

Kesan Suhu Pensinteran terhadap Sifat Mekanik dan Mikrostruktur Alumina-Zirkonia yang Difabrikasi dengan Kaedah Pengacuan Suntikan Seramik

(Effect of Sintering Temperature on the Mechanical Properties and Microstructure of Alumina-Zirconia Fabricated via Ceramic Injection Moulding Method)

SARIZAL MD ANI, ANDANASTUTI MUCHTAR*, NORHAMIDI MUHAMAD & JAHARAH A. GHANI

ABSTRAK

Kesan suhu pensinteran terhadap sifat mekanik dan mikrostruktur bahan komposit alumina-zirkonia telah dikaji. Jasad hijau alumina-zirkonia difabrikasi dengan menggunakan kaedah pengacuan suntikan seramik menggunakan sistem bahan pengikat pelbagai komponen. Jasad perang yang terhasil selepas proses penyahikatan disinter pada suhu 1400, 1450, 1500, 1550, 1600 dan 1650°C selama 2 jam. Selanjutnya nilai ketumpatan, kekerasan dan ketepatan patah bagi jasad tersinter diukur. Mikrostruktur jasad tersinter ditentukan dengan menggunakan mikroskop imbasan elektron (SEM). Kajian menunjukkan nilai ketumpatan, kekerasan dan ketepatan patah bagi jasad tersinter meningkat sejajar dengan peningkatan suhu pensinteran. Hasil uji kaji juga mendapati pada suhu pensinteran 1650°C sifat mekanik bahan mencapai keadaan maksimum. Penumpatan jasad tersinter 98% menghampiri ketumpatan teori dengan nilai kekerasan 16.9 GPa dan ketepatan patah mencecah 3.95 MPa.m^{1/2}. Keputusan tersebut dapat dikaitkan dengan mikrostruktur bahan yang padat didorong oleh tumbesaran ira yang lengkap.

Kata kunci: Alumina-zirkonia; pengacuan suntikan seramik; suhu pensinteran

ABSTRACT

The effects of sintering temperature on the mechanical properties and microstructure of alumina-zirconia composite were investigated. Alumina-zirconia parts were successfully fabricated via ceramic injection moulding method using a multi-component binder system. The debound parts were sintered at temperatures of 1400, 1450, 1500, 1550, 1600 and 1650°C for 2 h after debinding process. Furthermore, the density, hardness and fracture toughness of the sintered parts were measured. The microstructure of the sintered part was observed via scanning electron microscope. The results showed that the density, hardness and fracture toughness of the sintered parts increase with increasing sintering temperature. The experimental results also indicate that the mechanical properties of the materials achieve maximum conditions at a sintering temperature of 1650°C. The densification of the sintered parts is close to 98.1% of the theoretical density with a hardness of 16.9 GPa and a fracture toughness of 3.95 MPa.m^{1/2}. The results can be attributed to the microstructure of the dense material being driven by complete grain growth.

Keywords: Alumina-zirconia; ceramic injection moulding; sintering temperature

PENGENALAN

Pengacuan suntikan seramik (CIM) merupakan kombinasi daripada teknologi serbuk dan pengacuan suntikan. Teknologi CIM berupaya untuk menghasilkan komponen berbentuk kompleks dan bersaiz mikro dalam kos yang efektif (Mahfuzah & Muhammad 2017; Ning et al. 2015; Peng et al. 2015) kerana kaedah CIM menghasilkan komponen melalui skala pengeluaran yang besar. Selain itu, proses pemesian boleh diabaikan terhadap produk yang telah diacuakan kerana menghampiri reka bentuk akhir. Dalam industri pembuatan, kaedah CIM digunakan untuk menghasilkan pelbagai produk seperti komponen elektronik, automotif, perkakasan pemesian dan telekomunikasi (German & Ferchalk 2005; Han et al. 2016). Proses CIM melibatkan empat langkah penting iaitu pengadunan bahan suapan, pengacuan suntikan, penyahikatan dan pensinteran. Proses pensinteran akan

menjana ikatan antara zarah-zarah di samping dapat menyingkirkan liang-liang yang terbentuk semasa proses penyahikatan. Proses ini amat penting bagi mendapatkan sifat mekanik bahan yang baik.

