mempunyai bentuk yang tidak sama. Pada konsentrasi media NH_4OH 6 N dalam proses gelasi terbentuk butiran bulat, setelah dipanaskan 600°C butiran gel mengalami retak-retak pada permukaannya, seperti ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Morfologi bentuk gel dengan SEM setelah dipanaskan 600°C , perbesaran 300 X.

Keretakan butiran gel disebabkan pada inti butiran masih ada senyawa uranil dan organik yang terkungkung dalam butiran dan belum bereaksi dengan amoniak pada proses gelasi. Bagian inti butiran menjadi porous sehingga waktu pemanasan pada suhu tinggi senyawa organik terurai menjadi gas dan mendesak ke permukaan butiran. Dengan konsentrasi media $\text{NH}_4\text{OH} \geq 8$ N reaksi tetesan larutan sol dengan amoniak terjadi dengan cepat dan simultan sehingga terbentuk butiran gel yang bulat dan mampat. Gel setelah dipanaskan sampai suhu 800°C bentuk butiran stabil dengan permukaan tidak tampak retak atau pecah.

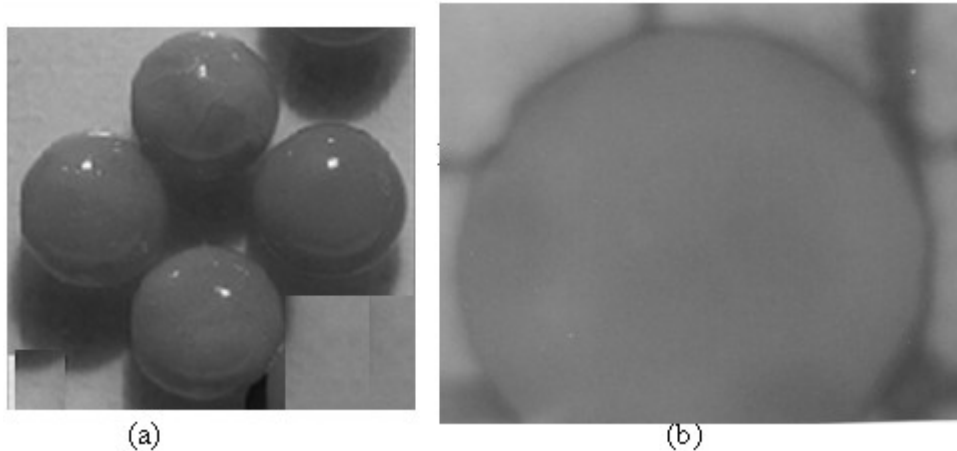
Tabel 1. Pengaruh konsentrasi media NH_4OH , gelasi dan suhu pemanasan terhadap bentuk dan kualitas gel.

Media NH_4OH , N	Bentuk gel hasil gelasi	Kualitas gel setelah dipanaskan, $^\circ\text{C}$			
		100	400	600	800
2	Tidak bulat	-	-	-	-
4	Lengket	-	-	-	-
6	Bulat	Stabil	Stabil	Retak	-
8	Bulat	Stabil	Stabil	Stabil	Stabil
10	Bulat	Stabil	Stabil	Stabil	Stabil

Karakterisasi butiran gel dengan MO dan SEM untuk melihat morfologinya pada setiap tahapan pemanasan dilakukan pada butiran yang terbentuk menggunakan media NH_4OH 8 N. Butiran gel yang dihasilkan dengan menggunakan media NH_4OH 8 N mempunyai kualitas yang baik karena setelah pemanasan sampai 800°C butiran tetap dalam kondisi stabil.

