

Karakterisasi Sifat Fisik dan Mekanik Bahan Refraktori α -Al₂O₃ Pengaruh Penambahan TiO₂

AKMAL JOHAN

Jurusan Fisika FMIPA, Universitas Sriwijaya, Sumatera Selatan, Indonesia

INTISARI: Telah dilakukan penelitian terhadap sifat fisik dan mekanik bahan refraktori α -Al₂O₃ terhadap pengaruh penambahan TiO₂. Serbuk kering γ -Al₂O₃ dicampur dengan serbuk TiO₂ dengan variasi penambahan 0 - 5 % berat, kemudian ditambahkan PVA sebagai pengikat sebanyak 2% berat. Setiap sampel dikompaksi dengan tekanan sebesar 9 ton dan dipanaskan dengan variasi suhu pemanasan 1300°C, 1400°C, 1500°C dan 1600°C. Hasil karakterisasi dengan XRD menunjukkan bahwa dengan penambahan TiO₂ tidak berpengaruh pada struktur kristal alumina, dan tidak terdeteksi fasa hasil reaksi antara TiO₂ dengan alumina. Dari kurva hasil pengamatan dengan DTA dapat diketahui bahwa suhu transisi dari fasa γ ke α terjadi pada suhu 1176,33°C dan menyerap energi dari luar, dengan massa hilang sebesar 0,047%. Dari hasil pengukuran kerapatan dan kekerasan, didapatkan bahwa penambahan TiO₂ ternyata meningkatkan nilai kerapatan dan kekerasan bahan alumina. Nilai kerapatan maksimum adalah 3,9043 gr.cm⁻³, diperoleh pada sampel dengan penambahan TiO₂ sebanyak 4% berat setelah dipanaskan pada suhu 1400°C. Sedangkan nilai kekerasan maksimum yaitu 1136,6 kg.mm⁻², diperoleh pada sampel dengan penambahan TiO₂ sebanyak 4% berat setelah dipanaskan pada suhu 1500°C.

KATA KUNCI: Sifat fisik dan mekanik, bahan refraktori α -Al₂O₃, penambahan TiO₂, pemanasan, kerapatan dan kekerasan

E-MAIL: akmal_nm@yahoo.com

Mei 2009

1 PENDAHULUAN

Alumina merupakan salah satu material yang sangat penting dalam industri keramik. Beberapa aplikasi alumina adalah sebagai bahan substrat elektronik, isolator temperatur tinggi, pengabrasa, mesin prostetik dan tabung termokopel. Sifat-sifat penting alumina adalah kekerasan yang tinggi, tahan terhadap korosi, titik leleh yang cukup tinggi, konduktivitas termalnya yang rendah dan tahan terhadap suhu lingkungan tinggi^[1]. Sifat-sifat inilah yang membuat alumina lebih sering digunakan diantara bahan refraktori kelompok oksida lainnya, sebagai bahan isolator suhu tinggi, tidak hanya pada industri keramik, tetapi juga pada industri-industri manufaktur lainnya.

Di lain pihak, penggunaan pada suhu kerja di atas 1100°C dapat menurunkan kekerasan dan kekuatan alumina. Menurut Zeng Shaoxian dan Fu Xiren^[2], penurunan kekuatan alumina tersebut disebabkan oleh pertumbuhan butir alumina yang tak terkendali yang terjadi pada suhu tinggi. Untuk mengatasi permasalahan tersebut, telah banyak dilakukan penelitian dalam upaya membuat suatu bahan keramik refraktori α -Al₂O₃ dengan penambahan bahan aditif. Bahan aditif yang telah diketahui adalah MgO, ZrO₂, SiO₂ dan

TiO₂. Pada penelitian ini telah diamati pengaruh penambahan bahan aditif TiO₂ terhadap sifat fisik dan mekanik alumina serta pengaruhnya terhadap suhu maksimum pemanasan alumina.

Penelitian ini dilakukan dengan berbagai tahapan karakterisasi, antara lain karakterisasi struktur kristal dengan Difraktometer Sinar-X (XRD), penentuan suhu transisi alumina menggunakan *Differential Thermal Analyzer* (DTA), pengukuran kerapatan menggunakan piknometer dan pengukuran kekerasan dengan metode Vickers, serta analisa struktur mikro menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

2 TEORI DASAR

2.1 Bahan Refraktori α -Al₂O₃

Bahan difraktori adalah suatu bahan yang tahan terhadap suhu lingkungan yang tinggi. Mempunyai kekerasan dan kekuatan yang tinggi, kestabilan mekanis dan tahan terhadap korosi, adalah sifat-sifat yang sangat diperlukan pada industri-industri manufaktur besi, baja, semen, gelas dan lain-lain.

