

PENGARUH *PRESURELESS SINTERING* TERHADAP *FRACTURE TOUGHNESS* KOMPOSIT KAOLIN-ZIRCONIA

Sigit Budi Hartono¹

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh *pressureless sintering* terhadap *fracture toughness* komposit Kaolin-Zirconia. Kaolin ($2\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), suatu material keramik yang telah digunakan secara luas pada industri keramik. Zirconia (ZrO_2) biasanya digunakan sebagai media untuk meningkatkan *fracture toughness* suatu material yang dikenal dengan ZTC (Zirconia Toughened Ceramics) misalnya: ZTA (Zirconia Toughened Alumina) dan ZTM (Zirconia Toughened Mullite). Dalam penelitian ini, komposisi berat Zirconia divariasikan dari 0%, 3%, 6%, 9%, 12%, 15%, dan 18% terhadap matrik Kaolin. Spesimen dibuat dengan tekanan kompaksi uni-axial 25 MPa dalam bentuk balok. Dimensi spesimen balok ($50 \times 10 \times 8$) mm³ dengan retak awal ditengah (SENB) untuk uji *fracture toughness* dan disinter pada suhu 1500 °C selama 1 jam. Spesimen *fracture toughness* dipolis dan diuji dengan metode single-edgenotched beam (SENB). Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa *fracture toughness* naik dari 0,73 MPa.m^{0,5} (0% berat Zirconia) menjadi 0,96 MPa. m^{0,5} (15% berat Zirconia) dan turun pada 18% berat Zirconia.

Kata Kunci: *Fracture Toughness*, Kaolin, Zirconia

PENDAHULUAN

Berbagai jenis keramik untuk orang awam biasanya dikaitkan dengan barang-barang kerajinan tetapi untuk ahli teknik keramik mencakup berbagai jenis bahan seperti gelas, batuan, beton, bahan ampelas, porselen, isolator dielektrik, bahan magnetic bukan logam, bata tahan api suhu tinggi, dan lainnya (Vlack, 1980). Bidang penggunaan baru bagi keramik sebagai bahan konstruksi telah dikembangkan. Pada umumnya keramik memiliki sifat-sifat yang baik yaitu keras, kuat dan stabil pada temperatur tinggi, tetapi keramik bersifat getas dan mudah patah (Surdia, 1985).

Kaolin ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) merupakan salah satu bahan keramik yang banyak dipakai sebagai bahan keramik tradisional. Sifat utama Kaolin adalah mempunyai titik

¹ Jurusan Teknik Mesin - Sekolah Tinggi teknologi Nasional Yogyakarta

lebur tinggi ± 1800 °C. Dalam perkembangannya bahan ini dipakai sebagai keramik maju (*advanced ceramics*) diantaranya bahan refraktori seperti batu tahan api tetapi kelemahannya adalah sifat ketangguhan retak yang rendah. Zirconia merupakan bahan keramik yang mempunyai sifat mekanis baik dan banyak digunakan sebagai media untuk meningkatkan ketangguhan retak bahan keramik lain diantaranya dikenal dengan ZTC (*Zirconia Toughened Ceramics*) misalnya, ZTA (*Zirconia Toughened Alumina*) dan ZTM (*Zirconia Toughened Mullite*). Dalam penelitian ini Zirconia digunakan sebagai media untuk meningkatkan kekuatan dan ketangguhan retak pada Kaolin.

TINJAUAN PUSTAKA

Distribusi ukuran partikel sangat berpengaruh terhadap sifat mekanis dari bahankeramik komposit, seperti ditulis oleh **Yu, dkk** (1999) untuk komposit *alumina-Zirconiagraphite* (AZG) refraktori. Dalam penelitiannya sebagai *binder* digunakan *phenolic resin* 5% berat. Bahan *dimixer* dan ditekan dengan tekanan 150 MPa secara *uni-axial* dengan ukuran spesimen 90x20x20 mm³ kemudian dipanaskan dengan suhu 1600 °C selama 2 jam. Penelitian ini menunjukkan bahwa didapatkan densitas yang tinggi 3,5 g.cm⁻³ dengan sedikit porositas + 5% yang dapat meningkatkan *thermal shock resistance* dan *erosion resistance*. Naiknya temperatur *sintering* pada bahan keramik matrik komposit sangat berpengaruh terhadap sifat fisis dan mekanisnya.

