

PENGARUH TEKANAN KOMPAKSI TERHADAP KARAKTERISASI KERAMIK KAOLIN YANG DIBUAT DENGAN PROSES PRESSURELESS SINTERING

Muh Amin¹⁾, Bagus Irawan²⁾
Program Studi S-1 Teknik Mesin
Universitas Muhammadiyah Semarang (UNIMUS)

Abstrak

Kaolin pada umumnya memiliki kandungan 40-50 wt% Al_2O_3 dan 50-60 wt% SiO_2 , sehingga dapat digolongkan sebagai jenis refraktori alumina rendah. Dalam aplikasinya kaolin telah banyak dipakai sebagai bahan *porcelain*, *chinaware*, *furnace lining*, *crucible*, batu tahan api dan *abrasive*. Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui pengaruh tekanan kompaksi terhadap karakterisasi keramik kaolin.

Pembuatan spesimen dilakukan dengan metode *pressureless sintering* dengan variasi tekanan kompaksi (20, 25, 30, 35, 40, 45 dan 50) MPa dan suhu sintering (1400, 1450 dan 1500) $^{\circ}C$. Serbuk kaolin dengan ukuran 325 mesh dibuat spesimen berbentuk silindris (diameter, $d=15$ mm, tebal, $t=5$ mm) dengan *uniaxial-pressing*. Spesimen disinter dengan laju pemanasan $5^{\circ}C$ /menit dengan waktu penahanan selama 60 menit. Pendinginan dilakukan di dalam *furnace* dengan cara mematikan *power furnace* sampai suhu kamar.

Pada suhu sinter yang sama kenaikan tekanan kompaksi meningkatkan densitas kaolin. Demikian juga untuk setiap tekanan kompaksi dengan naiknya suhu sinter menaikkan densitas kaolin. Densitas diukur dengan metode Archimedes. Densitas tertinggi sebesar $(2,57 \pm 0,01)$ gr/cm^3 diperoleh pada suhu sinter $1500^{\circ}C$ dan tekanan kompaksi 50 MPa. Kekerasan naik seiring dengan naiknya suhu sinter dan tekanan kompaksi. Pengujian kekerasan *Vickers* dilakukan dengan beban 153,2 N diperoleh harga kekerasan sebesar $(8,37 \pm 0,00)$ GPa pada spesimen dengan tekanan kompaksi 50 MPa dan suhu sinter $1500^{\circ}C$. Pengujian *fracture toughness* pada spesimen dengan tekanan kompaksi 25 MPa dan suhu sinter $1500^{\circ}C$ dengan menggunakan Metode Indentasi Kekerasan *Vickers* diperoleh harga *fracture toughness* sebesar $3,12$ $MPa \cdot m^{0,5}$. Sedangkan dengan menggunakan metode *Single-Edge Notched Beam* (SENB) untuk spesimen yang sama diperoleh harga *fracture toughness* sebesar $(0,32 \pm 0,004)$ $MPa \cdot m^{0,5}$. Pengujian kekuatan bending pada spesimen dengan tekanan kompaksi 25 MPa dan suhu sinter $1500^{\circ}C$ dengan menggunakan *three-point bending test* diperoleh hasil sebesar $(107,33 \pm 24,80)$ MPa. Hasil pengamatan struktur mikro dengan menggunakan mikroskop optik menunjukkan bahwa keramik kaolin yang telah mengalami peningkatan *compacting* dan *sintering* akan mengalami peningkatan densitas. Sedangkan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dipergunakan untuk pengamatan struktur mikro kaolin yang menunjukkan adanya porositas. Hasil pengujian XRD pada spesimen menunjukkan adanya strukturnya berbentuk kristal kecuali pada tekanan kompaksi 50 MPa dengan suhu sinter $1500^{\circ}C$ terjadi perubahan pada struktur kristalnya menjadi *amorphous*.

Kata kunci: densitas, kekerasan Vickers, metode indentasi kekerasan Vickers, *fracture toughness*, *pressureless sintering*, tekanan kompaksi, *uniaxial-pressing*.

1;2. Fakultas Teknik, Program Studi S-1 Teknik Mesin, Universitas Muhammadiyah Semarang (UNIMUS)

I. PENDAHULUAN

Bahan tahan api (refraktori) telah dikenal orang sejak tahun 2000 sebelum Masehi ketika orang mulai membutuhkan temperatur tinggi untuk keperluan melebur gelas, logam dan lain-lain. Sedangkan perkembangan penggunaan bahan tahan api seiring dengan perkembangan industri pemakainya. Dengan perkembangan teknologi industri pemakai bahan tahan api, diperlukan kualitas bahan tahan api yang meningkat. Satu dari jenis bahan tahan api ini adalah keramik yang telah dikenal sejak 2000 sebelum Masehi (Hartono, 1988).