Alumina mempunyai beberapa bentuk fasa alotropik, antara lain fasa gamma, delta, theta dan

alpha alumina. Fasa alpha ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) merupakan fasa paling stabil pada alumina, terutama pada suhu tinggi. Alpha alumina mempunyai struktur kristal heksagonal dengan parameter kisi $a = 4,7588$ dan $c = 12,9910$ nm^[3,4]. Alpha alumina di pasaran sering disebut dengan corondum, dan digunakan sebagai salah satu bahan refraktori dari kelompok oksida, karena bahan tersebut mempunyai sifat fisik, mekanik dan termal yang sangat baik. Sifat umum alumina dan bahan refraktori kelompok oksida lainnya dapat dilihat pada Tabel 1. Sifat mekanik alumina tergantung pada struktur mikronya. Alumina dapat berbentuk polikristal maupun kristal tunggal. Secara umum polikristal alumina mempunyai nilai kekuatan yang cukup besar dan stabil hingga suhu 1100°C, di atas suhu tersebut kekuatan alumina turun hingga di bawah nilai kekuatan alumina pada suhu kamar. Alumina dengan bentuk kristal tunggal relatif lebih kuat bila dibandingkan dengan alumina polikristal dan kekuatannya meningkat pada suhu sekitar 1100°C^[5].

Ada beberapa karakterisasi yang diperlukan untuk pengaplikasian alumina, antara lain yaitu^[7,8]:

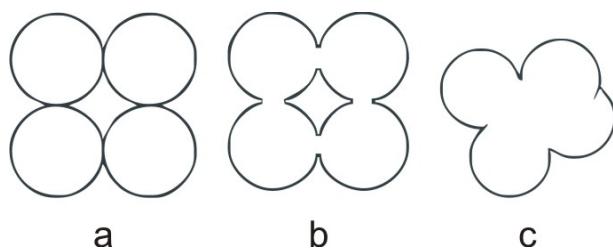
- Mempunyai densitas yang tinggi dan porositas rendah;
- Mempunyai ukuran butir yang kecil untuk aplikasi suhu rendah;
- Mempunyai ukuran butir yang besar untuk aplikasi suhu tinggi;
- Mempunyai kemurnian yang tinggi.

Ukuran butir yang kecil sangat diperlukan pada aplikasi suhu rendah, karena pada suhu rendah kekuatan dan ketangguhan alumina meningkat dengan menujunya ukuran butir. Untuk aplikasi suhu tinggi diperlukan alumina dengan ukuran butir besar agar tidak terjadi pertumbuhan butir (*grain growth*) yang tidak terkendali yang akan menurunkan kekuatan alumina tersebut. Proses sintering pada suhu rendah dapat menghasilkan butir alumina yang relatif kecil, tetapi pada saat yang sama terdapat pula porositas dalam jumlah yang besar. Pada sintering suhu tinggi, porositas dapat dikurangi dengan adanya pergerakan batas butir, akan tetapi terjadi pula pertumbuhan butir yang tak terkendali. Dilema ini dapat diatasi dengan pemberian bahan aditif yang dapat berfungsi sebagai fasa kedua yang dapat menghambat pertumbuhan butir alumina dengan menahan pergerakan batas butir alumina. Bahan aditif yang dapat berfungsi sebagai fasa kedua antara lain SiO_2 , MgO dan ZrO_2 . Tetapi penggunaan fasa kedua tersebut dapat menurunkan suhu kerja alumina, selain itu diperlukan suhu pemanasan yang sangat tinggi, yaitu sekitar suhu 1800°C untuk mendapatkan keramik alumina yang padat dan kompak. Alternatif lain adalah menambahkan bahan

aditif yang dapat berfungsi sebagai penurun suhu pemanasan alumina dengan membentuk fasa cair, seperti TiO_2 ^[9].

2.2 Proses Pemanasan (Sintering)

Pembuatan refraktori alumina dapat dilakukan dengan beberapa cara, seperti dengan proses *sel-gel* maupun metallurgi serbuk. Tetapi yang lebih sering digunakan pada skala industri adalah proses metallurgi serbuk, karena proses ini termasuk proses yang relatif murah dan mudah dilakukan. Pada proses metallurgi serbuk, setiap bahan refraktori polikristal harus melewati tahapan-tahapan pencampuran, kompaksi dan pemanasan pada suhu tinggi atau yang lebih sering disebut proses sintering, untuk mendapatkan bahan refraktori yang padat dan kompak^[5,10,11]. Proses sintering juga disebut sebagai proses densifikasi. Untuk mendapatkan kepadatan maksimum, diperlukan suhu pemanasan yang mendekati titik leleh bahan^[9]. Mekanisme pemanasan^[10], dimulai dengan adanya kontak antar butir yang dilanjutkan dengan pelebaran titik kontak akibat proses difusi (transformasi massa) atom-atom. Difusi secara keseluruhan mengakibatkan penyusutan (*shrinkage*) yang diiringi pengurangan porositas akibat pergerakan batas butir. Sebagai akibat dari penyusutan volume pori yang terjadi selama proses pemanasan berlangsung, densitas alumina meningkat terhadap peningkatan suhu pemanasan. Secara keseluruhan mekanisme proses pemanasan dapat dilihat pada Gambar 1. Peranan bahan aditif TiO_2 pada proses pemanasan adalah mempercepat terjadinya proses difusi, akibat terbentuknya fasa cair dari TiO_2 karena TiO_2 mempunyai titik leleh yang lebih rendah dari pada alumina, sehingga dapat menurunkan suhu maksimum pemanasannya.



