



## PROSES SINTERING KERAMIK SISTEM $Al_2O_3 - Al_2TiO_5$ DAN KARAKTERISTIKNYA

Muljadi<sup>1)</sup>, Budiarto<sup>2)</sup>

1) Puslitbang Fisika Terapan – LIPI, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang

2) Puslitbang Iptek Bahan – BATAN, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang

### ABSTRAK

**PROSES SINTERING KERAMIK SISTEM  $Al_2O_3 - Al_2TiO_5$  DAN KARAKTERISTIKNYA.** Pada penelitian ini telah dilakukan proses sintering keramik yang strukturnya kristalnya terdiri dari sistem  $Al_2O_3 - Al_2TiO_5$  dengan menggunakan bahan baku: serbuk  $\gamma - Al_2O_3 = 61,46$  % berat dan  $TiO_2 = 38,54$  % berat. Proses sintering dilakukan pada berbagai suhu ( 1250 – 1600 C ). Sampel yang telah dibakar pada berbagai suhu dikarakterisasi yaitu : analisa perubahan ° fasa dengan XRD, pengukuran sifat-sifat fisis ( densitas, porositas dan susut bakar ), termal ekspansi, serta pengukuran kekuatan patah ( bending strength ). Dari hasil analisa XRD dapat diketahui suhu mulai pembentukan sistem fasa  $Al_2O_3 - Al_2TiO_5$  adalah 1300°C. Dari hasil karakterisasi sifat fisis, termal dan mekanis maka keramik tersebut memiliki suhu sintering yang optimal antara 1550 – 1600°C .

### ABSTRACT

**CHARACTERISTIC AND SINTERING PROCESS OF CERAMIC SYSTEM OF  $Al_2O_3 - Al_2TiO_5$ .** Ceramic with structure of system  $Al_2O_3 - Al_2TiO_5$  has been made on this research with composition  $\gamma - Al_2O_3 = 61,46$  % wt. ,  $TiO_2 = 38,54$  % wt. The samples were sintered at various temperature( 1250 – 1600 C ), then characterized : phase analysis with XRD, measuring of physical properties ( density, porosity and firing shrinkage ), thermal expansion and bending strength. The result of XRD shows that ceramic with phase system of  $Al_2O_3 - Al_2TiO_5$  is formed start at 1300 °C. According to the results of characterization show that sintering temperature of those ceramic is about 1550 – 1600°C .

### PENDAHULUAN

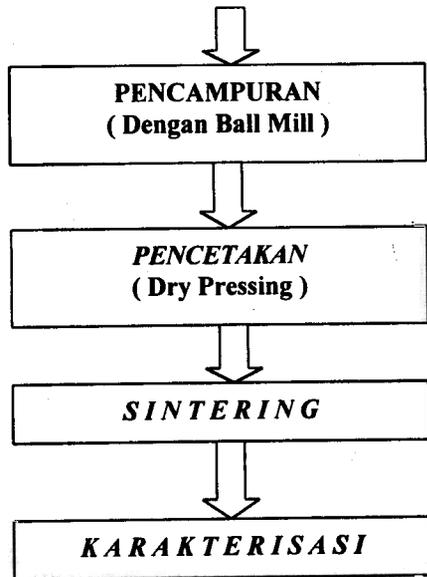
Senyawa alumina ( $Al_2O_3$ ) dan aluminium titanat ( $Al_2TiO_5$ ) tergolong material keramik oksida yang memiliki sifat ketahanan terhadap suhu tinggi, serta titik leburnya cukup tinggi yaitu masing-masing 2015 °C dan 1875 °C [1]. Khususnya untuk alumina memiliki kekuatan mekanik (bending strength) yang cukup tinggi yaitu 200 – 400 MPa dan koefisien termal ekspansinya juga relatif tinggi yaitu sekitar  $(7 - 8) \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  [2]. Sedangkan aluminium titanat memiliki kekuatan mekanik yang lebih rendah tetapi nilai koefisien termal ekspansinya jauh lebih kecil yaitu mendekati zero dibandingkan dengan alumina, sehingga penggunaannya cukup baik untuk suhu tinggi [3]. Dengan menggabungkan senyawa alumina ( $Al_2O_3$ ) tersebut dalam suatu struktur keramik aluminium titanat ( $Al_2TiO_5$ ) akan didapat material keramik dengan kekuatan mekanik yang tinggi serta koefisien termal ekspansi yang cukup rendah. T. Sugiyama dan H Takashima telah mencoba mengembangkan komposit keramik  $Al_2TiO_5$  - clay (*alumina silicate*), dan ternyata pada suhu sintering 1500 °C diperoleh keramik dengan

