

## PENGARUH ADITIF MgO DAN PERLAKUAN PANAS TERHADAP MATERIAL ELEKTRO KERAMIK BERBASIS BETA ALUMINA ( $\beta''$ -ALUMINA)

Ramlan<sup>1</sup>, Akmal Johan<sup>1</sup>, Arsali<sup>1</sup> dan Bambang Soegijono<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Fisika, FMIPA - UNSRI

Jl. Raya Palembang Prabumulih Km 32 Inderalaya, Palembang 30662

<sup>2</sup>Program Studi Materials Science Program Pascasarjana, FMIPA - UI

Jl. Salemba Raya No. 4, Jakarta 10430

### ABSTRAK

**PENGARUH ADITIF MgO DAN PERLAKUAN PANAS TERHADAP MATERIAL ELEKTRO KERAMIK BERBASIS BETA ALUMINA ( $\beta''$ -ALUMINA).** Telah dilakukan pembuatan  $\beta''$ -Alumina menggunakan metode metalurgi serbuk dengan paduan komposisi  $\alpha$ -Alumina 83 %,  $\text{Na}_2\text{O}$  10 % dan variasi MgO masing-masing 5,5 %; 6,7 %; 7,9 %; 8,9 % dan 10 %. Proses pencampuran dilakukan dengan menggerus selama 4 jam. Kemudian bahan paduan di bentuk pelet menggunakan *hydraulic press* dengan tekanan 3 ton. Sampel disinter pada suhu 1500 °C selama 5 jam. Untuk 7,9 % bahan diberikan perlakuan panas untuk 3 kali perlakuan panas pada suhu yang berbeda yaitu pada 1300 °C, 1400 °C dan 1500 °C. Karakterisasi meliputi analisis fasa dengan XRD, identifikasi fasa menggunakan perangkat lunak *Match* dan *GSAS* serta analisis strukturmikro dengan *SEM*. Hasil dari analisis fasa memperlihatkan telah terbentuknya  $\beta''$ -Alumina dan masih adanya  $\beta$ -Alumina pada semua variasi MgO yang digunakan. Dengan kata lain fasa  $\beta''$ -Alumina tidak terbentuk 100 %. Variasi MgO juga memberikan densitas yang relatif tinggi begitu juga dengan fraksi berat. Pembentukan fasa  $\beta''$ -Alumina tidak mencapai 100 %, tetapi dengan penambahan MgO maka dapat diperoleh fasa stabil.

**Kata kunci :** Alumina, *Match*, *GSAS*, Fraksi berat, Parameter kisi, Strukturmikro

### ABSTRACT

**THE EFFECT ADDITIF OF MgO AND HEAT TREATMENT OF BETAALUMINA ( $\beta''$ -Alumina) BASED ELECTRO CERAMIC MATERIALS.**  $\beta''$ -Alumina has been formed by using the powder metallurgy method with alloy composition  $\alpha$ -Alumina 83 %,  $\text{Na}_2\text{O}$  10 % and MgO variation of 5,5 %; 6,7 %; 7,9 %; 8,9 % and 10 % respectively. The mixing process was done by milling for 4 hours. Then pellets were made using a hydraulic press at 3 ton pressure. The sample were sintered at temperature 1500 °C for 5 hours. For 7,9 % it was girls 3 times treatment, at 1300 °C, 1400 °C and 1500 °C. The characterition covered phase analysis with XRD, phase indentification using *Match* and *GSAS* softwares and micro structure analysis with *SEM*. The result of the phase analysis showed that  $\beta''$ -Alumina been formed and is all MgO variation  $\beta$ -Alumina is still formed. On other word  $\beta''$ -Alumina phase was not formed 100 %. The variation of MgO also yielded relatively high density so the weight fraction. The phase of the formed  $\beta''$ -Alumina did not reach 100 %, but with the existing MgO variant the stable phase was obtained.

**Key words :** Alumina, *Match*, *GSAS*, Weight fraction, Lattices parameter, Microstructure

### PENDAHULUAN

Selaras dengan perkembangan sejarahnya, penemuan dan perkembangan teknologi elektrolit padat dari bahan keramik berbasis  $\beta$ -Alumina sangat didorong oleh kebutuhan akan tersedianya suatu sistem penyangga energi listrik yang cukup besar, akibat dari adanya perbedaan yang besar pada tingkat konsumsi energi listrik saat beban puncak dibandingkan dengan kondisi normalnya.