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 porcelain, *chinaware*, *furnace lining*, *crucible*, batu tahan api dan *abrasive* (Triswan dkk, 1999). Kaolin di Indonesia masih belum dioptimalkan penggunaannya dibidang teknik ini dapat dilihat masih sedikitnya penelitian yang dilakukan dibidang keramik maju (*advanced ceramic*) yang berbahan dasar kaolin.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh tekanan kompaksi dan suhu sintering terhadap densitas, kekerasan, kekuatan bending dan *fracture toughness* dari kaolin

II. TINJAUAN PUSTAKA

Lee (1994) menerangkan bahwa pada proses sintering pada kaolin sebenarnya sudah banyak yang melakukan penelitian, yang pertama kali adalah Le Chatelier(1887) yang dilanjutkan oleh Brindley dan Nahahira (1959). Dan selanjutnya oleh Brown (1985) dan Mac Kenzie (1985) telah berhasil mengkarakterisasi reaksi sintering kaolin secara detail.

Hasil dari pengujiannya menunjukkan bahwa kaolin yang disinter pada suhu lebih dari 1125°C akan berubah fase menjadi mulit dan cristobalit.

Kaolin merupakan salah satu bahan refraktori yang telah banyak dipakai pada industri-industri pemakai bahan refraktori seperti industri peleburan logam, peleburan gelas, pembangkit energi, dan lain-lain (Hartono, 1988) disamping itu kaolin merupakan material penting pada industri kertas dan keramik (Azom, 2000). Sehingga material ini perlu dilakukan penelitian untuk memperoleh kualitas material yang optimal. Pedro (2000) meneliti pengaruh *dry grinding* menggunakan *ball-milling* pada serbuk kaolin dari Georgia. Dari hasil penelitiannya diperoleh bahwa hasil dari *grinding* akan mengakibatkan perubahan struktur kristal pada kaolin menjadi *amorphous* karena terjadi kerusakan pada *c axis* pada kaolin.

Chen dan Tuan (2000) meneliti komposit kaolin-alumina dengan variasi suhu sinter dari 1200°C – 1600°C ditahan selama 1 jam dengan *heating rate* 5°C/menit. Dalam pembuatan *green body*-nya dilakukan dengan menggunakan penekanan dengan tekanan kompaksi sebesar 27 MPa.

Hasil yang diperoleh dari pengujian Chen dan Tuan (2000) ini adalah bahwa harga densitas yang dihitung dengan persamaan Archimedes naik dengan naiknya suhu sintering. Densitas lebih dari 90% diperoleh pada suhu sinter 1600 °C untuk komposisi (30-100) % berat alumina. Sedangkan untuk kaolin murni pada suhu sinter 1500 °C sudah mencapai harga maksimal yaitu sebesar 2,60 gr/cm³, tetapi pada suhu sinter 1600°C densitasnya mengalami penurunan. Pengujian *fracture toughness* dilakukan dengan metode *four point bending* untuk kaolin murni pada suhu sinter 1500°C sebesar 125 MPa sebesar 1,6 MPa.m^{0,5} dengan menggunakan metode SENB.

Sedangkan harga *fracture toughness* dari kaolin dapat ditingkatkan jika dalam mempersiapkan kaolin sebelum dikompaksi pada pembuatan *green body* dilakukan pencampuran dengan alkohol terlebih dahulu seperti yang telah dilakukan oleh Chen dan Tuan (2001) yaitu dengan cara mempersiapkan serbuk kaolin (AKIMA 35, Malaysia) untuk proses kering (*dry processing*). Dalam persiapan penelitiannya dilakukan dua metode pembuatan spesimen yaitu antara kaolin yang dicampur dengan alkohol 20% berat dengan kaolin yang dicampur dengan air 60% berat yang di-*milling* selama 1 jam yang selanjutnya keduanya dikeringkan di udara bebas sebelum dilakukan pembuatan *green body* dengan tekanan kompaksi 25 MPa. *Green body* tersebut disinter pada suhu (1000, 1100, 1200, 1300, 1400)⁰C dan diperoleh densitas terbaik pada suhu sinter 1400 ⁰C, yaitu 2,60 gr/cm³ untuk penambahan 60% berat air dan 2,68 gr/cm³ untuk penambahan 20% berat alkohol. Pengujian *fracture toughness* dilakukan dengan metode *four point bending*, untuk spesimen dengan penambahan alkohol 20% berat dengan menggunakan metode SENB menunjukkan harga *fracture toughness* tertinggi yaitu sebesar 2,2 MPa.m^{0,5} yang dicapai pada suhu sinter 1400⁰C.

