



Pengaruh Tingkat Kemurnian Bahan Baku Alumina Terhadap Temperatur Sintering dan Karakteristik Keramik Alumina

Jarot Raharjo^{1*}, Sri Rahayu¹ dan Tika Mustika¹

¹Pusat Teknologi Material, Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi, Gedung 224 Kawasan Puspiptek, Tangerang Selatan – Banten 15314

*E-mail: jarot.raharjo@bppt.go.id

Abstract

The influences of the purity of alumina to the sintered properties of alumina have been successfully investigated. Two types of alumina i.e., α -alumina PA (99% alumina) and technical alumina were used in this research. Various temperature sintering used in this research were 1250, 1350, 1450, 1550, and 1600°C. The powders were prepared by using wet milling method and ethanol used as a solution in a planetary ball mill. The green body was pressed at 12 metric ton of pressure. The shrinkage, density, porosity, hardness and fracture toughness of the sintered pellets were measured, and the microstructure of fractures pellets was observed by SEM. From the characterization found that the temperature sintering affected to the densification and properties of alumina, and the other hand the purity of raw material can affected to the temperature sintering of alumina ceramics. The optimum properties of α -alumina PA ceramics at 1600°C resulted the density 3.489 gr/cm³, the hardness 1668 VHN, and the fracture toughness 5.774 MPa m^{1/2}. However for the alumina technique ceramics resulted density level 3.082 gr/cm³, the hardness 999 VHN and fracture toughness 1.545 MPa m^{1/2}.

Keywords : α -alumina PA, technical alumina, temperature sintering, ceramics density, vickers hardness

Pendahuluan

Alumina (Al₂O₃) merupakan material yang sering digunakan dalam berbagai aplikasi karena mempunyai sifat fisika dan kimia yang tinggi, seperti kekuatan yang sangat tinggi, sangat keras, isolasi elektrik yang baik, ketahanan panas yang tinggi, temperatur lebur yang tinggi, ketahanan abrasi dan korosi yang tinggi. Bahkan dalam beberapa tahun terakhir, permintaan alumina dengan kemurnian tinggi berkembang pesat diberbagai sektor seiring dengan meningkatnya pertumbuhan mobil, komputer, semikonduktor, dan sektor lain.

Beberapa cara digunakan untuk mengurangi temperatur sintering keramik alumina antara lain: memperkecil ukuran butiran hingga ukuran nano, atau dengan menambahkan bahan aditif yang memiliki titik lebur yang lebih rendah dari alumina (Rais, 2007) Beberapa variabel yang mempengaruhi mikrostruktur dan sintering ada dua, yaitu variabel material dan variabel proses. Variabel material atau variabel yang berkorelasi dengan bahan dasar meliputi Serbuk (ukuran, bentuk, distribusi ukuran, aglomerasi, distribusi jenis material dll) dan chemistry (komposisi, impuritas, non-stokiometri, dll). Variabel proses atau variabel yang berhubungan dengan sintering meliputi temperatur, waktu, tekanan, atmosfer, heating dan cooling rate (Suvaci, 2008)

Sintering merupakan proses pemadatan material serbuk dengan cara membentuk ikatan batas butir antar serbuk penyusunnya. Ikatan antar butir terjadi akibat pemanasan dengan atau tanpa penekanan dan temperatur sintering yang diatur di bawah temperatur leleh dari partikel penyusunnya. Adapun mekanisme sintering yang terjadi dimulai dengan adanya kontak antara butir yang dilanjutkan dengan pelebaran titik kontak akibat proses difusi atom-atom (Daniel, 2011). Difusi yang berlebihan menyebabkan penyusutan volum pori yang terjadi selama proses sintering berlangsung. Temperatur sintering untuk densifikasi alumina meningkat seiring dengan peningkatan kemurnian alumina. Penelitian terbaru menyatakan bahwa serbuk alumina kemurnian tinggi yang dibuat dengan metode kimia memungkinkan alumina untuk disinter pada temperatur dibawah 1600°C (Rao, 2003)

Pada penelitian ini, riset akan difokuskan untuk mengetahui pengaruh tingkat kemurnian bahan baku alumina terhadap temperatur sintering dan karakteristik keramik alumina. Alumina disinter pada rentang temperatur 1250°C hingga 1600°C dalam lingkungan normal. Digunakan 2 jenis alumina yaitu alumina kemurnian tinggi dan alumina teknis. Dilakukan karakterisasi untuk mengetahui sifat fisis, sifat mekanis serta struktur mikro dari alumina, meliputi pengukuran densitas/porositas, pengukuran kekerasan dan fracture toughness, serta observasi struktur mikro menggunakan SEM.



