

## PEMBUATAN KERAMIK BETA ALUMINA ( $\text{Na}_2\text{O} - \text{Al}_2\text{O}_3$ ) DENGAN ADITIF $\text{MgO}$ DAN KARAKTERISASI SIFAT FISIS SERTA STRUKTUR KRISTALNYA.

Ramlan<sup>1</sup>, Masno Ginting<sup>2</sup>, Muljadi<sup>2</sup>, Perdamean Sebayang<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Fisika FMIPA Universitas Sriwijaya

<sup>2</sup>Pusat Penelitian Fisika-LIPI  
Kawasan Puspiptek Serpong 15314.

### ABSTRAK

Keramik system  $\text{Na}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3$  dibuat melalui reaksi padatan dari campuran bahan baku : serbuk  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , serbuk  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , dan  $\text{Mg}(\text{OH})_2\text{CO}_3$  sebagai aditif  $\text{MgO}$ . Mole ratio antara  $\text{Na}_2\text{O}$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  adalah 1 : 11, sedangkan aditif  $\text{MgO}$  divariasikan yaitu: 0, 1 %, 2 %, 3 %, dan 4 % berat. Preparasi sample dilakukan dua tahapan, tahap pertama pembuatan serbuk, ketiga macam bahan baku tersebut digiling menggunakan ball mill selama 24 jam, kemudian dikalsinasi pada suhu  $1200^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Pada tahap kedua serbuk yang telah dikalsinasi digiling dan diayak hingga lolos ayakan 400 mesh, kemudian dicetak dengan cara tekan, dan disintering dengan variasi suhu yaitu 1400, 1450, 1500, 1550, dan  $1600^\circ\text{C}$ , serta ditahan selama 2 jam. Masing-masing sample setelah disintering dikarakterisasi yang meliputi: sifat-sifat fisis (densitas, dan porositas), dan analisa fasa dengan difraksi sinar X. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa densitas tertinggi ( $2,34 \text{ g/cm}^3$ ) dan porositas terendah (32 %) diperoleh pada sample dengan aditif 3 %  $\text{MgO}$  dan suhu sintering  $1600^\circ\text{C}$ . Hasil analisa dengan difraksi sinar X menunjukkan bahwa telah terbentuk fasa dominan  $\text{Na-}\beta''\text{Al}_2\text{O}_3$  dengan fasa minor  $\text{Na-}\beta'\text{Al}_2\text{O}_3$ .

**Kata Kunci** : sintering, reaksi padatan, kalsinasi, beta alumina.

### ABSTRACT

*Ceramic system of  $\text{Na}_2\text{O} - \text{Al}_2\text{O}_3$  has been made through solid-solid reaction from mixing of raw materials : powder  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , powder  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , and  $\text{Mg}(\text{OH})_2\text{CO}_3$  as additive  $\text{MgO}$ . Mole ratio between  $\text{Na}_2\text{O}$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  was 1 : 11, also additive  $\text{MgO}$  was varied such as : 0, 1 %, 2 %, 3 %, and 4 % wt. The sample preparation was done in two steps, first step was mixing of raw materials with using a ball mill for 24 hours, then it was calcined at temperature  $1200^\circ\text{C}$  for 2 hours. The second step was forming of calcined powder with using pressing, and then all samples were sintered at temperature : 1400, 1450, 1500, 1550, and  $1600^\circ\text{C}$  with holding time about 2 hours. The sintered samples were characterized such as : physical properties ( density and porosity ), also phases analysis by using XRD. The characterization results show that highest density ( $2,34 \text{ g/cm}^3$ ) and lowest porosity (32%) were found at sample with 3 %  $\text{MgO}$  and at sintering temperature  $1600^\circ\text{C}$ . The XRD analysis show that it was obtained  $\text{Na-}\beta''\text{Al}_2\text{O}_3$  phase as dominant phase, and  $\text{Na-}\beta'\text{Al}_2\text{O}_3$  phase as minor phase.*

