

Sifat Sintered Body Keramik Alumina pada Ukuran Partikel yang Direduksi

Fandy Prastowo¹, Andre Giovanni¹, M Andri¹, Nofriady Handra¹, Sri Elfina², Ade Indra^{1*}

¹ Jurusan Teknik Mesin, Institut Teknologi Padang

² Jurusan Analis Kimia, Politeknik ATI Padang

*Korespondensi : adeindra@itp.ac.id

ABSTRAK

Sintered body alumina (Al_2O_3) berbentuk *pellets* telah dibuat dengan bervariasi ukuran partikel. Ukuran partikel awal di-*sieving* pada *mesh* 200-270 (53-74 μm). Ukuran partikel lainnya dihaluskan dengan menggunakan *centrifugal hammer mill*. Hasilnya di-*sieving* dan diperoleh ukuran partikel yang tertahan pada *mesh* 270 (>54 μm), tertahan *mesh* 400 (37-53 μm), dan lolos *mesh* 400 (<37 μm). Masing-masing variasi ukuran partikel alumina ditambahkan cairan polyvinyl alcohol (PVA) sebagai *binder*. Proses pencampuran alumina dengan PVA (ditambahkan alkohol sebagai pengencer), dilakukan pada *rotary drum* dengan *ceramic ball* didalamnya selama 2 jam. Campuran dikeringkan pada temperatur ruang selama 48 jam untuk menghilangkan alkohol. Gumpalan campuran dihaluskan kembali menggunakan *rotary drum* selama 2 jam dengan *ceramic ball* didalamnya. *Green body* dibuat dengan metode *uniaxial pressing* pada tekanan 100 MPa. Proses *sintering* dilakukan dengan pemanasan awal pada temperatur 700°C dengan *holding time* 1 jam bertujuan untuk menghilangkan PVA, dan kemudian temperatur dinaikkan sampai 1200°C dengan *holding time* 2 jam. Selama *sintering heating rate* dipertahankan 5°C/menit. Karakteristik fisik *sintered body* alumina ditentukan dengan pengujian penyusutan linier, densitas, dan karakterisasi struktur mikro. Densitas meningkat seiring pengecilan ukuran partikel yaitu dari 2,096 gr/cm^3 menjadi 2,140 gr/cm^3 dengan peningkatan *relative density* 2%. Hasil menunjukkan adanya perubahan sifat fisik seiring dengan pengecilan ukuran partikel alumina.

Kata kunci: ukuran partikel, *pressureless sintering*, sifat fisik, *sieving mesh*

ABSTRACT

Alumina sintered bodies (Al_2O_3), in the form of *pellets*, have been made by varying the size of particles. The initial particles were sieved on a 200-270 *mesh* (53-74 μm). The other sizes were refined using a *centrifugal hammer mill* and then sieved to obtain particles retained on the 270 *mesh* (> 54 μm) and the 400 *mesh* (37-53 μm), and those passed the 400 *mesh* (<37 μm). Polyvinyl alcohol (PVA) liquid as a binder was added into each of these size variations. The process of mixing alumina with PVA (alcohol as a diluent) was carried out for 2 h in a *rotary drum* with a *ceramic ball* in it. The mixture was dried at room temperature for 48 h to remove the alcohol. The mixture was smoothed again using a *rotary drum* for 2 h with a *ceramic ball* in it. *Green bodies* were made by *uniaxial pressing* method at a pressure of 100 MPa. The *sintering* process was carried out by preheating at a temperature of 700°C with a *holding time* of 1 h to eliminate PVA, and then the temperature was increased to 1200°C with a *holding time* of 2 h. During the *sintering*, the heating rate was maintained at 5°C/minute. The physical characteristics of the alumina sintered bodies were determined by testing the linear shrinkage, density, and microstructure characterization. Density increased with decreasing particle size, from 2.096 gr/cm^3 to 2.140 gr/cm^3 with an increase in *relative density* of 2%. The results showed a change in physical properties along with the reduction in the size of the alumina particles.

Keyword: particle size, *pressureless sintering*, physical properties, *sieving mesh*

1. PENDAHULUAN

Keramik merupakan material non organik dan non logam yang tersusun oleh ikatan-ikatan ion dan kovalen [1]–[3]. Keramik yang juga diartikan sebuah produk yang dibakar dan atau dipanaskan pada temperatur tinggi untuk memperoleh sifat-sifat yang diinginkan.