Metodologi

Pada penelitian ini bahan baku yang digunakan adalah serbuk $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 99% dengan ukuran 0,140 mm (100 mesh) dan serbuk $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ teknis 0,020 mm (625 mesh). Larutan Poly Vinyl Alcohol (PVA) dan Poly Etylen Glycol (PEG) ditambahkan kedalam campuran serbuk sebagai binder dan pelumas. Serbuk $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ dicampur dengan PVA – PEG dengan jumlah tertentu, setelah itu dicetak dengan metoda *cold press* pada tekanan 12 metric ton. Sampel yang telah siap kemudian di *sintering* dengan variasi temperatur sintering 1250, 1350, 1450, 1550 dan 1600 °C.

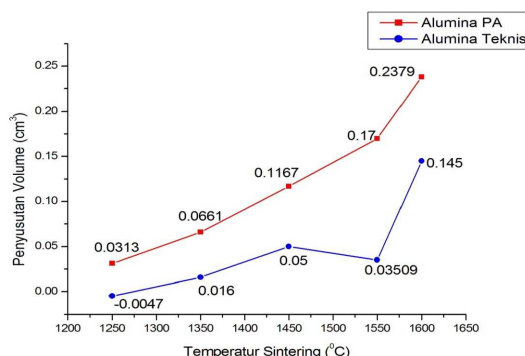
Pengukuran *shrinkage* diukur sebelum dan setelah sampel mengalami proses *sintering*. Pengujian densitas dan porositas mengacu pada metoda Archimedes. Sedangkan Uji kekerasan *Vickers* mengacu kepada ASTM C1327 menggunakan alat *Microhardness Struers DuraScan-10*. *Fracture toughness* (K_{IC}) didapatkan dari teknik indentasi dengan beban 10 kg dan dihitung berdasarkan formula sebagai berikut:

$$K_{IC} = 0.941 P_c^{-\frac{1}{2}} (MPa m^{\frac{1}{2}}) \quad (1)$$

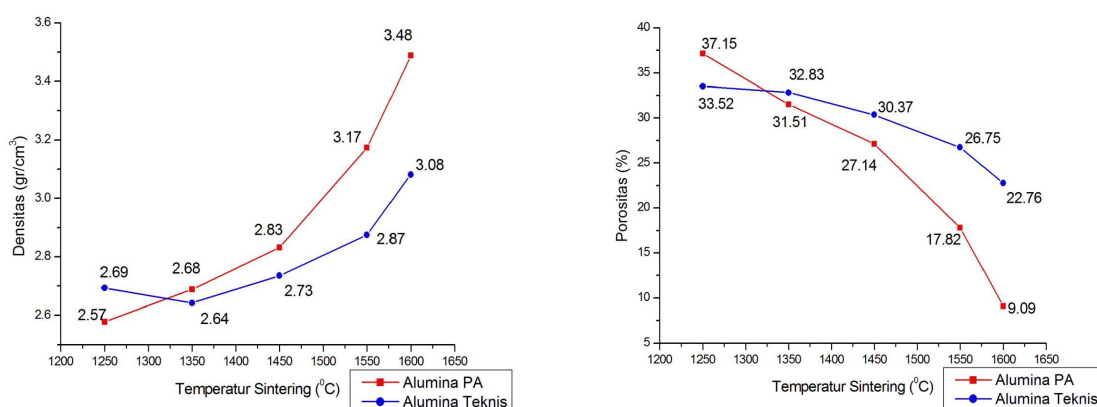
Dimana P merupakan beban indentasi (N) dan c merupakan panjang retakan (m) yang diukur mempergunakan mikroskop optik. Pengamatan mikrostruktur dan analisa bahan diteliti menggunakan *scanning electron microscopy* (SEM) JEOL.