Suhu pensinteran memainkan peranan penting terhadap sifat jasad yang tersinter. Peningkatan suhu pensinteran menyebabkan berlakunya pengurangan isi padu liang yang berpunca daripada proses resapan molekul. Kawasan liang yang semakin terhapus sehingga membentuk sempadan ira menyebabkan jasad seramik mula mengecut. Oleh yang demikian, penguatan sempadan ira yang terbentuk seterusnya meningkatkan sifat mekanik bahan dengan ketumpatan jasad yang semakin tinggi (Cristofolini et al. 2010). Kajian oleh Chuankrerkkul et al. (2016) menunjukkan peningkatan suhu pensinteran adalah sejajar dengan peningkatan nilai ketumpatan. Ketumpatan bahan adalah tetap dengan perubahan yang kecil setelah ira

mencapai pertumbuhan yang lengkap. Peningkatan masa pensinteran juga menyebabkan saiz ira alumina membesar dan menjadi tidak sekata. Justeru, kehadiran zirkonia dapat menghalang tumbesaran ira alumina yang tidak sekata dan seterusnya boleh mengurangkan keliangan bahan seramik (Azhar et al. 2009; Ipek et al. 2011; Md Ani et al. 2014). Saiz ira yang kecil akan menambahkan bilangan sempadan ira pada mikrostruktur bahan dan menjadi penghalang terhadap kehelan semasa beban pelekukan dikenakan. Keadaan tersebut secara langsung meningkatkan nilai kekerasan dan keliatan patah jasad seramik.

Kajian berkaitan sifat mekanik bahan dan mikrostruktur bagi alumina-zirkonia yang dihasilkan melalui kaedah CIM amat terbatas kerana penyelidikan awal hanya tertumpu kepada penggunaan serbuk seramik yang berasaskan kepada bahan alumina ataupun zirkonia sahaja (Mohd Foudzi et al. 2013; Rajabi et al. 2015; Song et al. 2015; Zakaria et al. 2014). Selain itu, kajian terdahulu juga lebih tertumpu kepada pencirian sifat reologi bahan (Foudzi et al. 2011; Loebbecke et al. 2009; Md Ani et al. 2013a; Standing et al. 2016). Justeru, pemilihan skop kajian ini adalah berdasarkan kepada ruang kajian yang masih terbuka luas dalam meneroka potensi kaedah CIM bagi menghasilkan sifat bahan yang berprestasi tinggi. Penggunaan komposit alumina-zirkonia sering mendapat perhatian penyelidik disebabkan sifat mekanik bahannya yang lebih baik berbanding sifat asal bahan tersebut. Oleh itu tumpuan kajian ini adalah untuk melihat kesan suhu pensinteran terhadap sifat mekanik bahan seperti ketumpatan, kekerasan dan keliatan patah serta mikrostruktur bahan bagi komposit alumina-zirkonia yang difabrikasi dengan kaedah CIM. Hal yang demikian kerana perubahan suhu pensinteran memberi kesan yang signifikan terhadap sifat mekanik bahan.

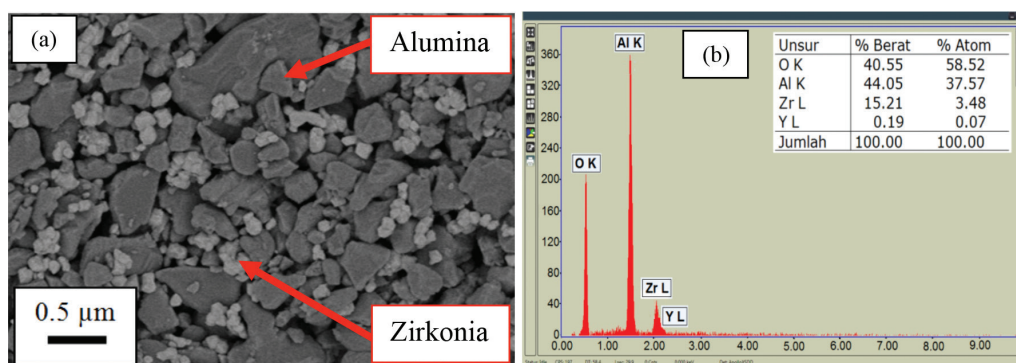
BAHAN DAN KAEDAH

Bahan suapan yang digunakan ialah kombinasi serbuk alumina dengan zirkonia (3 mol% yttria) serta bahan pengikat yang terdiri daripada polietilena berketumpatan tinggi (HDPE), lilin parafin (PW) dan asid stearik (SA). Campuran komposisi serbuk alumina dengan zirkonia masing-masing adalah pada kadar 80 dan 20 % bt. Pada

