

Penelitian Awal Pembuatan Material Tahan Panas Sebagai Bahan Alternatif Untuk Nosel

Elly Rosman^{*)}, Kamidjo Herusulistyo^{**)}

^{*)} Peneliti Pusat Teknologi Dirgantara Terapan, LAPAN

^{**)} Peneliti Pusat Teknologi Wahana Dirgantara, LAPAN

ABSTRACT

Nozzle is a part of the rocket motor, which its function to rise the moments of gas result of the combustion process. Ceramic is a good capability of the high temperature and high pressure. Because of that, ceramic is the alternative material as well as to built and coating it. The main material was to be used in the research was the alumina-zirkonia as solid matter and polyvinil alcohol acetat or polyvinil alcohol as a binder.

As the tool of the printing process of heat resistant ceramic it has been made "Injection Moulding". The experiment, it found that this ceramic which its mechanical karakteristik was still brittle. This was caused by its purity of the material was less. The analysis by x-ray diffraction, alumina which was used consist of Calcium aluminat, Magnesium Phosphite and Cobalt Tungsten.

ABSTRAK

Nosel adalah bagian motor roket yang berfungsi untuk menimbulkan momentum dari gas hasil pembakaran. Keramik merupakan bahan tahan panas dan tekanan tinggi. Oleh karena itu, keramik merupakan bahan alternatif yang dapat digunakan untuk membuat nosel atau bahan pelapis bagian dalam nosel. Bahan utama yang digunakan pada penelitian ini adalah alumina zirkonia sebagai padatan, dan polyvinil alkohol asetat atau Polyvinil Alkohol sebagai binder.

Sebagai alat untuk proses pencetak keramik tahan panas telah berhasil dibuat alat "Injection Moulding". Dari hasil percobaan, diperoleh keramik yang sifat mekaniknya masih getas (brittle). Hal ini disebabkan karena kemurnian bahan baku kurang. Dari hasil analisis dengan difraksi sinar X, alumina yang digunakan terdiri dari campuran Kalsium Aluminat, Magnesium Phopite dan Cobalt Tungsten.

1. PENDAHULUAN

Kemajuan ilmu dan teknologi yang sejalan dengan kemajuan dalam sistem informasi, mendorong LAPAN untuk memotivasi diri dalam bidang penelitiannya, termasuk dalam penelitian material kedirgantaraan. Salah satu bidang penelitian yang menjadi tanggung jawabnya adalah penelitian dan pengembangan di bidang peroketan. Bidang ini sudah lama ditekuni, namun hasilnya masih perlu ditingkatkan, salah satu yang mendapatkan perhatian adalah pengurangan berat roket, termasuk pengurangan berat

komponen-komponennya. Saat ini dibuat nosel dari baja dan diberi lapisan grafit untuk menahan semburan panas. Untuk mengurangi berat total roket salah satu komponennya yaitu nosel dicoba menggantinya dengan material keramik yang tahan panas tinggi ($\pm 2000^{\circ}\text{C}$).

Akhir-akhir ini, keramik dengan sifat khasnya yang baru telah dibuat dengan mempergunakan bahan tiruan yang sangat murni dan dengan proses yang terkendali. Produk tersebut dinamakan keramik halus atau keramik baru yang memiliki sifat-sifat khas yang

Bahan ini dipergunakan untuk membuat serat tiruan, terutama untuk benang ban mobil, ban mesin dan bahan industri lainnya, di samping itu bahan ini mempunyai sifat elektrostastik yang rendah sehingga film dari bahan ini mengambil debu yang lebih sedikit. Bahan ini sering digunakan untuk pengepakan bahan kimia, pupuk yang dapat larut segera dalam air, dan juga digunakan sebagai pengubah sifat serat dan penganji benang untuk mencegah keriting dan patah pada pengolahan kertas.