Hasil dan Pembahasan

Grafik pada gambar 1 menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur *sintering* maka penyusutan yang terjadi akan semakin tinggi. Penyusutan yang terjadi pada keramik alumina disebabkan oleh proses densifikasi selama proses *sintering* (Simanjuntak, 2011). Semakin tinggi temperatur *sintering* maka nilai penyusutannya semakin meningkat. Hal ini dikarenakan oleh transport massa (difusi) atom antar partikel yang menyebabkan terbentuknya butir dan eliminasi pori (Anggono *et al*, 2008). Pada grafik tersebut juga terlihat bahwa penyusutan keramik alumina PA lebih besar dibandingkan dengan penyusutan yang terjadi pada keramik alumina teknis. Hal ini disebabkan karena proses densifikasi yang terjadi pada keramik alumina PA lebih cepat terjadi dibandingkan dengan dengan keramik alumina teknis sehingga penyusutan yang terjadi lebih besar.



Gambar 1. Grafik Perbandingan Penyusutan Keramik Alumina PA dan Alumina Teknis

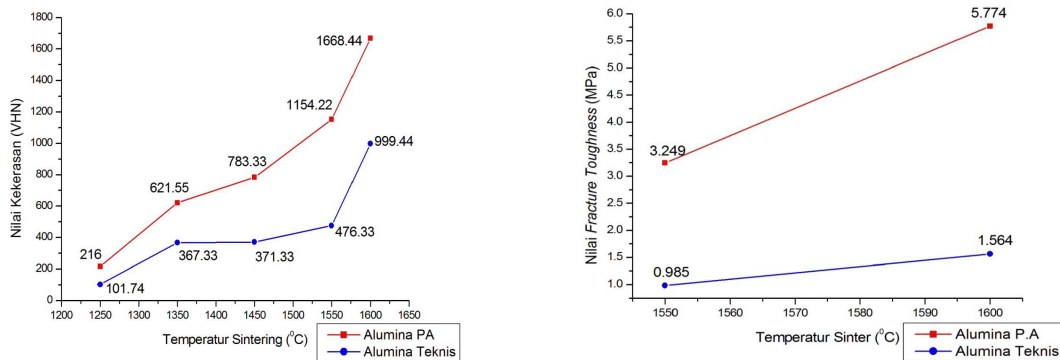


Gambar 2. Grafik Perbandingan Densitas dan Porositas Antara Keramik Alumina PA dan Alumina Teknis

Grafik pada gambar 2 menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur *sintering* maka densitas yang terjadi akan semakin tinggi namun sebaliknya nilai porositas yang terjadi akan semakin rendah. Meningkatnya temperatur sintering mencapai 1600°C, menyebabkan terjadinya sintering antar butir yang menyebabkan penyusutan serta

peningkatan rapat massa (densitas), hal tersebut menjadi pertanda bahwa proses tahapan lanjut *sintering* telah berlangsung (German, 1994). Selain dari pada itu peningkatan nilai densifikasi dapat menyebabkan pori mengecil, sehingga porositas yang terjadi akan semakin berkurang seiring dengan tingginya temperatur *sintering* yang dipergunakan.

Besar butir yang berbeda diantara alumina PA dan alumina teknis menjadi penyebab berbedanya hasil sintering. Ukuran butir alumina PA yang digunakan adalah 150 μm sedangkan alumina teknis 20 μm . Selain itu, distribusi sebaran ukuran butir alumina PA jauh lebih seragam dibanding alumina teknis. Disamping itu, nilai densitas bahan baku alumina PA yang digunakan sudah sejak awal lebih besar daripada alumina teknis. Adanya impuritas dan ketidakhomogenan butiran alumina yang digunakan dapat menyebabkan pertumbuhan butir yang tidak normal, hal tersebutlah yang ditengarai menjadi penyebab tingginya nilai porositas keramik alumina teknis (Cho et al, 2000; Sone et al, 2001).