Dari peneliti lain, misalnya Yu dkk (2001) menjelaskan bahwa dengan penambahan tekanan kompaksi dalam pembuatan *green body* dapat meningkatkan densitas dari Alumina-Zirconia-Graphite Refractories.

Densitas aktual spesimen diukur dengan Teori Archimedes (Barsoum, 1997)

$$\rho_{actual} = \frac{W_{udara}}{W_{udara} - W_{fluida}} \times \rho_{fluida} \quad (1)$$

dimana : ρ_{actual} = Densitas (gr/cm³)

W_{fluida} = Berat dalam fluida (gr)

W_{udara} = Berat di udara (gr)

ρ_{fluida} = Densitas fluida (gr/cm³)

Angka kekerasan Vickers dapat ditentukan dengan persamaan berikut :

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

dimana : Hv = Angka kekerasan Vickers (MPa)

P = Pembebanan (N)

d = Diagonal rata-rata akibat pembebanan Vickers (mm)

Hasil pengujian kekerasan Vickers dan pengamatan panjang retak yang terjadi pada ujung-ujung bekas *Vickers Hardness* dapat dipakai untuk mencari harga K_{IC} spesimen (Barsoum, 1997) yang dicari dengan menggunakan persamaan *Shetty* untuk *crack* jenis *palmqvist* (Roger, 1987)

$$K_{IC} = 0,0889 \left(\frac{Hv.P}{4.l} \right)^{0,5} \quad (3) \text{ dimana:}$$

Hv = Harga kekerasan Vickers (MPa)

P = Gaya pembebanan pada pengujian Vickers (N)

l = Panjang *crack* (mm)

III. METODOLOGI PENELITIAN

a. Bahan Penelitian

Penelitian ini menggunakan serbuk kaolin yang diperoleh dari Brataco Chemica Yogyakarta dengan ukuran partikel 325 mesh.

b. Cara Penelitian

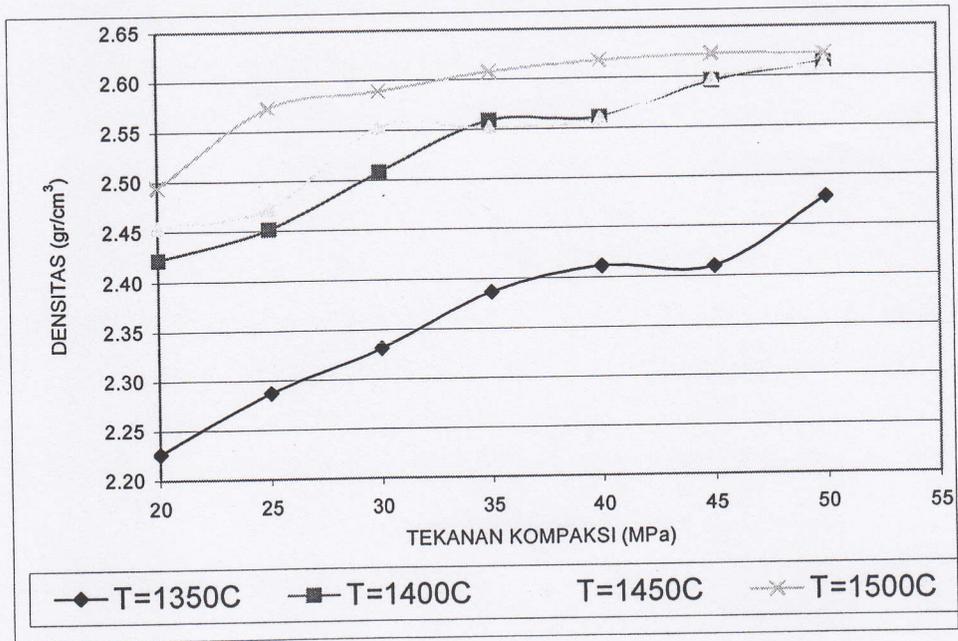
Mempersiapkan serbuk kaolin yang dicetak dengan metode *uniaxial pressing* dengan variasi tekanan kompaksi (20, 25, 30, 35, 40, 45 dan 50) MPa. Pembuatan spesimen berbentuk silindris dengan ukuran diameter 15 mm dan tebal 5 mm dan di-*sinter* pada

temperatur (1400, 1450 dan 1500) °C yang selanjutnya dilakukan pengujian dan pengamatan.

