

II. TINJAUAN PUSTAKA

Bab II menjelaskan tentang beberapa konsep dasar teori yang mendukung topik penelitian. Pembahasan dimulai dengan penjelasan mengenai keramik, alumina, kalsium karbonat, cangkang telur, reaksi padatan, kalsium aluminat, sintering, XRD, SEM, dan FTIR, serta uji fisis (densitas, porositas, penyusutan, dan resistivitas).

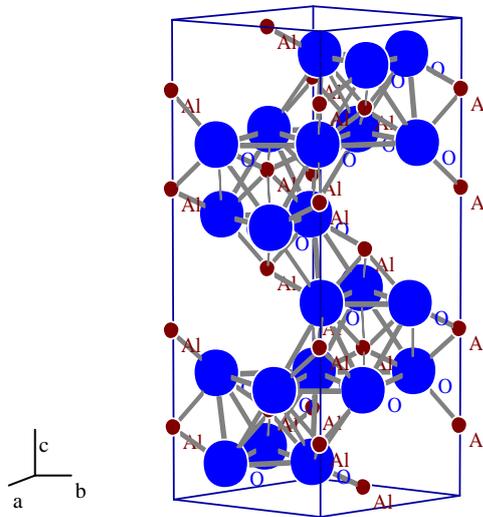
2.1 Keramik

Secara umum, kata keramik berasal dari bahasa Yunani yaitu *keramos* yang berarti tembikar (*pottery*) atau peralatan yang terbuat dari tanah liat melalui proses pembakaran (Anonim A, 2011). Berdasarkan aplikasinya keramik dibagi menjadi 2 yaitu keramik tradisional dan keramik maju (teknik). Keramik tradisional yaitu keramik yang terbuat dari bahan alam antara lain kuarsa, tanah liat, dan kaolin seperti barang pecah belah (*dinnerware*), keperluan rumah tangga (ubin, batu bata), dan industri (gerabah, genteng, marmer, granit, dan porselin). Sedangkan keramik maju adalah keramik yang dibuat dengan menggunakan oksida-oksida logam, seperti alumina (Al_2O_3), silikon karbida (SiC), silikon nitrida (Si_3N_4) dan magnesium oksida (MgO) (Smith, 1996) salah satu contoh penggunaan keramik maju dalam teknologi tinggi adalah sebagai komponen elektronik, piranti optik dan lain-lain.

2.2 Alumina (Al_2O_3)

Alumina adalah sebuah senyawa kimia yang terdiri dari aluminium dan oksigen, dengan rumus kimia Al_2O_3 . Nama mineralnya adalah alumina, dan dalam bidang pertambangan, keramik dan teknik material senyawa ini lebih banyak disebut dengan nama alumina (Anonim B, 2011). Senyawa alumina (Al_2O_3) bersifat polimorf, dengan tiga struktur yang berbeda dan dikenal sebagai alpha (α) - Al_2O_3 , gamma (γ) - Al_2O_3 dan beta (β) - Al_2O_3 . Alumina dengan struktur alpha (α) - Al_2O_3 sering disebut fasa korondum dan merupakan bentuk struktur yang paling stabil pada suhu tinggi. Struktur dasar kristal korondum adalah tumpukan padat heksagonal (*hexagonal closed packed-HCP*) (Worrall, 1986 and Walter, 1970).

Kation (Al^{3+}) menempati $2/3$ bagian dari sisipan oktahedral, sedangkan anionnya (O^{2-}) menempati posisi HCP. Bilangan koordinasi dari struktur korondum adalah 6, maka tiap ion Al^{3+} dikelilingi 6 ion O^{2-} , dan tiap ion O^{2-} dikelilingi oleh 4 ion Al^{3+} untuk mencapai muatan yang netral (Worrall, 1986). Bentuk struktur kristal korondum ditunjukkan pada Gambar 1 dengan menggunakan program PCW version 2.3 (Kraus and Nozle, 1999).



Gambar 1. Struktur kristal korundum alpha (α)- Al_2O_3), jari-jari ionik $0,55 \text{ \AA}$ untuk Al^{3+} dan $1,35 \text{ \AA}$ untuk O^{2-} , dengan parameter kisi $a=b=4,759 \text{ \AA}$ $c=12,993 \text{ \AA}$. Gambar dibuat menggunakan program PCW, version 2.3 (Kraus dan Nolze, 1999).

Struktur α - Al_2O_3 mempunyai struktur dasar spinel yaitu $\text{A}_3\text{B}_6\text{O}_{12}$ atau AB_2O_4 . dengan A dan B masing – masing adalah kation valensi dua dan tiga. Struktur α - Al_2O_3 jika dinyatakan dalam bentuk formula spinel adalah Al_8O_{12} dan bila dibandingkan dengan spinel $\text{A}_3\text{B}_6\text{O}_{12}$, maka α - Al_2O_3 hanya memiliki 8 kation sedangkan pada spinel total kationnya harus 9. Jadi pada struktur kristal α - Al_2O_3 kekurangan 1 kation dan hal ini merupakan bentuk cacat struktur (*vacancy defect*) pada kristal tersebut (Walter, 1970). Alumina (Al_2O_3) merupakan senyawa yang stabil, kuat, keras dan memiliki titik lebur yang tinggi. Umumnya memiliki sifat tahan kimia dan korosi pada suhu tinggi, keramik korundum murni dibuat melalui suhu tinggi ($1800\text{-}1900^\circ\text{C}$) dan mempunyai sifat mekanik yang kuat sekali serta bersifat isolator listrik (Walter,1970). Aplikasi banyak digunakan sebagai *bio-inert material*. Sedangkan β - Al_2O_3 yang sifatnya reaktif

dan stabil dan dibawah suhu 1000°C , aplikasinya banyak digunakan sebagai *reagen* kimia dan bahan katalis. Sifat fisis dari keramik - Al_2O_3 dapat dilihat pada Tabel 1.