Alumina dengan rumus kimia Al_2O_3 merupakan material keramik yang sering digunakan dalam berbagai aplikasi dengan banyak keunggulan. Diantara sifat alumina yang dimanfaatkan adalah *compressive strength* yang tinggi, kekerasan yang tinggi, tahan pada temperatur tinggi, isolasi elektrik yang baik, dan tahanan abrasi. Bahkan dalam beberapa tahun terakhir, permintaan alumina dengan kemurnian tinggi berkembang pesat diberbagai sektor seperti industry otomotif, komputer, semikonduktor, dan sektor-sektor lain [4]. Dari uraian tersebut di atas, sifat-sifat alumina masih dimungkinkan untuk ditingkatkan, sehingga berpotensi untuk pemakaian pada aplikasi dengan beban *compressive* yang tinggi.

Banyak penelitian telah dilakukan untuk meningkatkan sifat-sifat dari *sintered body* alumina diantaranya meningkatkan kemurnian bahan baku alumina, perbaikan proses pembuatan *green body*, penggunaan *binder* dengan jumlah yang tepat, temperatur *sintering*, dan komposit alumina dengan berbagai penambahan bahan penguat. Sifat fisik dan mekanik alumina meningkat dengan sangat signifikan jika tingkat kemurnian bahan baku alumina semakin tinggi [4]. Penambahan jumlah binder yang tepat dapat mempengaruhi ikatan tangensial antara partikel pada saat pembuatan *green body*, sehingga dapat meningkatkan sifat fisik dan mekanik *sintered body* pada produk keramik [5]. Penelitian sebelumnya juga mengungkapkan bahwa tekanan cetak pada saat pembuatan *green body* dapat mempengaruhi sifat dari *sintered body* produk keramik. Berbagai komposit alumina dengan bahan lain juga telah diterapkan sebagai upaya peningkatan sifat dari alumina seperti *alumina/zirconia* [6]–[8], *alumina/carbon nano fiber* [9], *alumina/carbon molecular* [10], dan lainnya.

Disamping usaha-usaha perbaikan sifat keramik seperti yang disebutkan di atas, ada beberapa faktor penting lainnya yang dapat mempengaruhi sifat produk keramik yaitu bentuk partikel, ukuran partikel, dan distribusi ukuran partikel [11], [12].

Pada penelitian ini, dipelajari pengaruh perbedaan ukuran partikel terhadap sifat fisik *sintered body* pada keramik alumina. Metode *pressureless sintering* diterapkan untuk menghasilkan sampel uji, sedangkan *green body* dibuat dengan proses *uniaxial pressing*. Temperatur *sintering* tidak menjadi pembahasan pada penelitian ini.

2. METODE PENELITIAN

2.1. Material

Alumina teknis berukuran rata-rata 54 μm digunakan sebagai material uji yang diperoleh dari Brataco Indonesia. Partikel alumina dilakukan proses penghalusan ukuran dengan menggunakan *centrifugal hammer mill* selama 20 menit, dan kemudian hasil ukuran partikel yang berbeda diperoleh melalui proses *sieving* dengan *mesh* 200, 270, dan 400. PVA berbentuk cairan berwarna biru digunakan sebagai *binder* dan alkohol sebagai pengencer yang diperoleh dari LQ Lab, Indonesia. Air murni (aquades) digunakan pada seluruh proses penelitian yang diperoleh dari Brataco, Indonesia.

2.2. Metode

2.2.1. Persiapan partikel alumina dan karakterisasi

Partikel alumina disiapkan dengan ukuran yang bervariasi yaitu lolos *mesh* 200 dan tertahan pada *mesh* 270 sebagai ukuran awal (200-270). Ukuran partikel alumina yang lain di-*sieving* setelah proses penghalusan yang masing-masing tertahan *mesh* 270 (T270), tertahan *mesh* 400 (T400), dan lolos *mesh* 400 (L400). Partikel dengan kondisi awal dan kondisi setelah dihaluskan, dikarakterisasi struktur mikronya dengan menggunakan *scanning electron microscopy* (SEM-Hitachi Horiba S-3400 N, Japan).