IV. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

A. Pengujian Densitas

Pengujian densitas dilakukan dengan menggunakan persamaan (1) yang akan diperoleh densitas aktual dari kaolin tersebut. Hasil pengujian densitas yang ditunjukkan pada Gambar 1 terlihat bahwa dengan kenaikan tekanan kompaksi akan menaikkan densitas dari kaolin tersebut karena dengan kenaikan tekanan kompaksi yang tinggi mengakibatkan porositas dari *green body* semakin kecil sehingga *void* yang terjadi setelah disinter juga kecil. Demikian juga dengan peningkatan suhu sinter mengakibatkan densitas kaolin terjadi peningkatan karena porositasnya terjadi penurunan. Efek dari peningkatan suhu sintering pada proses sintering adalah terjadinya penurunan porositas (German, 1991). Diantara suhu sintering tersebut nampak bahwa suhu sintering 1500°C memberikan harga densitas tertinggi untuk masing-masing tekanan kompaksi. Pada suhu sintering 1500°C untuk tekanan kompaksi antara 20 MPa dan 25 MPa terjadi sedikit kenaikan densitas dari $(2,49 \pm 0,03)$ gr/cm³ menjadi $(2,57 \pm 0,01)$ gr/cm³ atau sekitar 3,2%. Hal ini disebabkan pada tekanan kompaksi 25 MPa kemungkinan sudah memasuki *intermediate stage* pada proses sintering. Pada *intermediate stage* terjadi penurunan porositas yang sangat besar (German, 1991). Sedangkan densitas tertinggi dicapai pada tekanan kompaksi 50 MPa yaitu sebesar $(2,62 \pm 0,02)$ gr/cm³.

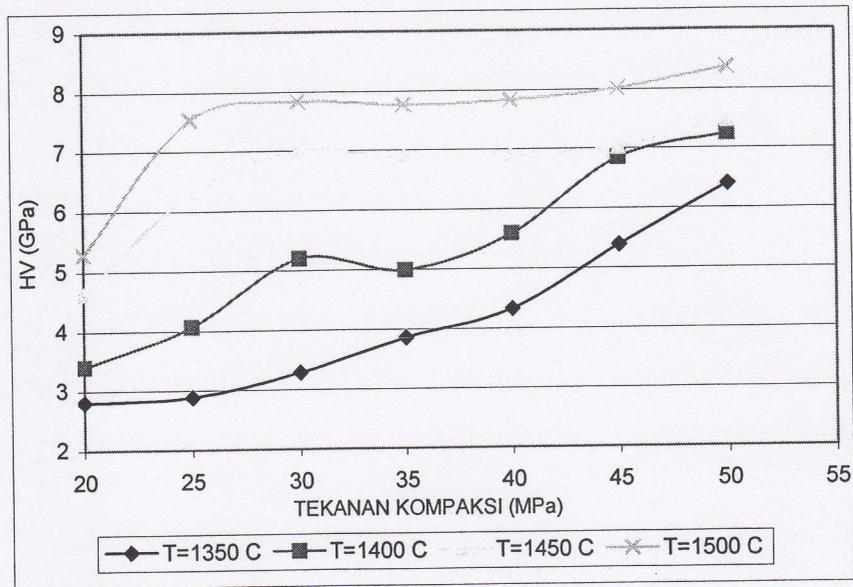


Gambar 1. Hasil pengujian densitas

Jika hasil penelitian ini dibandingkan dengan hasil yang diperoleh dari Chen dan Tuan (2000) harga densitas untuk kaolin adalah sebesar $2,65 \text{ gr/cm}^3$ yang disinter suhu sinter 1500°C sedangkan oleh Chen dan Tuan (2001) melaporkan bahwa harga densitas untuk kaolin adalah sebesar $2,65 \text{ gr/cm}^3$ pada suhu sinter 1400°C . Rendahnya harga densitas dalam penelitian ini kemungkinan disebabkan perbedaan jumlah komposisi kimia yang terkandung dalam kaolin dan juga perubahan fase pada kaolin yang tidak terbentuk mulit seperti yang dilakukan Chen dan Tuan (2001).

B. Pengujian Kekerasan

Pengujian kekerasan dilakukan dengan beban $153,2 \text{ N}$ menggunakan mesin uji kekerasan makro. Kedua diagonal injakan indentor *Vickers* diamati dengan menggunakan mikroskop optik. Harga kekerasan *Vickers* dihitung dengan menggunakan persamaan (2) dan hasilnya ditampilkan pada Gambar 2.