Penerapan bahan elektrolit padat berbasis  $\beta$ -Alumina dalam bentuk baterai NaS (Sodium sulfur),

pada stasiun pembangkit Tsunashima di Jepang tahun 1998, telah memberikan gambaran tentang keberhasilan teknologi ini [1]. Kinerja baterai NaS, yang ditunjukkan oleh indikator-indikator : kapasitas penyimpanan energi yang besar (34,1 Wh/l-cell), efisiensi yang tinggi (75%), daya yang lama (15 tahun), ukuran yang lebih kompak dibanding baterai lain, dan ramah lingkungan (tanpa gas buangan, getaran, dan derau), telah mengundang harapan akan diperolehnya suatu sistem pelayanan energi listrik yang lebih baik [1]. Dengan

penerapan sistem energi listrik (baterai) yang besar ini penghematan energi listrik, sekaligus peningkatan kualitas penyalurannya ke konsumen dapat dipenuhi.

Kebutuhan akan sistem penyimpanan energi listrik berukuran besar akan meningkat seiring dengan meningkatnya konsumsi energi listrik masyarakat. Tuntutan akan kebutuhan dan keberhasilan teknologi baterai NaS, terutama di Jepang dan AS, memberi dampak pada besarnya perhatian guna meningkatkan kinerja baterai NaS sebagaimana dinyatakan di atas.

Kunci keberhasilannya terletak pada temuan-temuan teknologi baru berkaitan dengan bahan elektrolit pada berbasis  $\beta$ -Alumina. Oleh karenanya penelitian terkait dengan bahan ini masih sangat intensif dilakukan [2]. Di Indonesia, penelitian tentang material keramik, khususnya gabungan  $\text{Na}_2\text{O-MgO-Al}_2\text{O}_3$ , dapat dipastikan masih termasuk baru dan mungkin belum pernah dilaksanakan. Hal ini dapat dilihat dari langkanya publikasi ilmiah para peneliti Indonesia pada jurnal internasional.

Perkembangan dramatis di bidang riset keramik sebagai bahan elektrolit padat berawal di tahun 1960-an sejak ditemukannya fasa baru ( $\beta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) yang dibuat dari gabungan  $\text{Na}_2\text{O}$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pada komposisi diatas *stoichiometric*. Dua fasa baru yang sangat menarik dan menjadi perhatian adalah  $\beta(\text{Na}_2\text{O}.11\text{Al}_2\text{O}_3)$  dan  $\beta''(\text{Na}_2\text{O}.5\text{Al}_2\text{O}_3)$ , dengan sifat elektrolitnya yang

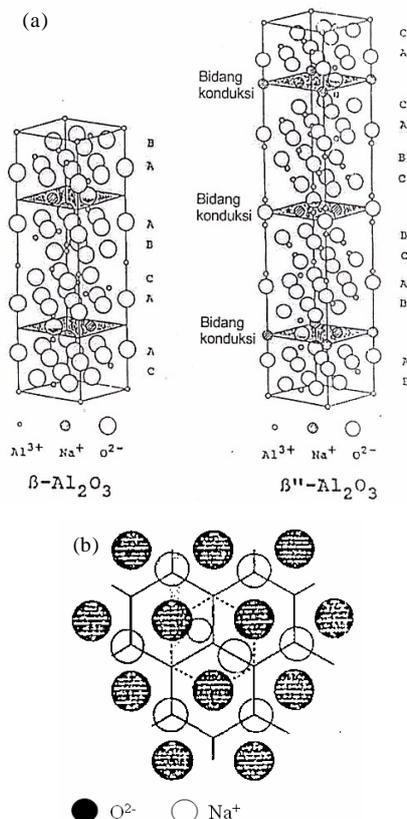
baik dan stabil [3-5]. Hal ini dimungkinkan karena Beta-Alumina ( $\beta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) memiliki struktur kristal berupa lapisan (layer) yang terdiri dari tumpukan padat blok spinel dari atom oksigen ( $\text{O}^{2-}$ ) dan Aluminium ( $\text{Al}^{3+}$ ), serta dipisahkan oleh bidang konduktor (*mirror plane*). Bidang konduktor tersebut ditempati oleh atom oksigen dan kation yang mudah bergerak (*mobile cations*). Pada blok spinel tersebut, atom-atom  $\text{O}^{2-}$  menempati tumpukan padat (*closed packed*) dan atom-atom  $\text{Al}^{3+}$  menempati sisipan oktahedron atau tetrahedron [6,7]. Tiap-tiap blok spinel dipisahkan oleh sebuah lapisan, dimana pada lapisan tersebut terdapat tumpukan yang longgar dari ion-ion  $\text{Na}^+$  dan  $\text{O}^{2-}$  sebagaimana terlihat pada Gambar 1(a), yang memudahkan ion-ion  $\text{Na}^+$  bergerak. Pergerakan ion  $\text{Na}^+$  (hantaran  $\text{Na}^+$ ) cenderung ke arah partikel sejajar sumbu C, sedangkan ke arah lain tidak dimungkinkan karena tertahan oleh spinel blok (Gambar 1b). Atas pertimbangan tersebut di atas maka konduktivitas listrik (*ionic conduction*)  $\beta$ -Alumina bersifat anisotropik [8,9].

