



# Karakterisasi Keramik Aluminium Borat Menggunakan Metode Analisis Struktur Fasa Dan Densitas

Irkhos, Lizalidiawati

Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Bengkulu, Indonesia

Diterima 16 Oktober 2007; Disetujui 20 Desember 2007

**Abstrak** - Telah dilakukan karakterisasi keramik aluminium borat menggunakan metode analisis struktur fasa dan densitas. Hasil yang diperoleh untuk masing-masing metode menunjukkan bahwa keramik aluminium borat memiliki komposisi 78% mol  $Al_2O_3$  : 22% mol  $B_2O_3$  yang merupakan komposisi *nonstoikometris*.

**Kata Kunci:** Keramik, Struktur Fasa, Densitas

## 1. Pendahuluan

Bahan keramik Aluminium Borat ( $Al_8B_2O_{15}$ ) merupakan hasil campuran  $\gamma$ -alumina yaitu serbuk  $Al_2O_3$  bersifat lebih reaktif dan  $B_2O_3$  berbentuk kristal. Bila disinter pada suhu sintering antara  $600^\circ C - 1650^\circ C$  akan membentuk keramik padat Aluminium Borat.

Produk keramik yang telah disinter ini akan dianalisis dengan difraksi sinar-X untuk mengamati fasa yang telah terbentuk secara dominan dengan bantuan metode Hannawalt, dilakukan pengujian sifat-sifat fisis seperti densitas.

Campuran yang dibuat dari  $\gamma$ - $Al_2O_3$  murni dan  $B_2O_3$  berbentuk kristal sebagai material awal menghasilkan Aluminium Borat. Dari diagram fasa  $Al_2O_3$ - $B_2O_3$  konvensional telah dilakukan eksperimen yang menggunakan range temperatur  $600^\circ C - 1650^\circ C$ . Untuk membuat  $9Al_2O_3 \cdot 2B_2O_3$  dan  $2Al_2O_3 \cdot B_2O_3$ , perhitungan komposisi berdasarkan diagram fasa.

Proses sintering pada keramik adalah proses pemadatan atau konsolidasi sekitar 75% dari sekumpulan serbuk pada suhu tinggi mendekati titik leburnya. Melalui proses ini terjadi perubahan struktur mikro seperti pengurangan jumlah dan ukuran pori, pertumbuhan butiran (*grain growth*), peningkatan densitas dan penyusutan. Sintering merupakan tahapan pembuatan keramik yang sangat penting dan menentukan sifat-sifat produk keramik.

## a. Difraksi Sinar-X oleh Kristal

Difraksi sinar-X merupakan cara analisis yang didasarkan pada peristiwa radiasi gelombang elektromagnetik jenis sinar-X yang memiliki panjang gelombang  $1^\circ A$  oleh partikel padat kristal.

Ketika seberkas sinar-X dengan panjang gelombang  $\lambda$  diarahkan ke suatu permukaan kristal dengan sudut datang sebesar  $\theta$ , maka sebagian sinar-X akan dihamburkan oleh lapisan atom pada permukaan. Bagian yang tidak dihamburkan akan menembus lapisan pertama hingga mencapai lapisan kedua. Oleh atom-atom lapisan kedua sebagian sinar-X ada yang dihamburkan pula dan sebagian lagi menembus hingga lapisan berikutnya. Efek kumulatif dari hamburan oleh pusat-pusat ruang tertentu pada kristal merupakan difraksi dari radiasi elektromagnetik oleh kristal tersebut.

Metoda difraktometer ini dapat digunakan untuk penentuan derajat orientasi dan kristalisasi dari suatu bahan polimer, identifikasi mineral, keramik atau perubahan struktur kristal dengan bantuan tabel Hannawalt.

## b. Karakterisasi Densitas

Densitas merupakan ukuran kepadatan dari suatu material yang didefinisikan sebagai massa persatuan unit volume. Terdapat dua jenis densitas yaitu bulk

density dan true density[3]. Dalam hal ini yang diukur adalah bulk density yang merupakan densitas sample termasuk pori atau rongga.

Bulk density untuk benda padatan yang besar dengan bentuk yang beraturan dapat dilakukan dengan cara mengukur berat dan volumenya [1]. Sedangkan untuk bentuk yang tidak beraturan Bulk Density diukur menggunakan metode Archimedes.