GAMBAR 1: Mekanisme proses pemanasan (sintering). (a) Partikel serbuk padat pada suhu kamar; (b) Partikel padat pada suhu yang lebih tinggi, permukaan kontak semakin besar. Atom-atom berdifusi dari titik singgung sehingga memperluas permukaan kontak; (c) Partikel padat pada suhu yang sangat tinggi, terjadi penggabungan butir, inilah yang dinamakan pertumbuhan butir^[11].

TABEL 1: Sifat umum beberapa refraktori oksida^[5,6]

Material	Titik	Kerapatan	Modulus	Konduktivitas	Koef. Termal
	Lebur	Teoritis	Elastisitas	Termal	Ekspansi
	(° C)	(gr. cm ⁻³)	(Mpsi)	W(mK) ⁻¹	Per-°C × 10 ⁻⁶
Al ₂ O ₃ (98%)	2050	3,97	40	6,2	8,6
BeO	2550	3,01	35	20,3	9,1
CaO	2600	3,32	-	7,8	13,0
MgO	2800	3,58	30	7,0	14,2
SiO ₂	-	2,20	-	2,1	0,5
TiO ₂	1840	4,24	-	3,3	8,0
ZrO ₂	2677	5,90	18	2,3	6,5 - 10

2.3 Analisa Struktur Mikro

Untuk mempelajari mekanisme proses sintering atau proses densifikasi yang terjadi pada bahan alumina, dapat dilihat dari perubahan struktur mikro alumina. Struktur mikro dapat kita peroleh dengan mikroskop optik maupun dengan mikroskop elektron (*Scanning Electron Microscope*, SEM). Perbedaan dari kedua alat tersebut adalah pada penggunaan sumber radiasi yang digunakan untuk membentuk bayangan benda. Pada mikroskop optik menggunakan pantulan cahaya tampak dari permukaan benda untuk membentuk bayangan, sedangkan SEM menggunakan radiasi elektron pada pembentukan bayangan. Perbedaan panjang gelombang dari dua sumber radiasi yang berbeda, menghasilkan tingkat daya pisah yang berbeda pula. Elektron dengan panjang gelombang yang jauh lebih pendek dari cahaya tampak, dapat memberikan daya pisah yang jauh lebih besar. Hubungan resolusi (daya pisah) dengan panjang gelombang dirumuskan oleh *Rayleigh* seperti pers.(1) berikut,

$$R = \frac{0,61\lambda}{\alpha} \quad (1)$$

dengan R , λ , dan α berturut-turut adalah daya pisah, panjang gelombang, dan apertur efektif lensa obyektif. Kelebihan SEM bila dibandingkan dengan mikroskop optik, adalah adanya depth of field pada SEM sehingga bayangan yang terbentuk pada SEM tampak seperti tiga dimensi.

Komponen dasar peralatan SEM terdiri dari empat sistem utama, yaitu sistem penembak elektron yang menghasilkan elektron dengan jumlah tertentu; sistem lensa yang berupa medan elektromagnetik yang memfokuskan berkas elektron pada permukaan sampel; sistem pelarikan yang membentuk bayangan dengan prinsip pelarikan (*scanning*); dan sistem deteksi yang memanfaatkan elektron sekunder dan elektron terhambur balik. Hasil interaksi berkas elektron dengan permukaan sampel, dapat berupa elektron sekunder

(SE), elektron terhambur balik (BE), elektron Auger, sinar-X dan elektron transmisi. Pada SEM hanya memanfaatkan SE dan BE untuk memperoleh informasi struktur mikro, sedangkan sinar-X digunakan untuk menganalisa komposisi kimia pada permukaan sampel. Sampel yang akan dikarakterisasi dengan SEM, harus mempunyai permukaan yang relatif rata dan halus. Untuk sampel yang permukaannya kurang rata, diperlukan preparasi terlebih dahulu dengan tahapan-tahapan penghalusan yang telah ditentukan. Untuk mendapatkan informasi tentang proses sintering pada alumina, diperlukan citra batas butir alumina, oleh karena itu sampel harus terlebih dahulu dietsa dengan asam pospat (H_3PO_4), untuk mengkorosi batas butirnya. Setelah melalui tahapan-tahapan diatas, sampel nonkonduktif, seperti alumina, dilapisi dengan lapisan emas (Au) atau tembaga (Cu). Pelapisan ini bertujuan untuk meningkatkan konduktivitas listrik sampel dan juga akan menambah jumlah elektron sekunder yang berasal dari pelapis sehingga menghasilkan citra yang lebih baik.