Karakterisasi MO dan SEM

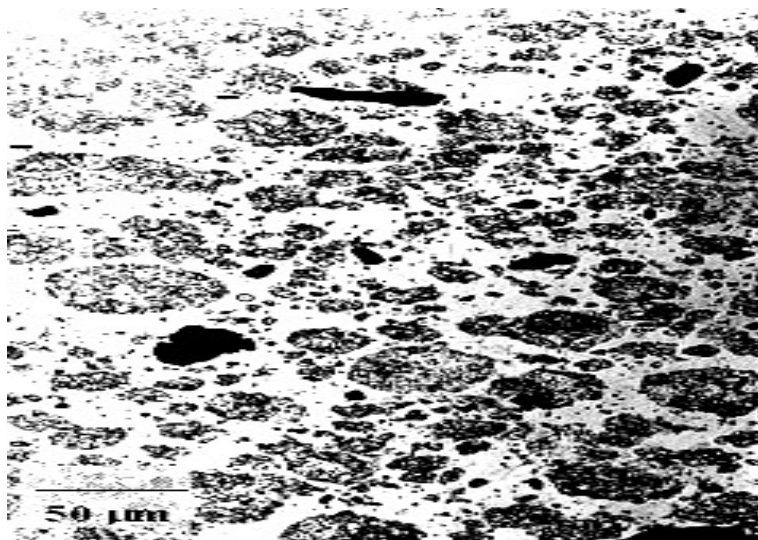
Gambar 5, 6, 7 dan 8 memperlihatkan morfologi bentuk dan permukaan butiran gel setelah dipanaskan mulai 100 sampai 800°C. Morfologi bentuk butiran gel hasil proses gelasi dengan konsentrasi media NH_4OH 8 N dan setelah dipanaskan 100°C adalah tahap proses pengeringan.



Gambar 5. Morfologi bentuk gel dengan MO setelah dipanaskan 100°C, pembesaran 30 X (a) dan 80 X (b).

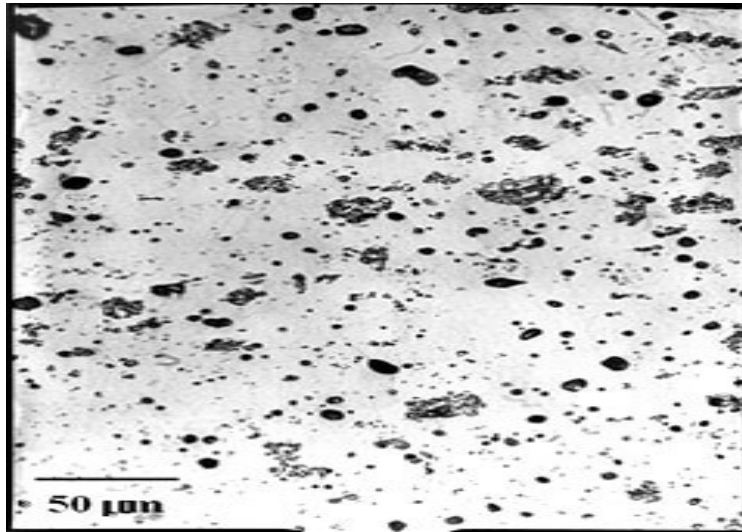
Selama pengeringan terjadi penguapan air dan senyawa organik, hal ini ditunjukkan adanya pengurangan massa dari bahan yang dipanaskan sebesar 7,93 %. Perlakuan panas pada suhu 100°C secara visual tampak tidak ada perubahan bentuk pada butiran gel, seperti terlihat pada Gambar 5. Pada pemanasan 100°C, air yang terkandung dalam gel akan menguap dan sisa senyawa organik terurai menjadi CO_2 dan H_2O .

Perlakuan panas pada suhu 400°C, gel berubah senyawa dari amonium poliuranat menjadi uranium trioksida (UO_3) dan kerapatan butiran mengalami kenaikan terhadap suhu pemanasan yang lebih tinggi. Secara visual dari foto SEM mikrografinya dapat dilihat pada Gambar 6, tampak morfologi permukaan butiran masih heterogen yaitu butiran yang mempunyai porositas yang tinggi. Untuk menurunkan porositas dilakukan dengan memanaskan gel pada suhu lebih tinggi, sehingga akan terjadi pertumbuhan butiran dan menutup permukaan yang terbuka. Hal tersebut dapat dilakukan jika butiran gel mempunyai kualitas yang baik yaitu butiran tidak pecah atau retak pada waktu pemanasan.