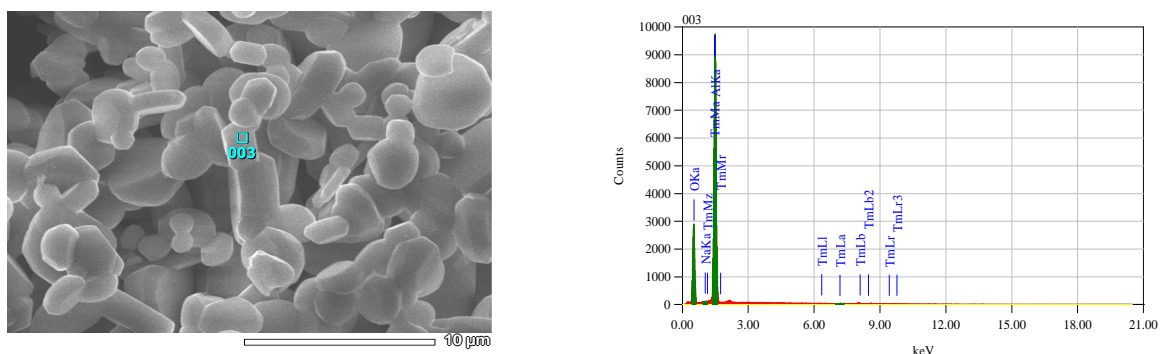


Gambar 3. Grafik Kekerasan dan *FractureThougness*

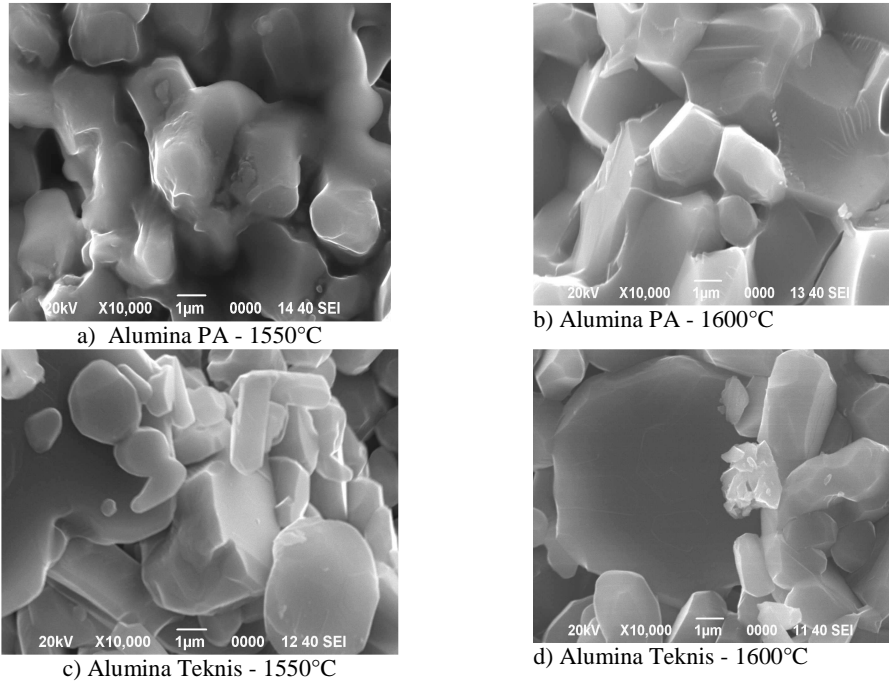
Grafik pada gambar 3 menunjukkan bahwa nilai kekerasan (*hardness*) meningkat dengan peningkatan temperatur sintering sebagai akibat dari peningkatan densitas (*relative sintering density*) (Heidy, 2013) Kekerasan tertinggi diperoleh saat temperatur sintering 1600°C masing-masing pada alumina PA dan teknis (1621.8 VHN dan 950.33 VHN). Hal tersebut terjadi karena struktur keramik alumina pada temperatur sintering 1600°C lebih padat dan kuat. Rendahnya nilai kekerasan pada temperatur sintering di bawah 1600°C dimungkinkan karena proses densifikasi sampel belum sempurna pada temperatur rendah sehingga mengakibatkan porositas sampel sangat tinggi. Hal inilah yang mengakibatkan harga kekerasan sampel pada temperatur 1250°C, 1350°C, 1450°C sangat kecil karena pada sampel banyak terdapat pori. Pada grafik tersebut juga memperlihatkan kecenderungan semakin tinggi tingkat kemurnian bahan alumina maka nilai kekerasan keramik alumina akan semakin tinggi (Rao, 2003).