2.2.2. Persiapan sampel

Masing-masing variasi sampel dengan ukuran yang berbeda ditambahkan PVA sebanyak 10% berat [5] dan alkohol sebanyak dua kali berat alumina. Bahan-bahan tersebut dicampur selama 2 jam menggunakan *rotary mixer* dengan *ball mill* alumina didalamnya. Setelah proses pencampuran, alumina dikeringkan selama 48 jam untuk menghilangkan kandungan alkohol. Gumpalan serbuk alumina dihaluskan kembali pada *rotary mixer* selama 2 jam dengan *ball mill* alumina didalamnya. *Green body* dibuat berbentuk *pellet* dengan ukuran diameter 8mm dan tebal 6mm dengan proses *uniaxial pressing* pada tekanan 100 MPa. Pada proses *sintering* untuk menghasilkan *sintered body*, pemanasan awal dilakukan pada temperatur 700°C dengan *holding time* 1 jam dengan tujuan menghilangkan PVA, selanjutnya temperatur dinaikkan sampai 1200°C dengan *holding time* selama 2 jam. Selama proses *sintering heating rate* dipertahankan 3°C/menit.

2.2.3. Karakterisasi sampel

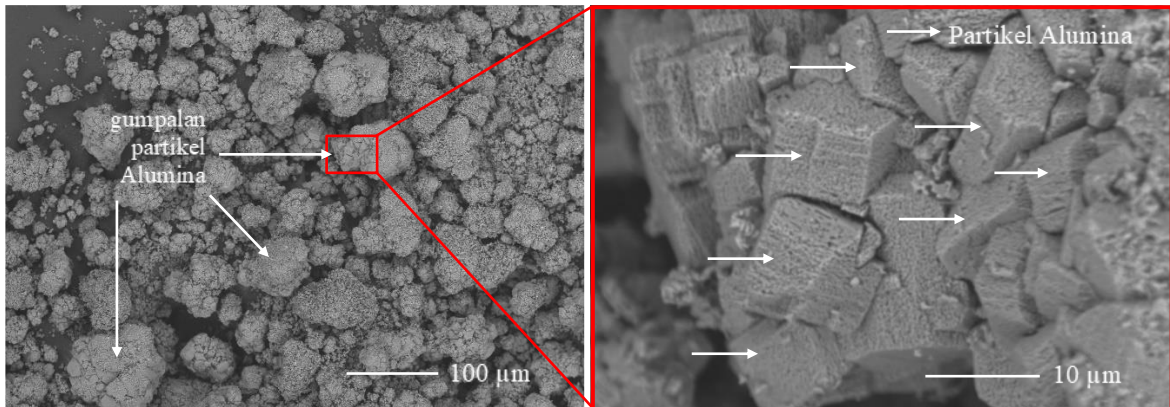
Penyusutan linier dilakukan untuk tiga pengujian yaitu penyusutan diameter, penyusutan tebal, dan penyusutan berat dengan membandingkan antara *green body* dengan *sintered body*. Pengujian densitas dilakukan dengan berpedoman pada teori *Archimedes*. Struktur mikro *sintered body* alumina diamati dengan menggunakan SEM.

