

## Pembuatan dan Karakterisasi Mullite Berbasis Abu Vulkanik dan Alumina

Eko Arief Setiadi<sup>1,\*</sup>, M. Hasan Abdul Malik Karimullah<sup>2</sup>, Isamatul Lisa<sup>3</sup>, Sulanjari<sup>4</sup>, dan Perdamean Sebayang<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Pusat Penelitian Fisika, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), Kawasan Puspiptek Gd 440-442, Serpong, Tangerang Selatan, Banten, Indonesia

<sup>2</sup>Jurusan Fisika, Universitas Jenderal Soedirman, Jl. Dr. Soeparno No. 61, Karangwangkal, Purwokerto Utara, Banyumas, Jawa Tengah, Indonesia

<sup>3</sup>Jurusan Fisika, Universitas Negeri Lampung, Jl. Dr. Soemantri Brojonegoro No 1, Gedung Meneng, Bandar Lampung, Lampung, Indonesia

<sup>4</sup>Jurusan Teknik Mesin, Universitas Pamulang, Pamulang, Banten, Indonesia

E-mail: \*eko.arief.setiadi@lipi.go.id

Masuk : 11 September 2017

Direvisi : 25 September 2017

Disetujui : 5 Oktober 2017

**Abstrak:** Telah berhasil dibuat keramik berbasis mullite dari abu vulkanik dan  $Al_2O_3$  dengan metode paduan mekanik dan sintering. Preparasi dimulai dengan proses milling abu vulkanik dan  $Al_2O_3$ . Ukuran diameter rata-rata serbuk hasil milling diperoleh nilai 3,54  $\mu m$ . Serbuk hasil milling kemudian dikompaksi dan disinter dengan variasi suhu 900, 1000 dan 1100 °C. Hasil uji densitas dan porositas menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu sintering maka nilai densitas akan semakin tinggi sedangkan porositasnya semakin rendah. Hasil analisa XRD menunjukkan bahwa terdapat tiga fasa sampel yaitu mullite sebagai fasa dominan serta hematit dan  $SiO_2$  sebagai fasa sekunder. Hasil nilai kekerasan sampel menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu sintering maka nilai kekerasannya juga semakin tinggi. Nilai optimum sampel diperoleh pada sampel yang disinter pada suhu 1100 °C dengan nilai densitas, porositas dan kekerasan masing-masing sebesar 2,54  $g/cm^3$ , 5,21% dan 283,16 HV.

**Kata kunci:** Mullite, abu vulkanik,  $Al_2O_3$ , densitas, porositas, kekerasan

**Abstract:** Preparation mullite based on ceramics from volcanic ash and  $Al_2O_3$  by mechanical alloy and sintering method was successfully. Preparation begins with the process of milling of volcanic ash and  $Al_2O_3$ . The average diameter of powder result of milling obtained value 3.54  $\mu m$ . Then, the powder of milling results is compacted and sintered with various temperature of 900, 1000 and 1100 °C. The results of density and porosity analysis show that the higher the sintering temperature so the density value will be higher while the porosity is lower. XRD analysis shows that there are three phases, i.e mullite as dominant phase and other hand hematite and  $SiO_2$  as secondary phase. The result of the hardness of the sample shows that the higher the sintering temperature, the hardness value is higher. The optimum values of the samples were obtained in sintered samples at 1100 °C with density, porosity and hardness values of 2.54  $g/cm^3$ , 5.21% and 283,16 HV, respectively.