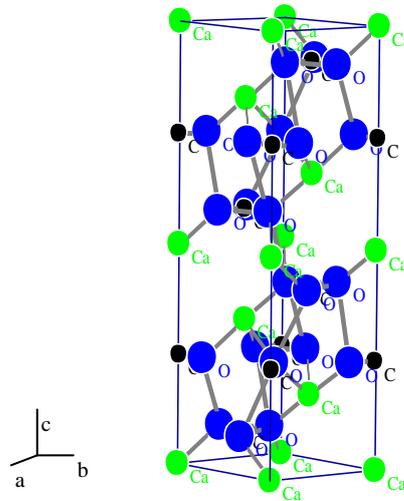
Tabel 1. Sifat-sifat dan karakteristik - Al_2O_3 .

Densitas	$3,96 \text{ g/cm}^3$
Koefisien Thermal Ekspansi	$8-9 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$
Kekuatan Patah	350 Mpa
Kekerasan (<i>Vickers</i>)	1500-1800 kgf/mm^2
Titik Lebur	2050°C

Sumber: Walter (1970).

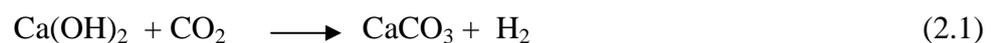
2.3 Kalsium Karbonat (CaCO_3)

Kalsium karbonat adalah sebuah senyawa kimia dengan rumus kimia (CaCO_3). Material ini biasa digunakan dalam bidang kedokteran sebagai tambahan kalsium atau sebagai *antasid*. Kalsium karbonat merupakan unsur aktif dalam kapur pertanian dan merupakan suatu zat yang biasa ditemukan sebagai batuan diseluruh penjuru dunia, serta merupakan komponen utama dari kerang laut dan kulit keong atau siput. Secara alamiah biasanya kalsium karbonat ditemukan dalam mineral atau batuan aragonit, kalsit, *chalk*, batu kapur, maupun *marble*. Bentuk struktur kristal kalsium karbonat (CaCO_3) ditunjukkan pada Gambar 2 dengan menggunakan program PCW, version 2.3 (Kraus and Nolze, 1999).



Gambar 2. Struktur kristal kalsium karbonat (CaCO_3) dengan parameter kisi $a = 4,9623 \text{ \AA}$, $b = 7,6981 \text{ \AA}$, $c = 5,7429 \text{ \AA}$. Gambar dibuat menggunakan program PCW, version 2.3 (Kraus and Nolze, 1999).

Mayoritas yang sangat luas kalsium karbonat yang digunakan dalam industri diperoleh dengan cara penggalian. Sedangkan kalsium karbonat murni misalnya untuk makanan atau farmasi, dapat diproduksi dari sumber galian murni biasanya marble atau marmer yang dibuat dengan melewatkan karbon dioksida ke dalam suatu larutan kalsium hidroksida sehingga endapan kalsium karbonat keluar dan proses pembuatan ini disebut sebagai proses lapisan endapan (*precipitate*) dan disingkat sebagai PCC, reaksinya adalah sebagai berikut (Anonim C, 2011).



Kalsium karbonat memiliki sifat kimia yang sama dengan karbonat-karbonat yang lain, yaitu jika kalsium karbonat bereaksi dengan asam kuat, maka akan melepaskan karbon dioksida, seperti persamaan berikut:



Kalsium karbonat juga akan melepaskan karbon dioksida pada pemanasan diatas 825°C untuk membentuk kalsium oksida.



Jika kalsium karbonat bereaksi dengan air yang saturasinya dengan karbon dioksida maka akan terbentuk larutan kalsium bikarbonat.



Penggunaan utama dari kalsium karbonat dalam industri konstruksi yaitu sebagai material bangunan seperti marmer, agregat batu kapur untuk bangunan jalan, sebagai bahan baku atau sebagai bahan dasar dalam pembuatan kalsit dengan membakarnya dalam tungku pemanas. Kalsium karbonat secara luas digunakan sebagai pengembang dalam pengecatan khususnya dalam bahan emulsi cat dimana biasanya 30% berat cat adalah kapur atau *marble*.

2.4 Cangkang Telur

Cangkang telur merupakan sumber terkaya yang mengandung kalsium dan merupakan 11% dari total berat telur dan mengandung 94% kalsium karbonat, 1%

kalsium fosfat, 4% bahan organik, dan 1% magnesium karbonat (Dasgupta *et al*, 2004).

Cangkang telur mengandung 1,6% air dan 98,4 bagian padat. Bagian padat ini terdiri 3,3% protein, 0,03% lemak, dan 95,1% mineral. Jumlah mineral didalam cangkang telur beratnya 2,25 gram yang terdiri dari 2,21 gram kalsium, 0,02 gram magnesium, 0,02 gram fosfor serta sedikit besi dan sulfur (Romanoff and Romanoff, 1963).

Cangkang telur memiliki banyak manfaat, salah satunya yaitu peneliti dari University of Calcutta, India menunjukkan bahwa membran yang melapisi cangkang telur dapat menyerap gas rumah kaca karbon dioksida dari atmosfer, bahkan hampir tujuh kali lipat dari berat telur itu sendiri (Rohmat, 2009).

2.5 Metode Reaksi Padatan

Metode reaksi padatan adalah cara yang dilakukan dengan mereaksikan padatan dengan padatan tertentu pada suhu tinggi. Metode ini merupakan metode yang paling banyak digunakan untuk sintesis bahan anorganik dengan tahapan yang umumnya melibatkan pemanasan berbagai komponen pada temperatur tinggi selama periode yang relatif lama. Reaksi ini melibatkan pemanasan campuran dua atau lebih padatan untuk membentuk produk yang juga berupa padatan. Tidak seperti pada fasa cairan atau gas, faktor pembatas dalam reaksi kimia padat biasanya adalah difusi (Ismunandar, 2006).