2.3 Keramik

Keramik ialah bahan anorganik non logam yang tersusun atas unsur logam dan non logam dengan ikatan ionik atau kovalen dan bersifat relatif rapuh dengan kuat tarik antara 100 - 10⁶ psi untuk keramik serat seperti Alumina yang dibuat dengan kondisi terjaga. Keramik baru memiliki kuat tarik 25.000 psi. *Compressive strength* 5 - 10 x lebih tinggi dari pada kuat tarik Alumina. Umumnya keramik keras, *brittle* dan memiliki ketahanan *impact* rendah karena ikatan ionik - kovalennya. Keramik untuk bahan teknik dibagi dua kelompok, keramik tradisional dan keramik teknik, keramik tradisional dibuat dari tiga bahan dasar yaitu clay, silika dan feldspar misalnya batu bata, ubin untuk industri konstruksi dan porselen listrik untuk industri elektronik. Keramik teknis dibuat dari senyawa murni seperti Alumina, Silicon karbida dan Silikon nitrida, sebagai contoh pemakaiannya adalah SiC pada daerah eksperimen suhu tinggi turbin gas otomotif AGT - 100, Aluminium oksida dalam mendukung dasar keping rangkaian terintegrasi.

Kegagalan mekanis terjadi dari kerusakan struktur, sumber kegagalan pada keramik polikristal teridentifikasi meliputi perengkahan (*cracking*) permukaan hasil selama finishing permukaan, porositas, inklusi dan grain besar hasil selama proses. Poros pada keramik *brittle* adalah daerah pengumpulan *stress*. *Stress* kritis pada poros, *crack* membentuk dan mempropagasi karena tak ada proses

penyerab energi besar dalam bahan yang beroperasi dalam logam *ductile* selama deformasi. Jadi *crack* mengawali propagasi, tumbuh terjadi *fracture*. Poros juga bersifat merusak kekuatan bahan dengan menurunkan luas permukaan melebihi beban yang diterapkan, selanjutnya menurunkan bahan juga mendukung, jadi ukuran dan volume poros adalah faktor penting yang mempengaruhi kekuatan.

Kekuatan keramik polikristal ditentukan oleh komposisi kimia, mikrostruktur, kondisi permukaan, suhu lingkungan jenis stress dan bagaimana aplikasinya, mayoritas kegagalan bahan pada suhu biasanya berasal pada cacat paling besar.

2.4 Alumina

Alumina dikembangkan untuk bahan tahan panas dan krus, digunakan sebagai bahan busi. Alumina didoping dengan MgO, dipress. dingin, *disinter* menghasilkan jenis mikrostruktur, Alumina digunakan untuk penerapan listrik suhu tinggi yang memerlukan tahanan dan kehilangan dielektrik. Alumina memiliki densitas 3,85 gr/ml.

2.5 Zirkonia

Zirkonia murni adalah polimorfi dan mengalami transformasi dari tetragonal ke monoklinik pada suhu $\pm 1170^{\circ}\text{C}$ disertai ekspansi volume sehingga mengarah ke *cracking*. Penggabungan Zirkonia dengan oksida tahan panas seperti CaO, MgO, Y₂O₃, menghasilkan struktur kubus yang stabil pada suhu kamar. Zirkonia dengan 9% MgO pada perlakuan panas khusus menghasilkan PSZ yang memiliki "toughness fracture" tinggi. Zirkonia murni memiliki 3 struktur kristal berbeda, monoklinik (1170°C), tetragonal (1170°C - 2370°C), kubus (struktur fluorit, > 2370°C), transformasi zirkonia murni dari tetragonal ke monoklinik adalah martensit dan tidak dapat ditekan dengan pendinginan cepat. Transformasi ini disertai kenaikan volume $\pm 9\%$ sehingga

tak mungkin membuat benda dari zirkonia murni, 10% oksida tahan panas (CaO, MgO, Y₂O₃) menstabilkan bentuk kubus zirkonia pada suhu kamar.