Dari studi yang telah dilakukan, proses perlakuan termal melalui pembakaran (*sintering*) mempunyai pengaruh pada sifat elektrolit padat yang terbentuk. Kajian penelitian ini difokuskan pada pembentukan fasa  $\beta$ -Alumina dengan variasi MgO, suhu dan waktu penahanan. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan hasil sintesis bahan keramik  $\beta$ -Alumina melalui reaksi padatan (*solid-solid reaction*) dengan memvariasikan komposisi  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dan aditif MgO, hubungan yang menyatakan pengaruh komposisi dan perlakuan proses (pencampuran, penggerusan dan sintering) terhadap strukturmikro (ukuran butir, fasa, elektrolit maupun non elektrolit dan morfologi) campuran yang terbentuk dan sifat bahan elektrolit padat yang dihasilkan melalui parameter proses yang dipakai, aturan dan produk standar berkaitan dengan perlakuan panas dari alterasi komposisi di atas *stoichiometry* dan contoh strukturmikro untuk mendapatkan sifat bahan elektrolit padat yang optimal dan pemahaman menyangkut aspek teknologi pembuatan keramik, khususnya elektrolit padat sebagai konduktor (pada baterai kering) yang handal.

## METODE PERCOBAAN

### Bahan dan Alat

Bahan yang dibutuhkan untuk penelitian ini meliputi:  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Mg}(\text{OH})_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , PVA (Polivinil Alkohol), Aceton dan Alkohol 96 %. Sementara itu alat yang digunakan meliputi: Neraca Analitik BOSCH 200 max 210 gr, d = 0,1 mg, Mortal, Gelas Beker, *Dice*, Spatula dan Pinset, Hydraulik Press Shimidzu, Furnace Thermolyne 46100, XRD (Philips PW3710/40 Kv X-Ray Diffractometer) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*). Selain itu digunakan perangkat lunak *Match* dan *GSAS (General Structure Analysis System)*.



Gambar 1. (a) Struktur dasar  $\text{Na-}\beta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  dan  $\text{Na-}\beta''$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  [9] (b) Struktur ideal bidang konduktor  $\beta$ -Alumina [10].

## Cara Kerja

Penelitian ini bersifat eksperimental dan preparatif. Bahan elektrolit padat diproses dengan metode konvensional yaitu dengan reaksi padatan dan siklus termal. Rincian penelitian yang meliputi persiapan, preparasi bahan, perlakuan dan pengamatan atas hasil percobaan dilakukan seperti dibawah ini.

Bahan baku  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Mg(OH)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> ditimbang dengan neraca analitik dan dilakukan pencampuran menggunakan *Ball mill*, penggerusan, penggilingan pada mortal dan pembentukan sampel melalui cetakan dengan *hydroulik press*, sampel berbentuk lingkaran dan dikeringkan di udara dan oven pada suhu 120 °C selama 12 jam. Sampel sebelum proses *sintering* terlebih dahulu dianalisis sudah memiliki fasa yang diharapkan yaitu  $\beta$ ,  $\beta'$ ,  $\beta''$ ,  $\beta'''$  dan  $\beta''''$ .

Penambahan bahan aditif MgO dengan komposisi rendah terhadap bahan Na<sub>2</sub>O dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> akan diteliti lebih dalam. MgO diharapkan dapat mempercepat proses *sintering* dan dapat mencegah terputusnya (*discontinuous*) pertumbuhan butir.

Efek perlakuan panas seperti suhu dan waktu anil, kecepatan pemanasan (*heating rate*) serta kecepatan pendinginan (*cooling rate*) terhadap strukturmikro dan perubahan sifat-sifat bahan elektrolit padat akan diteliti secara sistematis dimana butiran berukuran mikro (nano) serta dengan distribusi ukuran butir yang sama guna meningkatkan atau memperbaiki pergerakan ion Na<sup>+</sup>.