3 METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu Dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada tahun 2007, bertempat di Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN), Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN), Kawasan PUSPIPTEK Serpong Tangerang.

3.2 Bahan dan Alat

Pada penelitian ini, bahan dasar yang digunakan adalah serbuk γ -Al₂O₃, yang mempunyai struktur kristal kubus FCC dengan parameter kisi $a = 7,900$ nm^[3,4], dan mempunyai ukuran serbuk 10 - 25 μ m, serbuk TiO₂ dengan ukuran serbuk < 1 m sebagai bahan aditif, dan serbuk *Poly Vynil Alkohol* (PVA) sebagai bahan perekat.

Alat-alat yang digunakan terdiri dari tungku pemanas (*furnace*), timbangan, alat poles, alat pelapis dan alat kompaksi. Alumina hasil pemanasan dikarakterisasi dengan Difraktometer Sinar-X (XRD) untuk mengamati struktur kristal, *Differential Thermal Analyzer* (DTA) untuk mengamati sifat termal dan suhu transisi fasa pada sampel, piknometer untuk mengukur kerapatan, *Vickers Hardness Tester* untuk mengukur kekerasan sampel, dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk menganalisa struktur mikro sampel.

3.3 Metoda Penelitian

Serbuk kering γ -Al₂O₃ dikarakterisasi dengan XRD terlebih dahulu untuk mengamati struktur kristalnya, kemudian dicampurkan dengan bahan aditif TiO₂ dengan variasi penambahan 0, 2, 3, 4, dan 5 % berat, kemudian ditambahkan PVA sebanyak 2 % berat. Setiap sampel kemudian dikompaksi dengan tekanan 9 ton, selanjutnya dipanaskan dengan variasi suhu : 1300°C, 1400°C, 1500°C dan 1600°C selama 120 menit. Proses pemanasan dilakukan pada kondisi atmosferik di dalam tungku pemanas listrik.

Setelah selesai dipanaskan, dilakukan beberapa karakterisasi pada sampel. Karakterisasi yang pertama adalah karakterisasi struktur kristal menggunakan XRD, karena sampel sudah berbentuk pelet, maka preparasinya cukup dengan melekatkan sampel pada tempat sampel yang telah disediakan. Serbuk γ -Al₂O₃ yang belum dipanaskan juga dikarakterisasi dengan XRD untuk mendapatkan data struktur kristalnya. Hasil karakterisasi sampel setelah maupun sebelum dipanaskan, dibandingkan dengan data difraksi dari *Hanawalt* dan PDF secara manual untuk mengidentifikasi struktur kristalnya.

Karakterisasi selanjutnya adalah penentuan suhu transisi alumina menggunakan DTA. Dengan prinsip perbandingan suhu antara sampel dengan referensi yang digunakan, akan didapatkan grafik DTA yang menunjukkan suhu transisi fasa pada sampel, dan kurva TGA yang menunjukkan perubahan massa (*loss mass*) yang terjadi pada sampel.

Kemudian dilakukan pengukuran kerapatan dan kekerasan pada setiap sampel. Sebelumnya, sampel dibagi dua, separuh diukur kerapatannya dan separuhnya lagi diukur kekerasannya, dengan asumsi sampel homogen. Pengukuran kerapatan menggunakan Piknometer dengan prinsip Archimedes. Cairan yang digunakan adalah etanol 80%, karena alumina mempunyai sifat mengikat air. Setiap sampel dibagi menjadi lima bagian dan masing-masing bagian diukur kerapatannya. Hasil pengukuran kerapatan untuk setiap bagian sampel ditambahkan dan dirata-ratakan sehingga didapatkan kerapatan sampel. Kemudian dibuat sebuah grafik hubungan antara kerapatan sam-

pel pada setiap suhu pemanasan sebagai fungsi persentase penambahan bahan aditif TiO₂.