komposisi tersebut sifat mekanik bahan berada pada tahap yang optimum (Azhar et al. 2009). Serbuk alumina yang digunakan ialah AL-160SG-1 (99.7% ketulenan) bersaiz purata 0.40 μm (Showa Denko Co., Jepun), manakala serbuk zirkonia yang digunakan ialah KZ-3YF (5.4% berat Y_2O_3) bersaiz purata 0.35 μm (KCM Corporation, Jepun). Sebelum proses pencampuran, serbuk seramik terlebih dahulu dikeringkan dalam relau elektrik pada suhu 110°C selama 1 jam. Seterusnya, proses pencampuran serbuk seramik dilakukan pada halaju 100 rpm selama 8 jam dengan nisbah bebola kepada serbuk adalah 5:1. Saiz purata dan ketumpatan serbuk alumina-zirkonia selepas proses pencampuran adalah 0.31 μm dan 4.46 g/cm^3 . Imej mikroskop elektron imbasan (SEM) dan analisis spektroskopi penyerakan tenaga X-ray (EDX) selepas proses pencampuran dilakukan dengan menggunakan Leo 1450 (Carl Zeiss) adalah seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 1.

Serbuk alumina-zirkonia tersebut kemudian diadunkan bersama bahan pengikat dengan menggunakan mesin pencampur dalam jenis sesondol berkembar (Brabender W 50 EHT). Kadar pembebanan serbuk alumina-zirkonia yang digunakan adalah pada 57% isi padu. Komposisi bahan pengikat yang digunakan pula adalah 50% berat HDPE, 46 % bt. PW dan berat 4% SA. Proses pencampuran bahan dilakukan pada suhu 140°C dengan halaju 20 rpm selama 30 min. Seterusnya, proses pembutiran bahan suapan dilakukan dengan menggunakan mesin penghancur (Strong Crusher TSC-5JP) sehingga membentuk butiran-butiran kecil. Bahan suapan selanjutnya disuntik ke dalam rongga acuan yang berbentuk bar silider ($\text{Ø}15 \times 21$ mm) dengan menggunakan mesin suntikan jenis skru (Battenfeld BA 250 CDC). Parameter bagi setiap proses pengacuan suntikan seramik telah dioptimumkan (Md Ani et al. 2013b). Proses penyahikatan dua peringkat (pelarut dan haba) telah digunakan untuk menyingkirkan bahan pengikat daripada komponen suntik.

Jasad perang yang terhasil selepas proses penyahikatan disinter pada suhu 1400, 1450, 1500, 1550, 1600 dan 1650°C selama 2 jam dengan kadar pemanasan 3°C/min di dalam relau bersuhu tinggi (Linn VMK-1800). Kemudian kesan perubahan suhu pensinteran terhadap ketumpatan, kekerasan, keliatan patah dan mikrostruktur bagi komponen



RAJAH 1. (a) Imej SEM dan (b) analisis EDX bagi serbuk alumina-zirkonia selepas proses pencampuran

suntik (jasad tersinter) dikaji. Ketumpatan jasad tersinter ditentukan berdasarkan kepada prinsip Archimedes (Mettler Toledo MS204S). Bagi setiap parameter sebanyak lima sampel telah diambil bacaan sebelum ditentukan nilai purata dan sisihan piawai. Ujian pelekukan Vickers digunakan bagi menentukan nilai kekerasan dan keliatan patah komponen suntik. Bagi setiap parameter sebanyak lima sampel telah disediakan dan untuk setiap sampel sekurang-kurangnya tiga bacaan telah diukur sebelum ditentukan nilai purata dan sisihan piawai. Ujian dilakukan dengan menggunakan penguji mikro kekerasan Vickers (Mitutoyo MVK-H11). Beban yang dikenakan semasa uji kaji kekerasan adalah 4.903 N dengan masa pelekukan selama 10 s. Bagi mendapatkan nilai kekerasan, (1) telah digunakan:

$$H = \frac{P}{2a^2} \quad (1)$$

dengan H ialah nilai kekerasan; P ialah beban pelekukan yang dikenakan semasa uji kaji; dan a ialah setengah daripada panjang pepenjur bekasan lekukan.

Penguji pelekukan (Mikata HVS10) telah digunakan untuk menentukan nilai keliatan patah disebabkan keupayaannya menampung beban yang lebih tinggi. Bagi mendapatkan nilai keliatan patah, beban pelekukan telah dinaikkan kepada 49.03 N. Beban yang dikenakan menyebabkan berlakunya keretakan pada setiap pepenjur bekasan pelekukan. Panjang retakan yang terhasil diukur dengan menggunakan mikroskop (Olympus BX 51M). Nilai keliatan patah diperoleh berdasarkan kepada persamaan Anstis et al. (1981) dengan merujuk kepada keretakan Palmqvist. Berikut adalah persamaan yang digunakan:

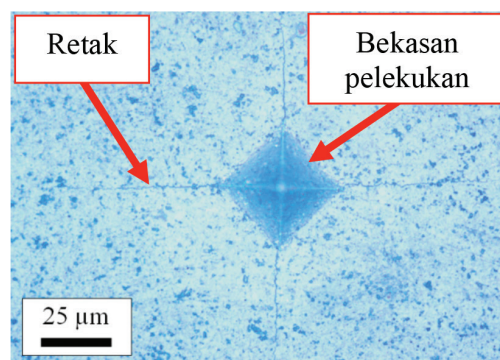
$$K_{Ic} = 0.016 \left(\frac{E}{H} \right)^{0.5} \left(\frac{P}{c^{1.5}} \right) \quad (2)$$

dengan K_{Ic} ialah nilai keliatan patah; E ialah modulus Young's; H pula merujuk kepada nilai kekerasan; P ialah beban pelekukan yang dikenakan semasa uji kaji dan c adalah setengah daripada panjang retakan. Rajah 2 menunjukkan kesan keretakan pada pepenjur bekasan pelekukan. Mikrostruktur jasad tersinter selepas proses pensinteran dianalisis dengan menggunakan SEM. Bagi mendapatkan imej yang jelas, analisis SEM dilakukan selepas proses punaran haba dengan menggunakan EVO MA10 (Carl Zeiss). Sementara itu, perubahan fasa bahan selepas proses pensinteran ditentukan melalui analisis pembelauan sinar-X (XRD). Uji kaji ini dijalankan dengan menggunakan D8 Advance (Bruker).

HASIL DAN PERBINCANGAN

MIKROSTRUKTUR

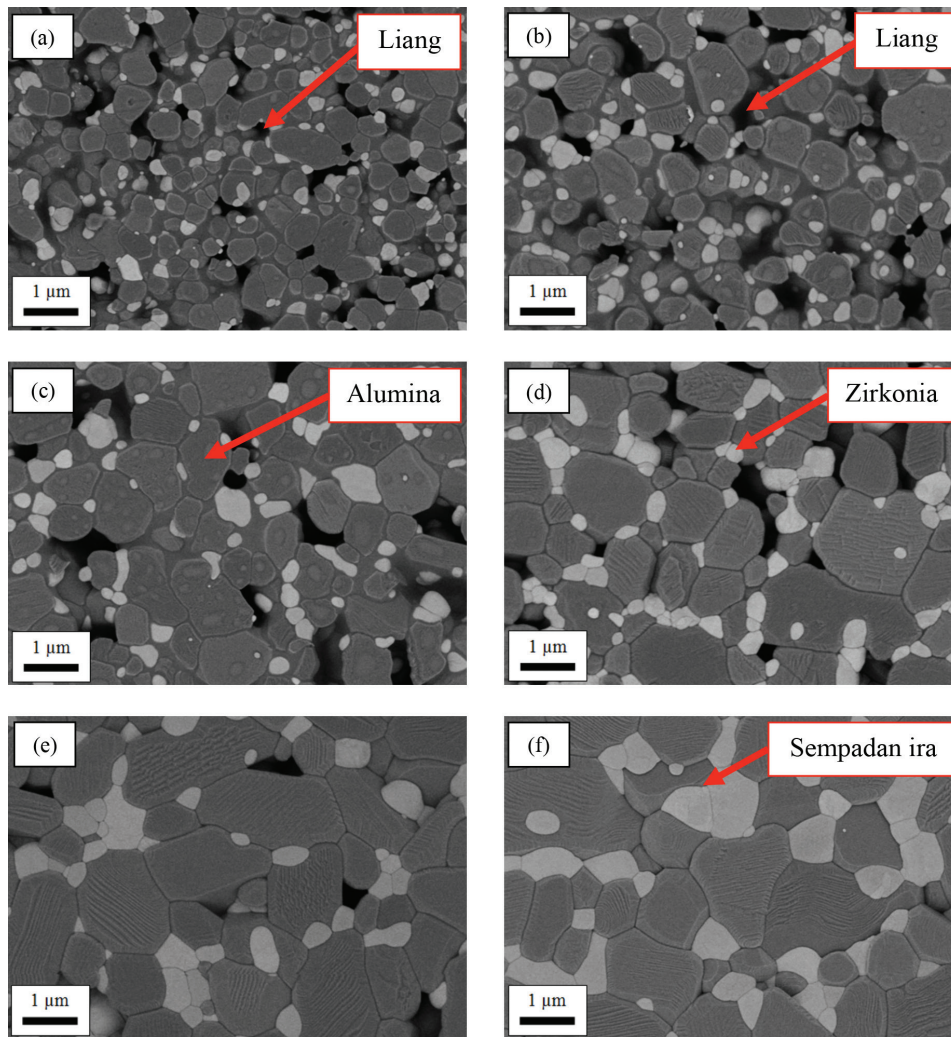
Mikrostruktur komposit alumina-zirkonia selepas proses pensinteran dianalisis dengan menggunakan SEM selepas proses punaran haba. Rajah 3 menunjukkan mikrostruktur