Pada grafik *fracture toughness* menunjukkan bahwa tingginya kadar kemurnian bahan alumina dapat meningkatkan nilai *fracture toughness* keramik (Bai, 2009). Selain itu, nilai *fracture toughness* juga meningkat seiring peningkatan temperatur *sintering*. Nilai *fracture toughness* keramik alumina yang disintering pada temperatur 1600°C memiliki nilai *fracture toughness* yang lebih besar dari keramik yang disintering pada temperatur 1550°C. Nilai *fracture toughness* keramik alumina PA yang disintering pada 1600°C dan 1550°C adalah 5.774 MPa $\text{m}^{1/2}$ dan 3.249 MPa $\text{m}^{1/2}$. Sedangkan nilai *fracture toughness* keramik alumina teknis pada temperatur 1600°C dan 1550°C sebesar 1.564 MPa $\text{m}^{1/2}$ dan 0.985 MPa $\text{m}^{1/2}$.

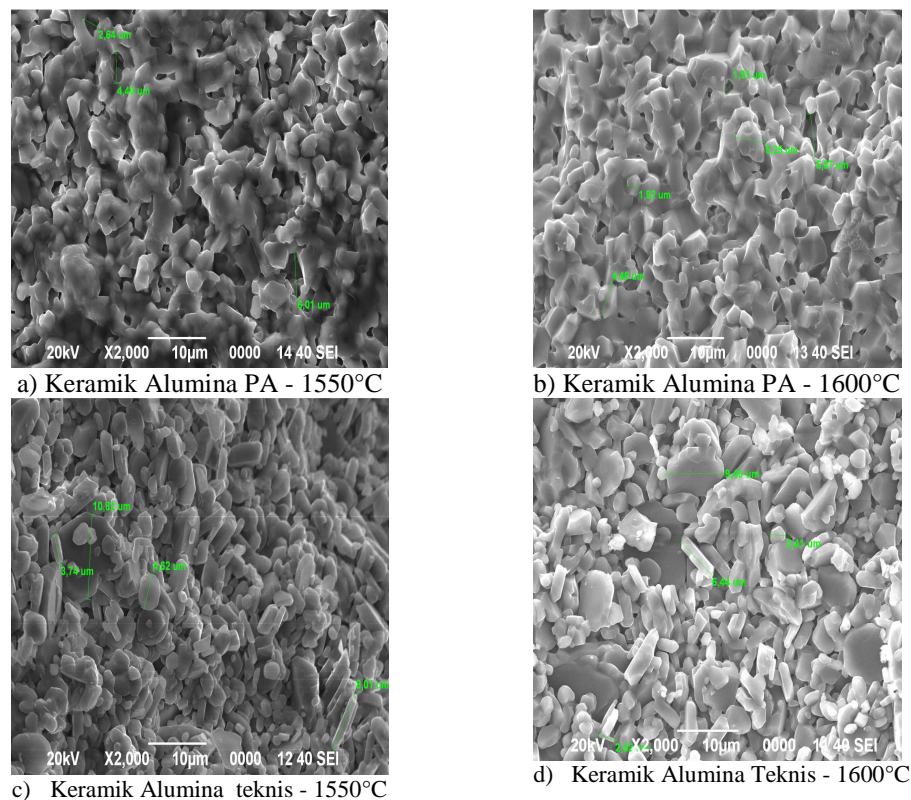
Hasil identifikasi elemen pada gambar 3 mengindikasikan bahwa serbuk alumina teknis mengandung unsur Al dan O, juga mengandung unsur Na (9.63%) dan Tm (1.73%). Hal ini menunjukkan bahwa serbuk alumina teknis memiliki beberapa impuritas. Impuriti di dalam keramik alumina itu sedniri dapat berpengaruh pada densitas keramik alumina (*accuratus*), hal tersebut sesuai dengan nilai densitas dari keramik alumina teknis jika dibandingkan dengan nilai densitas dari alumina PA.



Gambar 4. Hasil identifikasi elemen serbuk alumina teknis dengan SEM-EDX



Gambar 5. Cross Section keramik alumina PA dan alumina teknis- perbesaran 10.000x.