Pengukuran kekerasan dilakukan dengan menggunakan metode *Vickers*. Sebelum diukur kekerasannya, sampel dipreparasi terlebih dahulu untuk mendapatkan permukaan sampel yang rata. Langkah-langkah preparasi^[1,12] adalah sebagai berikut; pertama, sampel di-mounting, yaitu dilekatkan pada resin yang berfungsi sebagai pemegang sampel. Kemudian sampel diampas menggunakan kertas amplas (dalam *mesh*) antara 400 - 2000 yang diletakkan pada alat poles yang diputar dengan kecepatan 100 rpm selama 15 menit untuk setiap ukuran kertas amplas. Setelah didapatkan permukaan yang cukup rata, sampel dilapisi dengan tembaga (Cu) dengan ketebalan 100Å, pelapisan ini bertujuan agar didapatkan citra jejak indenter yang lebih baik pada mikroskop optik. Kemudian setiap sampel ditekan dengan beban 1 kg pada lima tempat yang berbeda. Jejak indenter dapat dilihat dan diukur menggunakan mikroskop optik dengan skala dan pembesaran tertentu. Nilai kekerasan diperoleh dengan menggunakan rumusan seperti pers.(2) berikut^[13,14],

$$H_v = 1,8544 \times \frac{P}{d^2} \quad (2)$$

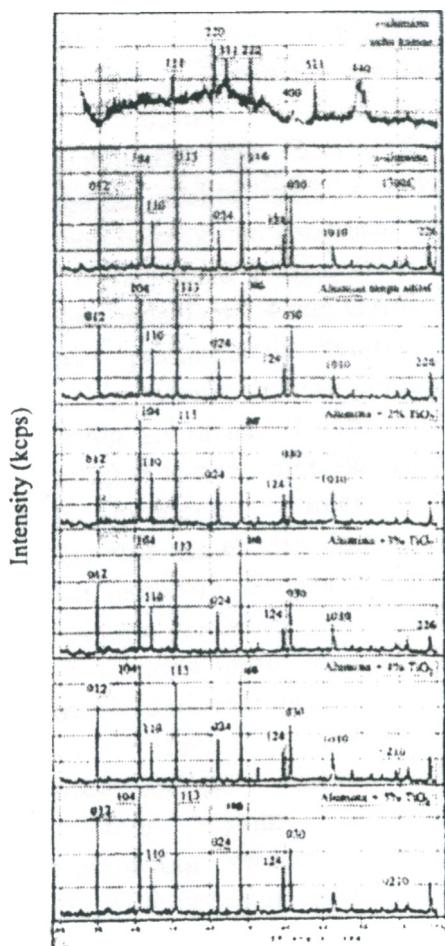
dengan H_v , P , dan d berturut-turut adalah kekerasan Vickers bahan (kg.mm⁻²), beban indentor (kg), dan diameter jejak indenter (mm).

Setelah didapat nilai kekerasan pada setiap titik indensi, nilai tersebut dirata-ratakan sehingga didapatkan nilai kekerasan sampel. Kemudian dibuat grafik hubungan antara kekerasan sampel pada setiap suhu pemanasan dengan persentase penambahan bahan aditif TiO₂.

Karakterisasi selanjutnya adalah analisa struktur mikro menggunakan SEM. Sampel setelah selesai diukur kekerasannya, lapisan Cu dihilangkan dengan kertas amplas *mesh* 2000. Kemudian permukaan sampel dihaluskan lagi dengan menggunakan kain beludru dan dengan bantuan Diamond *micropolish*. Kain beludru itu dilekatkan pada alat poles dan diputar dengan kecepatan 50 rpm selama 15 menit. Setelah didapatkan permukaan sampel yang relatif rata, sampel kemudian dietsa menggunakan 85% H₃PO₄ yang dipanaskan pada suhu 100-200°C selama 60 detik. Kemudian sampel dicuci menggunakan air panas dan dikeringkan menggunakan *hair dryer*^[1,12]. Langkah selanjutnya adalah pelapisan kembali dengan menggunakan bahan emas (Au) setebal 250Å. Sampel telah siap diamati menggunakan SEM. Untuk mendapatkan informasi yang diharapkan, pembesaran pada SEM diharapkan lebih besar 2500 kali, ini dikarenakan ukuran butir alumina yang mencapai orde mikron (μm).

4 HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil karakterisasi struktur kristal menggunakan XRD seperti terlihat pada Gambar 2, menunjukkan adanya transisi fasa alumina, yaitu dari fasa γ menjadi fasa α . Pada Gambar 2 ini juga dapat dilihat bahwa dengan penambahan TiO_2 yang bervariasi dan setelah dipanaskan pada suhu 1500°C , hasil karakterisasi menunjukkan hanya fasa α alumina yang terbentuk, sedangkan fasa lain tidak terdeteksi. Hal ini dapat lebih jelas dilihat pada Tabel 2, yang memuat nilai parameter kisi sampel serbuk γ alumina, α alumina tanpa aditif setelah dipanaskan, dan alumina yang telah ditambahkan TiO_2 dengan persentase penambahan yang bervariasi.