kekuatan patah sekitar 130 MPa dan koefisien termal ekspansinya sekitar  $5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  [4]. Pada penelitian ini dicoba membuat keramik yang strukturnya berupa sistem  $Al_2O_3 - Al_2TiO_5$  dari campuran bahan baku  $Al_2O_3$  dengan  $TiO_2$  serta melakukan proses sinteringnya. Proses sintering pada pembuatan keramik merupakan tahapan yang penting dan berpengaruh terhadap kualitas produk keramik. Sintering adalah proses pemadatan sekumpulan serbuk pada suhu yang tinggi dibawah titik leburnya. Suhu sintering sangat dipengaruhi komposisi bahan, ukuran butiran dan atmosfer ruang pembakaran. Pada penelitian ini dicoba untuk melakukan sintering keramik yang memiliki struktur fasa  $Al_2O_3 - Al_2TiO_5$ . Penggunaan keramik yang berbasis  $Al_2TiO_5$  adalah antara lain untuk : *infrared radiator*, komponen otomotif (*manifold*, filter gas buang), dan bahan refraktori [5]. Untuk aplikasi seperti tersebut diperlukan material yang kuat pada suhu tinggi dan tahan terhadap perubahan suhu secara tiba-tiba (*thermal shock*). Oleh karena itu sifat-sifat mekanik (*bending strength*) dan koefisien

termal ekspansi sangatlah penting untuk dipertimbangkan pada aplikasi tersebut.

## METODOLOGI

Pembuatan keramik sistem  $Al_2O_3 - Al_2TiO_5$  dilakukan melalui pencampuran padatan (*solid - solid mixing*) dengan menggunakan bahan baku yaitu : serbuk  $\gamma -Al_2O_3$  (pa Merck) dan serbuk  $TiO_2$  (pa Merck). Komposisi yang dipergunakan yaitu :  $Al_2O_3 = 61,46 \%$  berat dan  $TiO_2 = 38,54 \%$  berat. Proses preparasi sampel yang dilakukan ditunjukkan pada gambar 1.



Gambar 1. Diagram Alir Preparasi Sampel

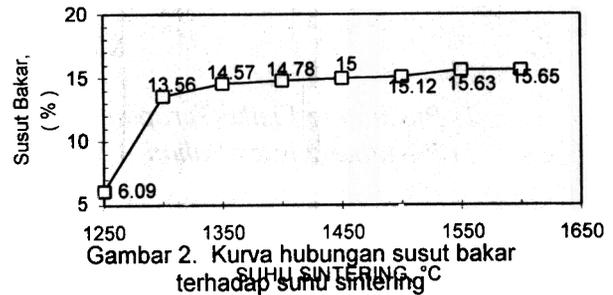
Pencampuran kedua bahan tersebut dilakukan dengan menggunakan *ball mill* selama 20 jam. Kemudian setelah dilakukan pencampuran, sampel tersebut dicetak dengan tekanan  $1500 \text{ kg/cm}^2$  dan dibakar pada berbagai suhu dengan menggunakan tungku listrik dan laju kenaikan suhu  $10 \text{ }^\circ\text{C}$  per menit. Sampel yang telah dibakar (sintering) diukur porositas, densitas, susut bakar, kekuatan patah, termal ekspansi dan dianalisa dengan difraksi sinar X untuk mengetahui perubahan fasa yang terjadi.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

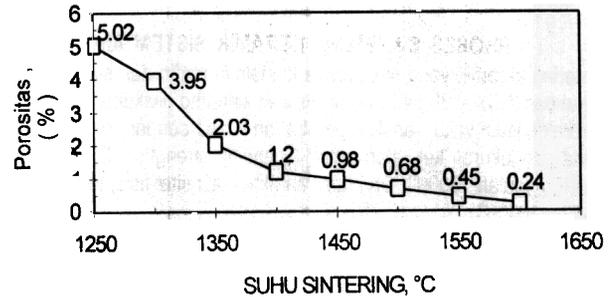
### Hasil Pengukuran Sifat Fisis dan Mekanik