Menurut **Chen, dkk** (2000) yang mempelajari tentang penambahan partikel alumina pada matrik Kaolin. Alumina dengan Kaolin *dimilling* selama 4 jam dan ditekan 27 MPa secara *uni-axial*. Spesimen *disinter* pada suhu 1000-1600 °C selama 1 jam dengan *heating rate* dan *cooling rate* 5° C/menit. Penelitian ini menunjukkan bahwa densitas, *strength* dan *fracture toughness*-nya naik dengan naiknya suhu *sinter*.

Persentase penambahan berat *reinforcement* pada matrik komposit sangat berpengaruh terhadap modulus of rupture komposit seperti ditunjukkan oleh **Mazzai dan Rodrigues** (2000) dalam penelitiannya tentang komposit Alumina-Mullite-Zirconia yang diperoleh dari reaksi *sintering*. Dalam penelitian ini *modulus of rupture* dapat diukur untuk mengevaluasi pengaruh Zirconia dan mullite di dalam matrik alumina. Ukuran spesimen 62x5x6 mm³ dan ditekan 60 MPa, proses *sintering* dilakukan pada suhu 1650 °C dengan *heating rate* 10°C/menit selama 2 jam. *Modulus of rupture* terbaik terjadi pada

penambahan Zirconia 15% berat dan penurunannya pada penambahan 20 dan 25% berat Zirconia yang ditandai dengan tingginya porositas, timbulnya pori-pori antar butir dan mulai terjadi *microcracks* pada matrik komposit.

Streicher, dkk (2001) meneliti tentang ZTA (*Zirconia toughened alumina ceramics*). Ukuran spesimen balok $45 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$ dan silinder dengan ukuran diameter 25 mm dengan komposisi pertama adalah 75% berat alumina dan 25% berat Zirconia kemudian komposisi kedua dengan 74% berat alumina, 24% berat Zirconia dan 2% *impurity*. Spesimen diuji *indentation fracture toughness determination*, dan *X-ray* (XRD) untuk melihat komposisi kristal yang terjadi. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa K_{IC} untuk komposisi pertama ZTA 4,1 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$ dan komposisi kedua ZTA 2,8 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$.

LANDASAN TEORI

Material keramik adalah senyawa non organik yang biasanya tersusun atas unsure logam dan bukan logam, daya tahan terhadap slip umumnya lebih baik sehingga keramik lebih keras dan selalu kurang ulet dibandingkan dengan bahan logam atau polimer (**Vlack, 1980**). Dewasa ini pengembangan material keramik diarahkan pada pembuatan *Ceramic Matrix Composite* (CMC), dimana bahan keramik sebagai matrik dipadukan dengan bahan keramik lain atau logam untuk mendapatkan sifat yang lebih baik.

Kaolin ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

Kaolin merupakan salah satu bahan galian industri yang banyak digunakan baik sebagai bahan baku utama maupun sebagai filler. Industri yang banyak menggunakan Kaolin antara lain industri kertas, pengolahan karet ban, pupuk, sabun, pasta gigi, keramik dan lainnya (**Suseno, 1999**). Kaolin adalah bahan senyawa alumina silikat hidrat yang pada umumnya mengandung mineral Kaolinit teratur berwarna putih, tidak plastis dan karena pada umumnya murni mempunyai *melting point* $\pm 1785 \text{ }^\circ\text{C}$ (**Hartono, 1988**).