## 2. Metode Penelitian

### a. Analisis Struktur Fasa

Struktur fasa dari sample yang telah disinter dianalisis menggunakan difraktometer sinar – X. Prosedur pengujiannya adalah:

1. Sampel digerus menggunakan mortar sehingga menjadi serbuk yang benar-benar halus.
2. Serbuk ditempatkan pada sebuah pelat empat persegi dan diletakkan pada wadah objektif.
3. Proses pengujian dilakukan dengan penyinaran sinar – X monokromatis terhadap sampel dan mengatur batas intensitas dan sudut difraksi yang digunakan.
4. Dari pengujian ini didapat grafik pola struktur yang merupakan hubungan antara intensitas dan sudut difraksi.
5. Sudut  $2\theta$  yang ditampilkan grafik digunakan untuk menentukan jarak antar kisi (d) berdasarkan persamaan (3)
6. Data jarak antar kisi yang diperoleh dari perhitungan disesuaikan dengan nilai d referensi yang terdapat pada tabel Hannawalt. Maka dapat diidentifikasi struktur fasa yang terbentuk.

### b. Pengukuran Densitas

Prosedur pengukuran densitas berdasarkan metode Archimedes dengan zat cair. Tahapan yang dilakukan pertama adalah satu sample setiap komposisi pada suhu sinter direbus dengan air selama 5 jam sehingga gelembung udara tidak tampak lagi keluar dari pellet. Sampel ditimbang berat jenuh terisi air yang terdapat pada permukaan sampel (Ms). Setelah diperoleh sample yang benar-benar kering, ditimbang sebagai

berat kering di udara maka dapat dihitung nilai densitas.

## 3. Hasil dan Pembahasan

### a. Analisis Struktur Fasa

Hasil analisis dan identifikasi struktur fasa terlihat bahwa pada temperatur sintering 1100°C selama 2 jam untuk 78% - 82% mol alumina terbentuk 2 fasa yaitu  $Al_{18}B_4O_{33}$  dan  $Al_8B_2O_{15}$  dimana fasa yang lebih dominan adalah  $Al_{18}B_4O_{33}$ . Hal ini dapat diidentifikasi dari besarnya intensitas dan banyaknya puncak-puncak utama dari fasa tersebut.

Hasil sintering dengan komposisi tersebut pada temperatur sintering 1200°C terlihat bahwa pembtukan kedua fasa semakin bertambah walaupun tidak menghasilkan fasa tunggal.

Tabel 1. Hasil analisis difraksi sinar – X pada temperatur sintering 1100<sup>o</sup> C

Alumina (% mol)	$2\theta$	$d_{hm}$	$I/I_0$	$2\theta$	$d_{sa}$	$I/I_0$	Fasa
78	16,37	5,41	100	16,50	5,37	100	$Al_{18}B_4O_{33}$
	20,24	4,38	34	20,35	4,36	50	
	26,31	3,39	37	26,43	3,37	40	
	57,96	1,59	9	57,60	1,60	100	$Al_8B_2O_{15}$
	25,55	3,48	6	25,52	3,49	70	
	75,84	1,25	8	77,60	1,23	40	
80	16,52	5,36	100	16,50	5,37	100	$Al_{18}B_4O_{33}$
	20,32	4,37	40	20,35	4,36	50	
	26,33	3,38	41	26,43	3,37	40	
	57,78	1,59	9	57,60	1,60	100	$Al_8B_2O_{15}$
	-	-	-	25,52	3,49	70	
	-	-	-	35,30	2,54	40	
82	16,57	5,35	100	16,50	5,37	100	$Al_{18}B_4O_{33}$
	20,31	4,37	29	20,35	4,36	50	
	26,29	3,39	35	26,43	3,37	40	
	57,81	1,59	8	57,60	1,60	100	$Al_8B_2O_{15}$
	-	-	-	25,52	3,49	70	
	75,62	1,26	8	77,60	1,20	40	

Tabel 2. Hasil analisis difraksi sinar – X pada temperatur sintering 1200<sup>o</sup> C

Alumina (% mol)	$2\theta$	$d_{hm}$	$I/I_0$	$2\theta$	$d_{hs}$ standar	$I/I_0$	Fasa
78	16,40	5,40	100	16,50	5,37	100	$Al_{18}B_4O_{33}$
	20,27	4,38	36	20,35	4,36	50	
	26,31	3,39	39	26,43	3,37	40	
	57,53	1,60	10	57,60	1,60	100	$Al_8B_2O_{15}$
	25,46	3,50	9	25,52	3,49	70	
	35,07	2,56	12	35,30	2,54	40	
80	16,45	5,38	100	16,50	5,37	100	$Al_{18}B_4O_{33}$
	20,26	4,38	47	20,35	4,36	50	
	26,26	3,39	41	26,43	3,37	40	
	57,40	1,60	8	57,60	1,60	100	$Al_8B_2O_{15}$
	25,45	3,50	7	25,52	3,49	70	
	35,02	2,56	11	35,30	2,54	40	
82	16,42	5,39	100	16,50	5,37	100	$Al_{18}B_4O_{33}$
	20,17	4,40	41	20,35	4,36	50	
	26,27	3,39	39	26,43	3,37	40	
	57,24	1,61	13	57,60	1,60	100	$Al_8B_2O_{15}$
	25,40	3,50	11	25,52	3,49	70	
	35,09	2,56	19	35,30	2,54	40	