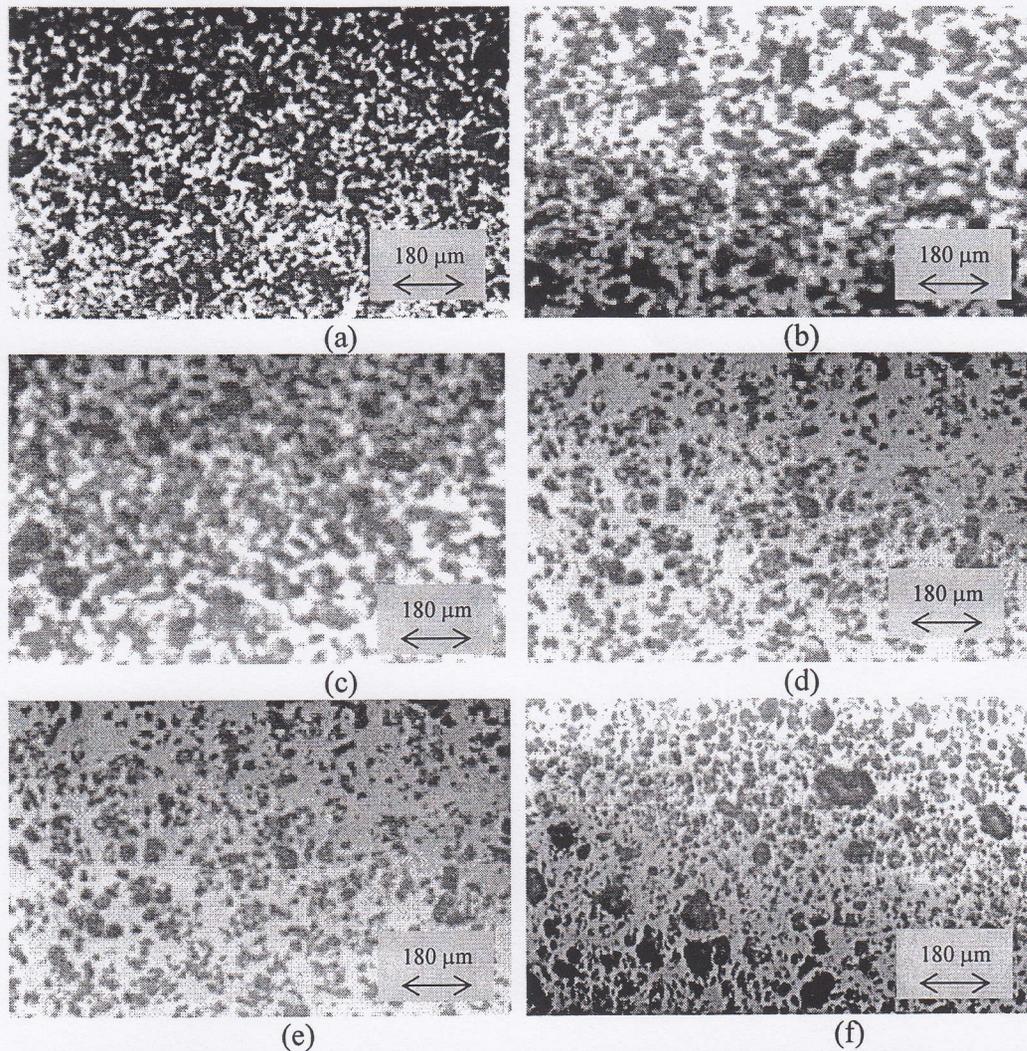


Gambar 2. Hasil pengujian kekerasan Vickers

Dari Gambar 2 terlihat bahwa peningkatan tekanan kompaksi akan mengakibatkan peningkatan kekerasan kaolin. Karena dengan peningkatan tekanan kompaksi mengakibatkan porositas dari *green body* akan menurun, demikian juga setelah disinter. Dengan meningkatnya suhu sintering akan mengakibatkan kekerasan semakin tinggi karena akan terjadi ikatan yang kuat antar partikel-partikel tersebut (Djaprie, 1998). Kekerasan tertinggi diperoleh pada tekanan kompaksi 50 MPa dengan suhu sinter 1500°C yaitu sebesar (8,37±0,00) GPa.