Pemahaman fenomena peningkatan mobilitas ion Na<sup>+</sup> melalui efek interaksi antar butir akan dikembangkan juga secara analitik dengan menerapkan suatu model. Dalam hal ini variabel-variabel seperti *XRD*, *space group* dan parameter kisi.

Perlakuan terhadap sampel yang akan diteliti, dilakukan seperti pada Tabel 1 berikut:

Tabel 1. Perlakuan terhadap sampel

Sampel	Kadar MgO (gr)	Suhu Sintering (°C)	Waktu Sintering (jam)
F	0,5485	1500	5
G	0,6706	1500	5
H	0,7966	1300,1400,1500	5
I	0,9137	1500	5
J	1,0362	1500	5

## HASIL DAN PEMBAHASAN

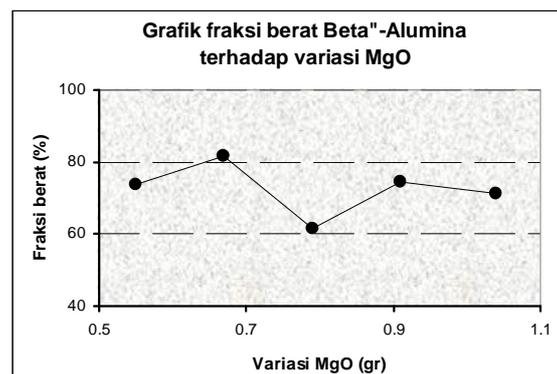
### Identifikasi dengan *Match* dan *GSAS*

Identifikasi dengan *Match* dan *GSAS* menghasilkan kesesuaian fasa seperti ditunjukkan pada Tabel 2, sementara hasil analisis *GSAS* menghasilkan informasi tentang parameter kisi, fraksi berat dan densitas  $\beta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 2. Hasil Identifikasi Fasa

Sampel	$\beta$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		$\beta''$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
	<i>Match</i>	<i>GSAS</i>	<i>Match</i>	<i>GSAS</i>
F (0,55 g)	070-2487 077-2312	070-2487	076-0602 084-0214	076-0602 084-0214
G (0,67 g)	076-0923 070-2487	076-0923	076-0602 084-0214	076-0602 084-0214
H (0,79 g)	076-0923	076-0923	076-0602 084-0214	076-0602 084-0214
I (0,91 g)	070-2487 077-2312	070-2487 077-2312	076-0602 084-0214	076-0602 084-0214
J (1,04 g)	070-2487	070-2487	076-0602 035-0439	076-0602 035-0439

Sebagaimana telah diuraikan diatas, fasa  $\beta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> telah terbentuk pada sampel. Variasi MgO yang diberikan pada sampel menghasilkan fraksi berat yang tak jauh berbeda. Ini menunjukkan bahwa MgO merupakan bahan aditif yang hanya mempengaruhi proses *sintering* dengan peran menstabilkan fasa yang terbentuk. Oleh karena itu pada sampel F, sampel G, sampel H, sampel I dan sampel J, fasa  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang terbentuk menuju stabil yang ditunjukkan oleh nomor *ICDD* yang sama dan fraksi berat yang mendekati konstan (lihat Gambar 2). Adapun nomor *ICDD*  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang digunakan adalah 00-076-0602 dan 00-084-0214. Memang untuk sampel J, salah satu nomor *ICDD*  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang digunakan bukan lagi 00-084-0214 tetapi 00-035-0439 [11]. Ini diartikan bahwa  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bertransformasi menuju ke fasa yang lebih stabil namun karena variasi MgO yang digunakan sedikit maka fraksi beratnya belum bisa mencapai 100%.



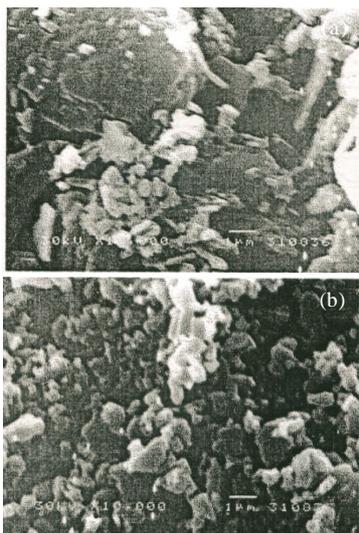
Gambar 2. Perbandingan fraksi berat (%) sampel

Proses *sintering* pada suhu tinggi akan mengubah sifat fisis suatu bahan seperti densitas unit sel (kerapatan suatu fasa), penyusutan dan pembesaran butiran. Perubahan parameter kisi pada masing-masing sampel terjadi seiring dengan perubahan densitasnya. Semakin besar parameter kisi menunjukkan bahwa volume satuan unit sel makin besar, yang berarti densitas semakin kecil. Densitas yang tinggi menunjukkan sifat yang lebih baik [12,13].