2.6 Keramik Abrasif

Tingginya kekerasan membuat keramik berguna sebagai bahan abrasif seperti gunting, gerinda, bahan pelapis material. Al₂O₃ leburan dan SiC sering digunakan untuk keramik abrasif. Produk abrasif dibuat dengan mengikat bersama partikel keramik individu dengan bahan pengikat meliputi keramik yang dibakar, resin organik, karet. Produk ini harus memiliki sejumlah porositas tertentu guna memberikan saluran udara atau cairan mengalir lewat struktur.

Butiran Al₂O₃ lebih kuat dari SiC tetapi tidak begitu keras, sehingga SiC dapat digunakan sebagai bahan pengeras.

Jika ZrO₂, digabungkan perbaikan abrasif bertambah kuat, keras, tajam dari pada aluminium oksida itu sendiri. Komposisinya : 25% ZrO₂, 75% Al₂O₃, dan 40% ZrO₂, 60% Al₂O₃

3 PROSES PEMBUATAN KERAMIK

Keramik tradisional dibuat dengan pemadatan lalu pemanasan pada suhu tinggi, mayoritas proses pembuatan keramik adalah aglomerasi partikel dengan tahapan sebagai berikut persiapan bahan, pembentukan/pencetakan dan pengeringan dengan pemanasan. Pada aglomerasi, partikel dan binder dapat dicampur basah atau kering, untuk keramik yang tak perlu sifat kritis, bahan sering dicampur dengan air.

Metode pembentukan ialah pengepresan, slip casting dan ekstrusi, pengepresan dilakukan pada kondisi kering, basah dan plastis. Pengepresan kering dilakukan untuk refraktori struktural dan komponen keramik elektronik, di mana pengepresan kering ialah pemadatan uniaksial simultan dan pembentukan bubuk butiran bersama-sama sejumlah air atau binder organik sisa.

Perlakuan panas, ada tiga cara, yaitu pengeringan, sintering, dan vitrifikasi. Pengeringan dan penghilangan binder bertujuan menghilangkan air (biasanya dipanasi pada suhu 200°C – 300°C) dari bodi keramik plastik sebelum dibakar pada suhu tinggi, ruahan binder organik dapat dihilangkan pada suhu tersebut di atas.

Sintering adalah suatu proses di mana partikel kecil terikat bersama melalui difusi keadaan padat. Sintering digunakan untuk menghasilkan bentuk keramik dari Alumina, Beryllia, Ferit dan Titanat. Perlakuan panas ini menghasilkan transformasi padat berpori menjadi rapat, sintering dilakukan di bawah titik lebur. Vitrifikasi ialah fasa gelas yang terkandung dalam bentuk keramik, menjadikan medium reaksi di mana difusi terjadi pada suhu lebih rendah dari pada suhu keramik padatan.

3.1 "Injection Moulding"

Alat ini berfungsi untuk menekan bahan keramik yang berupa pasta ke dalam cetakan, agar dapat membentuk keramik yang cukup padat, dengan tujuan menghilangkan gelembung-gelembung udara, karena gelembung udara yang tertahan dalam padatan keramik akan mengurangi kekuatan produk, sebab rongga-rongga udara akan mengakibatkan terjadinya jembatan keretakan.

Injection Moulding (Gambar 3-1) terdiri atas :

- a. Piston Penekan
- b. Rumah Piston
- c. Konstruksiudukan
- d. Dongkrak Hidrolik 5 ton

Cara Kerja Injection Moulding:

- a. Unit peralatan dilepaskan dari konstruksiudukannya
- b. Bahan keramik yang sudah berbentuk pasta dimasukkan ke dalam rumah piston.
- c. Piston ditekan oleh dongkrak hidrolik 5 ton.
- d. Pasta akan keluar melalui nosel langsung masuk cetakan yang sudah diletakkan di bawahnya.