Gambar 6. Cross Section Keramik alumina PA dan alumina teknis- perbesaran 2.000x

Hasil pengamatan terhadap daerah cross section sampel keramik alumina PA dan alumina teknis setelah proses sintering pada temperatur 1550°C dan 1600°C (gambar 5), memperlihatkan struktur leher (neck) antar butir yang terbentuk setelah sintering dan memberikan gambaran distribusi partikel yang bersintering maupun distribusi pori yang ada. Keramik alumina PA dan alumina teknis yang disintering pada temperatur 1550°C masih banyak terdapat rongga atau pori. Foto SEM tersebut juga menunjukkan kerapatan partikel yang berbeda antara keramik alumina PA dan alumina Teknis. Pada keramik alumina PA setelah sintering 1550°C sudah banyak terjadi pertumbuhan leher



(neck formation) bahkan beberapa partikel sudah mulai bersatu membentuk partikel berukuran besar namun masih terdapat pori yang belum tertutup seperti yang terlihat pada gambar 5 dan 6, hal tersebut mengindikasikan bahwa proses *sintering* tahap lanjut telah berlangsung. Sementara pada keramik alumina teknis yang disintering pada temperatur 1550°C menunjukkan bahwa proses *sintering* masih dalam tahap awal hal tersebut ditunjukkan oleh beberapa pertumbuhan leher yang belum terlihat dan masih terlihat banyak pori. Hal ini juga dibuktikan pada pengukuran densitas (berat jenis) keramik alumina PA dan alumina teknis dari pengamatan struktur mikro membuktikan bahwa proses sintering keramik alumina teknis baru ditahap awal pada temperatur 1550°C , besarnya ukuran dan distribusi butir alumina teknis juga menyebabkan proses sintering berjalan lebih lambat dibandingkan keramik alumina PA.

Hasil *sintering* keramik alumina PA pada temperatur *sintering* 1600°C memperlihatkan bahwa proses *sintering* tahap akhir mulai terjadi hal tersebut ditandai oleh adanya partikel-partikel kecil yang bergabung dengan partikel besar disekelilingnya sehingga terbentuk poros tertutup dan berkurang secara perlahan. Berbeda halnya dengan gambar struktur mikro keramik alumina PA, keramik alumina teknis memperlihatkan tahapan proses *sintering* pada tahap lanjut hal tersebut ditandai oleh adanya pertumbuhan leher yang semakin banyak terjadi bahkan beberapa butir sudah terlihat bergabung menjadi partikel yang lebih besar namun masih menyisakan pori yang cukup besar. Hal ini dibuktikan dengan pengujian porositas keramik alumina teknis sebesar 22.76%.

Kesimpulan

Dari hasil penelitian keramik alumina PA dan keramik alumina teknis dengan metode metalurgi serbuk, maka dapat ditarik kesimpulan bahwa :

1. Kemurnian bahan baku alumina berpengaruh terhadap temperatur sintering keramik alumina. Dimana semakin tinggi tingkat kemurnian bahan alumina, maka semakin rendah temperatur sintering keramik alumina.
2. Tingkat kemurnian bahan alumina berpengaruh terhadap sifat fisis dan sifat mekanis alumina, dimana semakin tinggi tingkat kemurnian bahan alumina dihasilkan keramik alumina dengan nilai densitas, nilai kekerasan dan nilai fracture toughness yang lebih tinggi, serta nilai porositas yang lebih rendah. Alumina PA memiliki nilai densitas, nilai kekerasan dan nilai fracture toughness yang lebih tinggi dibandingkan dengan alumina teknis.
3. Karakteristik tertinggi keramik α -alumina PA dicapai pada saat temperatur sintering 16000C dengan densitas 3.489 g/cm^3 , nilai kekerasan 1668 VHN dan ketangguhan retak (fracture toughness) $5.774\text{ MPa m}^{1/2}$. Karakteristik tertinggi keramik alumina teknis dicapai pada temperatur sinter 16000C dengan densitas 3.082 gr/cm^3 , nilai kekerasan 999 VHN dan ketangguhan retak (fracture toughness) $1.564\text{ MPa m}^{1/2}$.