**Keywords:** Mullite, volcanic ash,  $Al_2O_3$ , density, porosity, hardness

### PENDAHULUAN

Mullite merupakan keramik berbasis silika dalam sistem  $Al_2O_3 - SiO_2$  yang terbentuk dari dua komponen yaitu alumina dan silika [1]. Mullite telah banyak dimanfaatkan dalam berbagai bidang seperti dalam aplikasi elektronik, optik, dan komponen struktur suhu tinggi [2]. Mullite memiliki karakteristik daya hantar panas rendah, ekspansi termal rendah, konstanta dielektrik rendah dan kekuatan mekanis yang tinggi, sehingga dapat digunakan sebagai isolator panas suhu tinggi dan isolator listrik tegangan tinggi karena mempunyai resistansi

tinggi [3]. Mullite dapat dipreparasi dengan berbagai metode, seperti sol gel, presipitasi, hidrolisis, *spray pyrolysis*, *chemical vapour deposition* dan metode lainnya [4]. Mullite memiliki titik lebur 1840 °C. Keunggulan mullite pada saat digunakan, tahan terhadap suhu sampai mendekati titik leburnya [5]. Selain itu juga kekuatan mekanik dan kejut suhu (*thermal shock resistance*) atau berkaitan dengan nilai koefisien ekspansi termal yang rendah [6].

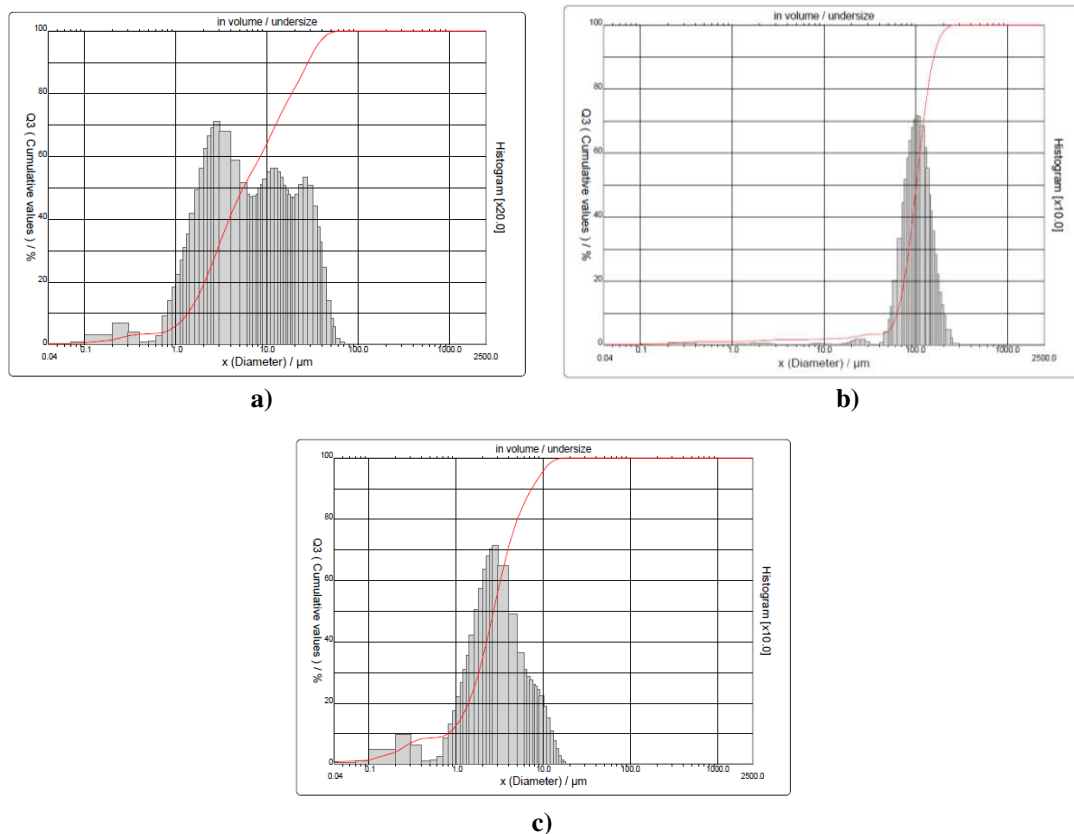
Dalam pembuatan keramik mullite bahan baku yang digunakan adalah silika dan alumina. Pada penelitian ini bahan baku silika yang digunakan menggunakan bahan abu vulkanik gunung sinabung, dimana abu vulkanik gunung sinabung mengandung silika ( $\text{SiO}_2$ ) sebesar > 58% [7]. Dengan penggunaan bahan baku silika dari abu vulkanik alam di Indonesia maka mullite yang dihasilkan akan memiliki nilai ekonomis.