3.2 Proses Pembuatan

Bahan : Polivinil asetat, aquades, Alumina (Al_2O_3), Zirkonia (ZrO_2), Gips, Waterglass (sodium silikat), polivinil alkohol, tiberglas net.

Alat : Peralatan bengkel, difraksi Sinar X, alat-alat gelas, timbangan analitis, tanur listrik, viskositas VT 03/04

Pelaksanaan :

- Pengukuran viskositas PVA diperoleh viskositasnya 6,5 poise
- Encerkan PVA dengan air (3:2), viskositasnya – 4 poise sebagai binder.
- Padatan terdiri dari Alumina + Zirkonia dengan perbandingan berat = 2;
- Dibuat sampel kemudian diamati viskositas dan penyusutan berat setelah dibiarkan selama dua hari diamati viskositas dan penyusutan berat.

- Pengukuran viskositas PVA_c. Viskositasnya – 30 poise
- Buat larutan binder PVA_c + Air dengan perbandingan = 3 : 2, viskositasnya = 10 poise
- Padatan Alumina dan Zirkonia dengan perbandingan berat 3 : 2
- Buat sampel dengan bahan-bahan di atas (percobaan 2).
- Analisis kualitatif Alumina dan Zirkonia dengan Difraksi sinar X, dilakukan di Laboratorium Material Universitas Indonesia, Depok, Jawa Barat.

4 HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil percobaan kombinasi variabel padatan dengan binder polivinil asetat untuk mendapatkan komposisi yang tepat dapat dilihat pada Tabel 4-1 s.d. 4-3.

4.1 Hasil percobaan

Tabel 4-1 : KOMBINASI VARIABEL BERAT PADATAN ($Al_2O_3 + ZrO_2 = 3 : 1$), DENGAN BINDER POLIVINIL ALKOHOL (4 Poise)

No.	Binder (PVA) (gram)	Padatan ($Al_2O_3 + ZrO_2$) (gram)	Viskositas (poise)	Penyusutan berat setelah dua hari (gram)
1.	20	50	40	7,5538
2.	25	50	15	5,3906
3.	30	50	10	10,5050

Keterangan : setelah diamati ternyata hasilnya rapuh, seperti tidak terjadi ikatan yang diharapkan

Tabel 4-2 : KOMBINASI VARIABEL BERAT PADATAN ($Al_2O_3 + ZrO_2 = 3 : 1$) DENGAN BINDER POLIVINIL ASETAT (10 poise)

No.	Binder (PVA) (gram)	Padatan ($Al_2O_3 + ZrO_2$) (gram)	Viskositas (poise)	Penyusutan berat setelah dua hari (gram)
1.	100	100	250	gagal
2.	100	150	1100	5,7424
3.	100	170	1550	gagal
4.	100	190	1775	4,3926
5.	100	200	2000	7,3019

Keterangan : setelah diamati ternyata sampel cukup keras, agak rapuh dan setelah dibuka cetakan di bagian bawahnya masih basah

Tabel 4-3 : KOMBINASI VARIABEL BERAT PADATAN ($Al_2O_3 + ZrO_2 = 3 : 2$) DENGAN BINDER POLIVINIL ASETAT (10 poise)

No.	Binder (Polivinil Asetat) (gram)	Padatan (Alumina + Zirkonia) (gram)	Viskositas (poise)
1.	200	300	1100
2.	200	340	1550
3.	200	380	1775
4.	200	400	2000
5.	200	420	Tidak bisa diukur
6.	200	400	sda
7.	200	420	sda

Keterangan : sampel secara visual baik, permukaan rata, tidak rapuh dan dicoba untuk disinter selama satu jam, hasilnya tidak retak bila suhunya sampai 1000°C. Selanjutnya dicoba juga dengan mengganti binder Polivinil Asetat dengan Sodium silikat (water glass), hasilnya dalam keadaan lembab.