Ucapan Terimakasih

Ucapan terimakasih yang sebesar-besarnya diucapkan kepada Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi atas dana riset yang telah diberikan melalui Program Rekomendasi Teknik Material Armor untuk Alutsista Tahun 2014. Terimakasih banyak kepada Putri Mawardani, S.Si yang telah banyak membantu dalam terlaksananya penelitian ini.

Daftar Notasi

P = beban indentasi [N]

C = panjang retakan [m]

K_{ic} = ketangguhan retak [$\text{Mpa.m}^{1/2}$]

Daftar Pustaka

- Abdullah, Mikrajuddin and Khairurrijal. 2009. *Review : Karakteristik Nanomaterial. Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi. Vol 2 No. 1, Februari 2009.* Bandung : Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi.
- Adnyana, D.N., *Aluminium dan Aplikasinya*, Depok : Universitas Indonesia.
- Anggono, Juliana. 2008. *Penyusutan dan Densifikasi Keramik Alumina: Perbandingan Antara Hasil Proses Slip Casting dengan Reaction Bonding*, Surabaya : Universitas Kristen Petra.
- Anggraeni, Desi Nuha. 2008. *Analisis SEM dalam Pemantauan Proses Oksidasi Magnetite menjadi Hematite*, Seminar Nasional VII Rekayasa dan Aplikasi Teknik Mesin di Industri. Bandung: ITN.
- Anonim. *Aluminium Oxide, Al₂O₃ Ceramics Properties*. Pada <http://accuratus.com>, diakses pada 17 April 2014, pukul 12.46 wib
- Anonim. *Aplikasi Komposit Alumina Berpenguat Al₂O₃ Pada Temperatur Tinggi*. Pada <http://gogetitnararia.wordpress.com/2012/03/13/aplikasi-komposit-alumina-berpenguat-al2o3-pada-temperatur-tinggi-dengan-sumber> Cecilia Borgonovo. 2010. "Thesis : Aluminium Nano-composite for Elevated Temperatur Application, diakses pada 1 Maret 2014, pukul 13.27