3. HASIL DAN ANALISIS

3.1. Karakterisasi struktur mikro partikel

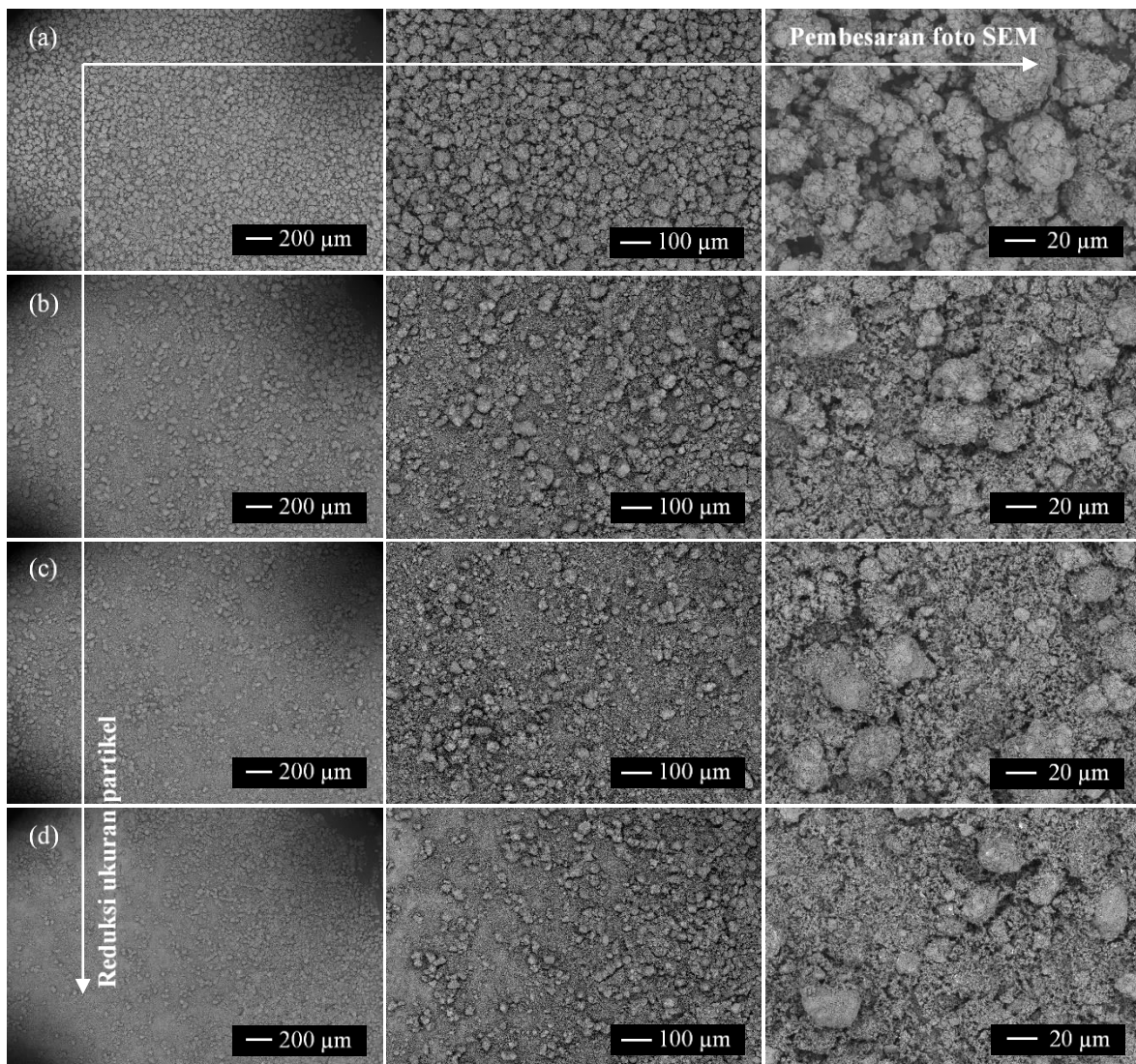
Karakterisasi struktur mikro diperiksa untuk alumina pada kondisi awal dan sesudah penghalusan dengan menggunakan SEM. Gambar 1 memperlihatkan bahwa bentuk partikel alumina adalah *irregular* dan adanya *agglomerate* antar partikel [13]–[17], sedangkan untuk ukuran partikel alumina rata-rata 54 μm

sesuai dengan spesifikasi yang diperoleh. Foto SEM pada Gambar 2 memperlihatkan bentuk dan ukuran



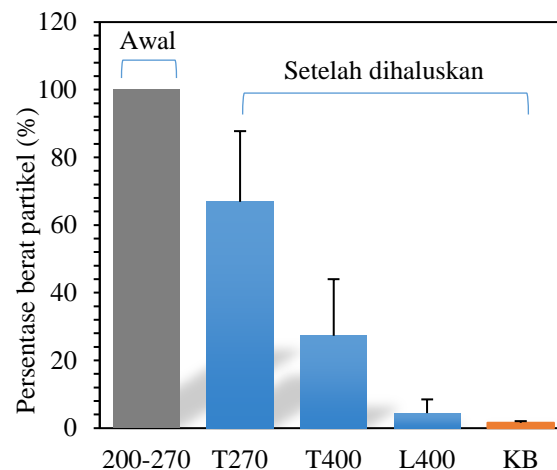
Gambar 1. Foto SEM partikel alumina dengan kondisi awal yang diperoleh, (spesifikasi: rata-rata ukuran 54 μm)

partikel alumina sebelum dan sesudah proses penghalusan. Gambar 2(a) merupakan partikel alumina sebelum dihaluskan, namun telah distandarkan ukurannya dengan lolos *mesh* 200 dan tertahan pada 270. Dari foto