Langkah-langkah dalam metode reaksi padatan sebagai berikut:

1. Memilih pereaksi yang tepat dengan cirri-ciri:
 - a. Serbuk yang berbutir kecil untuk memaksimalkan luas permukaan.
 - b. Reaktif untuk mempercepat reaksi.
 - c. Komposisinya terdefinisi baik.
2. Menimbang pereaksi dengan neraca analitik.
3. Mencampurkan berbagai pereaksi dengan menggunakan mortar dan pastel.
4. Mengubah campuran reaksi menjadi pellet dengan maksud:
 - a. Meningkatkan kontak antarpartikel.
 - b. Meminimalkan kontak dengan krusibelnya.
5. Memilih wadar reaksi, dalam memilih wadah reaksi, perlu dipertimbangkan faktor kereaktifan, kekuatan, harga dan kerapuhan, misalnya Al_2O_3 dengan temperatur maksimal 1950°C .
6. Memanaskan campuran yang telah terbentuk, untuk mencegah terjadinya penguapan dan kemungkinan penghamburan pereaksi dari wadah reaksi, dapat dilakukan dengan memanaskan campuran pada temperature yang lebih rendah pada saat reaksi dimulai.
7. Menggerus dan menganalisis dengan difraksi sinar-X serbuk. Tahap ini merupakan tahap untuk mengecek apakah produk telah terbentuk dan reaksi telah selesai atau belum (Ismunandar, 2006).

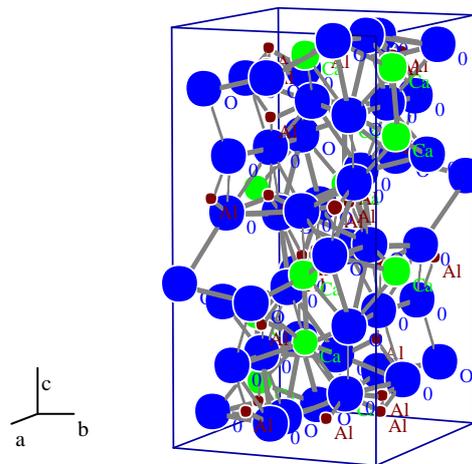
2.6 Kalsium aluminat

Kalsium aluminat adalah sebuah senyawa kimia dengan rumus kimia $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$. Material ini biasa digunakan dalam bidang material keramik sebagai aplikasi refraktori suhu tinggi (Guigne *et al*, 2002). Kalsium aluminat telah banyak digunakan dalam aplikasi semen dan industri beton, serta dalam refraktori dan bahan keramik. Kalsium aluminat baru-baru ini telah banyak digunakan di keramik optik dan struktural (Gaki *et al*, 2006). Dalam beberapa tahun terakhir, kalsium aluminat berbasis bahan telah ditemukan dalam aplikasi baru dibidang keramik maju sebagai keramik optik, katalis dukungan, detektor api semen, gigi dan keramik struktural (Rivas Mercury *et al*, 2005). Kalsium aluminat terdiri dari beberapa senyawa dalam sebuah sistem yaitu: kalsium monoaluminat, kalsium dialuminat dan kalsium heksaluminat.

2.6.1 Kalsium monoaluminat (CaAl_2O_4)

Kalsium monoaluminat adalah senyawa kimia dengan rumus kimia CaAl_2O_4 , atau di singkat CA dengan C = CaO dan A = Al_2O_3 . Kalsium monoaluminat (CaAl_2O_4) merupakan senyawa suhu tinggi yang terletak pada sistem $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$ yang meleleh pada suhu 1600°C . Kalsium monoaluminat (CaAl_2O_4) adalah komponen mayoritas untuk pengerasan hidrolis dari semen alumina tinggi (Rivas Mercury *et al*, 2005). Kalsium monoaluminat (CaAl_2O_4) banyak digunakan dalam industri baja sebagai terak metalurgi, material keramik dan teknologi semen (Guigne *et al*, 2002). Struktur Kristal CA atau kalsium monoaluminat (CaAl_2O_4) telah ditemukan oleh Doughil (1957) dan

mengkonfirmasi bahwa struktur kristalnya serupa dengan - tridinamit yaitu susunan tiga dimensi AlO_4 tetrahedral dengan Ca yang terletak dalam ruang dan memiliki grup $P21/n$. Kemudian pada tahun 1976 Hokner dan Muller-Buschaum meneliti kembali struktur kristal ini dengan menggunakan data kristal tunggal difraksi sinar-X. Hasil yang didapatkan adalah strukturnya mempunyai struktur kristal monoklinik dengan grup ruang $P21/n1$, sel parameternya kisinya adalah $a = 8,700 \text{ \AA}$, $b = 8,0920 \text{ \AA}$, $c = 15,1910 \text{ \AA}$ dan $\alpha = \beta = 90^\circ$, $\gamma = 90,2^\circ$ seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3 dengan menggunakan program PCW version 2.3 (Kraus and Nozle, 1999).

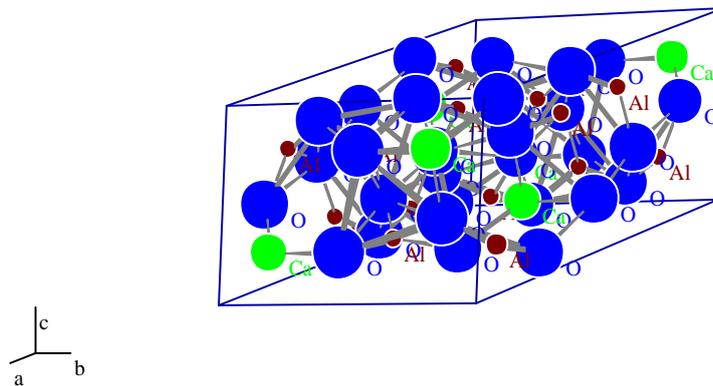


Gambar 3. Struktur kristal kalsium monoaluminat (CaAl_2O_4) dengan parameter kisi $a = 8,700 \text{ \AA}$, $b = 8,0920 \text{ \AA}$, $c = 15,1910 \text{ \AA}$. Gambar dibuat menggunakan program PCW, version 2.3 (Kraus and Nolze, 1999).