Tabel 3. Parameter kisi, Fraksi berat dan Densitas Fasa  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil analisis GSAS

Sampel	MgO (gr)	ICDD	Formula	Parameter Kisi (a,b,c) (Å)	Fraksi Berat (%)	Densitas (gr/cm <sup>3</sup> )
F	0,55	00-076-0602	Na <sub>2</sub> O MgO 5Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	(5,62 ; 5,62 ; 33,78)	56,8	3,46
		00-084-0214	Na <sub>1,67</sub> Mg <sub>0,67</sub> Al <sub>10,33</sub> O <sub>17</sub>	(5,65 ; 5,65 ; 33,44)	16,9	2,44
G	0,67	00-076-0602	Na <sub>2</sub> O MgO 5Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	(5,61 ; 5,61 ; 33,67)	74,13	3,48
		00-084-0214	Na <sub>1,67</sub> Mg <sub>0,67</sub> Al <sub>10,33</sub> O <sub>17</sub>	(5,69 ; 5,69 ; 33,19)	7,5	2,82
H	0,79	00-076-0602	Na <sub>2</sub> O MgO 5Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	(5,61 ; 5,61 ; 33,66)	48,9	3,33
		00-084-0214	Na <sub>1,67</sub> Mg <sub>0,67</sub> Al <sub>10,33</sub> O <sub>17</sub>	(5,54 ; 5,54 ; 33,99)	12,6	2,77
I	0,91	00-076-0602	Na <sub>2</sub> O MgO 5Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	(5,66 ; 5,66 ; 33,65)	40,34	3,73
		00-084-0214	Na <sub>1,67</sub> Mg <sub>0,67</sub> Al <sub>10,33</sub> O <sub>17</sub>	(5,63 ; 5,63 ; 33,55)	34,2	3,05
J	1,04	00-076-0602	Na <sub>2</sub> O MgO 5Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	(5,63 ; 5,63 ; 33,44)	29,9	3,31
		00-035-0394	Na <sub>2</sub> Mg Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	(5,63 ; 5,63 ; 33,90)	41,42	4,96

Analisis strukturmikro juga terhadap sampel dengan variasi terendah 0,5485 g dan variasi MgO 0,7966 g setelah mengalami perlakuan panas 1500 °C. Hasil strukturmikro dari sampel tersebut ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Hasil pengamatan strukturmikro dengan SEM diperbesar 10.000 kali dengan pemanasan 1500 °C untuk (a) MgO 0,5485 g dan (b) MgO 0,7966 g

Gambar 3 menunjukkan bahwa variasi MgO pada paduan Na<sub>2</sub>O.MgO.5Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menghasilkan strukturmikro yang berbeda. Pada variasi MgO 0,5485 gram terlihat bahwa bahan membentuk gumpalan-gumpalan besar, sementara pada MgO 0,7966 gram bahan berupa butiran-butiran kecil. Ini menunjukkan bahwa MgO yang semakin besar akan menghambat pertumbuhan butir (*grain growth*) atau diskontinuitas butir.

Pada Tabel 4, dapat diketahui bahwa fasa  $\beta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang terbentuk pada sinter 1300 °C, 1400 °C, 1500 °C memiliki struktur kristal dan grup ruang yang sama (heksagonal dan rombohedral), dengan grup ruang P63/mmc dan

R-3mH. Namun demikian parameter kisinya berbeda untuk suhu *sinter* yang berbeda. Untuk fasa  $\beta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada sampel *sinter* 1300 °C a=b=5,618 dan c=22,457, pada 1400 °C a=b=5,613 dan c=22,377 sedangkan pada 1500 °C a=b=5,610 dan c=22,478. Sementara untuk fasa  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada *sinter* 1300 °C a=b=5,621 dan c=34,123, pada 1400 °C a=b=5,623 dan c=33,875 terakhir pada 1500 °C a=b=5,611 dan c=33,573.