Hasil pengukuran susut bakar, *bulk density*, porositas dan kekuatan patah dari sampel yang telah disintering pada suhu  $1250 - 1600^\circ\text{C}$  ditunjukkan pada tabel 1, gambar 2, 3, 4, dan 5. Dari hasil percobaan ternyata nilai susut bakar, *bulk densiti* dan kekuatan patah cenderung naik dengan meningkatnya suhu sintering, sedangkan porositas cenderung menurun. Pada gambar 2 menunjukkan bahwa terjadi peningkatan susut bakar yang besar dari  $6,09 \%$  ke  $14,57 \%$  pada suhu sintering  $1250 \text{ }^\circ\text{C}$  ke  $1350 \text{ }^\circ\text{C}$ , oleh karena itu dapat

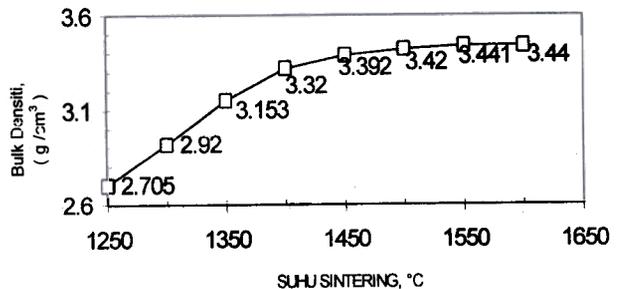
dikatakan pada kisaran suhu tersebut merupakan awal dari proses sintering. Selanjutnya pada suhu sintering lebih tinggi lagi terjadi perubahan susut bakar yang relatif hampir konstan, maka dapat dikatakan sintering berakhir pada suhu antara  $1550 - 1600 \text{ }^\circ\text{C}$ .



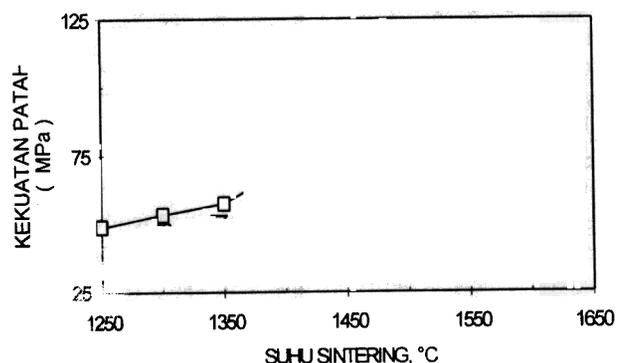
Gambar 2. Kurva hubungan susut bakar terhadap suhu sintering



Gambar 3. Kurva hubungan porositas terhadap suhu sintering.



Gambar 4. Kurva hubungan densitas (*bulk density*) terhadap suhu sintering



Gambar 5. Kurva hubungan kekuatan patah terhadap suhu sintering.

Pada gambar 3. juga menunjukkan perubahan porositas yang besar antara suhu  $1250$  dan  $1350 \text{ }^\circ\text{C}$ , dan