4.2. Pembahasan

a. Kombinasi (Alumina + Zirkonia)

Penelitian awal bertujuan mencari komposisi yang tepat. Tabel 4-1, kombinasi antara berat padatan ($Al_2O_3 + ZrO_2 = 3 : 1$) dengan binder Polivinil alkohol (4 poise), hasilnya masih rapuh. Kemudian dicoba untuk memperbesar binder polivinil asetat menjadi 100 gram, dari 10 poise, hasilnya dinyatakan dalam Tabel 4-2. Setelah diamati ternyata sampel cukup keras, tidak rapuh, tetapi setelah dibuka dari cetakan di bagian bawahnya masih basah. Tahap berikutnya adalah kombinasi padatan yang terdiri dari Alumina dan Zirkonia dengan perbandingan tetap 3 : 2, sedang binder diperbesar menjadi 200 gram, viskositasnya tetap 10 poise. Hasilnya secara visual baik, permukaan rata tidak rapuh dan selanjutnya dicoba untuk *disinter* selama satu jam, hasilnya tidak retak bila sampai suhu $1000^\circ C$. Selanjutnya dicoba juga dengan mengganti binder Polivinil Asetat dengan Sodium silikat (water glass), setelah dibuka dari cetakan masih dalam keadaan basah. Dari hasil percobaan di atas, belum dapat diperoleh komposisi yang tepat, sehingga hasilnya belum dapat diuji dengan temperatur tinggi.

b. Difraksi sinar - X

Pemeriksaan bahan dengan sinar-x akan menghasilkan grafik difraktogram antara posisi sudut 2θ dan intensitas. Pada panjang gelombang yang diketahui dengan hukum Bragg yaitu :

$$n\lambda = 2d \sin \theta \dots\dots\dots (4-1)$$

Di mana,

- n = bilangan bulat (1,2,3 ----)
- λ = panjang gelombang berkas sinar
- θ = sudut sinar datang atau difraksi yang mengenai bahan
- d = jarak antar bidang paralel

Puncak pada posisi 2θ dapat ditentukan harga d nya. Analisis kualitatif berdasarkan pada indentifikasi pola-pola ini. Difraksi sinar-x diterapkan secara luas untuk analisis bahan-bahan kimia. Keuntungan analisis dengan sinar-x ini

adalah mudah, murah, cepat dan hanya memerlukan sampel sedikit. Pola difraksi berbagai bahan telah disusun oleh Hanawalt berdasar posisi sudut 2θ dan intensitas relatif I/I_0 . Dengan mencocokkan pola difraksi pada pola difraksi suatu bahan, maka bahan tersebut akan diketahui jenisnya. Oleh sebab itu suatu bahan dapat memiliki lebih dari satu harga d yang hampir sama, maka pencocokkan dilakukan dengan 3 harga dapat memiliki lebih dari satu harga d dengan intensitas relatif tinggi. Tiga harga d akan memberikan kemungkinan bermacam-macam jenis bahan berikut nomor seri kartu Hanawalt (kartu ASTM, atau JCPDS). Pada kartu Hanawalt tercantum harga d dan nama bahan tersebut. Jika semua harga d dari pola difraksi suatu bahan adalah sama dengan d pada kartu Hanawalt maka bahan tersebut adalah murni. Jika harga d hanya sebagian yang sama maka harga d sisa berasal dari bahan lain.

Kurva hasil difraksi sinar-x alumina (Gambar 4-1), dengan sampel yang digunakan adalah alumina teknis. Hasil yang diperoleh ternyata merupakan campuran dari kalsium aluminat ($5 Al_2O_3 \cdot 3 CaO$ atau Ca_9Al_{10}). Magnesium Phosphide Mg_3P_2 dan Cobalt Tungstem Co_7W_8 . Gambar 4-2, merupakan hasil difraksi sinar-x dari zirkonia (sampel yang digunakan adalah zirkonia teknis). Hasil yang diperoleh adalah yitrian hidroksil zircon.