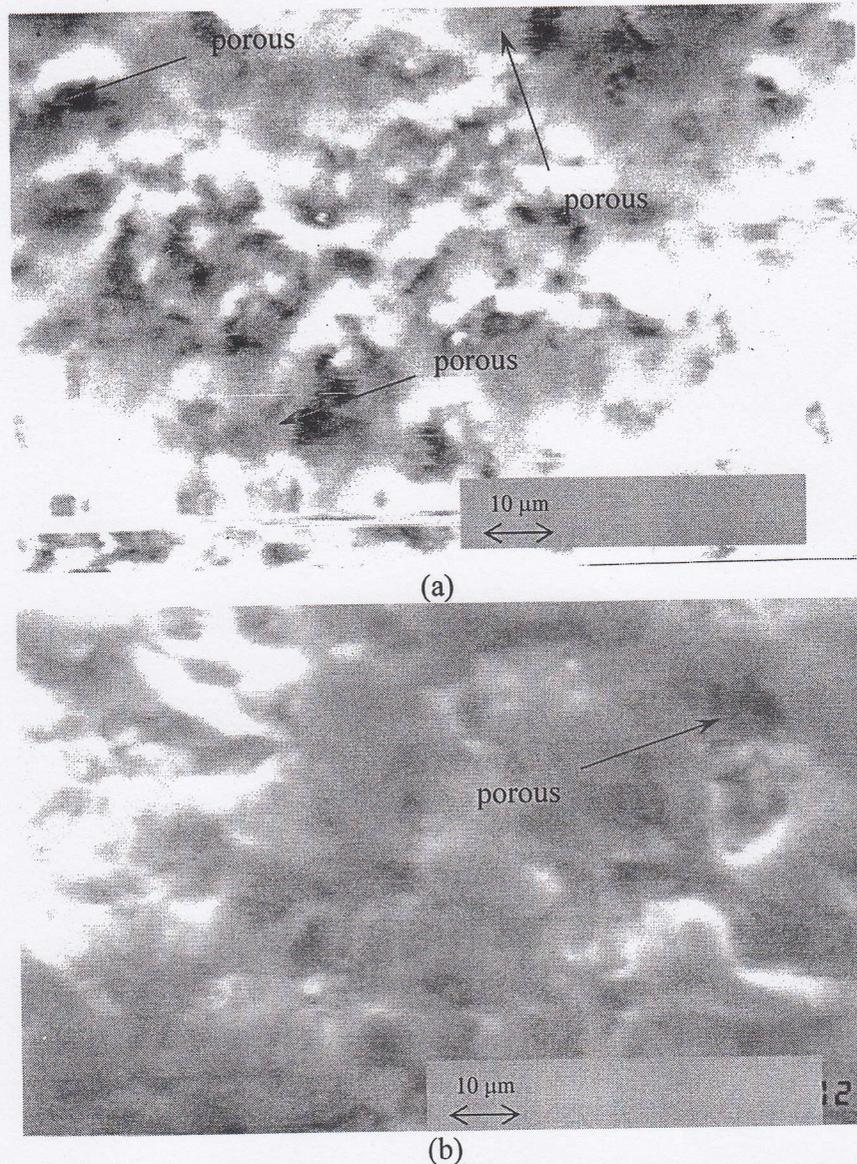
C. Pengamatan Struktur Mikro dan XRD

Hasil foto mikro kaolin yang telah mengalami *compacting* terlihat Gambar 3 yaitu dengan naiknya tekanan kompaksi akan menyebabkan densitas kaolin naik karena terjadi penurunan porositas.



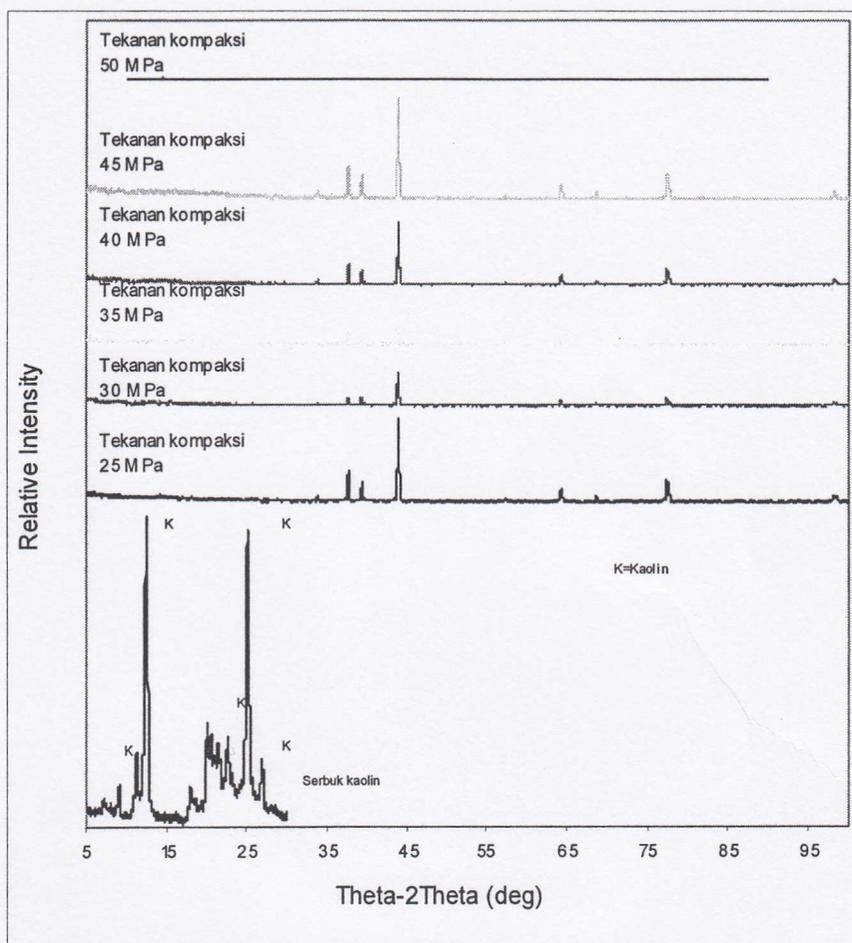
Gambar 3. Foto struktur mikro kaolin pada suhu sinter 1500°C dengan variasi tekanan kompaksi (a) 20 MPa, (b) 25 MPa, (c) 30 MPa, (d) 35 MPa dan (e) 45 MPa dan (f) 50 MPa