## METODOLOGI

Penelitian ini dimulai dengan penambahan 15%wt  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pada abu vulkanik dari gunung Sinabung, Sumatera Utara (dengan kandungan 64,7% Si, 17,3% Fe dan 18% unsur lainnya diukur dengan XRF). Campuran serbuk kemudian di-*milling* dengan HEM (*High Energy Milling*) selama masing-masing 1 jam dengan media toluene. Serbuk kemudian dimasukkan ke dalam oven sampai kering, lalu dikarakterisasi dengan Particle Size Analyzer (PSA – Cilas 1500). Serbuk kemudian dicetak secara *dry pressing* sebanyak masing-masing 2,5 g pada tekanan 70 kgf hingga berbentuk pellet. Selanjutnya sampel di sintering di dalam *furnace* dengan variasi temperatur 900, 1000, dan 1100 °C masing-masing selama 1 jam. Pellet kemudian diukur densitas dan porositasnya dengan menggunakan prinsip Archimedes (ASTM C373-88). Selain itu sampel juga dikarakterisasi menggunakan X-ray diffraction (XRD - Rigaku SmartLab dengan panjang gelombang Cuka 1,5406) dan Microhardness Tester (MHT – Leco 100AT) untuk menganalisa fasa dan nilai kekerasannya.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

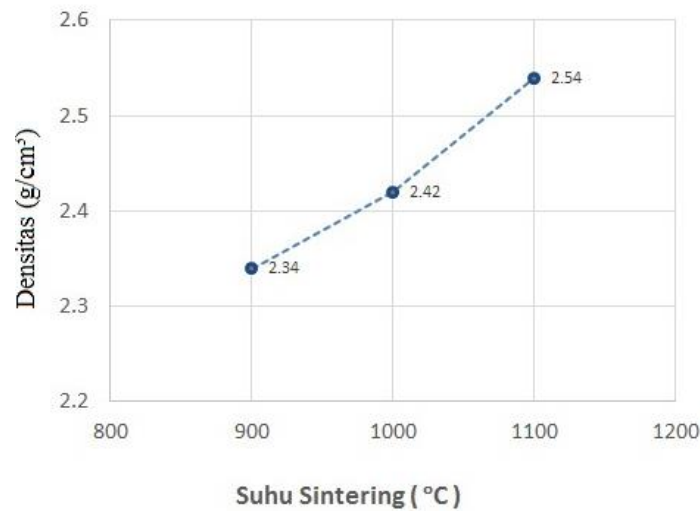
Pada Gambar 1 merupakan hasil pengukuran dari abu vulkanik,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  serta serbuk campuran hasil milling abu vulkanik dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .



**Gambar 1.** Hasil pengukuran *particle size analyzer* dari a) abu vulkanik, b)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , dan c) serbuk campuran hasil milling.