Tabel 3. Hasil analisis difraksi sinar – X pada temperatur sintering 1300<sup>0</sup> C

Alumina (% mol)	2θ	d <sub>ini</sub>	I/I <sub>0</sub>	2θ	d <sub>ini</sub> standar	I/I <sub>0</sub>	Fasa
78	16,37	5,41	100	16,50	5,37	100	Al <sub>18</sub> B <sub>4</sub> O <sub>33</sub>
	20,24	4,38	47	20,35	4,36	50	
	26,31	3,39	42	26,43	3,37	40	
	57,41	1,60	28	57,60	1,60	100	Al <sub>8</sub> B <sub>2</sub> O <sub>15</sub>
	25,40	3,50	19	25,52	3,49	70	
	34,95	2,57	30	35,30	2,54	40	
80	16,40	5,40	100	16,50	5,37	100	Al <sub>18</sub> B <sub>4</sub> O <sub>33</sub>
	20,23	4,39	51	20,35	4,36	50	
	26,27	3,39	40	26,43	3,37	40	
	57,24	1,61	20	57,60	1,60	100	Al <sub>8</sub> B <sub>2</sub> O <sub>15</sub>
	25,49	3,49	12	25,52	3,49	70	
	35,12	2,55	23	35,30	2,54	40	
82	16,64	5,32	100	16,50	5,37	100	Al <sub>18</sub> B <sub>4</sub> O <sub>33</sub>
	20,42	4,35	48	20,35	4,36	50	
	26,55	3,36	48	26,43	3,37	40	
	57,60	1,60	43	57,60	1,60	100	Al <sub>8</sub> B <sub>2</sub> O <sub>15</sub>
	25,70	3,46	36	25,52	3,49	70	
	35,19	2,55	63	35,30	2,54	40	

Tabel 4. Hasil analisis difraksi sinar – X pada temperatur sintering 1400<sup>0</sup> C

Alumina (% mol)	2θ	d(eks)	I/I <sub>0</sub>	2θ	d(ref)	I/I <sub>0</sub>	Fasa
78	16,46	5,38	100	16,50	5,37	100	Al <sub>18</sub> B <sub>4</sub> O <sub>33</sub>
	20,27	4,38	46	20,35	4,36	50	
	26,33	3,38	42	26,43	3,37	40	
	57,41	1,60	51	57,60	1,60	100	Al <sub>8</sub> B <sub>2</sub> O <sub>15</sub>
	25,42	3,50	41	25,52	3,49	70	
	35,07	2,56	66	35,30	2,54	40	
80	16,34	5,42	100	16,50	5,37	100	Al <sub>18</sub> B <sub>4</sub> O <sub>33</sub>
	20,24	4,38	53	20,35	4,36	50	
	26,28	3,39	38	26,43	3,37	40	
	57,38	1,60	26	57,60	1,60	100	Al <sub>8</sub> B <sub>2</sub> O <sub>15</sub>
	25,43	3,50	19	25,52	3,49	70	
	34,92	2,57	31	35,30	2,54	40	
82	16,52	5,36	89	16,50	5,37	100	Al <sub>18</sub> B <sub>4</sub> O <sub>33</sub>
	20,27	4,38	40	20,35	4,36	50	
	26,34	3,38	34	26,43	3,37	40	
	57,44	1,60	71	57,60	1,60	100	Al <sub>8</sub> B <sub>2</sub> O <sub>15</sub>
	25,52	3,49	48	25,52	3,49	70	
	35,22	2,55	100	35,30	2,54	40	

Hasil sintering pada temperatur 1300<sup>0</sup>C jumlah fasa Al<sub>8</sub>B<sub>2</sub>O<sub>15</sub> bertambah banyak, sedangkan fasa Al<sub>18</sub>B<sub>4</sub>O<sub>33</sub> intensitasnya mulai berkurang. Hal ini mengindikasikan bahwa hanya ada penambahan energi untuk pembentukan fasa Al<sub>8</sub>B<sub>2</sub>O<sub>15</sub> walaupun tidak menghasilkan fasa tunggal.

Hasil sintering pada temperatur 1400<sup>0</sup>C terlihat bahwa Al<sub>8</sub>B<sub>2</sub>O<sub>33</sub> semakin berkurang intensitasnya dibandingkan pada suhu 1300<sup>0</sup>C. Hal ini berarti semakin meningkat temperatur sintering jumlah fasa Al<sub>8</sub>B<sub>2</sub>O<sub>33</sub> semakin berkurang. Terbentuknya dua fasa produk sintering sesuai menurut diagram fasa pada temperatur di bawah 1400<sup>0</sup>C.