RAJAH 2. Kesan bekasan pelekukan dan keretakan

komposit alumina-zirkonia yang telah disinter pada suhu antara 1400 hingga 1650°C. Pada suhu pensinteran 1400°C dan 1450°C mikrostruktur yang terbentuk masih mempunyai liang-liang antara zarah yang tinggi seperti yang ditunjukkan pada Rajah 3(a) dan 3(b). Kehadiran liang antara zarah adalah tinggi jika dibandingkan dengan kaedah padatan serbuk pada suhu pensinteran yang sama kerana pecahan bahan pengikat yang lebih besar digunakan. Maka kawasan berliang yang terhasil selepas proses penyahikatan adalah lebih banyak dan selanjutnya mempengaruhi proses pensinteran (Farhana Mohd Foudzi 2011). Apabila suhu pensinteran ditingkatkan kepada 1500°C dan 1550°C liang-liang antara zarah semakin berkurangan. Rajah 3(c) dan 3(d) menunjukkan saiz zarah alumina (berwarna kelabu) dan zirkonia (berwarna putih) yang semakin membesar membentuk sempadan dengan bilangan liang yang semakin berkurangan. Liang yang wujud menunjukkan ira alumina belum mencapai tumbesaran yang lengkap kerana terdapat kawasan yang masih belum disinter dengan baik. Sebaliknya pada suhu pensinteran 1600°C, didapati ira alumina telah mengalami tumbesaran yang lengkap. Oleh yang demikian liang yang wujud dapat diisi dengan kehadiran serbuk zirkonia pada celahan matriks alumina seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 3(e). Kehadiran serbuk zirkonia berupaya menghalang tumbesaran ira alumina yang tidak sekata dan seterusnya bertindak mengurangkan keliangan bahan seramik (Ipek et al. 2011). Bagi mengurangkan liang yang masih wujud, suhu pensinteran ditingkatkan kepada 1650°C. Rajah 3(f) jelas menunjukkan ira alumina-zirkonia saling tercemat antara satu sama lain dan hanya dipisahkan oleh sempadannya. Situasi tersebut mendorong nilai ketumpatan, kekerasan dan keliatan patah bahan berada pada tahap yang optimum.

Suhu pensinteran yang optimum dapat mengawal tumbesaran ira semasa proses pensinteran. Saiz ira yang kecil dan seragam dapat dikaitkan dengan sifat mekanik bahan yang baik. Namun pada suhu pensinteran yang tinggi, seramik alumina tanpa penyerakan zarah zirkonia yang sekata kerana peratusan yang rendah akan menyebabkan berlaku tumbesaran ira yang tidak seragam (Tuan et al. 2002). Keadaan tersebut selanjutnya mendorong kepada pembentukan struktur yang berliang.



RAJAH 3. Mikrostruktur komposit alumina-zirkonia pada suhu pensinteran: (a) 1400°C, (b) 1450°C, (c) 1500°C, (d) 1550°C, (e) 1600°C dan (f) 1650°C

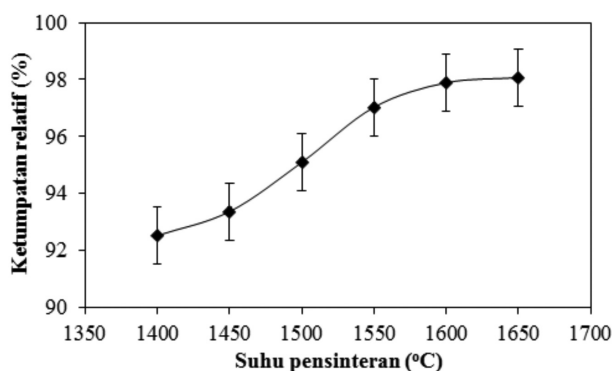
Dalam kajian ini, zarah alumina dan zirkonia didapati menyerak secara sekata. Hal yang demikian kerana kandungan zirkonia yang tinggi sehingga 20% berat mampu mengekalkan taburan yang sekata pada strukturnya. Oleh itu pembentukan kawasan yang berliang dapat dikawal. Walau bagaimanapun, masih berlaku keadaan penggumpalan yang tidak dapat dielakkan tetapi dalam keadaan yang minimum. Penggumpalan menghadkan sifat mekanik bahan yang boleh dicapai dan menjadi titik lemah pada struktur bahan serta mengganggu pembentukan mikrostruktur yang baik (Mohd Hadzley 2004). Zarah yang bersaiz kecil lebih cenderung untuk bergumpal dan tidak mengisi ruang kosong antara zarah yang lebih besar. Maka dalam kajian ini saiz zarah alumina dan zirkonia yang hampir sama digunakan bagi memudahkan proses penyerakan serta pepadatan. Semasa proses pensinteran ira alumina dan zirkonia berkembang bergantung kepada pekali pengembangan terma bahan tersebut. Oleh kerana pekali pengembangan terma zirkonia lebih tinggi maka saiz ira alumina dapat dihalang daripada terus membesar dan menjadi tidak sekata. Akhirnya saiz ira yang terbentuk

adalah hampir seragam seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 3(f).