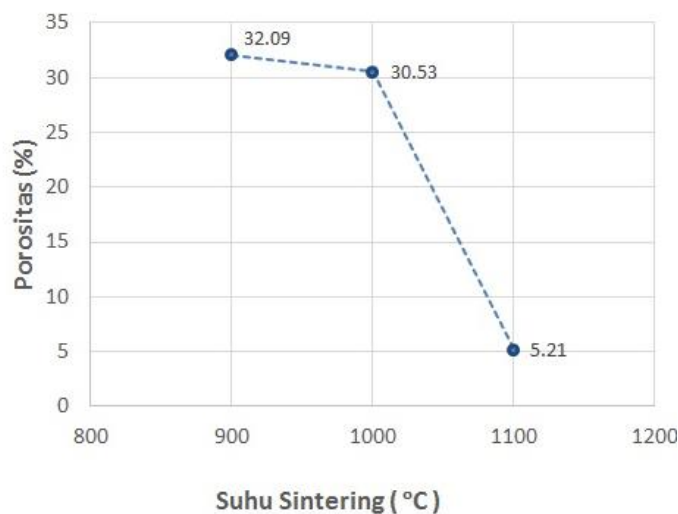
Dari hasil pengukuran PSA diperoleh bahwa ukuran partikel rata-rata abu vulkanik (Gambar 1a) adalah sebesar  $10,5 \mu\text{m}$  sedangkan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sebesar  $105,9 \mu\text{m}$ . Dari histogram diperlihatkan bahwa ukuran abu vulkanik sebelum milling masih kurang homogen. Setelah campuran kedua bahan tersebut dimilling selama 1 jam diperoleh ukuran partikel rata-rata  $3,5 \mu\text{m}$ . Dari grafik histogram terlihat hasil milling sudah cukup homogen dengan ukuran yang lebih kecil dibanding ukuran sebelum dilakukan milling. Hal ini menunjukkan bahwa proses milling berlangsung efektif untuk memecah partikel-partikel campuran abu vulkanik dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  menjadi partikel lebih kecil.

Setelah serbuk hasil milling dicetak dalam betuk pellet, sampel pellet kemudian disinter dengan suhu sinter yang bervariasi dari 900, 1000 dan 1100 °C masing-masing ditahan selama 1 jam. Pellet hasil sinter kemudian diukur nilai densitas dan porositasnya dengan metode Archimedes sesuai ASTM C373-88. Hasil pengujian densitas dan porositas ditunjukkan oleh Gambar 2 dan Gambar 3.



**Gambar 2.** Hubungan densitas terhadap suhu sintering.

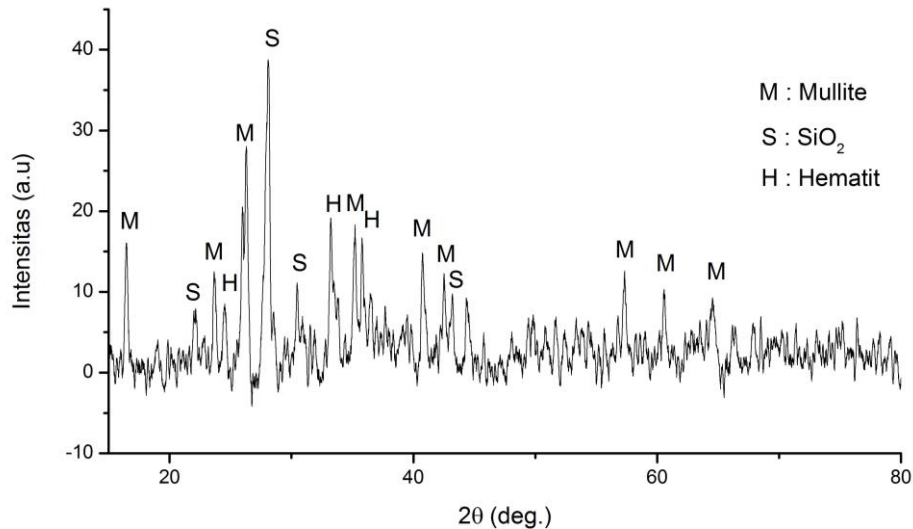
Pada Gambar 2 menunjukkan adanya hubungan yang linier antara densitas sampel dengan suhu sintering. Semakin tinggi suhu sintering maka densitas sampel akan semakin besar. Hal ini dikarenakan pada proses sintering terjadi proses pepadatan sampel, sehingga semakin tinggi suhu sintering sampel akan semakin padat sehingga nilai densitas semakin tinggi. Pada penelitian ini nilai densitas tertinggi diperoleh pada sampel dengan suhu sintering 1100 °C selama 1 jam dengan nilai densitas sebesar  $2,54 \text{ g/cm}^3$ . Apabila suhu sintering dinaikkan lebih besar dari 1100 °C akan terjadi deformasi atau terjadi penggelasan. Mullite standar memiliki densitas  $3,96 \text{ g/cm}^3$  [5]. Densitas yang diperoleh dengan referensi memiliki perbedaan yang signifikan. Besarnya densitas dan porositas sangat dipengaruhi oleh suhu sintering dan komposisi [8]. Begitupun juga dipengaruhi adanya fasa lain, selain mullite. Pada proses sintering terjadi densifikasi sehingga sampel akan semakin padat dengan rongga akan semakin berkurang.