#### b. Densitas Hasil Sinter

Pengukuran densitas hasil sinter 1100<sup>0</sup>C, 1200<sup>0</sup>C, 1300<sup>0</sup>C, 1400<sup>0</sup>C menggunakan prinsip Archimedes dengan zat cair.

Tabel 5. Densitas pada temperature sintering 1100<sup>0</sup>C, 1200<sup>0</sup>C, 1300<sup>0</sup>C, 1400<sup>0</sup>C

T Sintering <sup>0</sup> C	Komposisi (% alumina)	Mk (gr)	Ma (gr)	Mt (gr)	Densitas (gr/cm <sup>3</sup> )
1100	78	1,4790	1,0483		2,94
	80	1,4197	1,0087		2,93
	82	1,4725	1,0560		3,01
1200	78	1,4184	1,0170	0,0732	2,99
	80	1,4676	1,0469		2,97
	82	1,4368	1,0374		3,04
1300	78	1,4093	1,0236		3,07
	80	1,4191	1,0267		3,05
	82	1,3796	1,0145		3,15
1400	78	1,3505	0,9637	0,0377	3,18
	80	1,3391	0,9558		3,18
	82	1,3132	0,9511		3,28

Densitas terbesar dicapai pada temperatur sintering 1400<sup>0</sup>C dengan komposisi 82% alumina yaitu sebesar 3,28 garm/cm<sup>3</sup>. Sedangkan densitas terkecil diperoleh pada temperatur sintering 1100<sup>0</sup>C dengan komposisi 80% alumina yaitu sebesar 2,93 gram/cm<sup>3</sup>.

#### 5. Kesimpulan dan Saran

Pertumbuhan fasa aluminium borat Al<sub>8</sub>B<sub>2</sub>O<sub>15</sub> semakin bertambah dengan meningkatnya suhu sintering. Fasa Al<sub>8</sub>B<sub>2</sub>O<sub>15</sub> paling banyak terdapat pada temperatur sintering 1400<sup>0</sup> C dengan komposisi 82% mol Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan paling sedikit pada temperatur sintering 1100<sup>0</sup> C dengan komposisi 82% mol Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Densitas produk semakin besar dengan meningkatnya temperatur sintering dan komposisi bahan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Densitas terbesar terdapat pada temperatur sintering 1400<sup>0</sup> C dengan komposisi 82% mol Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yaitu 3,28 g/cm<sup>3</sup> dan densitas terkecil pada 80% mol Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan temperatur sintering 1100<sup>0</sup> C 2,93 g/cm<sup>3</sup>.

Kondisi optimum dalam eksperimen ini terdapat dalam sampel dengan komposisi 78% mol Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 22% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang merupakan komposisi nonstoikiometris.

Keramik aluminium borat yang disinter ≤ 1400<sup>0</sup> C menghasilkan dua fasa yaitu Al<sub>18</sub>B<sub>4</sub>O<sub>33</sub> dan Al<sub>8</sub>B<sub>2</sub>O<sub>15</sub>. Ini dipengaruhi oleh temperatur sintering dan komposisi bahan.

Untuk memperoleh kondisi yang lebih optimum dalam pembuatan keramik aluminium borat dapat dilakukan dengan menaikkan temperatur sintering, menambah

komposisi karbon oksida dan perlu dilakukan uji porositas dan kekerasan.

#### Daftar Pustaka

- [1] Anonius., 1977, *Standard Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity and Apparent Specific Gravity on Fire White Ware Product*, ASTM
- [2] Dodd, A. E., 1964, *Dictionary of Ceramics*, George Newnes, London.
- [3] Franklin F. Y. wang., 1976, *Treatise on Material Science and Technology, Ceramic Fabrication Process*, Vol. 9. Academic Press, Inc London.
- [4] Gielisse, P. J. M. and Foster, W. R., 1962, *The system  $Al_2O_3 - B_2O_3$* , Nature195 [4836] 69 – 70.
- [5] Ichinose., 1983, *Introduction to Fine Ceramics, Application in Engineering*, Ohmsa, Ltd, Tokyo. Levin, M. Ernest., Robbins, R. Carl and Mc.
- [6] Murdie F. Howard., 1964, *Phase Diagrams For Ceramists*, Vol. 1, The American Ceramic Society, Inc.
- [7] Nuffield, E. W., 1966, *X-Ray Diffraction Methods*, Jhon Willey & Son New York.
- [8] Walter H. Gitzen., 1970, *Alumina as A Ceramic Materials*, The American Ceramic Society, Inc.