KETUMPATAN

Ketumpatan suatu bahan boleh ditakrifkan sebagai kuantiti jisim yang terdapat dalam satu unit isi padu bahan tersebut. Penentuan nilai ketumpatan bahan penting kerana ia saling berkait dengan keliangan, ketegaran dan kekerasan bahan. Semasa proses pensinteran, pertumbuhan leher serta pengecutan liang yang berlaku mengurangkan jarak antara zarah dan seterusnya meningkatkan ketumpatan bahan. Rajah 4 menunjukkan kesan perubahan suhu pensinteran ke atas ketumpatan relatif bahan. Kajian mendapati ketumpatan bahan meningkat sejajar dengan peningkatan suhu pensinteran. Julat ketumpatan jasad tersinter yang diperoleh adalah antara 3.99 hingga 4.23 g/cm³. Manakala nilai sisihan piawai bagi set data ketumpatan tersebut adalah 0.05 hingga 0.07. Jika dibandingkan dengan ketumpatan teori (4.31 g/cm³), nilai ketumpatan relatifnya adalah antara 92.5 hingga 98.1%. German dan Bose (1997) menyarankan ketumpatan akhir bagi komponen suntik

berdasarkan bahan seramik adalah dalam lingkungan 95% ketumpatan teori. Dalam kajian ini, ketumpatan jasad tersinter yang melebihi 95% ketumpatan teori adalah pada suhu pensinteran 1500°C ke atas. Walau bagaimanapun, bagi mendapatkan sifat bahan yang berprestasi tinggi, maka ketumpatan jasad tersinter perlu menghampiri ketumpatan teori. Hal yang demikian kerana struktur bahan yang tumpat dapat menghasilkan komponen suntik yang mempunyai sifat mekanik bahan yang lebih baik.



RAJAH 4. Kesan suhu pensinteran ke atas ketumpatan relatif bahan

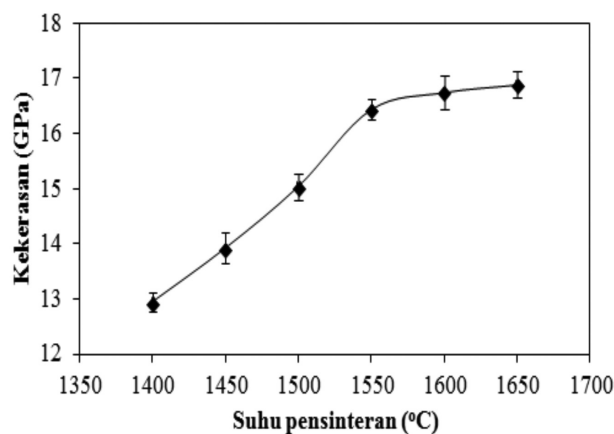
Pada suhu pensinteran 1650°C, ketumpatan relatifnya mencecah sehingga 98.1% ketumpatan teori berbanding pada suhu 1400°C iaitu sekitar 92.5%. Peningkatan nilai ketumpatan bahan bergantung kepada resapan sempadan ira semasa proses pensinteran. Pada suhu pensinteran 1400°C mikrostruktur yang terbentuk masih mempunyai liang antara zarah seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 3(a). Lian yang wujud menunjukkan ira alumina belum mencapai tumbesaran yang lengkap. Maka nilai ketumpatan yang diperolehi adalah rendah. Sebaliknya pada suhu pensinteran 1650°C, didapati ira alumina telah mengalami tumbesaran yang lengkap. Oleh yang demikian, liang yang wujud dapat diisi dengan kehadiran serbuk zirkonia pada celahan matriks alumina seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 3(f). Kehadiran serbuk zirkonia menghalang tumbesaran ira alumina yang tidak sekata dan seterusnya mengurangkan keliangan bahan seramik. Situasi tersebut menyebabkan nilai ketumpatan bahan meningkat dan menjadi stabil dengan perubahan yang kecil pada suhu 1600°C dan 1650°C. Selain itu penggunaan pembebanan serbuk yang tinggi mendorong pembentukan liang yang kecil semasa proses penyahikatan (Chua et al. 2013). Oleh yang demikian, penempatan bahan semasa proses pensinteran memberikan nilai ketumpatan akhir yang tinggi. Kajian yang dilakukan oleh Azhar et al. (2010) dengan kaedah padatan serbuk memperoleh nilai ketumpatan sehingga 4.24 g/cm³ pada suhu pensinteran 1600°C. Manakala dalam kajian ini nilai ketumpatan yang diperolehi pada suhu pensinteran yang sama adalah 4.22 g/cm³. Namun begitu saiz asal serbuk alumina dan zirkonia yang digunakan oleh penyelidik berkenaan adalah lebih besar walaupun komposisi bahan yang digunakan adalah