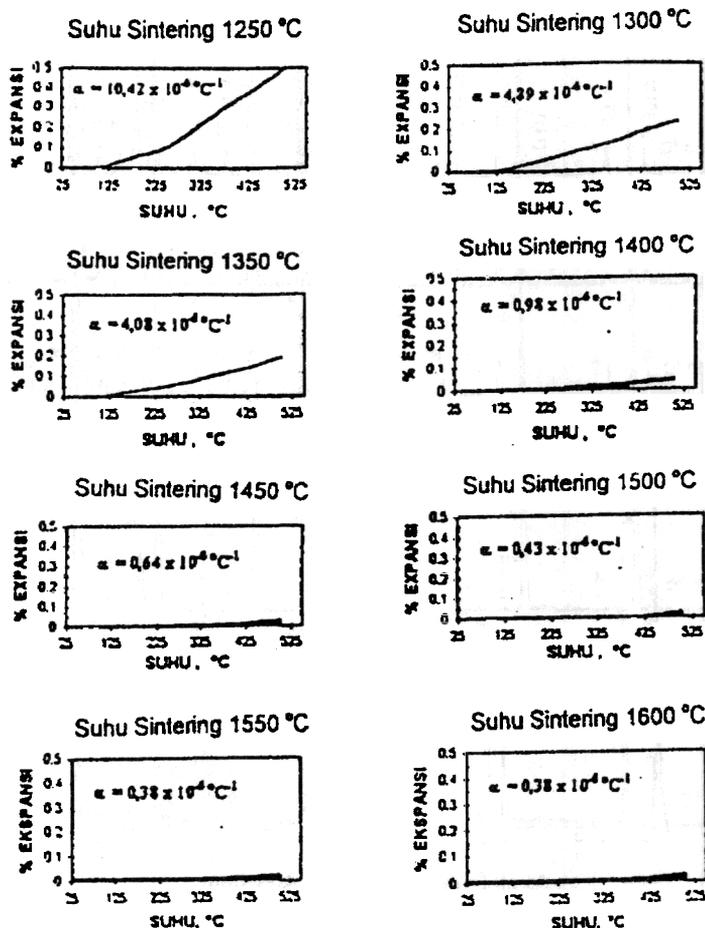
porositas terendah dicapai sebesar 0,24 % pada suhu sintering 1600 °C. Sedangkan pada gambar 4 menunjukkan adanya peningkatan densitas akibat pengaruh suhu sintering, densitas dicapai maksimum yaitu 3,441 – 3,440 g/cm<sup>3</sup> pada kisaran suhu 1550 – 1600 °C. Tentunya dalam hal ini sesuai dengan fenomena sintering bahwa selama proses sintering adanya pengurangan pori/porositas dan terjadi penyusutan sehingga terjadi peningkatan densitas, jadi suhu sintering yang optimal sekitar 1550 – 1600 °C. Gambar 5 menunjukkan peningkatan kekuatan patahnya dari 49 MPa pada suhu sintering 1250 °C menjadi 97,10 MPa pada suhu sintering 1600 °C, tentunya hal ini dikarenakan adanya pengurangan porositas dan peningkatan densitas. Bila dibandingkan dengan nilai kekuatan patah  $Al_2TiO_5$  murni yaitu 40 – 50 MPa, ternyata sampel yang dibuat dengan strukturnya terdiri dari sistem  $Al_2O_3 - Al_2TiO_5$  memiliki kekuatan patah yang jauh lebih tinggi. Kontribusi peningkatan kekuatan mekanik berasal dari fasa corundum ( $\alpha - Al_2O_3$ ), dimana corundum memiliki kekuatan patah yang cukup tinggi (350 MPa).

Tabel 1. Hasil pengukuran susut bakar, bulk density, porositas dan kekuatan patah

Suhu (°C)	Susut Bakar (%)	Porositas (%)	Bulk Density (g/cm <sup>3</sup> )	Kekuatan Patah (MPa)
1250	6.09	5.02	2.705	49
1300	13.56	3.95	2.92	53.48
1350	14.57	2.03	3.153	57.4
1400	14.78	1.2	3.32	70.46
1450	15	0.98	3.392	89.7
1500	15.12	0.68	3.42	93.5
1550	15.63	0.45	3.441	96.2
1600	15.65	0.24	3.44	97.1

#### Hasil Pengukuran Termal Ekspansi

Hasil pengukuran termal ekspansi dari sampel yang telah disintering pada berbagai suhu ditunjukkan pada gambar 6.



$\lambda$  = Koefisien Termal Ekspansi

Gambar 6. Kurva ekspansi termal dari sampel yang telah disintering pada berbagai suhu