Zirconia (ZrO_2)

Zirconia merupakan merupakan salah satu material refraktori khusus yang titik leburnya di atas $2500 \text{ }^\circ\text{C}$ (**Lee dan Rainforth, 1994**). Zirconia murni memiliki tiga perubahan phase pada temperatur tertentu (*polymorphic transformation*), pada tekanan 1 atm

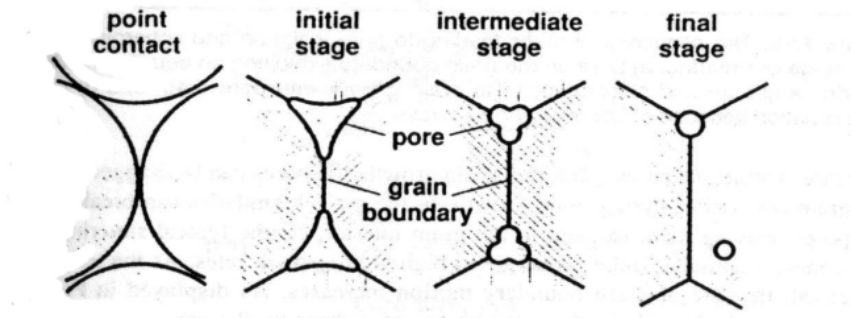
(Barsoum, 1997). Salah satu sifat menonjol dari Zirconia adalah *fracture toughness*-nya yang lebih baik dari keramik lainnya (Malau, 2002). Ketangguhan retak Zirconia lebih baik karena pada proses *sintering* Zirconia terjadi perubahan transformasi kristal dari phase monoklinik ke tetragonal (*metastable*) dan akan berubah ke phase monoklinik kembali bila ada *stress* sehingga menyebabkan adanya mekanisme penguatan (*toughening mechanism*).

Uniaxial Pressing

Keramik teknik pada umumnya dibuat dari partikel-partikel halus yang dibentuk dengan proses tekan dengan bahan yang kering seperti *uniaxial-pressing* atau *isostatic pressing*. *Uniaxial pressing* dilakukan dengan cara menekan *powder* didalam *die* dengan menggunakan tekanan satu arah axial menggunakan *plunger* atau piston. Penekanan dapat dilakukan dengan cara mekanis atau hidrolis.

Sintering

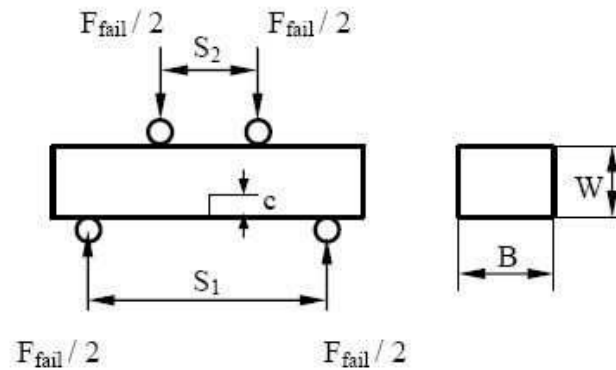
Proses *sintering* merupakan proses memanaskan *green body* didalam *furnace* (dapur pemanas) pada temperatur $2/3 - 4/5$ dari titik cairnya supaya partikel halus tersebut beraglomerasi menjadi bahan padat (Ryshkewitch, 1960). Kebanyakan bahan keramik dibuat dengan cara *sintering* dan tahapan dalam *sintering* mengacu pada urutan perubahan secara fisik yang terjadi ketika partikel-partikel saling mengikat dan porositasnya menurun (Djaprie, 1998). Tahap-tahap *sintering* dapat dibagi menjadi tiga tahap seperti pada Gambar 1, yaitu tahap pertama (*initial stage*) terjadi *rearrangement* dan *neck formation*, tahap kedua (*intermediate stage*) terjadi *neck growth*, *grain growth* dan *pore-phase continuous*, dan tahap terakhir atau tahap ketiga (*final stage*) terjadi *much grain growth*, *discontinuous pore-phase*, *grain boundary* dan *pores eliminated* (Barsoum, 1997).



Gambar 1. Tahapan Yang Terjadi Selama Proses *Sintering* (German, 1994)

Uji *Fracture Toughness* (K_{1C})

Untuk mengetahui ketangguhan spesimen terhadap retak dilakukan pengujian *fracture toughness* (K_{1C}) dengan metode *single-edge notched beam* (SENB) (Schneider, 2000).



Gambar 2. Skema Pengujian *Fracture Toughness* Dengan Metode *Single-Edge Notched Beam* (SENB).