sama. Jika dibandingkan dengan kaedah padatan serbuk, jelas nilai ketumpatan yang diperolehi melalui kaedah CIM adalah hampir sama.

KEKERASAN

Selepas proses pencanaan dan penggilapan dibuat ke atas sampel nilai kekerasan jasad tersinter ditentukan melalui ujian pelekukan Vickers. Beban yang dikenakan semasa uji kaji memberikan kesan pelekukan yang jelas pada sampel dan tidak menyebabkan kesan retak pada persekitarannya. Kemudian, nilai kekerasan diperoleh setelah bacaan jarak lekukan dilakukan. Rajah 5 menunjukkan kesan perubahan suhu pensinteran ke atas kekerasan bahan. Hasil kajian mendapati kekerasan bahan bagi jasad tersinter meningkat sejajar dengan peningkatan suhu pensinteran. Situasi ini berlaku selari dengan peningkatan nilai ketumpatan, secara tidak langsung menjadikan kekerasan bahan semakin tinggi. Julat nilai kekerasan yang diperolehi adalah antara 12.9 GPa bagi suhu pensinteran 1400°C hingga 16.9 GPa untuk suhu pensinteran 1650°C. Apabila suhu pensinteran mencecah 1600°C, nilai kekerasan mula mendatar dengan peningkatan sekitar 0.9% pada suhu 1650°C. Nilai sisihan piawai yang direkodkan adalah antara 15.8 hingga 27.6. Pertumbuhan ira yang tidak sempurna pada suhu rendah mewujudkan kawasan permukaan yang berliang dengan ketumpatan yang rendah seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 3(a). Lian yang wujud pada suhu pensinteran yang rendah secara tidak langsung melemahkan ikatan di antara ira-ira. Sekiranya mata pelekuk dikenakan ke atas permukaan berliang berkenaan, maka lekukan yang besar terbentuk dengan nilai kekerasan yang rendah diperolehi (Yu et al. 2007).

Sebaliknya pada suhu pensinteran yang tinggi dengan pertumbuhan ira alumina yang lengkap, kehadiran serbuk zirkonia yang berada di celahan matriks alumina meningkatkan ketumpatan bahan. Perubahan fasa tetragonal kepada monoklinik semasa penyejukan turut mendorong kepada pengembangan isi padu zirkonia. Pengembangan isi padu zirkonia yang tersebar secara seragam di dalam matriks alumina menyebabkan



RAJAH 5. Kesan suhu pensinteran ke atas kekerasan

kepadatan struktur seramik turut bertambah (Szutkowska 2004). Oleh yang demikian ikatan antara zarah menjadi lebih kuat dan keliangan mula berkurangan seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 3(d) hingga 3(f). Sempadan ira yang terbentuk pada mikrostruktur bahan selanjutnya menghalang gerakan kehelan zarah di sekeliling kawasan lekukan semasa beban dikenakan ketika uji kaji dijalankan. Situasi tersebut menyebabkan kesan lekukan yang kecil dengan itu nilai kekerasan bahan adalah lebih besar. Azhar et al. (2010, 2009) dalam kajiannya memperoleh nilai kekerasan sehingga 17.2 GPa pada suhu pensinteran 1600°C dengan kaedah padatan serbuk. Keputusan yang diperoleh menunjukkan bahawa nilai kekerasan bahan bagi kedua-dua kaedah adalah hampir setara.