Gambar 2. Foto SEM partikel Alumina (a) kondisi awal yang di-*sieving* pada mesh 200-270, (b,c, dan d) yang telah dihaluskan selama 20 menit masing-masing: T270, T400, dan L400

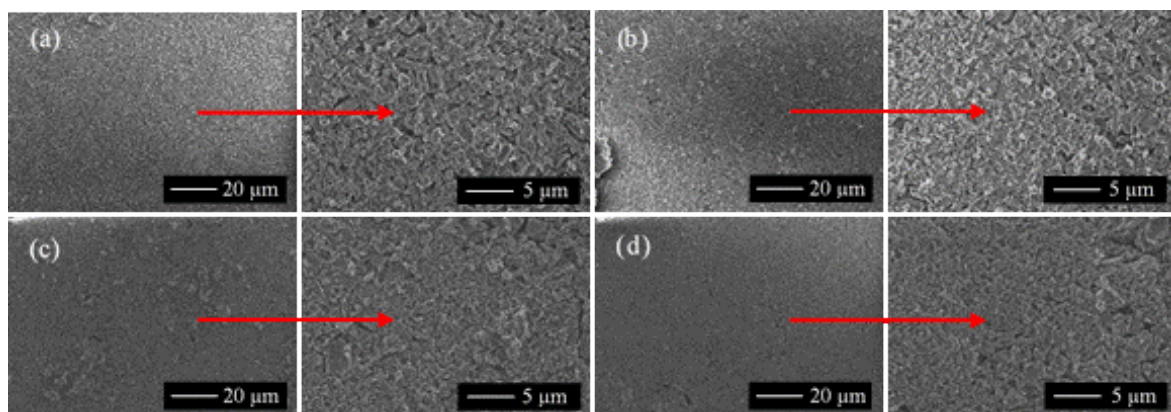
SEM dapat dilihat bahwa *agglomerate* antar partikel sangat dominan dan dalam jumlah yang sangat tinggi. Gambar 2(b-d) merupakan partikel alumina setelah proses penghalusan, dari foto SEM dapat dilihat terjadinya reduksi ukuran partikel alumina setelah proses penghalusan. *Agglomerate* antar partikel juga semakin menurun setelah proses penghalusan, hal ini membuktikan bahwa *agglomerate* antar partikel alumina dapat dipisahkan dengan proses penghalusan *centrifugal hammer mill*. Penelitian sebelumnya tentang adanya *agglomerate* antar partikel alumina juga sudah dilaporkan [18]–[20]. Gambar 3 menerangkan hubungan antara ukuran partikel alumina dengan distribusi jumlah partikel yang dihasilkan setelah proses penghalusan selama 20 menit. Distribusi partikel alumina yang dihasilkan setelah proses penghalusan masing-masing 66.9% pada 200-270, 27.2% pada T270, 4.4% pada L400, dan 1.5% kehilangan berat (KB) selama proses penghalusan. KB terjadi akibat adanya partikel yang menempel dan tersisa pada alat penghalus dan media lainnya pada saat proses penimbangan partikel.



Gambar 3. Jumlah dan ukuran partikel alumina hasil penghalusan dengan *centrifugal hammer mill*