Sedangkan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dipergunakan untuk pengamatan struktur mikro kaolin yang disinter pada temperatur 1500°C dengan tekanan kompaksi 25 MPa dan 45 MPa. Hasil pengujian pada Gambar 4 dapat dilihat adanya porositas yang masih banyak ditemukan pada tekanan kompaksi 25 MPa. Sedangkan pada tekanan kompaksi 45 MPa terjadi penurunan porositas.



Gambar 4. Struktur mikro kaolin yang dilihat dengan SEM pada suhu sinter 1500°C dengan tekanan kompaksi (a) 25 MPa, (b) 45 MPa.

Hasil dari pengujian XRD pada spesimen dengan tekanan kompaksi 25 MPa sampai dengan 50 MPa dengan suhu sinter 1500°C diperoleh bahwa pada tekanan 25 MPa sampai dengan 45 MPa strukturnya masih berbentuk kristalin, seperti yang tampak pada Gambar 5. Sedangkan pada tekanan kompaksi 50 MPa dengan suhu sinter 1500°C terjadi perubahan pada struktur kristalnya menjadi *amorphous*, seperti tampak pada Gambar 5.



Gambar 5. Hasil XRD serbuk kaolin dan kaolin yang disinter pada suhu 1500°C pada tekanan kompaksi 25 MPa sampai dengan 50 MPa

Berubahnya fase pada kaolin yang disinter pada suhu sinter 1500°C dengan tekanan kompaksi 50 MPa dari kristalin menjadi *amorphous* kemungkinan disebabkan dari pengaruh tekanan kompaksi yang terlalu tinggi yang mengakibatkan rusaknya struktur kristal dari kaolin.

Hasil penelitian dari Brown dan Mac Kenzie (1985) dikatakan bahwa kaolin yang disinter pada suhu lebih dari 1125°C akan berubah fase menjadi mulit dan cristobalit. Dari Chen dan Tuan (2001) juga dikatakan bahwa kaolin yang disinter pada suhu sinter 1500°C

akan berubah menjadi mulit. Tetapi dalam penelitian ini tidak ditemukannya mulit, hal ini disebabkan kemungkinan karena pengaruh tekanan kompaksi yang menyebabkan rusaknya struktur kristal pada kaolin atau dapat juga pengaruh dari komposisi kimia serbuk kaolin yang dipergunakan dalam penelitian.

Seperti pada penelitian yang dilakukan oleh Pedro (2000) bahwa hasil dari proses *grinding* dapat menyebabkan berubahnya struktur kristal pada kaolin karena akan terjadi kerusakan pada *c-axis* yang menyebabkan penurunan bentuk struktur kristal dari kaolin dan terjadi pembentukan *amorphous*.

D. Pengujian *Fracture Toughness* dengan Metode Indentasi *Vickers*

Pengujian kekerasan spesimen yang dilakukan dengan menggunakan *Vickers hardness* dapat dimanfaatkan untuk mengestimasi *fracture toughness* dari bahan getas. Bahan getas yang diindentasi dengan *Vickers* akan menghasilkan suatu bekas injakan *Vickers* dengan *crack* yang terjadi pada ujung-ujung bekas injakan. Data mengenai *crack* dapat digunakan untuk menghitung harga K_{IC} . Dari hasil pengujian menunjukkan bahwa jenis *crack* yang terjadi adalah jenis *Palmqvist Crack* seperti pada Gambar 6.