**Key Words** : sintering, solid reaction, calcination, beta alumina.

## I. PENDAHULUAN

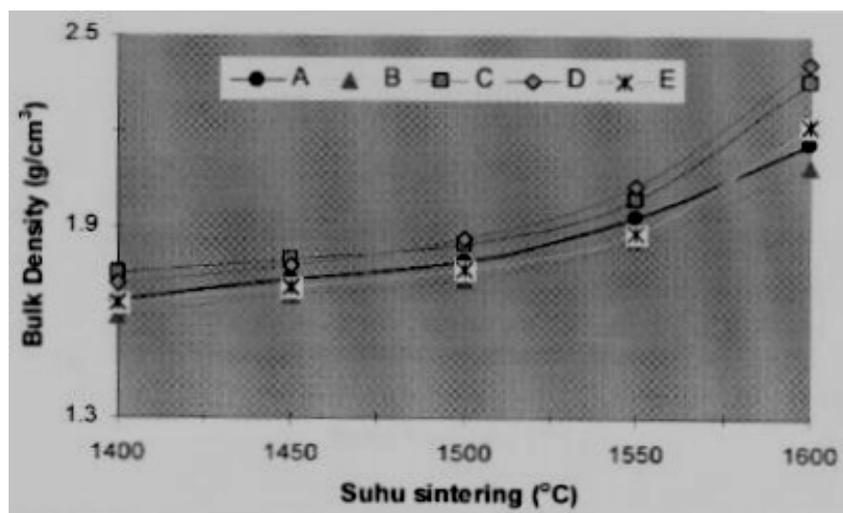
Alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) tergolong salah satu jenis keramik oksida atau keramik teknik, yang aplikasinya cukup luas baik di bidang elektronik maupun di bidang mekanik. Berdasarkan komposisinya, alumina ada dua macam yaitu alumina murni dan alumina tidak murni. Alumina murni merupakan polimorfi material yang berdasarkan struktur kristalnya dapat digolongkan menjadi dua yaitu  $\gamma$ -Alumina  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dan  $\alpha$ -alumina  $\text{Al}_2\text{O}_3$  atau disebut corundum [1]. Aplikasi dari corundum disamping sebagai bahan paling tahan suhu tinggi sampai suhu  $1700^\circ\text{C}$ , juga merupakan material yang sangat keras dan kuat sehingga sering dipakai sebagai bahan mekanik. Disamping itu sifat listrik atau konduktivitas listriknya sangat rendah sehingga cocok digunakan sebagai bahan isolator listrik. Sedangkan alumina tidak murni, umumnya merupakan kombinasi dua macam oksida seperti misalnya antara  $\text{Na}_2\text{O}$  dengan  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , yang membentuk struktur baru yaitu dikenal dengan sebutan beta alumina dengan formula stoichiometri  $\text{Na}_2\text{O} \cdot 11\text{Al}_2\text{O}_3$ . Beta alumina sendiri memiliki beberapa struktur kristal antara lain:  $\text{Na}-\beta'$   $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}-\beta''$   $\text{Al}_2\text{O}_3$ , dan  $\text{Na}-\beta'''$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  [1,2]. Aplikasi dari beta alumina hanya dibidang elektronik, yaitu material ini memiliki konduktivitas listrik yang cukup tinggi (memiliki konduktivitas ion  $30 \text{ Sm}^{-1}$  pada suhu  $300^\circ\text{C}$ ), sehingga cocok dipakai sebagai bahan elektrolit pada baterai padat [2]. Kecenderungan pada perkembangan teknologi di era tahun dua ribu mengarah ke perkembangan yang pesat dibidang elektronik khususnya dalam hal *energy storage* seperti baterai, dimana baterai padat memiliki daya kapasitas penyimpanan yang tinggi. Oleh karena itu pengembangan beta alumina sebagai salah satu kandidat material untuk baterai perlu mulai dikembangkan. Ketersediaan bahan baku alumina di alam di Indonesia cukup melimpah dalam bentuk mineral bauksit, selama ini belum dimanfaatkan secara optimal. Beta alumina memiliki sifat mekanik yang lebih rendah dibandingkan dengan corundum. Pada penelitian ini dibuat keramik beta alumina melalui reaksi padatan antara  $\text{Na}_2\text{O}$  dengan  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , dimana reaksi tersebut berlangsung pada suhu tinggi sekitar  $1200 - 1400^\circ\text{C}$ . Dalam pembuatan keramik diawali dengan pembuatan serbuk kemudian dilanjutkan ke proses pemadatan pada suhu tinggi yang disebut dengan proses sintering [3,4]. Suhu agar tercapai proses sintering yang sempurna sangat dipengaruhi oleh jenis material, ukuran butir, dan aditif sintering yang digunakan. Dalam pembuatan keramik beta alumina ini digunakan aditif  $\text{MgO}$ , karena aditif ini telah banyak dilakukan peneliti lain pada pembuatan keramik alumina. Dimana aditif  $\text{MgO}$  dalam sintering alumina memberikan efek yang baik terhadap mikrostruktur dan mampu mengurangi pori-pori hingga mendekati zero. Tahapan pembuatan keramik beta alumina ini baru sampai tahap pembuatan benda uji untuk dilakukan pengujian sifat-sifat fisis seperti densitas dan porositas, serta analisa fasa dengan difraksi sinar X.