Kuantitas fasa yang terbentuk akibat perubahan suhu ditunjukkan oleh nilai fraksi berat. Pada 1300 °C fraksi berat  $\beta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebesar 67,086 %, turun menjadi 14,902 % pada 1400 °C dan turun lagi menjadi 10,852 % pada 1500 °C. Dapat dilihat bahwa kenaikan suhu menyebabkan penurunan fraksi berat  $\beta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sementara fraksi berat  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> meningkat yaitu Pada 1300 °C fraksi berat  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebesar 32,914 %, meningkat menjadi 85,098 % pada 1400 °C dan meningkat lagi menjadi 89,148 % pada 1500 °C

Densitas fasa  $\beta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada 1300 °C sebesar 2,872 g/cm<sup>3</sup>, menjadi 2,185 g/cm<sup>3</sup> pada 1400 °C dan menjadi 3,126 g/cm<sup>3</sup> pada 1500 °C. Sedangkan densitas untuk fasa  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada 1300 °C sebesar 2,719 g/cm<sup>3</sup>, menjadi 3,036 g/cm<sup>3</sup> pada 1400 °C dan menjadi 4,070 g/cm<sup>3</sup> pada 1500 °C.

Dari hasil analisis *Match* yang telah dilakukan terhadap semua sampel variasi suhu diketahui bahwa telah terbentuk fasa baru yaitu  $\beta$ -Alumina dan  $\beta''$ -Alumina. Fasa  $\beta$ -Alumina yang terbentuk sesuai dengan ICDD No. 99-900-0001, sementara fasa  $\beta''$ -Alumina sesuai dengan ICDD No. 99-900-0000. Jenis fasa  $\beta$ -Alumina dan  $\beta''$ -Alumina yang terbentuk pada ketiga sampel *sinter* 1300 °C, 1400 °C dan 1500 °C adalah sama.

Analisis GSAS menunjukkan kebenaran terbentuknya kedua fasa ini pada sampel *sinter* 1300 °C, 1400 °C maupun 1500 °C melalui kesesuaian kurva kalkulasi dengan kurva pengamatan. Selain itu dari analisis GSAS juga dapat diketahui harga fraksi berat

**Tabel 4.** Parameter Struktur  $\beta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil Match dan GSAS untuk berbagai suhu *sintering*.

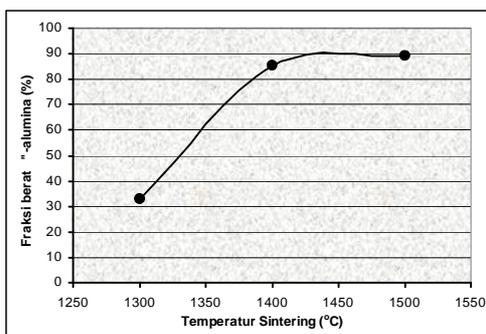
Sintering		1300 °C				1400 °C				1500 °C			
Fasa		$\beta$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		$\beta''$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		$\beta$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		$\beta''$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		$\beta$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		$\beta''$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
Grup Ruang		P 63/mmc		R - 3mH		P 63/mmc		R - 3mH		P 63/mmc		R - 3mH	
Struktur		Hexagonal		Rhombohedral		Hexagonal		Rhombohedral		Hexagonal		Rhombohedral	
		Match	GSAS	Match	GSAS	Match	GSAS	Match	GSAS	Match	GSAS	Match	GSAS
Pamameter Kisi (Å)	a	5,592	5,618	5,623	5,621	2,592	5,613	5,623	5,613	5,592	5,610	5,623	5,611
	b	5,592	5,618	5,623	5,621	2,592	5,613	5,623	5,613	5,592	5,610	5,623	5,611
	c	22,711	22,457	33,536	34,123	22,711	22,377	33,536	33,875	22,711	22,478	33,536	33,573
Densitas (gr/cm <sup>3</sup> )		3,23	2,872	3,28	2,719	3,23	2,185	3,28	3,036	3,23	3,126	3,28	4,070
Fraksi Berat (%)			67,086		32,914		14,902		85,098		10,852		89,148

fasa  $\beta$ -Alumina dan  $\beta''$ -Alumina. Meningkatnya suhu menyebabkan fraksi berat  $\beta''$ -Alumina bertambah, seperti terlihat pada Gambar 4. Disini terlihat bahwa penambahan  $\beta''$ -Alumina dari 1300 °C ke 1400 °C lebih signifikan, ini menandakan adanya pengaruh MgO. Dari 1400 °C ke 1500 °C penambahan  $\beta''$ -Alumina lebih kecil. Ini menandakan bahwa di atas suhu 1400 °C penambahan  $\beta''$ -Alumina tidak lagi karena pengaruh MgO, tetapi karena suhu [14]. Sementara itu, seiring dengan kenaikan suhu, penambahan fraksi berat  $\beta''$ -Alumina mengakibatkan pengurangan fraksi berat  $\beta$ -Alumina seperti pada Gambar 5.