2.6.2 Kalsium dialuminat (CaAl_4O_7)

Kalsium dialuminat adalah senyawa kimia dengan rumus kimia CaAl_4O_7 , atau disingkat dengan CA_2 . Criado dan De Aza (1991) telah melaporkan bahwa

kalsium dialuminat menunjukkan ekspansi termal yang sangat rendah dan dapat digunakan untuk tujuan refraktori. Jonas *et al* ,(1999) mempersiapkan CaAl_4O_7 dari bahan CaCO_3 dan Al_2O_3 , kemudian campuran oksida disintering pada suhu 1200°C , 1300°C dan 1450°C . Struktur kristal CA_2 atau kalsium dialuminat (CaAl_4O_7) menurut Ponomarev yaitu mempunyai struktur kristal monoklinik dengan grup ruang C12/c1 dan sel parameter kisinya adalah $a = 12,866 \text{ \AA}$, $b = 8,8790 \text{ \AA}$, $c = 5,5440 \text{ \AA}$ dan $\alpha = \beta = 90^\circ$, $\gamma = 106,8^\circ$. Gambar 4 menunjukkan struktur kristal kalsium dialuminat (CaAl_4O_7) dengan menggunakan program PCW version 2.3 (Kraus and Nozle, 1999).



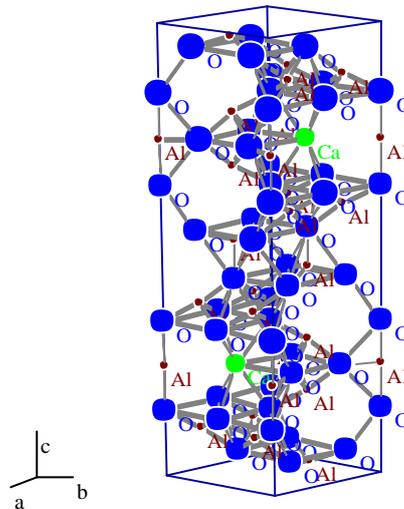
Gambar 4. Struktur kristal kalsium dialuminat (CaAl_4O_7) dengan parameter kisi $a= 12,866 \text{ \AA}$, $b= 8,8790 \text{ \AA}$, $c = 5,5440 \text{ \AA}$. Gambar dibuat menggunakan program PCW, version 2.3 (Kraus and Nolze, 1999).

2.6.3 Kalsium heksaluminat ($\text{CaAl}_{12}\text{O}_{19}$)

Kalsium heksaluminat adalah senyawa kimia dengan rumus kimia $\text{CaAl}_{12}\text{O}_{19}$, atau dapat disingkat CA_6 dengan $\text{C} = \text{CaO}$ dan $\text{A} = \text{Al}_2\text{O}_3$ atau $\text{CaO} \cdot 6\text{Al}_2\text{O}_3$ yang muncul di alam sebagai mineral hibonit (Utsunomiya *et al* 1988). Fasa ini dalam

sistem $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$ merupakan senyawa tingkat menengah yang terbanyak mengandung alumina dan merupakan satu-satunya senyawa yang mempunyai sifat termal yang terbaik.

Kalsium aluminat telah sukses dibuat dengan baik dengan teknik *solid-state* maupun teknik *sol-gel*. Mendoza *et al* (1988) menemukan bahwa kalsinasi optimum kalsium heksaluminat yang dibuat dari bahan bubuk alumina dan kalsium hidroksida adalah pada suhu 1400°C . Cinibulk and Hay (1996) mempelajari evolusi fasa kalsium heksaluminat yang dibuat dari bahan alumina sol yang mengandung kalsium asetat. Hasil yang dilaporkan yaitu sesudah pembakaran pada suhu 1200°C , fasa mayor yang teramati adalah $\text{CaAl}_{12}\text{O}_{19}$ dengan tambahan fasa minor $-\text{Al}_2\text{O}_3$ dan CaAl_4O_7 . Kemudian setelah pembakaran pada suhu 1400°C , fasa yang didapat hampir fasa tunggal $\text{CaAl}_{12}\text{O}_{19}$, dengan sedikit fasa $-\text{Al}_2\text{O}_3$ dan CaAl_4O_7 . Bentuk struktur kristal kalsium heksaluminat ditunjukkan pada Gambar 5 dengan menggunakan program PCW version 2.3 (Kraus and Nozle, 1999).



Gambar 5. Struktur kristal kalsium heksaluminat ($\text{CaAl}_{12}\text{O}_{19}$) dengan parameter kisi $a=b= 5,5640 \text{ \AA}$, $c = 21,8920 \text{ \AA}$. Gambar dibuat menggunakan program PCW, version 2.3 (Kraus and Nolze, 1999).

Kalsium heksaluminat digunakan dalam aplikasi material refraktori dan karena morfologi mikrostruktur yang berbentuk *elongated*, maka kalsium aluminat juga dipergunakan sebagai material penguat dalam material komposit berbasis alumina (An *et al*, 1996).

2.7 Proses Fabrikasi Material Keramik

Kebanyakan keramik tradisional dan keramik maju diproduksi dengan cara pemadatan bubuk atau partikel menjadi bentuk tertentu kemudian dilanjutkan dengan pemanasan pada temperatur yang cukup tinggi untuk mengikat partikel-partikel tersebut. Tahapan dasar dalam proses pembuatan keramik dengan cara *aglomerasi* atau pengelompokan partikel dapat dikelompokkan menjadi tiga tahapan yaitu: preparasi serbuk, pembentukan dan pembakaran (Smith, 1996).