GAMBAR 2: Hasil karakterisasi XRD

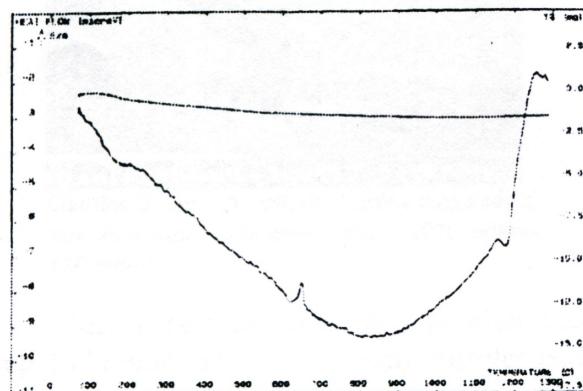
Dari hasil pengamatan dengan XRD ini, dapat diketahui bahwa pada suhu 1300°C , alumina telah berbentuk fasa α , dan keadaan tersebut tidak berubah pada suhu yang lebih tinggi. Penambahan TiO_2 tidak berpengaruh pada struktur kristal alumina, sedikit gangguan pada nilai parameter kisi, tetapi nilainya masih menunjukkan bahwa sampel tersebut berfasa α alumina, tidak ada fasa lain, misalnya Al_2TiO_5 pada

TABEL 2: Nilai parameter kisi hasil perhitungan

Sampel	a	c
$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, suhu kamar	7,9299	-
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, 1300°C	4,7509	12,7710
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, 1500°C	4,7653	12,7892
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 + 2\% \text{ TiO}_2$, 1500°C	4,7468	12,9452
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 + 3\% \text{ TiO}_2$, 1500°C	4,7572	12,9432
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 + 4\% \text{ TiO}_2$, 1500°C	4,7376	12,9828
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 + 5\% \text{ TiO}_2$, 1500°C	4,7581	12,9783

penelitian ini, dapat disebabkan karena waktu pemanasan yang cukup lama sehingga belum terjadi reaksi antara alumina dengan TiO_2 , atau mungkin sudah terjadi reaksi, tetapi jumlahnya sedikit sehingga tidak terdeteksi oleh alat XRD.

Hasil penentuan suhu transisi menggunakan DTA dapat dilihat pada Gambar 3 dan Tabel 3.



GAMBAR 3: Kurva DTA dan TGA

TABEL 3: Nilai suhu transisi dan entalpi $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Suhu Transisi	Massa hilang	Entalpi
(°C)	(%)	($\mu\text{V} \times \text{s}$)
648,10	0,065	39,283
1176,33	0,047	391,817

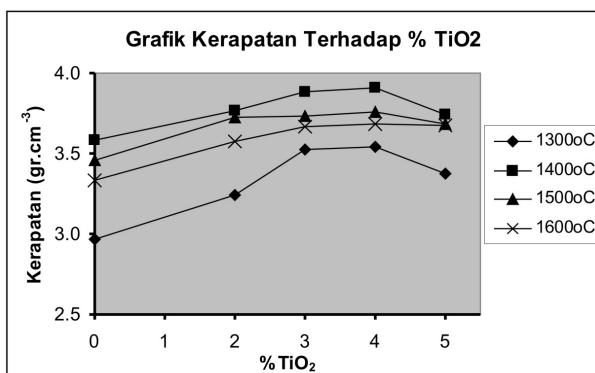
Hasil karakterisasi DTA menunjukkan dua buah puncak eksotermik. Puncak eksotermik yang pertama dimulai pada suhu $634,50^\circ\text{C}$ dan berakhir pada $648,10^\circ\text{C}$. Puncak ini merupakan peristiwa pembentukan fasa ? secara sempurna. Puncak eksotermik kedua dimulai pada suhu $1174,27^\circ\text{C}$ dan berakhir pada suhu sekitar $1176,33^\circ\text{C}$. Puncak ini merupakan peristiwa transisi fasa dari fasa γ ke fasa α alumina. Massa yang hilang pada pembentukan fasa α diduga akibat

adanya perubahan struktur kristal dari kubus pada fasa γ , menjadi heksagonal pada fasa α .

Dari hasil pengukuran kerapatan, seperti terlihat pada Tabel 4 dan Gambar 4, bahwa adanya peningkatan kerapatan akibat proses pemanasan, seiring dengan peningkatan suhu pemanasan alumina. Tetapi nilai kerapatan tidak meningkat secara linier, dan mencapai puncaknya pada suhu pemanasan 1400°C . Ketika suhu pemanasan dinaikkan, kerapatan alumina justru menurun. Secara teoritis^[7], diperlukan suhu pemanasan yang mendekati suhu leleh alumina untuk mendapatkan alumina yang kompak dan mempunyai nilai kerapatan yang tinggi. Hasil pengukuran kerapatan ini memperlihatkan bahwa tidak diperlukan suhu yang sangat tinggi untuk mendapatkan kerapatan tertinggi, yaitu cukup dengan suhu 1400°C . Penurunan nilai kerapatan pada suhu diatas 1400°C ini, dapat disebabkan karena adanya porositas yang terperangkap di dalam butir (*closed pores*) yang dihasilkan pada proses sintering dan rekristalisasi^[10].