Hasil pengujian *fracture toughness* (K_{1C}) tersebut dihitung dengan persamaan (Green, 1998 & Schneider, 2000) :

$$K_{1C} = \frac{F_{fail} (S_1 - S_2) \cdot c^{0.5} \cdot Y}{2 \cdot B \cdot W^2}$$

Dengan : K_{1C} = *fracture toughness* (MPa. m^{0,5})

Y = faktor geometri

c = panjang retak (mm)

S1 = jarak antar tumpuan (mm)

S2 = jarak antar gaya tekan (mm)

Untuk mencari faktor geometri (Y) pada pengujian *four-point bending* untuk uji K_{IC} dipakai persamaan di bawah ini (Green, 1998 & Schneider, 2000) :

$$Y = 1,99 - 2,47 \cdot \left(\frac{c}{W}\right) + 12,97 \cdot \left(\frac{c}{W}\right)^2 - 23,17 \cdot \left(\frac{c}{W}\right)^3 + 24,8 \cdot \left(\frac{c}{W}\right)^4$$

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan Penelitian:

1. Kaolin sebagai matrik diperoleh dari Brataco Chemica dengan ukuran partikel rata-rata 325 mesh (45 μm menurut ISO 565).
2. Zirconia sebagai *reinforcement* didapat dari Brataco Chemica dengan ukuran partikel rata-rata 140 mesh (106 μm menurut ISO 565).
3. Resin untuk *mounting* spesimen diperoleh dari Brataco Chemica.
4. Kertas ampelas untuk menghaluskan permukaan spesimen dari ukuran 120, 320, 400, 600, 1000.
5. Alkohol 96% diperoleh dari toko Asia lab. digunakan untuk *mixing* serbuk pada proses basah.

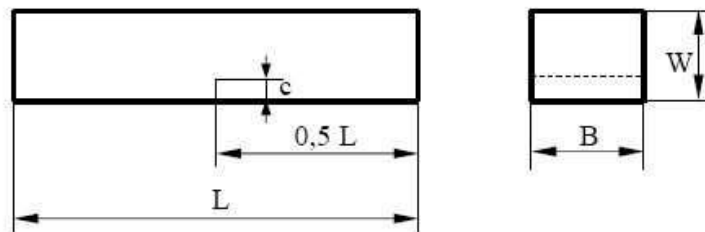
Alat Penelitian:

1. Timbangan digital (*Sartorius type LC 1201 S*) dan timbangan manual digunakan untuk menimbang matrik, partikel penguat, pengujian densitas.
2. *Mixer* digunakan untuk mencampur matrik dengan partikel penguat.
3. Cetakan spesimen (silindris dan balok) digunakan untuk pembuatan *green body*.
4. Mesin tekan (*Tarno Grocki type UPHG20 Japan*) digunakan untuk penekanan dalam pembuatan *green body*.
5. Dapur pemanas digunakan untuk proses *sintering*.
6. Alat uji kekerasan *Vickers (Hardness tester type 38505)* digunakan untuk pengujian kekerasan.
7. *Torse Universal testing machine type AMV-S-DE* untuk pengujian *fracture toughness* dan bending.

8. Mikroskop optic (*Olympus Japan*) digunakan untuk pengamatan penyebaran partikel, bentuk patahan dan menentukan panjang diagonal uji *Vickers*.
9. SEM untuk pengamatan struktur mikro.
10. Mesin *polish* untuk menghaluskan permukaan spesimen.

Bentuk Spesimen:

Spesimen uji *fracture toughness* seperti terlihat pada Gambar 3. 4 dengan ukuran $L = 50 \text{ mm}$, $c = 3 \text{ mm}$, $B = 10 \text{ mm}$, $W = 8 \text{ mm}$, jarak *crack* = $0,5 L$



Gambar 2. Bentuk Spesimen Balok Untuk Uji *Fracture Toughness* (K_{IC})

Cara Penelitian:

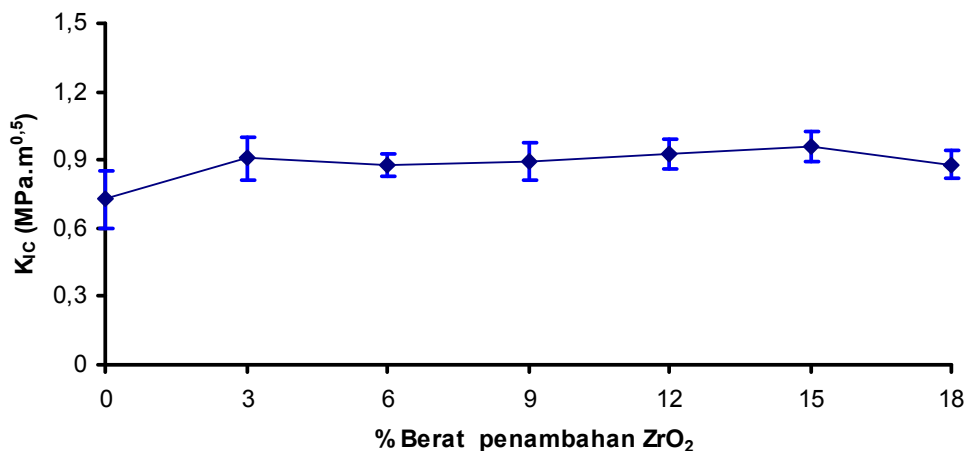
1. Mempersiapkan material spesimen berupa serbuk Kaolin, serbuk Zirconia dan alkohol, kemudian ditimbang dengan persentase berat Zirconia 0%, 3%, 6%, 9%, 12%, 15%, dan 18%.
2. Mencampur kedua material serbuk dengan penambahan alkohol 400 ml tiap 400 gr (Kaolin + Zirconia) pada tiap variasi, kemudian *dimixing* selama 3 jam dengan bolakelcereng.
3. Dikeringkan di udara terbuka sampai kering kemudian *dimixing* kembali selama 3jam.
4. Kemudian serbuk campuran (Kaolin + Zirconia) ditimbang berdasarkan kebutuhan tiap spesimen, kemudian dimasukkan ke dalam cetakan untuk dibuat *green body* dengan *uniaxial pressing* pada tekanan 25 MPa.
5. Untuk spesimen balok *disinter* pada suhu $1500 \text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan laju pemanasan $5 \text{ }^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ dan didinginkan sampai temperatur ruang secara alami di dalam *furnace*, kemudian dipolis dengan kertas amplas ukuran 120, 230, 400, 600, dan 1000.

6. Spesimen balok setelah dipolis untuk spesimen K_{IC} kemudian diuji *fracture toughness*, dan pengamatan hasil patahan dilakukan dengan foto makro.
7. Pengamatan struktur mikro spesimen dengan menggunakan foto mikro dan SEM.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengujian *Fracture Toughness* Dengan Metode SENB

Pengujian dilakukan dengan menggunakan metode *Single-Edge Notched Beam* (SENB). Mesin yang digunakan adalah *Torsee's Universal testing Machine* dengan laju pembebanan 0,5 mm/menit. Hasil pengujian *fracture toughness* dengan metode SENB dapat dilihat pada Gambar 3.

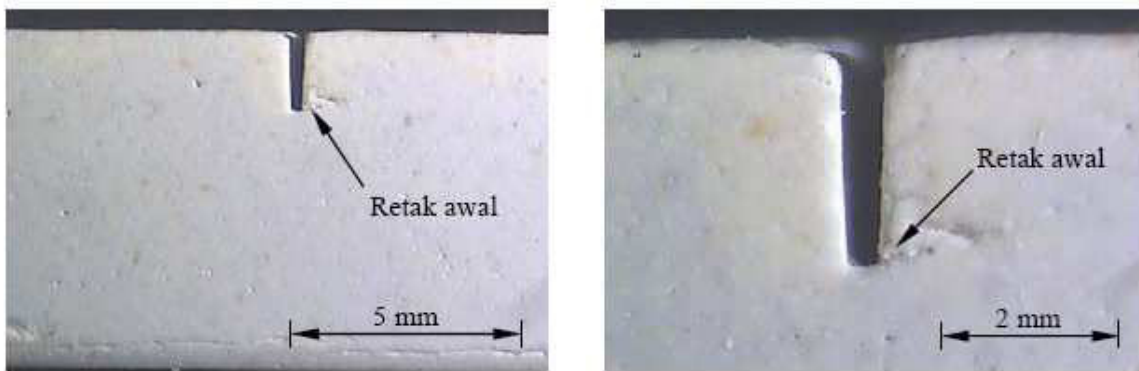


Gambar 3. Grafik Hasil Pengujian *Fracture Toughness* Dengan Metode SENB.