3.2. Karakterisasi struktur mikro *sintered body*

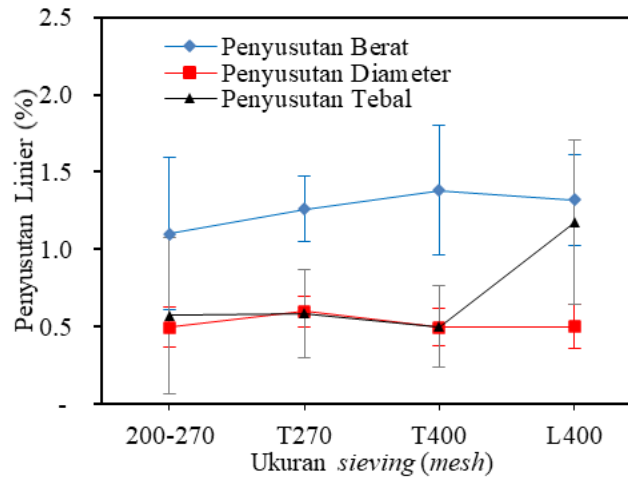
Karakterisasi struktur mikro *sintered body* alumina untuk semua variasi ukuran partikel diamati dengan menggunakan SEM. Gambar 4(a) adalah *sintered body* alumina dengan ukuran partikel yang di-*sieving* dengan mesh 200-270 dan belum dihaluskan, terlihat adanya jumlah dan ukuran pori-pori yang tinggi diantara batas butir partikel. Hal ini sesuai dengan teori, bahwa ukuran partikel sangat berpengaruh terhadap terhadap kualitas suatu produk [11]. Semakin besar ukuran partikel maka pori-pori yang dihasilkan juga relatif besar, dan begitu juga sebaliknya. Gambar 4(a) sampai dengan 4(d) dapat dilihat adanya penurunan jumlah dan ukuran pori-pori yang terjadi diantara batas butir. Hal ini disebabkan karena ukuran partikel semakin kecil jika dibandingkan dengan Gambar 4(a).



Gambar 4. Foto SEM *sintered body* alumina dengan variasi ukuran partikel (a) 200-270, (b) T270, (c) T400, dan (d) L400

3.3. Penyusutan linier

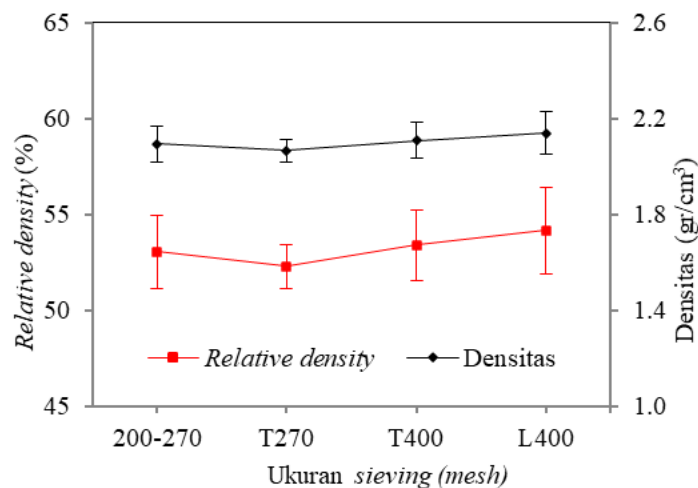
Gambar 5 menunjukkan penyusutan linier yang terjadi pada *sintered body* alumina dengan membandingkan kondisi sampel sebelum dengan setelah proses *sintering*. Pada penyusutan diameter sampel terlihat penurunan nilai, hal ini disebabkan karena ukuran partikel alumina yang semakin kecil. Pada ukuran partikel yang lebih kecil, membutuhkan penyusutan diameter yang juga kecil ketika proses *sintering*. Hal ini sangat erat kaitannya dengan pernyataan bahwa semakin kecil ukuran partikel maka temperatur *sintering* yang dibutuhkan juga akan semakin rendah [21].



Gambar 5. Nilai penyusutan linier pada *sintered body* alumina dengan variasi ukuran partikel

3.4. Density dan relative density

Gambar 6 memperlihatkan hubungan nilai densitas dan *relative density* *sintered body* alumina dengan ukuran partikel yang berbeda. Densitas meningkat seiring dengan mengecilnya ukuran partikel yang digunakan. Tingkat kepadatan produk sangat berkorelasi dengan ukuran partikel, dimana ukuran partikel yang lebih kecil dapat mereduksi dengan signifikan ukuran pori-pori pada *sintered body*. *Relative density*



Gambar 6. Nilai densitas dan *relative density* pada *sintered body* alumina dengan variasi ukuran partikel

juga meningkat dengan semakin kecilnya ukuran partikel, nilai ini juga didukung oleh data penyusutan diameter sampel. Penelitian sebelumnya juga sudah melaporkan adanya hubungan ukuran partikel terhadap sifat dari suatu produk [22]–[26]. Data *relative density* memegang peran penting terhadap kualitas *sintered body*, semakin tinggi *relative density* maka nilai kekuatan terutama *compressive strength* juga akan semakin tinggi [12], [27]–[30].

4. KESIMPULAN

Terjadi perubahan sifat fisik dari *sintered body* alumina seiring dengan pengecilan ukuran partikel. Densitas meningkat dari 2,096 gr/cm³ menjadi 2,140 gr/cm³ dengan peningkatan *relative density* sebesar 2%.