**Gambar 3.** Hubungan porositas terhadap suhu sintering.

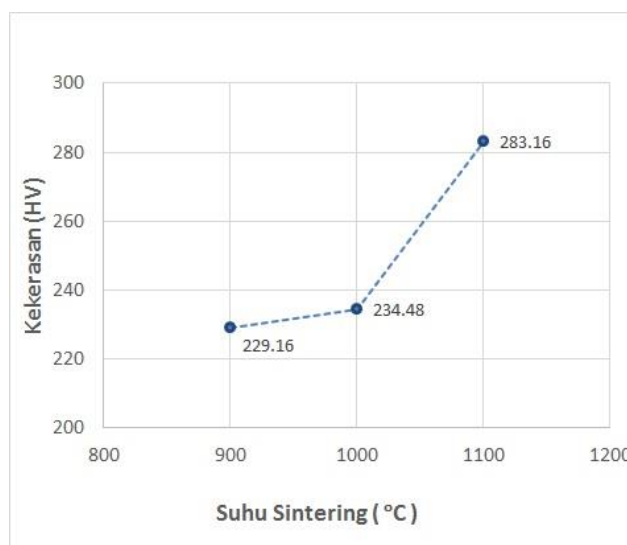
Pada Gambar 3 menunjukkan nilai porositas sampel. Dari grafik terlihat bahwa semakin tinggi suhu sintering maka nilai porositasnya akan cenderung menurun dengan nilai porositas terendah sebesar 5,21% pada sampel dengan suhu sinter 1100 °C. Semakin tinggi suhu sintering maka nilai densitas semakin naik sedang porositas semakin turun.

Hasil analisa fasa sampel dengan menggunakan XRD ditunjukkan oleh Gambar 4.



**Gambar 4.** Pola difraksi sampel pada suhu sintering 1100 °C.

Pada Gambar 4 merupakan hasil analisa XRD untuk sampel pada suhu sintering 1100 °C. Sampel ini dipilih karena nilai densitasnya yang paling besar dan porositasnya yang paling kecil. Dari analisa XRD menunjukkan adanya tiga fasa yaitu mullite sebagai fasa dominan dan dua fasa sekunder hematit dan silika. Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) muncul disebabkan dalam kandungan abu vulkanik selain unsur dominan Si juga memiliki kandungan unsur Fe sebesar 17,3%. Mullite merupakan keramik berstruktur kristal ortorombik dengan parameter kisi  $a = 7,54 \text{ \AA}$ ,  $b = 7,69 \text{ \AA}$  dan  $c = 2,88 \text{ \AA}$  [4], hematit merupakan oksida besi bersifat antiferomagnetik dengan struktur rhombohedral dengan parameter kisinya  $a = 5,03 \text{ \AA}$  dan  $c = 13,75 \text{ \AA}$  [9-10]. Sedangkan SiO<sub>2</sub> berasal dari abu vulkanik dengan kandungan silicon tinggi yang tidak bereaksi membentuk mullite. SiO<sub>2</sub> dengan struktur kristal heksagonal dan parameter kisinya  $a = 4,59 \text{ \AA}$  dan  $c = 5,20 \text{ \AA}$  [11]. Presentase mullite, hematit dan silika berdasarkan analisa XRD untuk sampel yang disinter 1100 °C selama 1 jam diperoleh sebesar 54% mullite, 32% silika dan 14% hematit.