Pada Gambar 3 dapat dilihat bahwa penambahan partikel Zirconia dapat meningkatkan *fracture toughness* dari $(0,73 \pm 0,13)$ $MPa \cdot m^{0.5}$ menjadi $(0,96 \pm 0,07)$ $MPa \cdot m^{0.5}$. Secara teori penambahan Zirconia (tetragonal) pada suatu bahan keramik dapat menaikkan KIC keramik tersebut dengan mekanisme *stress-induced transformation toughening* seperti disampaikan oleh **Yanagida (1996)**, **Barsoum (1997)**.

Namun demikian dalam penelitian ini sulit untuk mendeteksi mekanisme tersebut karena Zirconia yang digunakan mempunyai kemurnian rendah dan belum dilakukan pengamatan mendetail tentang mekanisme tersebut. **Amin (2005)** meneliti tentang Kaolin yang disinter $1500^\circ C$ dan pada tekanan 25 MPa harga *fracture toughness* sebesar $(0,32 +$

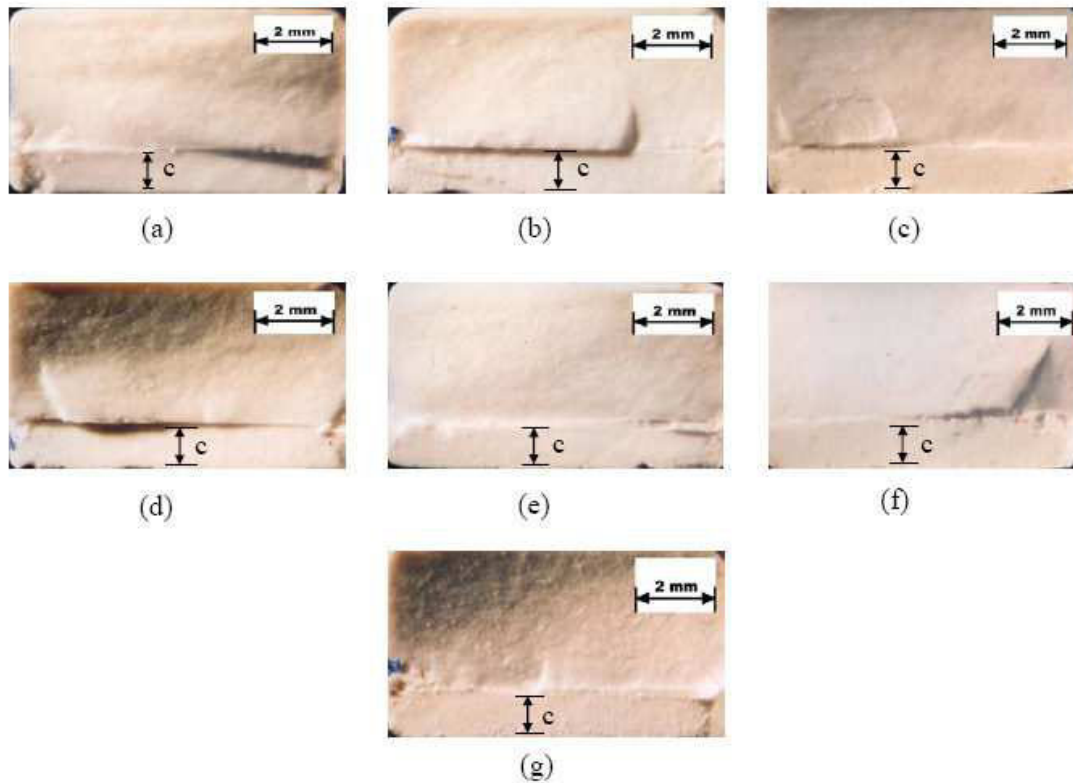
0,004) MPa. m^{0,5}. **Chen dan Tuan (2000)** mendapatkan harga *fracture toughness* dari Kaolin yang disinter 1500 °C dengan tekanan kompaksi 27 MPa adalah 1,5 MPa. m^{0,5}. Hasil ini jauh lebih tinggi karena kemungkinan disebabkan oleh pembuatan retak pada spesimen untuk uji *fracture toughness* dibuat setelah dilakukan proses *sintering*. Akan tetapi pada penelitian kali ini pembuatan retak dilakukan sebelum proses *sintering*, sehingga kemungkinan terbentuknya “retak awal” di ujung *crack*.