- Anonim. *Sintering*. Pada <http://en.wikipedia.org/wiki>, diakses pada 28 Maret 2014, pukul 10.15
- Anonim. *Uji Kekerasan Vickers*, pada <http://teknik-mesin1.blogspot.com/2011/06/uji-kekerasan-vickers.html>, diakses pada 12 Juli 2014 pukul 15.28
- Bai, P., and Y. Li. 2009. *Study On High Temperature Sintering Processes of Selective Laser Sintered Al₂O₃/ZrO₂/TiC Ceramics*. China : *Jurnal Science of Sintering*, **41** (2009) 35-41.
- Boch, Philippe and Jean Claude Niepce. 2007. *Ceramic Materials Processes, Properties and Applications*, USA : ISTE.
- Calister, William. 2003. *Material and Science Engineering : An Introduction*, 6th edition. John Wiley & Sons, Inc., 2003
- Dieter, George. 1987. *Mechanical Metallurgy*. Mc. Grow Hill Book Co.
- Fujiwara, Shinji., et al. 2007. *Development of New high-Purity Alumina Vol. I*, Sumitomo Kagaku.
- Handoyo, Haries. 2009. *Pembuatan Keramik dengan Metode Metalurgi Serbuk*. Yogyakarta.
- Ismunandar. *Keramik*. Pada <http://kimianet.lipi.go.id>, diakses pada 6 Juli 2014, pukul 16.05.
- Johan, Akmal. 2009. *Karakterisasi Sifat Fisik dan Mekanik Bahan Refraktori α -Al₂O₃ Pengaruh Penambahan TiO₂*. Sumatra Selatan : Jurnal Penelitian Sains Publisher.
- Johnson, William B. and Alan S. Nagelberg. 1995. *Phase Diagram in advance ceramics : Application of Phase to the Production of Advance Composite*, Delaware : Academic Press Inc.
- Mustain, Muhammad. 2012. *X-Ray Diffraction (XRD)*. Surakarta : Universitas Sebelas Maret.
- P, Tumpal., et al. 2004. *Pembuatan dan Karakterisasi termal Keramik Alpha-Alumina*, Serpong: Prosiding Pertemuan ilmiah Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan.
- Pulgarin, Heidy L. Calambás., and Maria P. Albano. 2013. *Sintering, Microstructure and Hardness of Different Alumina Composite*. *Ceramics Internasional* 40 (2014) 5289-5298. Elsevier. Diakses melalui www.sciencedirect.com.
- Rais, Muhammad. 2007. *Studi Analisis Simulasi tentang korelasi Temperatur Sintering dan Presentase Aditif Mulut dengan Sifat Mekanik Keramik Alumina*, Medan : USU
- Ramlan, et al. 2007. *Pembuatan Keramik Beta Alumina (Na₂O-Al₂O₃) dengan Aditif MgO dan Karakterisasi Sifat Fisis serta Struktur Kristalnya*, Vol 7 No. 1, Juni. Serpong: Jurnal Fisika Himpunan Fisika Indonesia Publishing.
- Randal. 1991. *Fundamental of Sintering. Engineering Material Handbook Vol. 4*, USA : ASM Internasional Handbook Committee.
- Rao, Pinggen., et al. 2003. *Mechanical and Wear Properties of Low Temperatur Sintered High Purity α -Al₂O₃ Ceramics*, (Jepang : Osaka National Research Institute.
- Rusianto, Toto. 2009. *Hot Pressing Metalurgi Serbuk Aluminium dengan Variasi Temperatur Pemanasan*, Jurnal Teknologi Indonesia, Vol. 2 No. 1. (Yogyakarta : AKPRINDO.
- Setiawan, Putu Aditya. *Fracture Toughness*, pada <http://putukebaronga.blogspot.com/2011/05/fracture-toughness.html> diakses pada 28 Agustus 2014 pukul 11.40 WIB
- Setyadhani, Riana Tri. *X-Ray Diffraction (XRD)*, pada <http://rianudz.blog.uns.ac.id/2012/12/28/x-ray-diffraction-xrd>, diakses pada 12 Juli 2014, pukul 12.49
- Shackelford, James F and Wiliam Alexander. 2001. *Material Science and Engineering Handbook Third Edition*. USA : CRC Press LLC
- Sijabat, Kaston. 2008. *Pembuatan Keramik Paduan Cordierit-Alumina Sebagai Bahan Refraktori dan Karakterisasinya*. Medan : USU.
- Silalahi, Marzuki. 2009. *Pembuatan Tabung Keramik β "-Alumina*, JUSAMI Vol. 10, No. 3, Juni. Serpong : Jusami press.
- Simanjuntak, Rikardo. 2010. *Pembuatan dan Karakterisasi Keramik Konstruksi dengan Memanfaatkan Limbah Padat Pulp dengan Bahan Baku Kaolin Surabaya*. Medan : Universitas Sumatera Utara.
- Smallman, R.E. 2001. *Metalurgi Fisika Modern & Rakayasa Material*. Jakarta : Erlangga.
- Subekti, Daniel. 2011 *Analisa Sifat Fisik, Sifat Mekanik, Struktur produk Proses indirect Pressureless Sintering Berbahen Serbuk Ni dan Sifat Termal Berbahen Serbuk Cu Dengan Supporting Powder Besi Cor*. Semarang : Fakultas Teknik Universitas Diponegoro. Diakses melalui http://eprints.undip.ac.id/41328/2/halaman_isi.pdf, pada 13 Agustus 2014, pukul 14.43



Lembar Tanya Jawab

Moderator : Suhartono (Universitas Jenderal Ahmad Yani Bandung)

Notulen : Handrian (Teknik Kimia UPN "Veteran" Yogyakarta)

1. Penanya : Adi Ilcham (Teknik Kimia UPN "Veteran" Yogyakarta)
Pertanyaan : Bahan ini lolos uji tembak, panel ini arahnya akan kemiliter atau bisa untuk bidang lain
Jawaban : Salah satu panel ini bertujuan ntuk pelapis kendaraan baja/ tank, agar bisa dan layak diproduksi massal. Saat ini mitra kami untuk diisi kendaraan fungsi khusus PT. Pindad
2. Penanya : Suhartono (Universitas Jenderal Ahmad Yani Bandung)
Pertanyaan : Bagaimana faktor *shrinkage* (penyusutan) terhadap suhu sintering? Dan apakah dampaknya berpengaruh besar?
Jawaban : Pengaruh *srhinkage* masih rendah sehingga tidak masalah terhadap produk