Dari foto SEM *sintered body* alumina memperlihatkan bahwa semakin kecil ukuran partikel maka kepadatan *sintered body* meningkat, terjadinya reduksi ukuran pori-pori, dan pengurangan jumlah pori-pori.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih disampaikan kepada kepala laboratorium Teknik Mesin Institut Teknologi Padang dan laboratorium Metalurgi Teknik Mesin Universitas Andalas atas dukungan fasilitasnya. Terimakasih juga disampaikan kepada seluruh tim *Ceramics Research Group* Teknik Mesin ITP atas kerjasama dan dukungan pembiayaannya pada penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] X. Q. Song *et al.*, "Sintering behaviour and microwave dielectric properties of BaAl_{2-2x}(ZnSi)_xSi₂O₈ ceramics," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 38, no. 4, pp. 1529–1534, 2018.
- [2] A. Kozlovskiy, K. Dukenbayev, I. Kenzhina, D. Tosi, and M. Zdorovets, "Dynamics of changes in structural properties of AlN ceramics after Xe⁺²² ion irradiation," *Vacuum*, vol. 155, no. April, pp. 412–422, 2018.
- [3] X. ge Chen, H. Zhang, H. song Zhang, Y. de Zhao, and G. Li, "Ce_{1-x}Sm_xO_{2-x/2}—A novel type of ceramic material for thermal barrier coatings," *Journal of Advanced Ceramics*, vol. 5, no. 3, pp. 244–252, 2016.
- [4] J. Raharjo, S. Rahayu, and T. Mustika, "Pengaruh Tingkat Kemurnian Bahan Baku Alumina Terhadap Temperatur Sintering dan Karakteristik Keramik Alumina," *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan" Pengembangan Teknologi Kimia untuk Pengolahan Sumber Daya Alam Indonesia*, pp. 1–7, 2015.
- [5] A. Indra, R. B. Setiawan, I. H. Mulyadi, J. Affi, and Gunawarman, "The Effect of PVA Addition as Binders on the Properties of Hydroxyapatite Sintered Body," in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, Submitted for publication.*, 2019.
- [6] M. Boniecki *et al.*, "Mechanical properties of alumina/zirconia composites," *Ceramics International*, vol. 46, no. 1, pp. 1033–1039, 2020.
- [7] M. Boniecki *et al.*, "Alumina/zirconia composites toughened by the addition of graphene flakes," *Ceramics International*, vol. 43, no. 13, pp. 10066–10070, 2017.
- [8] W. Huo, X. Zhang, Y. Chen, Z. Hu, D. Wang, and J. Yang, "Ultralight and high-strength bulk alumina/zirconia composite ceramic foams through direct foaming method," *Ceramics International*, vol. 45, no. 1, pp. 1464–1467, 2019.
- [9] S. A. AL-Hammadi, A. M. Al-Amer, and T. A. Saleh, "Alumina-carbon nanofiber composite as a support for MoCo catalysts in hydrodesulfurization reactions," *Chemical Engineering Journal*, vol. 345, pp. 242–251, 2018.
- [10] M. A. Llosa Tanco, J. A. Medrano, V. Cechetto, F. Gallucci, and D. A. Pacheco Tanaka, "Hydrogen permeation studies of composite supported alumina-carbon molecular sieves membranes: Separation of diluted hydrogen from mixtures with methane," *International Journal of Hydrogen Energy*, no. xxxx, 2020.
- [11] X. Cai, H. Tong, X. Shen, W. Chen, J. Yan, and J. Hu, "Preparation and characterization of homogeneous chitosan-poly(lactic acid)/hydroxyapatite nanocomposite for bone tissue engineering and evaluation of its mechanical properties," *Acta Biomaterialia*, vol. 5, no. 7, pp. 2693–2703, 2009.
- [12] A. Indra, R. Firdaus, I. H. Mulyadi, J. Affi, and Gunawarman, "Enhancing the physical and mechanical properties of pellet-shaped hydroxyapatite by controlling micron- and nano-sized powder ratios," *Ceramics International*, vol. 46, no. 10, pp. 15882–15888, 2020.
- [13] Y. Chang, J. Wu, M. Zhang, E. Kupp, and G. L. Messing, "Molten salt synthesis of morphology controlled α -alumina platelets," *Ceramics International*, vol. 43, no. 15, pp. 12684–12688, 2017.
- [14] A. B.-H. da S. Figueiredo, É. P. Lima Júnior, A. V. Gomes, G. B. M. de Melo, S. N. Monteiro, and R. S. de Biasi, "Response to Ballistic Impact of Alumina-UHMWPE Composites," *Materials Research*, vol. 21, no. 5, 2018.
- [15] O. Guven, F. Karakas, N. Kodrazi, and M. S. Çelik, "Dependence of morphology on anionic flotation of alumina," *International Journal of Mineral Processing*, vol. 156, pp. 69–74, 2016.
- [16] C. Wei *et al.*, "Effect of alumina on the microstructure and hydrogen production of Al-riched bulk alloys," *Chemical Physics Letters*, vol. 738, no. October 2019, 2020.
- [17] Y. Zhao, G. Wang, D. Shang, H. Lei, Q. Wang, and L. Cao, "Mechanisms on Superfine Alumina Inclusions Formation by Al-Deoxidation Reaction for liquid Iron," *Steel Research International*, vol. 89, no. 11, pp. 1–9, 2018.
- [18] M. Kostecki *et al.*, "Structural and mechanical aspects of multilayer graphene addition in alumina matrix composites—validation of computer simulation model," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 36, no. 16, pp. 4171–4179, 2016.
- [19] J. Yuan, J. Liu, Y. Zhou, J. Wang, and T. Xv, "Aluminum agglomeration of AP/HTPB composite propellant," *Acta Astronautica*, vol. 156, pp. 14–22, 2019.
- [20] R. Ghosh, R. Sarkar, and S. Paul, "Development of machinable hydroxyapatite-lanthanum phosphate composite for biomedical applications," *Materials and Design*, vol. 106, pp. 161–169, 2016.
- [21] E. Saiz, L. Gremillard, G. Menendez, P. Miranda, G. Gryn, and A. P. Tomsia, "Preparation of porous hydroxyapatite scaffolds," *Materials Science and Engineering C*, vol. 27, no. 3, pp. 546–550, 2007.
- [22] H. Xing *et al.*, "Effect of particle size distribution on the preparation of ZTA ceramic paste applying for stereolithography 3D printing," *Powder Technology*, vol. 359, pp. 314–322, 2020.
- [23] D. Sofia, D. Barletta, and M. Poletto, "Laser sintering process of ceramic powders: The effect of particle size on