Harga *fracture toughness* dengan metode indentasi kekerasan *Vickers* dapat dicari dengan persamaan (3) untuk *Palmqvist Crack* dan hasilnya ditampilkan pada Gambar 7. Dari Gambar 7 terlihat bahwa pada tekanan kompaksi 25 MPa dengan suhu sinter 1500°C diperoleh harga *fracture toughness* yang tertinggi yaitu sebesar 3,12 MPa.m^{0,5}. Hal ini kemungkinan disebabkan adanya fase kristalin pada kaolin untuk tekanan kompaksi 25 MPa lebih dominan dari pada tekanan kompaksi yang lebih tinggi dari 25 MPa, sedangkan pada tekanan kompaksi 50 MPa kaolin sudah berfase *noncrystalline*. Tetapi hasil dari metode ini kurang akurat, ada kesalahan sekitar 20% jika dibandingkan dengan harga

sebesar $2,2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$. Perbedaan harga *fracture toughness* pada kaolin ini kemungkinan disebabkan adanya perbedaan metode yang digunakan. Salah satu kesulitan dalam pengukuran *fracture toughness* dengan metode indentasi kekerasan *Vickers* adalah mengukur panjang retak secara akurat, karena kadang-kadang ujung retak tidak begitu jelas. Hal ini menyebabkan hasil yang diperoleh kurang akurat atau ada kesalahan (Roger, 1987).

V. KESIMPULAN

1. Peningkatan tekanan kompaksi dan suhu sinter menyebabkan kenaikan harga densitas dan kekerasan dari kaolin yang dibuat dengan proses *pressureless sintering* karena harga porositasnya akan turun. Tetapi harga kekuatan bending dan *fracture toughness* maksimum terjadi pada tekanan kompaksi 25 MPa.
2. Pada proses *pressureless sintering* dengan tekanan kompaksi 50 MPa (pada pembuatan *green body*) dengan suhu sinter 1500°C diperoleh harga densitas kaolin tertinggi yaitu sebesar $(2,62\pm 0,01) \text{ gram/cm}^3$.
3. Harga kekerasan *Vickers* tertinggi pada spesimen dengan tekanan kompaksi 50 MPa dengan suhu sinter 1500°C adalah $(8,37\pm 0,00) \text{ GPa}$
4. Dari pengujian *fracture toughness* dengan Metode Indentasi *Vickers* diperoleh harga *fracture toughness* sebesar $3,12 \text{ MPa}\cdot\text{M}^{0,5}$ pada tekanan 25 MPa dengan suhu sinter 1500°C .

VI. DAFTAR PUSTAKA

- Azom T.M, 2000, *Kaolin-Production and Consumption in Asia*, Azom TM. com.
- 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 (2000) 2519-2525.

- Chen C.Y dan W.H. Tuan, 2001, *The Processing of Kaolin Powder Compact*, Ceramic International 27 (2001) 795-800.
- Djaprie S, 1987, *Ilmu dan Teknologi Bahan*, Erlangga, Jakarta.
- German R.M., 1994, *Powder Metallurgy Science*, The Pennsylvania State University, USA.
- German R.M., 1991, *Fundamentals of Sintering*, dalam buku: Engineered Materials Handbook Ceramics and Glasses, ASM International, USA.
- Gordan L, 1991, *Application for Traditional Ceramic*, dalam buku: Engineered Materials Handbook Ceramics and Glasses, ASM International, USA.
- Hartono, Y.M.V., 1988, *Bahan Mentah Tahan Api di Indonesia*, Informasi Teknologi Keramik dan Gelas, No.38 Tahun X, pp.27-40.
- Lee, W.E., Rainforth, W.M., 1994, *Ceramic Microstructures Property Control by Processing*, Chapman and Hall, London UK.
- McEntire B. J. dan Norton, 1991, Powder Compaction Processes-Dry Pressing, Engineered Materials Handbook Ceramics and Glasses, ASM International, USA.
- Pedro J, 2000, Effect of Dry Grinding on the Structural Changes of Kaolinite Powders, Journal of the American Ceramic Society-Vol. 83, No. 7.
- Roger L. K, 1987, *Evaluation of Fracture Toughness Determination Methods as Applied to Ceria-Stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystal*, Journal American Ceramic Society, 70[12] C-366-C-368.
- Somiya S., 1989, *Advanced Technical Ceramics*, Academic Press inc, Tokyo.
- Surdia T, 1985, *Pengetahuan Bahan Teknik*, Pradnya Paramita, Jakarta.
- Streicher R. M., Insley G., Jones E., 2001, *New Generation Ceramics for Hip Joint Prostheses*, Society for Biomaterials.
- Triswan S., Adang S., Mujib, 1999, *Studi Pemanfaatan Kaolin Kecamatan Jailolo Kabupaten Maluku Utara Propinsi Maluku*, Makalah Teknik, Puslitbang Teknologi Mineral, Bandung.
- Vlack V, 1980, *Elements of Materials Science and Engunering*, Addison-Wesley Publishing Company, USA.
- Yu S.P., Yang K.H., Wang M.C., 2001, *Effect of Process Parameter on the Properties of Alumina-Zirconia-Graphit Refractories (Part 1)*, Journal of the Ceramic Society of Japan 109[7] 596-601.