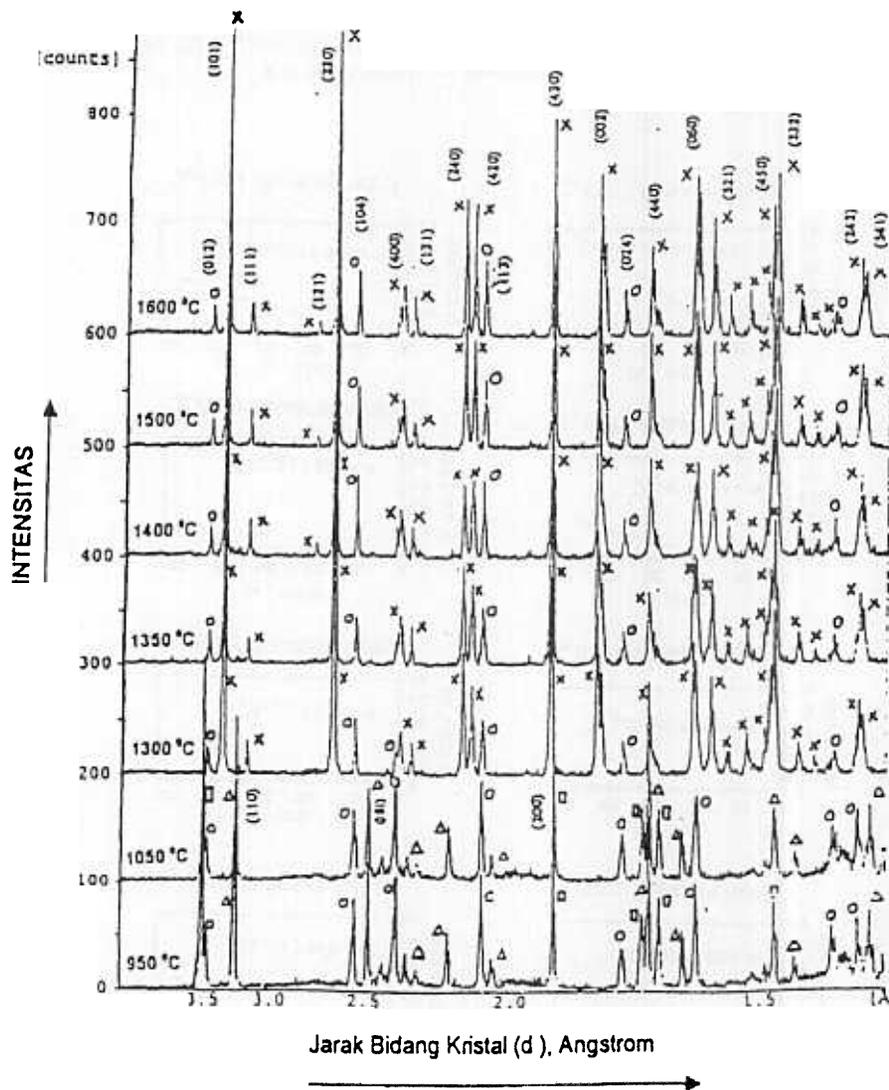
Ternyata ekspansi termalnya cenderung menurun dengan meningkatnya suhu sintering, terlihat bahwa terjadi perubahan koefisien termal ekspansi dari  $10,42 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  pada suhu sintering  $1250 \text{ } ^\circ\text{C}$  menjadi  $0,38 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  pada suhu sintering  $1600 \text{ } ^\circ\text{C}$ . Hal ini disebabkan semakin meningkatnya densitas serta faktor adanya pembentukan fasa aluminium titanat ( $Al_2TiO_5$ ) yang memiliki termal ekspansi mendekati zero.

#### Hasil Analisa dengan Difraksi Sinar X

Pola difraksi sinar X dari masing-masing sampel yang telah dibakar pada suhu  $950 - 1600 \text{ } ^\circ\text{C}$  ditunjukkan pada gambar 7.

Pada gambar 7 untuk sampel yang telah dibakar  $950$  dan  $1050 \text{ } ^\circ\text{C}$  menunjukkan ada tiga fasa yaitu corundum ( $\alpha - Al_2O_3$ ), anatase  $TiO_2$  dan rutil  $TiO_2$ .