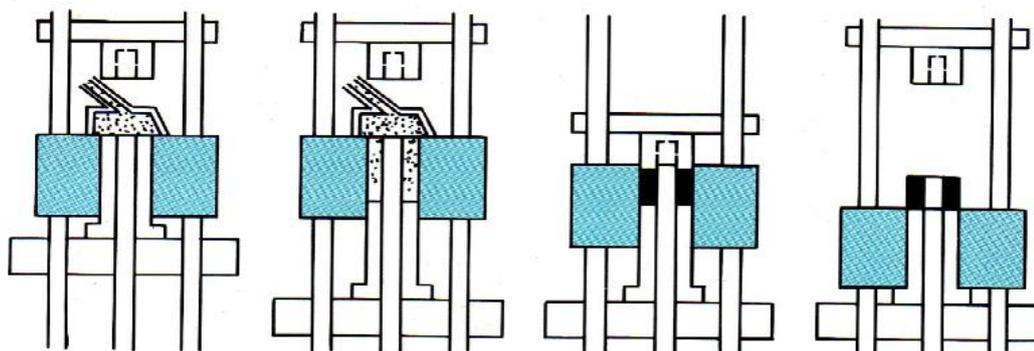
2.7.1 Preparasi Serbuk Keramik

Produk keramik pada umumnya dibuat dengan cara aglomerasi partikel, bahan dasar dari produk-produk ini bervariasi, tergantung pada sifat-sifat dari produk akhir yang diinginkan. Partikel dan bahan-bahan yang lain seperti pengikat (*binder*) dan lubrikan dicampur dalam keadaan kering atau basah. Untuk produk keramik yang tidak mempunyai sifat-sifat yang sangat kritis seperti batu bata, pipa mandi dan produk berbasis *clay* yang lain, pencampuran dengan menggunakan air merupakan cara biasa yang dilakukan. Sedangkan untuk beberapa produk keramik yang lainnya, bahan dasar digerus kering dengan pengikat dan bahan aditif. Ada juga pemrosesan bahan dasar secara kombinasi yaitu menggunakan bahan kering dan basah. Sebagai contoh, untuk menghasilkan jenis alumina (Al_2O_3) tinggi untuk aplikasi isolator, bahan bubuk dasar dicampur dengan air dengan pengikat sejenis lilin (*wax*) untuk membentuk bubuk yang selanjutnya diproses dengan teknik *spray-dried* untuk membentuk pelet sferis kecil.

2.7.2 Proses Pembentukan Keramik

Produk keramik yang dibuat dengan cara aglomerasi partikel dapat dibentuk dengan berbagai metode baik dalam keadaan kering, plastis atau cair. Pemrosesan secara *cold-forming* merupakan proses yang utama dalam industri keramik, tetapi pemrosesan secara *hot-forming* juga dilakukan secara luas. Metode pembentukan produk keramik yang biasa digunakan adalah teknik pengepresan, penuangan (*slip casting*) dan ekstrusi.

Metode pembentukan yang akan digunakan dalam penelitian adalah metode pengepresan kering (*dry pressing*). Pengepresan kering dapat didefinisikan sebagai pengepakan uniaksial secara simultan dan pembentukan butiran bubuk dengan bahan pengikat organik dalam sebuah cetakan (*die*). Gambar 6 menunjukkan proses pengepresan kering bubuk keramik menjadi sebuah bentuk yang sederhana. Sesudah dicetak kemudian keramik dibakar atau disintering untuk memperoleh kekerasan atau kekuatan yang diperlukan dan karakteristik mikrostruktur. Gambar 6 menunjukkan teknik pengepresan kering partikel keramik.



Gambar 6. Teknik pengepresan kering partikel keramik, (a) dan (b) pengisian, (c) pengepresan, dan (d) pelepasan (Smith, 1996).

2.7.3 Proses Pembakaran Keramik

Perlakuan pemanasan merupakan tahapan yang penting dalam pemrosesan produk keramik. Terdapat tiga tahapan dalam perlakuan pemanasan yaitu pengeringan, penghilangan pengikat dan sintering. Tujuan dari pengeringan keramik adalah untuk menghilangkan air dari bodi plastik keramik sebelum dibakar pada suhu tinggi. Pada umumnya, pengeringan untuk menghilangkan air dilakukan dibawah

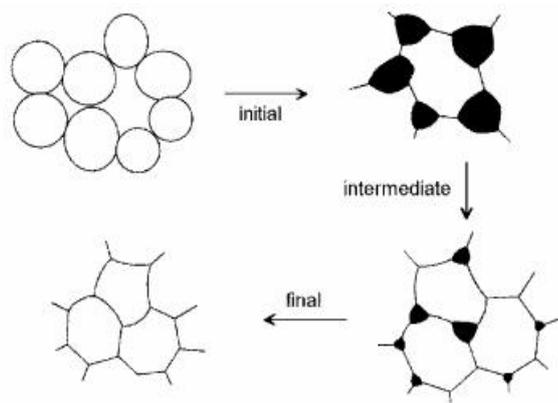
suhu 100°C selama 24 jam. Bahan pengikat organik dalam bodi keramik dapat dihilangkan dengan cara dipanaskan pada suhu 200-300°C, meskipun residu hidrokarbon memerlukan suhu yang lebih tinggi. Tahapan selanjutnya adalah sintering yaitu proses dimana partikel kecil dari material terikat bersama-sama secara difusi *solid-state*. Dalam pembuatan keramik perlakuan pemanasan ini menghasilkan sebuah transformasi padatan berpori menjadi padat.

2.8 Sintering

Sintering adalah suatu proses pemadatan atau konsolidasi dari sekumpulan serbuk pada suhu tinggi hingga melebihi titik leburnya. Melalui proses ini terjadi proses perubahan struktur mikro seperti perubahan ukuran pori, pertumbuhan butir (*grain growth*), peningkatan densitas, dan penyusutan massa. Sintering umumnya dilakukan pada temperatur konstan dengan waktu yang bervariasi untuk mendapatkan hasil tertentu, sehingga tahapan sintering dikaitkan dengan waktunya. Proses sintering dimulai dengan partikel halus yang kemudian beraglomerasi menjadi bubuk yang dikehendaki, dilanjutkan dengan pembakaran yang dapat mengikat partikel. Sintering memerlukan suhu tinggi agar partikel halus dapat beraglomerasi menjadi bahan padat. Sintering menyebabkan butiran-butiran partikel saling mendekat sehingga menyebabkan pengurangan volume. Perlakuan pemanasan ini menghasilkan sebuah transformasi padatan berpori menjadi padat (Rahman, 1995). Sintering merupakan tahapan pembentukan keramik yang sangat penting dan sangat menentukan sifat-sifat keramik yang dihasilkan. Adapun faktor-faktor yang menentukan proses dan mekanisme

sintering antara lain adalah jenis bahan, komposisi, bahan pengotornya, dan ukuran partikel. Proses sintering dapat berlangsung apabila terjadi transfer materi diantara butiran yang disebut proses difusi dan terdapat sumber energi yang dapat mengaktifkan transfer materi. Energi tersebut yang digunakan untuk menggerakkan butiran sehingga terjadi kontak dan ikatan yang sempurna (Ristic, 1989).