**Gambar 4.** Hubungan kekerasan terhadap suhu sintering.

Hasil pengujian kekerasan sampel dengan metode Vickers pada load 500 gf dan waktu penahanan 13 detik ditunjukkan pada Gambar 4. Pada Gambar 4 menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu sinetering maka nilai kekerasannya juga semakin meningkat. Hal ini berkaitan dengan nilai densitas sampel. Untuk material sejenis semakin tinggi densitas sampel maka nilai kekerasannya akan semakin besar [12-13]. Semakin tinggi suhu sinetering maka nilai densitas semakin besar, kerapatan partikel pada pellet semakin meningkat, sehingga nilai kekerasan semakin tinggi. Hasil kekerasan tertinggi diperoleh pada sampel dengan suhu sinetering 1100 °C selama 1 jam sebesar 283,16 HV.

## KESIMPULAN

Telah berhasil dibuat pellet dari mullite berbasis abu vulkanik dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan metode paduan mekanik dan sinetering. Serbuk campuran serbuk Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan abu vulkanik hasil milling diperoleh nilai 3,54 µm. Serbuk tersebut kemudian dicetak dalam bentuk pellet dan disinter pada variasi suhu 900, 1000 dan 1100 °C masing-masing selama 1 jam. Hasil uji densitas dan porositas sampel pellet menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu sinetering maka nilai densitas akan semakin tinggi sedangkan porositasnya semakin rendah. Hasil analisa XRD menunjukkan bahwa terdapat tiga fasa sampel yaitu mullite sebagai fasa dominan, dan fasa sekunder hematit dan SiO<sub>2</sub>. Hasil nilai kekerasan sampel menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu sinetering maka nilai kekerasannya juga semakin tinggi. Nilai optimum sampel diperoleh pada sampel yang disinter pada suhu 1100 °C selama 1 jam dengan nilai densitas, porositas dan kekerasan masing-masing sebesar 2,54 g/cm<sup>3</sup>, 5,21% dan 283,16 HV.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Duval D J, Risbud S H dan Shackelford J F 2008 *Mullite; Ceramics and glass materials: structure, properties and processing* (England : Springer Science Business Media)
- [2] Zhang Z T, Wen G H, Liao J L dan Sridhar S 2010 *Steel Research International* **81** 516
- [3] Anggono J 2005 *Jurnal Teknik Mesin* **7** 1
- [4] Mao H, Selleby M dan Sundman B 2005 *Journal of the American Ceramic Society* **88** 2544
- [5] Sebayang P, Tetuko A P, Khairudini D S, Muljadi dan Ginting M 2001 *Jurnal Fisika dan Aplikasinya* **3** 2001
- [6] Chiang Y M, Birnie D dan Kingery W D 1977 *Physical Ceramic: Principles for Ceramic Science and Engineering* (Canada : John and Sons Inc.)
- [7] Nakada S dan Yoshimoto M 2014 Eruptive Activity of Sinabung Volcano in 2013 and 2014 *Earthquake Research Institute, The University of Tokyo, Tokyo*
- [8] Setiadi E A, Sari F P, Sari A Y, Ramlan R dan Sebayang P 2016 *Widyariset* **2** 1
- [9] Setiadi E A, Shabrina N, Utami H R B, Fahmi N F, Suharyadi E, Kato T dan Iwata S 2013 *Indonesian Journal of Applied Physcs* **3** 1
- [10] Setiadi E A, Rahmawati W, Yunus M, Karo-karo P dan Sebayang P 2017 *Journal of technical engineering : Piston* **1** 30
- [11] Hayati R dan Astuti, "Sintesis Nanopartikel Silika dari Pasir Pantai Purus Padang Sumatera Barat dengan Metode Kopersipitasi", *Jurnal Fisika Unand*, Vol. 4 (3), pp. 282-287, 2015
- [12] Biruu A K, Shiva K dan David S G S 2015 *Proceedings 2 Materials Today* 4402
- [13] Setiadi E A, Kurniawan C, Sebayang P dan Ginting M 2017 *Journal of Physics : Conf. Series* **817** 012054