- the mechanical properties of sintered layers,” *Additive Manufacturing*, vol. 23, pp. 215–224, 2018.
- [24] H. Wu *et al.*, “Effect of the particle size and the debinding process on the density of alumina ceramics fabricated by 3D printing based on stereolithography,” *Ceramics International*, vol. 42, no. 15, pp. 17290–17294, 2016.
- [25] C. Sun *et al.*, “Effect of particle size gradation on the performance of glass-ceramic 3D printing process,” *Ceramics International*, vol. 43, no. 1, pp. 578–584, 2017.
- [26] Y. Luo, S. Ma, C. Liu, Z. Zhao, S. Zheng, and X. Wang, “Effect of particle size and alkali activation on coal fly ash and their role in sintered ceramic tiles,” *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 37, no. 4, pp. 1847–1856, 2017.
- [27] F. Niu, D. Wu, F. Lu, G. Liu, G. Ma, and Z. Jia, “Microstructure and macro properties of Al₂O₃ ceramics prepared by laser engineered net shaping,” *Ceramics International*, vol. 44, no. 12, pp. 14303–14310, 2018.
- [28] K. Miyake, Y. Hirata, T. Shimonosono, and S. Sameshima, “The effect of particle shape on sintering behavior and compressive strength of porous alumina,” *Materials*, vol. 11, no. 7, 2018.
- [29] J. Ding, Q. Liu, B. Zhang, F. Ye, and Y. Gao, “Preparation and characterization of hollow glass microsphere ceramics and silica aerogel/hollow glass microsphere ceramics having low density and low thermal conductivity,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 831, p. 154737, 2020.
- [30] M. Weiß, P. Sälzler, N. Willenbacher, and E. Koos, “3D-Printed lightweight ceramics using capillary suspensions with incorporated nanoparticles,” *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 40, no. 8, pp. 3140–3147, 2020.