Gambar 7 menunjukkan proses sintering dalam suatu sampel. Proses sintering dibagi menjadi tiga tahapan yaitu: tahapan awal, tahapan medium (pertengahan), dan tahapan akhir. Selama tahap awal, kontak titik antar partikel terus meningkat hingga membentuk pertumbuhan leher (*neck growth*). Pada tahap pertengahan, penggabungan antar butir terus terjadi sehingga membentuk saluran pori yang kontinu, rongga mulai hilang dari saluran silinder. Pada tahap akhir, saluran pori yang kontinu menghilang dan berubah bentuk menjadi pori-pori individu (Barsoum, 1997).



Gambar 7. Tahapan terbentuknya pertumbuhan leher (*neck growth*) dalam proses sintering.

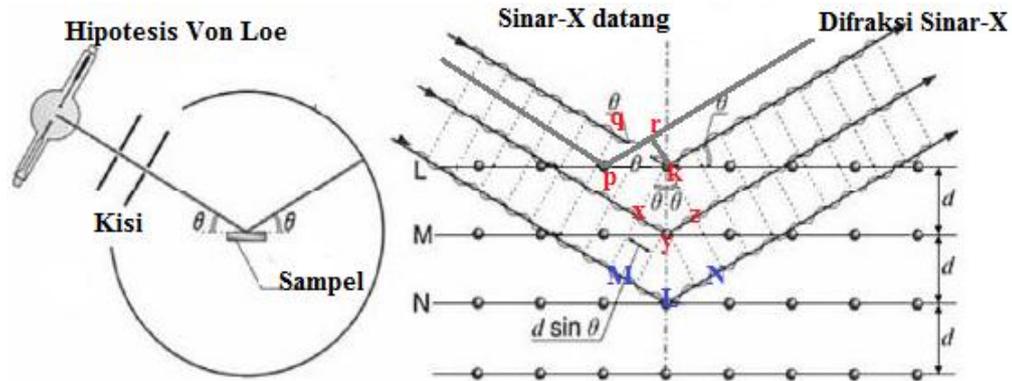
2.9 Karakterisasi Material Keramik

2.9.1 *X-Ray Diffraction (XRD)*

Prinsip terjadinya difraksi sinar-X sangat berbeda dengan difraksi yang dikenal pada umumnya (difraksi cahaya). Perbedaan tersebut dapat dilihat pada teori dan kegunaannya. Pada teorinya dan kegunaannya, difraksi sinar-X menggunakan foton dengan rentang panjang gelombang (λ) kurang dari 0,5-2,5 Å dan digunakan untuk mengkarakterisasi struktur kristal logam, keramik, polimer dan komposit. Sedangkan difraksi cahaya menggunakan cahaya tampak (monokromatik dan polikromatik) dengan kegunaannya sebagai bidang keoptikan. Sebelumnya, difraksi sinar-X telah dihipotesiskan oleh Von Loe yang mengatakan bahwa, “kristal tersusun atas atom-atom dalam ruang teratur sehingga kristal dapat berperan sebagai pusat-pusat penghamburan sinar-X. Kristal-kristal yang tersusun tersebut diketahui memiliki celah yang sebanding dengan panjang gelombang sinar-X sehingga dapat menimbulkan difraksi. Inilah yang disebut dengan syarat difraksi. Hamburan sinar-X itulah yang akan ditangkap oleh detektor dalam bentuk intensitas dengan arah difraksinya.

Pada umumnya, sampel berupa bubuk ditembakkan dengan sinar-X dengan sudut tertentu dan sinar-X tersebut masing-masing sebagian akan terdifraksi (saling menguat) dan tereliminasi karena fasanya berbeda. Bentuk bubuk yang diketahui berukuran mikrometer harus memiliki keseragaman sebab hamburan-hamburan sinar-X tersebut diharapkan mengalami penguatan agar terdifraksi. Agar lebih jelasnya dapat dilihat pada Gambar 8 yang menjelaskan tentang hipotesis Von Loe

dan hamburan-hamburan sinar-X yang terdifraksi pada atom-atom suatu sampel bubuk (butiran) yang padat.



Gambar 8. Skema difraksi sinar-X oleh atom-atom kristal.

Gambar 8 dapat dilihat bahwa sinar-X yang menumbuk titik pada lapisan pertama L akan terpantul dengan keadaan yang saling menguat sebab fasa gelombang pr (warna merah) sama dengan fasa gelombang qk (warna merah). Untuk membuktikan keadaan tersebut dapat ditunjukkan sebagai berikut.

$$\cos \theta = \frac{qk}{pk} = \frac{pr}{pk} \quad (2.5)$$

Dengan demikian, $qk = pk \cos \theta$ dan $pr = pk \cos \theta$, sehingga beda fasanya menghasilkan nol. Pada lapisan kedua (M), sinar-X yang kedua datang dan menumbuk atom kedua (di bawah atom pertama) yang terletak di tengah-tengah garis normal sehingga terpantulkan dan membentuk lintasan segitiga xky (warna merah) dan segitiga zky (warna merah) yang mempunyai sudut yang sama. Dengan mengetahui bahwa sudut mereka sama dan, maka panjang gelombang (λ) yang melintasi xy dan yz adalah $2 d \sin \theta$. Pada lapisan ketiga (N) peristiwanya sama