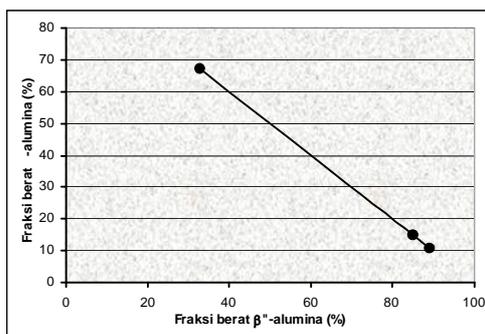
Terbentuknya fasa  $\beta$ -Alumina dan  $\beta''$ -Alumina yang sama untuk masing-masing sampel yang berbeda suhu sinter menunjukkan pembentukan fasa yang

menuju ke satu arah. Ini memperlihatkan bahwa penambahan MgO telah membuat fasa yang terbentuk stabil sebab secara teori penambahan MgO menghambat diskontinuitas pertumbuhan butir.

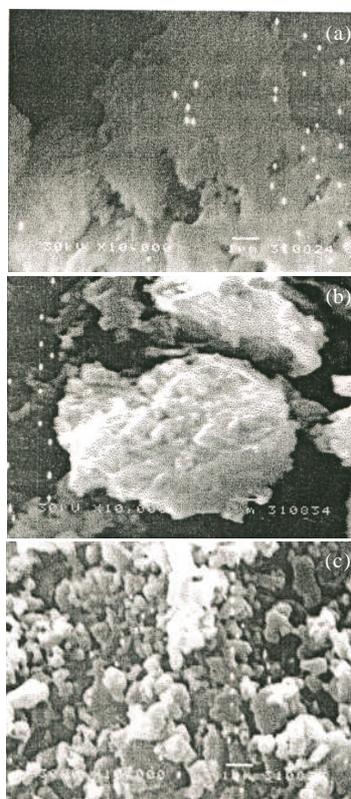
Dari hasil SEM, seperti pada Gambar 6(a), untuk sampel yang mengalami proses sinter 1300 °C terlihat bahwa ada penggumpalan butiran. Hal yang sama juga terjadi pada sampel dengan sintering pada suhu 1400 °C (Gambar 6(b)). Penggumpalan terpecah setelah mengalami *sintering* pada 1500 °C (Gambar 6(c)). Variasi MgO dan suhu memperlihatkan peran kontrol terhadap besarnya butiran [15]. Besar butiran juga menentukan sifat mekanik dari suatu bahan, dimana



**Gambar 4.** Grafik Pengaruh suhu *sintering* terhadap fraksi berat fasa  $\beta''$ -Alumina



**Gambar 5.** Grafik fraksi berat fasa  $\beta''$ -Alumina terhadap fasa  $\beta$ -Alumina



**Gambar 6.** Foto SEM sampel *sinter* perbesaran 10.000 kali untuk berbagai suhu *sinter*. (a) 1300 °C, (b) 1400 °C, dan (c) 1500 °C.

semakin kecil butiran maka makin baik sifatnya. Perbaikan sifat ini sejalan dengan hasil XRD yang memperlihatkan bahwa kenaikan suhu dapat meningkatkan fraksi berat  $\beta''$ -Alumina, serta densitasnya makin baik seperti pada Gambar 4 dan Gambar 6. Kenaikan densitas ini dapat dilihat melalui penurunan parameter kisinya dengan naiknya suhu.

## KESIMPULAN

Dari uraian hasil dan pembahasan, maka dapat disimpulkan :