Kedua kurva tersebut menunjukkan bahwa bahan yang digunakan untuk percobaan adalah tidak murni, sedangkan kualitas dari material tergantung kemurnian bahannya. (Kendra Hartaya cs, JIMat Desember 2001). Oleh karena itu hasil yang diperoleh belum memuaskan, sehingga pengujian terhadap temperatur tinggi belum dapat dilaksanakan. Pada penelitian ini, alat "injection moulding" sudah selesai dibuat, tetapi belum dapat dipergunakan karena komposisi yang tepat belum dapat ditentukan. Pengujian sifat mekanik juga belum dapat dilaksanakan karena hasilnya masih rapuh.

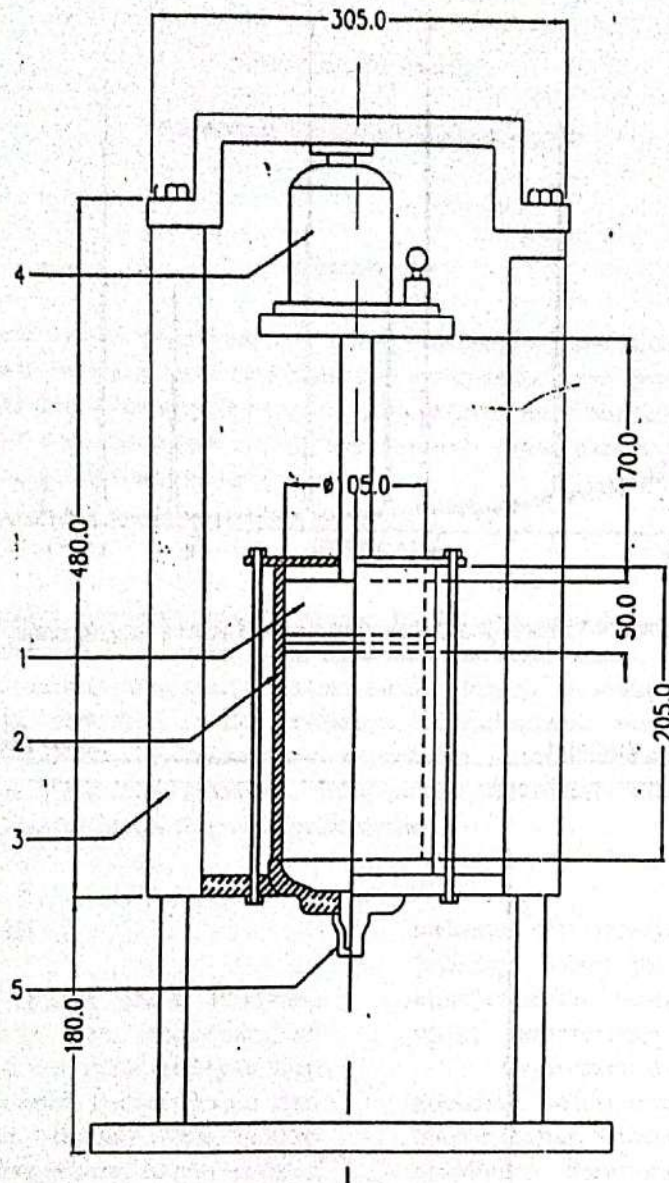
5 KESIMPULAN

- a. Tiga tabel hasil percobaan tersebut dapat menunjukkan bahwa, penelitian awal ini belum dapat memuaskan komposisi yang tepat untuk membuat keramik, sehingga hasilnya masih rapuh dan dalam keadaan agak basah. Oleh karena itu hasilnya belum dapat dilakukan pengujian sifat mekanis dan pengujian terhadap temperatur tinggi. Hal ini disebabkan karena bahan yang digunakan merupakan bahan yang tidak murni.
- b. Mutu suatu bahan keramik ditentukan oleh kemurnian bahan penyusunnya. Difraksi sinar-x, alumina teknis yang digunakan merupakan campuran dari kalsium aluminat, magnesium phosphide, dan cobalt tungstem; sedangkan zirkonia yang digunakan adalah zirkonia teknis yang merupakan yttrian hidroksil zirkon.
- c. Penelitian selanjutnya disarankan untuk melakukan penelitian dengan bahan yang lebih murni, sehingga dapat diperoleh komposisi yang tepat, karena dengan komposisi yang tepat dapat dilakukan pembuatan suatu material yang dapat diuji ketahanannya terhadap tekanan dan temperatur tinggi.

DAFTAR RUJUKAN

- Van Vlack, Lawrence H, and Djaprie Sriati, 1992, *Ilmu dan Teknologi Bahan*, Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Tata Surdia, Shiroku Saito, 2000, *Pengetahuan Bahan Teknik*, Jakarta : Pradnya Paramita.
- Kendra H., Henny S, 2001, *Analisis Kualitatif Alumina dan Zirkonia Komersial sebagai Bahan Dasar Material Tahan Panas*, Jakarta : JIMAT - LAPAN.
- Reed, James S., 1995, *Principles of Ceramics Processing*, New York : John Wiley and Sons.
- Kendra Hartaya, 2001, *Laporan Studi Awal Pembuatan Material Tahan Panas*, Jakarta : Bidang Material Dirgantara, Pusat Teknologi Dirgantara Terapan LAPAN.