TABEL 4: Nilai kerapatan hasil pengukuran (gr.cm^{-3}).

Tamb. TiO ₂ %	Suhu pemanasan (Sintering)			
	1300°C	1400°C	1500°C	1600°C
0	2,9631	3,5858	3,4561	3,3363
2	3,2442	3,7665	3,7244	3,5716
3	3,5252	3,8842	3,7342	3,6636
4	3,5444	3,9043	3,7611	3,6873
5	3,3723	3,7400	3,6812	3,6763



GAMBAR 4: Kurva DTA dan TGA

Nilai kerapatan terendah diperoleh pada sampel alumina tanpa aditif, yang dipanaskan pada suhu 1300°C . Fenomena ini dapat dijelaskan melalui informasi struktur mikro yang dapat dilihat pada Gambar 5. Pada Gambar 5 ini dapat dilihat bahwa, proses difusi yang terjadi pada butir alumina belum terjadi secara sempurna. Baru terjadi kontak antar butir dengan per-

mukaan kontak yang cukup luas, tetapi belum menyaati. Selain itu terlihat pula porositas yang sangat besar yang menyebabkan nilai densitas alumina relatif kecil. Kerapatan tertinggi didapatkan pada alumina dengan penambahan TiO₂ sebanyak 4%, setelah dipanaskan pada suhu 1400°C . Nilai kerapatan ini mencapai 98% dari nilai kerapatan teoritis alumina. Dari informasi struktur mikro sampel tersebut (Gambar 6), dapat dilihat mulai terjadi penggabungan butir alumina yang dipercepat dengan adanya fasa cair TiO₂. Penambahan TiO₂ diatas 4% ternyata tidak memberikan hasil yang maksimum, ini diduga karena dengan bertambahnya jumlah TiO₂ pada sampel, memungkinkan tidak terjadinya fasa cair yang diperlukan untuk mempercepat proses pemanasan pada alumina.



GAMBAR 5: Struktur mikro alumina tanpa aditif setelah dipanaskan pada suhu 1300°C selama 120 menit

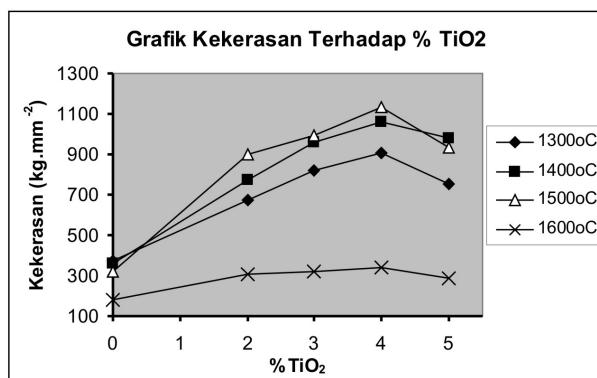


GAMBAR 6: Struktur mikro alumina +4% TiO₂ setelah dipanaskan pada suhu 1400°C selama 120 menit

Dari hasil pengukuran kekerasan alumina (Tabel 5

TABEL 5: Nilai kerapatan hasil pengukuran (gr.cm⁻³).

Tamb. Suhu pemanasan (Sintering)				
TiO ₂ %	1300°C	1400°C	1500°C	1600°C
0	372,0	358,6	319,6	183,0
2	675,6	772,4	900,0	308,2
3	818,6	958,6	994,0	317,8
4	908,0	1061,4	1136,6	337,2
5	753,4	978,4	932,8	285,8

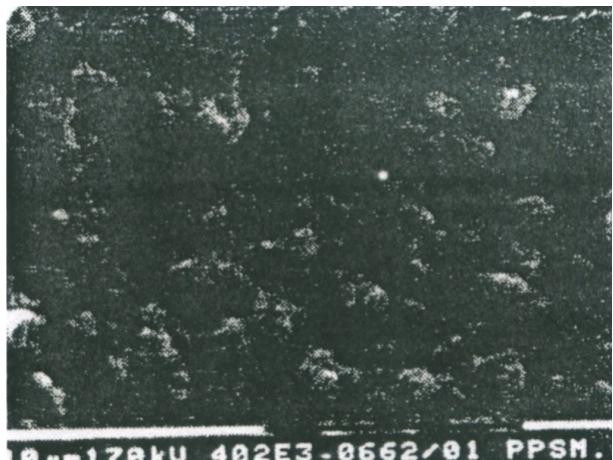
GAMBAR 7: Grafik Hubungan kekerasan terhadap persen penambahan TiO₂