Sedangkan yang telah dibakar pada  $1300 \text{ } ^\circ\text{C}$  sampai  $1600 \text{ } ^\circ\text{C}$  terbentuk dua fasa yaitu  $Al_2TiO_5$  dan corundum ( $\alpha - Al_2O_3$ ) dan semakin tinggi suhu sinteringnya terjadi peningkatan intensitas saja. Dari hasil analisa dengan XRD diperoleh bahwa sampel yang dibuat dari komposisi  $61,46 \text{ } \% Al_2O_3 + 38,54 \text{ } \% TiO_2$  diperoleh keramik yang terdiri dua struktur fasa yaitu  $\alpha - Al_2O_3 - Al_2TiO_5$ , dengan fasa dominannya adalah  $Al_2TiO_5$ . Berdasarkan orientasi bidang kristal yang dihasilkan maka  $Al_2TiO_5$  memiliki sistem kristal *Orthorhombic* dengan parameter kisi  $a = 9,436 \text{ \AA}$ ,  $b = 9,647 \text{ \AA}$  dan  $c = 3,593 \text{ \AA}$ , sedangkan  $\alpha - Al_2O_3$  memiliki sistem kristal *Rhombohedral* dengan parameter kisi  $a = b = 4,759 \text{ \AA}$  dan  $c = 2,959 \text{ \AA}$ .



X =  $Al_2TiO_5$ , O =  $\alpha - Al_2O_3$ ,  $\square$  = anatase- $TiO_2$ ,  $\Delta$  = rutil- $TiO_2$

Gambar 7. Pola difraksi sinar X sampel yang telah dibakar pada berbagai suhu.

## KESIMPULAN

Keramik yang dibuat dengan komposisi  $Al_2O_3$  = 61,46 % dan  $TiO_2$  = 38,54 % setelah disintering terbentuk dua sistem fasa yaitu fasa dominan:  $Al_2TiO_5$  dan fasa minor:  $\alpha - Al_2O_3$ , dan suhu mulai terbentuknya sistem fasa  $Al_2O_3 - Al_2TiO_5$  adalah pada suhu 1300 °C. Keramik tersebut memiliki suhu sintering antara 1550 – 1600 °C dan memiliki karakteristik: bulk densiti = 3,44  $g/cm^3$ , porositas = 0,24 – 0,45 %, susut bakar = 15,63 – 15,65 %, kekuatan patah (*bending strength*) = 96,20 – 97,10 Mpa, dan nilai koefisien termal ekspansi =  $0,38 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ C^{-1}$ .

## DAFTAR PUSTAKA

[1]. CLIFTON G. BERGERON, SUBHASH H.RISBUD, *Introduction to Phase Equilibria in*

*Ceramics*, The American Ceramic Society Inc, Columbus, Ohio, 1984.

[2]. WALTER H. GITZEN, *Alumina as a Ceramic Materials*, The American Ceramic Society Inc, 1970.

[3]. PIER PAOLO D, ANGELO GIACHELLO, *Characterization of  $Al_2TiO_5$  aged 1000°C*, Ceramic Today – Tomorrow's Ceramics, Elsevier Science Publishing Company Inc, Vol.66B, New York, 1991.

[4]. T. SUGIYAMA, H. TAKASHIMA, *Development of Aluminium Titanate – Clay Composites for Infrare Radiator*; Jurnal of Ceramic Society of Japan, Int. Edition, Vol. 105 – 1069 ( 1997 ).

[5]. ICHINOSE, *Introduction to Fine Ceramics*, Application in Engineering, Ohmsha Ltd, Tokyo, 1983.

## TANYA – JAWAB

Penanya : Udin Haerudin (P3FT – LIPI)

1. Jelaskan tiga tahapan dalam proses sintering.

Jawaban

1 Dalam proses sintering mengandung tiga tahapan yang terjadi yaitu :

- a. *REARRANGEMENT*: Selama pemanasan pada saat mencapai temperatur dimana fasa cair terbentuk, maka mekanisme yang dominan adalah aliran fluida serta pengaturan kembali partikel. Akibatnya, pemadatan berjalan secara cepat dan pertumbuhan butir belum terjadi.
- b. *DISSOLUTION-REPRECIPITATION*: Dalam proses ini, partikel-partikel yang berukuran kecil larut kedalam cairan, bermigrasi dan mengendap pada partikel yang berukuran lebih besar. Oleh karenanya pertumbuhan butir telah terjadi sementara pemadatan tetap berlangsung tetapi diperlambat.
- c. *COALESCENT*: Pada proses ini, ditandai dengan pertumbuhan butir yang sangat cepat diantaranya terjadi pertumbuhan butir tidak normal (*EXAGGERATED*) beberapa butir, sementara proses pemadatan telah berhenti.