## II. METODOLOGI

Pembuatan keramik beta alumina digunakan komposisi tetap yaitu dengan mole ratio antara  $\text{Na}_2\text{O}$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  adalah 1 : 11, dan sebagai aditif sintering digunakan  $\text{MgO}$  dengan variasi: 0, 1 %, 2 %, 3 %, dan 4 % berat. Sebagai bahan baku digunakan bahan kimia murni dari E-Merck yaitu: serbuk  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sebagai sumber  $\text{Na}_2\text{O}$ , serbuk  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , dan sebagai sumber  $\text{MgO}$  digunakan  $\text{Mg}(\text{OH})_2\text{CO}_3$ . Ada dua tahapan yang dilakukan yaitu pembuatan serbuk dengan mencampurkan ketiga macam bahan baku tersebut berdasarkan komposisinya menggunakan *ball mill* dan media nya adalah alkohol. Proses pencampuran dengan *ballmill* dilakukan selama 24 jam, setelah di *ball mill* dilakukan pengeringan pada suhu sekitar 60 – 80 °C, sehingga diperoleh serbuk kering. Selanjutnya serbuk tersebut digerus dengan mortar tangan dan diayak dengan ayakan 400 mesh. Selanjutnya serbuk yang lolos ayakan dicetak tekan dengan tekanan sekitar 50 MPa, kemudian disintering dengan menggunakan tungku listrik dengan kecepatan 10 °C / menit. Suhu sintering divariasikan dari 1400°C sampai 1600°C dengan interval 50°C, pada masing suhu tersebut dilakukan penahanan selama 2 jam. Selanjutnya masing-masing sampel yang telah disintering dilakukan pengujian yang meliputi pengujian densitas dan porositas dengan metode Archimedes, serta dilakukan analisa fasa dengan menggunakan difraksi sinar X.

## III. HASIL DAN PEMBAHASAN

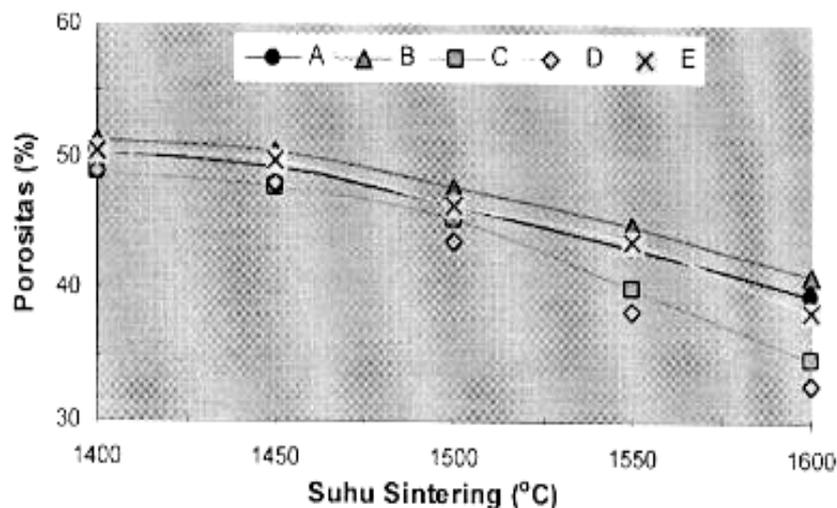
Hasil pengukuran densitas dan porositas dari masing-masing sampel ditunjukkan pada Gambar 1 dan 2 sebagai berikut.



Gambar 1. Kurva hubungan Bulk Density terhadap Suhu Sintering untuk berbagai Persen aditif  $\text{MgO}$  ( A : 0%, B : 1 %, C : 2 %, D : 3 %, E : 4 % ).

Kurva Gambar 1 menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu sintering nilai densitas cenderung naik, hal ini menerangkan bahwa mekanisme proses sintering pada rentang suhu 1400 – 1600°C telah berjalan. Dari suhu 1400 sampai 1500 °C merupakan awal proses sintering, kenaikan densitasnya masih kecil, tetapi pada kisaran 1500 – 1600°C terjadi perubahan densitas yang besar, berarti terjadi proses akhir sintering / pemadatan. Penambahan aditif dari 1 % sampai dengan 3 % memberikan dampak kenaikan densitas, peranan aditif MgO mampu meredam pertumbuhan butir selama proses sintering, sehingga terjadi pemadatan, tetapi dengan bertambah banyaknya aditif MgO ( 4 % ) peranannya berkurang, sehingga densitasnya turun kembali. Suhu sintering yang baik adalah pada suhu 1600°C dengan aditif 3 % MgO yaitu diperoleh densitas sebesar 2,34 g/cm<sup>3</sup>. Akan tetapi densitas yang dicapai ini masih dibawah densitas menurut literature, dimana densitas teoritis sekitar 2,6 – 2,8 g/cm<sup>3</sup>.

Pada Gambar 2 dibawah ini ditunjukkan pola kurva yang berlawanan dengan kurva pada Gambar 1.