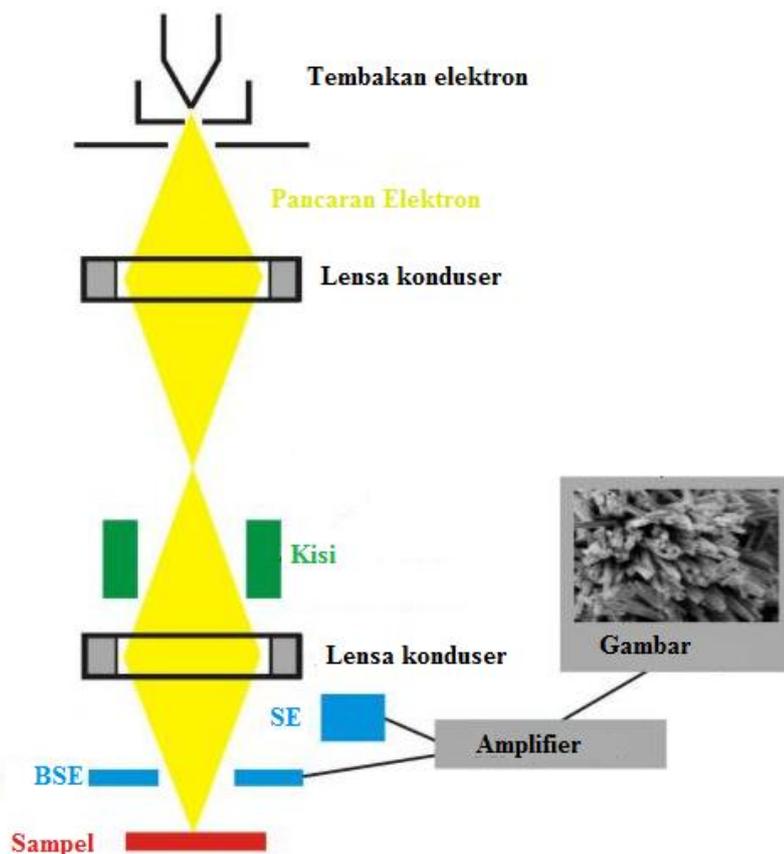
saja seperti pada lapisan kedua tetapi yang berbeda adalah posisinya yang mana sinar-X menumbuk atom yang ketiga dan memantulkan membentuk lintasan segitiga MkL (warna biru dan merah untuk k) dan segitiga NkL (warna biru dan merah untuk k). Dengan cara yang sama, panjang gelombang yang melintasi ML dan LN adalah $4d \sin \theta$. Dengan demikian seterusnya pada lapisan-lapisan yang berikutnya sehingga didapatkan persamaan 24 yang dikenal sebagai hukum Bragg.

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.6)$$

Dengan n adalah orde difraksi ($n = 1, 2, 3, \dots$), λ = panjang gelombang sinar-X (nm/Å), d adalah jarak antara bidang, dan θ adalah sudut difraksi.

2.9.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

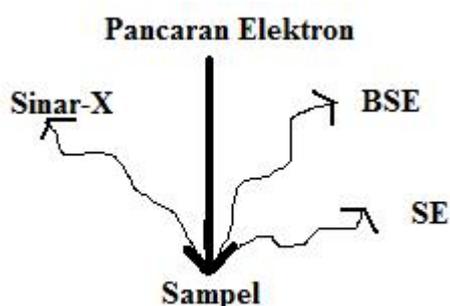
Scanning Electron Microscopy (SEM) adalah suatu jenis mikroskop elektron yang dapat menggambarkan permukaan sampel (*image*) dengan ukuran pori-pori mikrometer dan nanometer. Mikroskop ini bekerja dengan mengandalkan tembakan elektron yang dihasilkan dari tungsten (karena memiliki satu elektron valensi terluar) dengan tegangan yang sangat tinggi yakni di atas 25 kV dengan kuat arus sekitar 50-500 μA . Elektron tersebut akan berinteraksi dengan atom pada sampel bubuk. Secara lebih detail skematik alat SEM terdiri dari beberapa komponen diantaranya sistem penembak electron (*electron gun*), sistem lensa, sistem deteksi, sistem scanning dan sistem *vacuum*. Gambar 9 menunjukkan skematik alat *scanning elektron microscopy* (SEM).



Gambar 9. Skematik alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM) (Reed, 1993).

Ketika elektron tersebut menumbuk atom sampel dengan posisi yang tepat akibat pengaruh lensa konduser dan kisi, maka elektron yang ada pada kulit terluar pada atom tersebut akan terpental (tereksistasi) keluar dari orbitnya karena energi yang dimilikinya lebih kecil daripada energi elektron yang datang. Dengan kenyataan tersebut, atom teransang yang mengakibatkan elektron yang baru datang tersebut dapat memberikan sisa energinya pada elektron-elektron dikulit K, L, M, N dan seterusnya dengan cara menjatuhkan diri hingga menuju kulit yang terdekat dengan inti dan elektron-elektron kulit-kulit di atasnya akan kelebihan energi dari sebelumnya sehingga secara beraturan elektron-elektron tersebut masing-masing

akan naik menuju ke kulit terluar. Pada saat elektron kelebihan energi dan pindah ke kulit atasnya itulah akan timbul sinar-X. Dengan melihat kejadian-kejadian tersebut, mikroskop elektron tidak menggunakan sinar-X tetapi menggunakan elektron yang tereksitasi. Elektron yang tereksitasi tersebut pada umumnya akan memiliki dua sebutan akibat energinya yang terdeteksi pada posisi tertentu oleh detektor-detektor yang didekatnya. Gambar 10 menunjukkan sistem alat deteksi *Scanning Electron Microscopy* (SEM).



Gambar 10. Sistem alat deteksi *Scanning Electron Microscopy* (SEM) (Reed, 1993).

Data atau tampilan gambar dari topologi permukaan atau lapisan yang tebalnya sekitar 20 μm yang berupa tonjolan dapat diperoleh dari penangkapan elektron sekunder yang dipancarkan oleh sampel pada posisi tertentu dengan menggunakan *secondary electron detector*. Kemudian diolah dalam bentuk tegangan-tegangan menjadi digital dan ditampilkan pada layar CRT (TV). Hal yang berbeda pada elektron terhambur balik (*backscattered electron*) yang mana akan menghasilkan suatu gambar berupa komposisi (gambar yang termaksimumkan) akibat posisi detektornya lebih dekat daripada detektor elektron sekunder sehingga akan memberikan sinyal yang lebih besar.