dan Gambar 7), dapat dilihat bahwa kekerasan alumina tanpa aditif, menurun dengan meningkatnya temperatur sinter, dan nilai kekerasan terendah berada pada suhu sinter 1600°C. Menurunnya kekerasan alumina ini dikarenakan adanya pertumbuhan butir alumina dari suhu 1300°C hingga suhu 1600°C, karena butir yang besar menyebabkan dislokasi mudah bergerak sehingga mengakibatkan kekerasan bahan menjadi rendah. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 8, yang menunjukkan struktur mikro sampel alumina setelah disinter pada suhu 1600°C.

Nilai kekerasan tertinggi diperoleh pada sampel alumina dengan tambahan bahan aditif sebanyak 4%, setelah disinter pada suhu 1500°C, seperti dapat dilihat pada Gambar 9. Pada Gambar 9 ini, dapat dilihat bahwa sampel alumina yang mempunyai nilai kekerasan maksimum, bentuk strukturnya relatif lebih halus bila dibandingkan dengan bentuk struktur mikro sampel alumina pada Gambar 8, sehingga nilai kekerasannya lebih besar karena dislokasi lebih sulit bergerak.

5 KESIMPULAN

Dari uraian hasil dan pembahasan diatas, maka dapat disimpulkan:



1. Hasil pengamatan dengan XRD, dapat dilihat bahwa penambahan TiO₂ tidak mempengaruhi struktur kristal alumina, dan tidak terdeteksi fasa hasil reaksi antara bahan aditif TiO₂ dengan bahan dasar α -alumina.
2. Penambahan TiO₂ dapat meningkatkan nilai kerapatan dan kekerasan alumina. Nilai kerapatan maksimum adalah 3,9043 gr.cm⁻³ (98% dari nilai kerapatan teoritis) didapatkan pada sampel dengan penambahan TiO₂ sebanyak 4% berat, setelah disinter pada suhu 1400°C. Sedangkan nilai kekerasan maksimum adalah 1136,6 kg.mm⁻² didapatkan pada sampel dengan penambahan TiO₂ sebanyak 4% berat, setelah disinter pada suhu 1500°C.

6 SARAN

Penelitian ini agar dilanjutkan dengan menggunakan jenis bahan aditif alumina yang berbeda, dan dengan bentuk karakterisasi yang lebih lengkap, sehingga dapat mengamati perilaku sifat-sifat alumina lainnya akibat penambahan suatu bahan aditif.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Anonymous, 1995, Buehler Dialog : Alumina, Method Number 10.12., Buehler Ltd., USA
- [2] Zeng, S. dan Xiren F., 1984, Some Processing Factors Affecting The Microstructure and Properties of Translucent Alumina Tubes, p.76-87, di dalam T.S., Yen dan J.A. Pask (penyunting). Microstructure and Properties of Ceramics Materials. Bilateral Seminar On Inorganic Materials Research, Shanghai, China
- [3] Anonymous, 1995, Powder Diffraction File Alphabetical Indexes Inorganic Phases, Sets 1-5, International Center for Diffraction Data, Pennsylvania
- [4] Ibid [3], sets 1-45
- [5] Kirk dan Othmer, 1995, Encyclopedia of Chemical Technology, Ed. Ke-4, Vol.21, Jhon Wiley & Sons, New York
- [6] Badkar, P.A., 1991, Alumina Ceramics For High Temperature Applications, Key Engineering Materials, 56 : 45-58
- [7] Chawla, K.K., 1993, Ceramics Matrix Composite, Chapman & Hall, London
- [8] Kai, D., Yiu, M.W., M.V., Swain & B. Cotterell, 1991, Mechanical Properties of A Sintered Al₂O₃/ZrO₂ Composite, Key Engineering Materials, 53 : 130-137
- [9] Smith, W.F., 1997, Principles of Materials Science and Engineering, Mc Graw Hill, Singapore
- [10] Hlavac, J., 1983, The Technology of Glass and Ceramics, An Introduction, Elsevier Pub. Co. Amsterdam
- [11] West, A.R., 1989, Solid State Chemistry and Its Applications, Jhon Wiley & Sons, Singapore
- [12] Chin, R.E., 1999, Preparation of Microstructure of Alumina Ceramics, (Publikasi di internet : www.struers.com/structure/stru33f.htm)
- [13] Yet-Ming, C., 1997, Physical Ceramics : Principles for Ceramics Science and Engineering, Jhon Wiley & Sons, New York
- [14] Quinn, G.D., 1998, Hardness Testing of Ceramics, Advanced Materials and Processes, 154 : 1-5