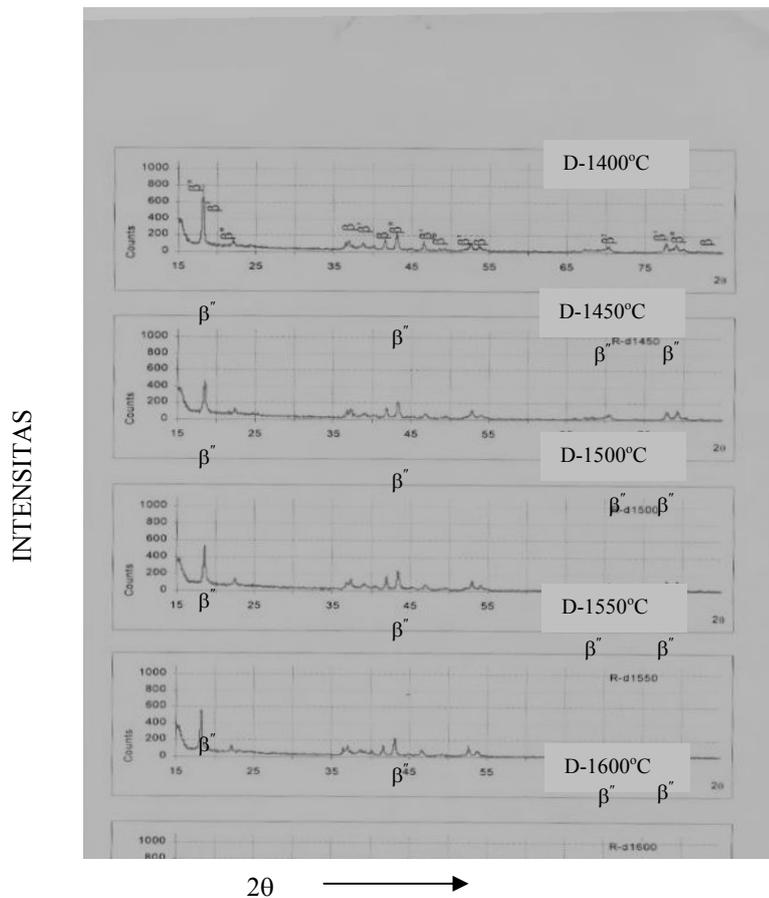


**Gambar 2. Kurva hubungan Porositas terhadap Suhu Sinting untuk berbagai Persen aditif MgO ( A : 0%, B : 1 %, C : 2 %, D : 3 %, E : 4 % ).**

Semakin tinggi suhu sintering maka nilai porositasnya cenderung mengecil, hal ini sesuai dengan mekanisme proses sintering, dimana terjadi pengurangan pori selama terjadi proses sintering. Porositas terendah adalah 32 % pada sampel dengan aditif 3 % MgO dan disinting pada suhu 1600°C. Idealnya porositasnya harus mendekati nol, tetapi hal ini dilihat dari nilai densitasnya juga masih jauh dibawah densitas teoritis. Untuk dapat mencapai porositas yang lebih rendah lagi dan

densitas juga dapat meningkat mendekati densitas teoritis, maka perlu dilakukan penelitian lebih lanjut lagi .

Hasil analisa dengan difraksi sinar X ditunjukkan pada Gambar 3 sebagai berikut. Telah teridentifikasi bahwa telah terbentuk fasa dominan Na- $\beta''$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  dengan fasa minor Na- $\beta'$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  . Perubahan suhu sintering tidak memberikan adanya perubahan fasa yang besar. Karena fasa-fasa tersebut telah terbentuk pada suhu  $1400^\circ\text{C}$ , dan tetap stabil dengan suhu sintering yang meningkat.



**Gambar 3. Pola difraksi sinar X untuk sample D ( 3 % MgO ) yang disinterring pada suhu dari 1400 – 1600°C.**

## KESIMPULAN

Keramik beta alumina dengan fasa Na-β'' Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> telah dapat terbentuk pada suhu sekitar 1400 – 1600°C, dan disertai dengan fasa minor Na-β' Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Aditif MgO mampu memberikan efek pemadatan/sintering keramik beta alumina yang signifikan dengan presentase maksimum 3 %, dimana pada kondisi tersebut dengan suhu sintering 1600°C diperoleh densitas sebesar 2,34 g/cm<sup>3</sup> dan porositas 32 %.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Buchanan R.C., Ceramic Materials for Electronics, Marcel Dekker, New York and Basel, 1986.
2. Moulson A.J and J.M Herbert, Electroceramic, Chapman and Hall, New York, 1999.
3. Ristic M.M., Sintering- New Developments, Elsevier, Amsterdam, 1979.
4. William C, Firing – Sintering , Hand Book of Engineered Materials, Vol.4, ASM International, New York, 1991.