1. Hasil identifikasi fasa dengan *Match* dan analisis GSAS menunjukkan bahwa pada kelima sampel terbentuk fasa  $\beta$ -alumina dan  $\beta''$ -alumina. Bertambahnya variasi MgO mempengaruhi terbentuknya fasa  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang stabil, yaitu:
  - Pada variasi MgO 0,55 g, fasa  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 73,7%.
  - Pada variasi MgO 0,67 g, fasa  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 81,63%.
  - Pada variasi MgO 0,79 g, fasa  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 61,5%.
  - Pada variasi MgO 0,91 g, fasa  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 74,54%.
  - Pada variasi MgO 1,04 g, fasa  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 71,32%.
2. Perubahan parameter kisi yang terdapat pada setiap sampel seiring dengan perubahan densitasnya. Fasa  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang terbentuk pada kelima sampel memiliki struktur dan grup ruang yang sama yaitu rombohedral dan R-3mH dan parameternya berbeda. Hal ini diperoleh dari hasil GSAS. Peningkatan suhu menyebabkan peningkatan jumlah fasa  $\beta''$ -Alumina. Pada suhu 1300 °C, fraksi berat  $\beta''$ -Alumina = 32,91%. Pada suhu 1400 °C = 85,09% dan pada suhu 1500 °C = 89,14%. Peningkatan jumlah fasa  $\beta''$ -Alumina seiring suhu, menyebabkan berkurangnya fasa  $\beta$ -Alumina. Pada suhu 1300 °C, fraksi berat  $\beta$ -Alumina = 67,08%. Pada suhu 1400 °C = 14,90% dan pada suhu 1500 °C = 10,85%.
3. Fasa  $\beta''$ -Alumina yang terbentuk pada ketiga suhu memiliki struktur dan grup ruang yang sama, yaitu: *rhomboidal* dan R-3mH. Sementara parameter kisi berbeda. Pada suhu *sintering* 1300 °C a = b = 5,6213 Å dan c = 34,1226 Å, sementara pada *sintering* 1400 °C a = b = 5,6133 Å dan c = 33,8750 Å, sedangkan pada *sintering* 1500 °C a = b = 5,6175 Å dan c = 33,4791 Å. Hal ini diperoleh dari hasil GSAS. Perubahan parameter kisi pada fasa  $\beta''$ -Alumina yang menurun dengan naiknya suhu *sintering* menunjukkan adanya perubahan volume sel satuan. Dengan demikian kerapatan teoritisnya berubah menjadi lebih besar, dengan kata lain makin stabil fasa  $\beta''$ -Alumina yang terbentuk, berarti proses pengaturan kristalisasi pada  $\beta''$ -Alumina makin baik.

## SARAN

Untuk penelitian lebih lanjut, melihat hasil yang didapatkan maka disarankan sebaiknya dilakukan optimalisasi proses agar diperoleh 100%  $\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan

memvariasikan suhu *sintering*, lamanya *sintering* dan tekanan kompaksi. Perlu diteliti lebih lanjut ukuran butiran berstruktur mikro maupun nano (*nano crystalline*) guna mencegah terjadinya kerusakan atau patahan akibat efek interaksi antar butir

## DAFTAR ACUAN

- [1]. <http://www.ngk.co.jp/DEN/englih/product/nas/main.html>, (1998)
- [2]. <http://www.ssb.co.jp/DEN/englih/product/ssb/main.html>, (2002)
- [3]. ALDEN, M., *Solid State Ionics*, **20** (1986) 17-23
- [4]. CHU KUN KUO, XUE-NING HUANG and PATRICK, S. NICHOLSON, *J. Am. Cer. Soc.*, **78** (3) (1995) 824-826
- [5]. G. CEDER, P.D. TEPESCH, A.F. KOHAN and A. VAN DER VEN, *Journal of Electroceramic*, **1** (1) (1997) 15-26
- [6]. D.L. YANG, B. DUNN, P.E.D. MORGAN, *J. Mat. Sci.*, **10** (1991) 485-490
- [7]. ENDER SUVACI and GARY L. MESSING, *J. Am. Cer. Soc.*, **84** (3) (2001) 657-659
- [8]. SOO-KWEON KIM, *Herstellung und Eigenschaften Von Kation Schleiten den  $\beta/\beta''$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Sowie Sine Anwendung als Elektrolyt in Galvanischen Ketlen zur Bestimmung der Frein Enthalpie*, (1993)
- [9]. O. ITO, et.all, *Solid State Ionics*, **80** (1995) 181-187
- [10]. J.C. WANG, J.B. BATES, T. KANEDA and HERBERT ENGSTROM, *Model Studies of Mixed-ion Beta-Alumina*, Solid State Division, Oah Ridge National Laboratory, Fast ion transport in Solids, (1997)
- [11]. JCPDS-*International Centre for Diffraction Data*, ICDD No. 99-900-0001 dan ICDD No. 99-900-0000, PCPDFWIN v.1.30, (1997)
- [12]. YOSHIHIRO HIRATA, TAKESHI IZAIKU and YOSHIMI ISHIHARA, *J. Mater. Res.*, **6** (3) (1991) 585-591
- [13]. L. MONTANARO, J.M. TULIANI, C. FEROT and A. NEGRO, *Journal of the European Ceramic Society*, **7** (1997) 1715-1723
- [14]. XUE-NING HUANG, CHU KUN KUO and PATRICH S. NICHOLSON, *J. Am. Ceram. Soc.*, **7** (4) (1995) 892-896
- [15]. YOSHIHIRO HIRATA, TAKESHI IZAIKU, *J. Cer. Soc. of Japan*, **101** (3) (1993) 268-272