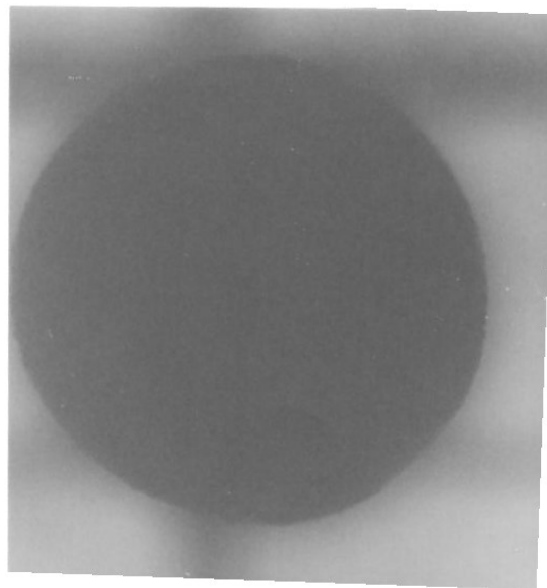
Gambar 6. Morfologi permukaan gel dengan SEM setelah dipanaskan 400°C, pembesaran 1000 X.

Pada pemanasan 800°C , butiran gel berubah senyawa dari UO_3 menjadi U_3O_8 dan terjadi peningkatan kerapatan pada butiran. Tampak dari foto SEM bahwa morfologi permukaan butiran tampak lebih homogen yaitu dengan tidak teramati porositas secara dominan di dalam struktur mikro butiran.



Gambar 7. Morfologi permukaan gel dengan SEM setelah dipanaskan 800°C , pembesaran 1200 X.

Dalam Gambar 7 ditunjukkan daerah hampir merata pada permukaan butiran gel. Butiran tampak tidak ada yang retak dan bentuknya tetap stabil (bulat) seperti Gambar 8.



Gambar 8. Morfologi bentuk gel dengan MO setelah dipanaskan 800°C , pembesaran 100 X.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan disimpulkan,

1. Pada proses gelasi tetesan larutan sol akan menghasilkan butiran gel berbentuk bola (bulat) jika konsentrasi media NH_4OH 8 – 10 N.
2. Dengan kenaikan suhu pemanasan terhadap bentuk dari hasil pemotretan dengan MO dan SEM menunjukkan bentuk yang stabil (bulat). Sedangkan pada struktur mikro permukaan, makin tinggi suhu pemanasan porositas permukaan gel makin berkurang dan tampak tidak ada keretakan.

3. Morfologi bentuk dan permukaan gel setelah di panaskan pada suhu 800°C menunjukkan bentuk yang bulat dan tampak tidak pecah, permukaan yang homogen.

DAFTAR PUSTAKA

1. MILLER. R.S., O'LEARY, J, "*Primary Characterization and Standarization of Uranium and Thoria Powder for Extrusion*", Allis Chalmer, Manufacturing Company, Nuclear Powder Dept. Oak Ridge National Laboratory, USA, December, 1967.
2. CHARLES. KM, et al, "*Magnetic resonance as a structural probe of a uranium of a uranium (VI) sol-gel process*", Mat.Res.Soc.Symp.Proc.Vol.180, Columbia, 1990.
3. SURYAWAN. I, GIRI SLAMET, "Pengaruh Konsentrasi Polivinil Alkohol dan Jumlah Span Terhadap Bentuk dan Ukuran Butiran Microsphere Gel", Prosiding Seminar Nasional Pertemuan dan Presentasi Pranata Nuklir, Yogyakarta, 2004, 99-102.
4. MC BRIDE.J.P, "*Laboratori Studies of Sol-Gel Processes at the Oak Ridge National Laboratory*", ORNL-T-M,1980.