Lampiran. I

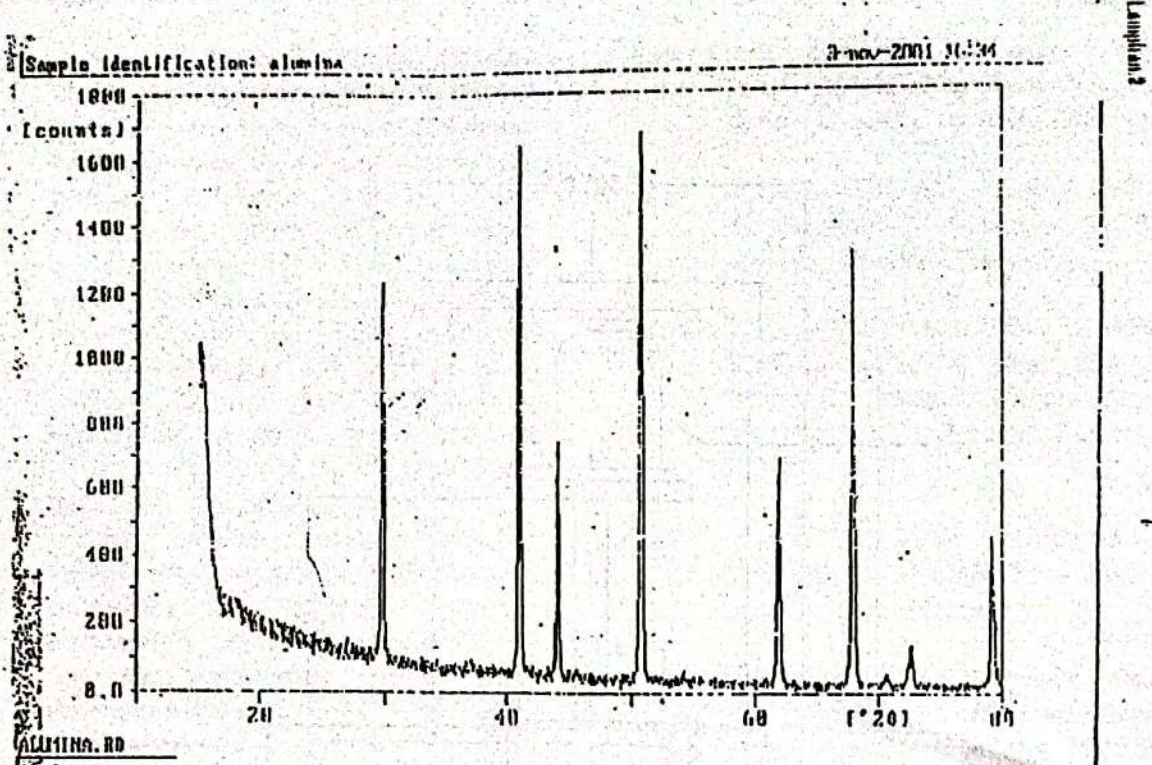


Gambar 3-1 : Injection Moulding

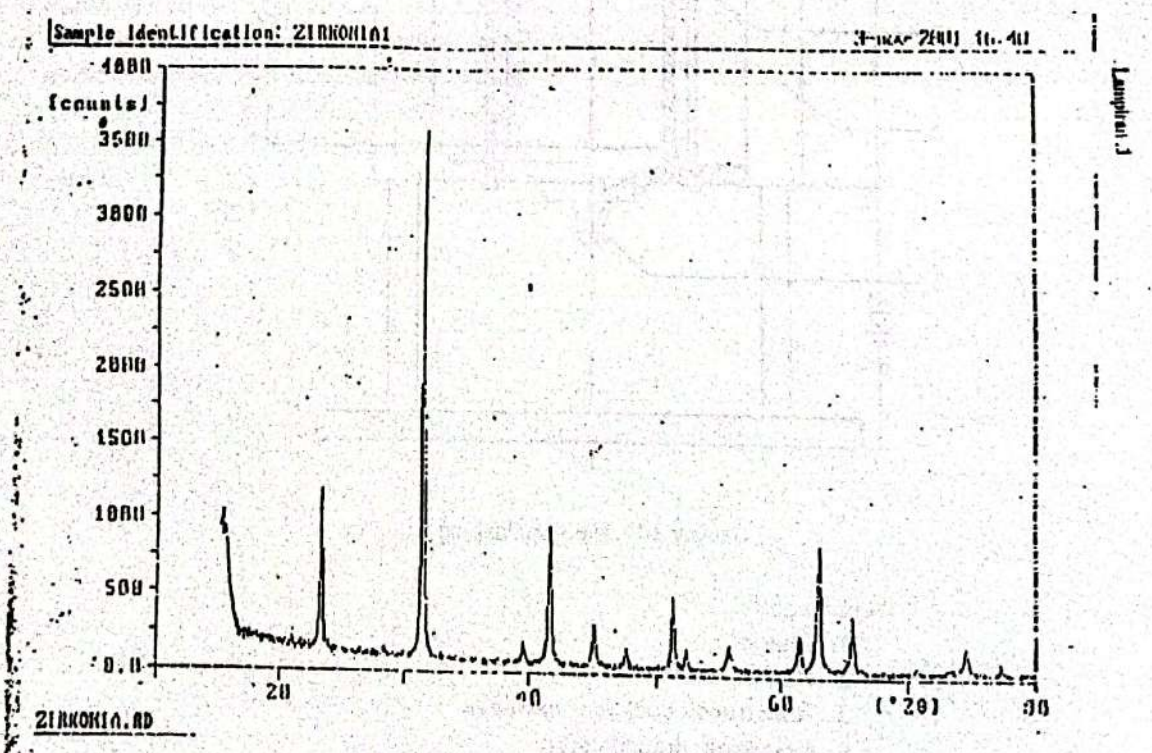
Keterangan :

1. Piston
2. Rumah piston
3. Konstruksi dudukan ekstruder
4. Dongkrak hidrolik ston
5. Nozzle

Unit : mm



Gambar 4-1 : Kurva difraksi sinar-x untuk sampel alumina yang digunakan



Gambar 4-2 : Kurva difraksi sinar-x untuk sampel zirkonia yang digunakan