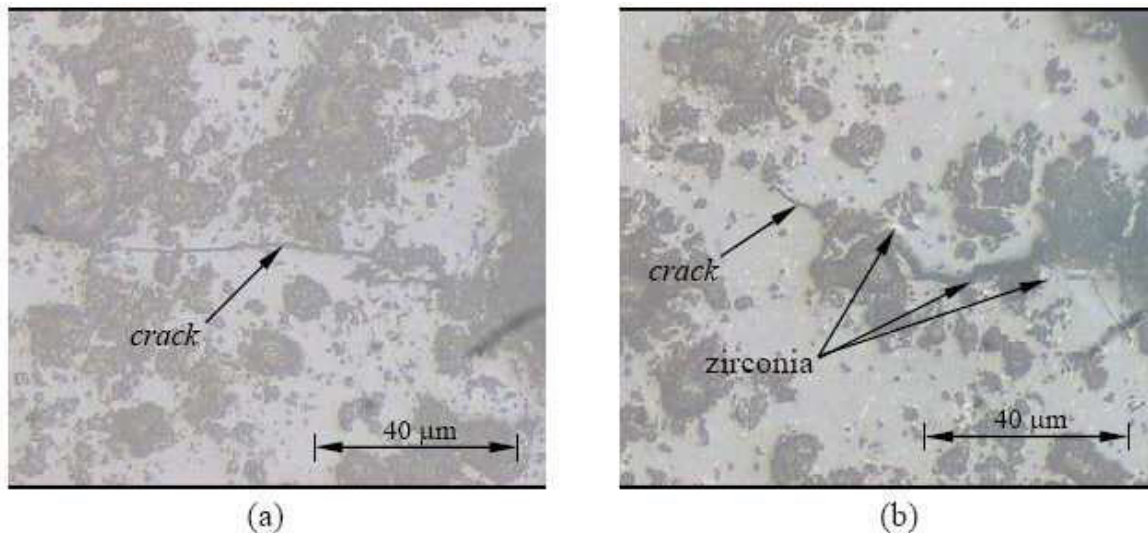
Gambar 4. Bentuk *Crack* Yang Dibuat Untuk Pengujian *Fracture Toughness* Dengan Perbesaran Yang Berbeda.

Pada Gambar 4 menunjukkan bahwa sebelum proses pengujian dilakukan sudah terdapat retak awal (efek pembuatan retak dengan pencetakan) di ujung *crack* sehingga menyebabkan rendahnya harga *fracture toughness* saat diuji. Bentuk permukaan patah dari uji *fracture toughness* pada spesimen yang disinter 1500°C dengan tekanan 25 MPa dapat dilihat pada Gambar 5.

Sedangkan pada Gambar 6 menginformasikan adanya mekanisme penguatan terhadap retak. Pada penambahan 0% berat Zirconia tidak tampak adanya mekanisme pembelokan retak (*crack deflection*) sedangkan pada 15% berat Zirconia terlihat adanya mekanisme pembelokan retak (*crack deflection*) pada sisi partikel Zirconia yang dimungkinkan dapat meningkatkan harga *fracture toughness* komposit Kaolin/Zirconia.



Gambar 5. Foto permukaan patah dari spesimen dengan penambahan persentase berat Zirconia (a) 0%, (b) 3%, (c) 6%, (d) 9%, (e) 12%, (f) 15%, dan (g) 18% setelah dilakukan uji *fracture toughness*.