2.9.3 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

FTIR atau *Fourier Transform Infra Red*, lebih dikenal dengan metode spektrometer. Pada metode spektrometer, radiasi IR dilewatkan melalui suatu sampel, beberapa radiasi infrared diserap oleh sampel dan yang lainnya ditransmisikan. Spektroskopi infrared telah menjadi teknik pekerja keras untuk analisis bahan di Laboratorium selama lebih dari tujuh tahun. Suatu spektrum infrared merupakan sidik jari suatu sampel dengan puncak serapan yang sesuai dengan frekuensi getaran ikatan atom yang membentuk suatu bahan, karena setiap bahan yang berbeda merupakan kombinasi dari dua atom maka tidak ada dua senyawa yang menghasilkan spektrum infrared yang sama. Oleh karena itu, spektroskopi infrared dapat menghasilkan identifikasi yang positif (analisis kualitatif) dari setiap jenis bahan yang berbeda. Selain itu, ukuran puncak pada spektrum merupakan indikasi langsung dari jumlah material yang ada. Pada dasarnya Spektrofotometer FTIR adalah sama dengan Spektrofotometer IR dispersi, yang membedakannya adalah pengembangan pada sistem optiknya sebelum berkas sinar infra merah melewati sampel. Beberapa radiasi inframerah diserap oleh sampel dan sebagian dilewatkan (ditransmisikan). Spektrum yang dihasilkan merupakan penyerapan dan transmisi molekul, menciptakan bekas molekul dari sampel. Seperti sidik jari tidak ada dua struktur molekul khas yang menghasilkan spektrum inframerah sama (Thermo Nicolet, 2001).

2.10 Pengujian Sifat Fisis Keramik

Pengujian sifat fisis keramik yang dilakukan yaitu pengukuran densitas, pengukuran porositas, pengukuran penyusutan, dan pengukuran resistivitas.

2.10.1 Pengukuran Densitas

Densitas merupakan salah satu sifat fisis yang didefinisikan sebagai massa persatuan volume bahan, dan mengalami kenaikan dengan bertambahnya bilangan atom pada setiap sub kelompok. Pengujian densitas suatu bahan bertujuan untuk melihat dan menganalisa kerapatan antar partikel yang satu dengan partikel yang lain dalam bahan. Perlakuan panas seperti sintering pada suatu bahan mempengaruhi proses pembentukan dan pendeposisian partikel (butiran). Dengan penambahan waktu sintering, densitas akan semakin meningkat dan ukuran butiran akan tersusun teratur yang mengakibatkan jumlah pori (porositas) bahan semakin kecil. Densitas (ρ) didefinisikan sebagai perbandingan antara massa (m) persatuan volume (V) suatu material dalam satuan gram/cm^3 atau kg/m^3 . Persamaan untuk menghitung densitas diberikan pada persamaan (2.7).

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (2.7)$$

dimana:

m = massa (gram).

V = Volume (cm^3).

ρ = Densitas (g/cm^3).

2.10.2 Pengukuran Porositas

Porositas suatu bahan menggambarkan ruang-ruang kosong (pori) pada bahan.

Porositas merupakan salah satu sifat fisis yang didefinisikan sebagai perbandingan

antara volume pori dengan volume total bahan. Nilai porositas dapat dinyatakan dalam persen (%) atau desimal. Sejumlah material memiliki porositas secara alamiah, sebagai contoh *cast metal*, *spray coating* atau keramik. Porositas tergantung pada sifat material, material yang lunak dan getas dapat dengan mudah berubah, karena itu porositas dapat diliputi oleh material berkerut. Persamaan untuk mengetahui nilai porositas diberikan pada persamaan (2.8).

$$Porositas = \frac{m_b - m_k}{\rho_{air} \times V_t} \times 100\% \quad (2.8)$$

dimana:

= massa jenis (g/cm^3)

m_b = massa basah (gram)

m_k = massa kering (gram)

2.10.3 Pengukuran Penyusutan (*shrinkage*)

Penyusutan (*shrinkage*) merupakan persen (%) pengurangan massa dari padatan keramik sebelum di sintering (V_o) terhadap produk keramik sesudah di sintering (V), Penyusutan (S) terjadi karena proses pengurangan dan pemadatan pori setelah di sintering. Bahan yang di sintering akan mengalami penyusutan. Penyusutan pada keramik meliputi dimensi panjang, lebar, tebal, volume dan massa suatu bahan. Besarnya penyusutan dapat dihitung dengan persamaan (2.9).

$$S_v = \frac{V - V_0}{V} \times 100\% \quad (2.9)$$

dimana:

S_v = Penyusutan volume (%)

V_0 = Volume awal (m^3)

V = Volume akhir (m^3)

2.10.4 Pengukuran Resistivitas

Resistivitas adalah besarnya tegangan yang diberikan terhadap luas penampang suatu bahan tertentu dibagi besarnya arus yang mengalir dari sepanjang bahan tersebut. Besarnya penyusutan dapat dihitung dengan persamaan (2.10).

$$= \frac{RA}{l} \quad (2.10)$$

dimana:

R = resistivitas bahan ($\Omega \cdot cm$).

l = panjang bahan (cm).

R = hambatan bahan (Ω).

A = luas penampang bahan (cm^2).

Resistivitas listrik suatu bahan merupakan ukuran kemampuan bahan tersebut untuk mengirim muatan listrik di bawah pengaruh medan listrik. Standar isolator listrik tegangan rendah berdasarkan resistivitasnya memiliki resistivitas $\sim 10^7 \Omega \cdot cm$, untuk isolator listrik tegangan menengah berdasarkan resistivitasnya memiliki

resistivitas $\sim 10^9 - 10^{14}$ cm, dan isolator listrik tegangan tinggi maka resistivitasnya harus memiliki resistivitas lebih besar dari 10^4 cm (Indiani dan Umiati, 2009).