Gambar 6. Mekanisme Penguatan Terhadap Retak Pada Spesimen Yang Disinter 1500 Oc Untuk (a) 0% Berat Zirconia Dan (b) 15% Berat Zirconia

KESIMPULAN

Dari hasil pengujian dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Harga tertinggi *fracture toughness* komposit Kaolin/Zirconia dengan metode SENB sebesar $(0,96 \pm 0,07)$ MPa. m0,5 pada 15% berat Zirconia.
2. Penambahan sampai dengan 15% berat Zirconia dapat meningkatkan harga kekuatan bending dan *fracture toughness* dari matrik Kaolin sedangkan pada penambahan 18% berat Zirconia sudah mengalami penurunan harga kekuatan bending dan *fracture toughness*-nya.

DAFTAR PUSTAKA

- Amin, M.dan Wildan M.W., 2005, *Pengaruh Tekanan Kompaksi dan Suhu Sintering terhadap Sifat Fisis dan Mekanis Kaolin*, Thesis Program Pasca Sarjana Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Barsoum, M.,1997, *Fundamentals of Ceramics*, Mc Graw-Hill Companies, New York.
- Chen, C.Y., Lan, G.S., Tuan, W.H., 2000, *Preparation of Mullite by the Reaction of Sintering Kaolinite and Alumina*, Journal of the European Ceramic Society 20 2519-2525.
- Chen C.Y. dan W.H. Tuan, 2001, *The Processing of Kaolin Powder Compact*, Ceramic International 27 795-800.
- Djaprie S., 1987, *Ilmu dan Teknologi Bahan*, Erlangga, Jakarta.
- Mazzai, A.C., Rodrigues, J.A., 2000, *Alumina-Mullite-Zirconia Composites obtained by Reaction Sintering*, Journal of Materials Science, 35 2807 – 2814.
- Malau, V., 2002, *Diktat Kuliah Bahan Teknik*, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- German, M. R., 1994, *Powder Metallurgy Science*, Princeton, New Jersey 08540-6692 U.S.A.
- Gibson, R.F., 1994, *Principles of Composite Material Mechanics*, Mc Graw-Hill Book Co, New York.
- Green, J.D. 1998, *An Introduction to the Mechanical Properties of Ceramics*, The Edinburg Building, Cambridge CB 22RU, United Kingdom.
- Lee, W.E., Rainford, W.M., 1994, *Ceramics Microstructure Property Control by Processing*, Chapman and Hall, London UK.

- Ryshkewitch, E., 1960, *Oxide Ceramic*, Academic Press Inc, New York.
- Schneider, J.S.Jr., 2000, *Engineered Materials Handbook Ceramics and Glasses*, ASM International, materials Park, OH 44073-0002, Vol. 4. USA.
- Streicher, R. M., Insley, G., Jones, E., 2001, *New Generation Ceramics for Hip Joint Prostheses*, Society for Biomaterials.
- Suseno, T., Setiawan, A., dan Mujib, 1999, *Studi Pemanfaatan Kaolin Kecamatan Jailolo Kabupaten Maluku Utara Propinsi Maluku*, Makalah Teknik No. 16 Th. 7., Puslitbang Teknologi Mineral, Bandung.
- Somiya, S., 1989, *Advanced Technical Ceramics*, Academic Press Inc, Tokyo.
- Surdia, T., 1985, *Pengetahuan Bahan Teknik*, Pradnya Paramita, Jakarta.
- Van Vlack, L. H., 1980, *Ilmu dan Teknologi Bahan*, Erlangga, Jakarta.
- YU Shan-Pu, YANG Ko-Ho, WANG Moo-Chin, and HON Min-hsiung, 2001, *Effect of Process Parameters on the properties of Alumina-Zirconia-Graphite refractories (Part 1)*, Journal of the Ceramic Society of Japan, 109 (7) 596 –601.
- YU Shan-Pu, WANG Moo-Chin, and HON Min-hsiung, 2000, *Effects of Particle Size Distribution on the properties of Alumina-Zirconia-Graphite Refractory*, Journal of the Ceramic Society of Japan, 107 (7) 601 – 605.
- Yanagida H., Koumoto K., Miyayama M., 1996, *The Chemistry of Ceramics*, Maruzen Co., Ltd, Tokyo.

PENULIS:

SIGIT BUDIHARTONO

Email: s1g1t.budi@yahoo.co.id

Jurusan Teknik Mesin

Sekolah Tinggi teknologi Nasional Yogyakarta