KELIATAN PATAH

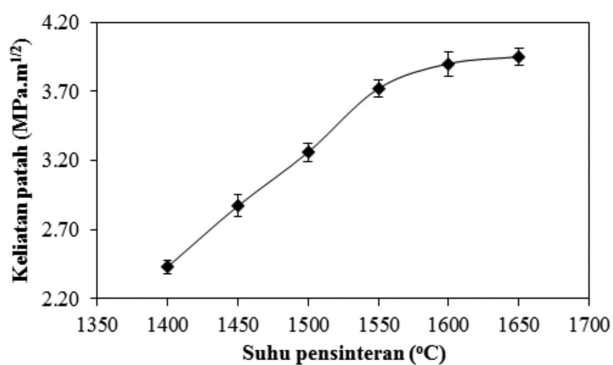
Keliatan patah secara amnya boleh digambarkan sebagai ukuran darjah kerapuhan suatu bahan dalam menahan ubah bentuk plastik sebelum gagal. Terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi nilai keliatan patah di antaranya adalah faktor suhu, persekitaran, komposisi bahan dan mikrostruktur (Callister & Rethwisch 2013). Kesan perubahan suhu pensinteran ke atas nilai keliatan patah adalah seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 6. Kajian mendapati keliatan patah sampel alumina-zirkonia meningkat sejajar dengan peningkatan suhu pensinteran. Nilai keliatan patah meningkat secara sekata sehingga suhu 1600°C dan mula mendatar setelah suhu pensinteran mencecah 1650°C. Julat keliatan patah yang diperoleh adalah antara 2.43 hingga 3.95 MPa.m^{1/2} dengan nilai sisihan piawai antara 0.05 hingga 0.09. Jika dibandingkan dengan nilai keliatan patah bagi alumina (AL-160SG-1) adalah sekitar 2.7 MPa.m^{1/2} pada suhu pensinteran 1550°C. Kepadatan struktur seramik alumina-zirkonia selepas disinter pada suhu tinggi meningkatkan nilai keliatan patah. Ini kerana tumbesaran ira alumina yang lengkap dan seragam hasil daripada penyerakan dan penempatan serbuk zirkonia dalam matriks alumina (Ipek et al. 2011). Oleh itu, kesan keretakan yang terhasil juga lebih pendek pada kawasan pepenjur pelekukan dengan nilai keliatan patah yang lebih tinggi. Sebaliknya, kehadiran liang pada suhu pensinteran yang rendah melemahkan ikatan antara

ira-ira dan meningkatkan risiko patah bahan (Lo Casto et al. 1996).

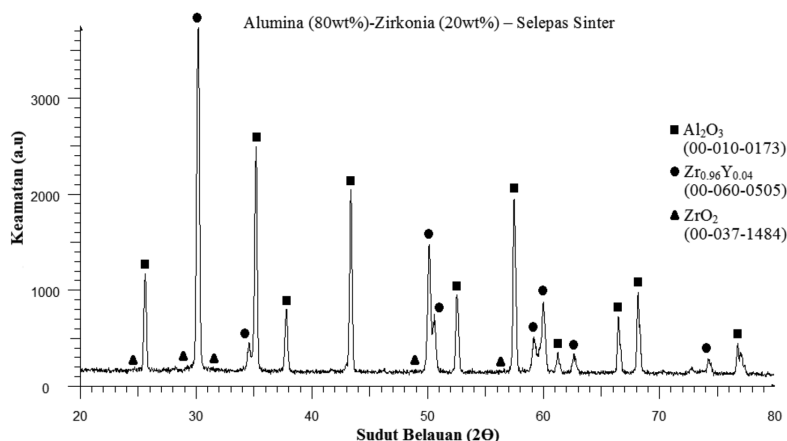
Menurut Naglieri et al. (2013) peningkatan nilai keliatan patah juga dapat dijelaskan dengan kehadiran fasa monoklinik. Rajah 7 menunjukkan kehadiran fasa tetragonal dan monoklinik masing-masing mengikut bentuk spektrum 00-060-0505 dan 00-037-1484 berdasarkan kepada analisis pembelauan sinar-X (XRD) yang dilakukan ke atas sampel yang disinter pada suhu 1650°C. Mekanisme penguatan yang dihasilkan oleh seramik zirkonia ke atas alumina berlaku akibat daripada perubahan fasa tetragonal kepada monoklinik selepas dikenakan proses pensinteran. Kesan kehadiran yttria dalam kajian ini menyebabkan fasa tetragonal lebih stabil pada suhu bilik. Semasa perubahan fasa berlaku, pengembangan isi padu zirkonia turut menyebabkan kepadatan struktur seramik bertambah. Pada situasi berkenaan terikan mampatan yang wujud menghalang pembukaan retakan (Tuan et al. 2002). Kajian yang dilakukan oleh Oungkulsolmongkol et al. (2010) mendapati butiran zirkonia yang berukuran 0.5 µm dan menyerak secara seragam memberi kesan kepada saiz matriks alumina yang lebih kecil. Saiz ira yang kecil secara dasarnya dapat memberikan nilai keliatan patah yang lebih baik. Keadaan tersebut selari dengan kajian yang dijalankan. Kandungan zirkonia pada kadar 20 % bt. didapati dapat mengekalkan taburan yang sekata di dalam matriks alumina. Oleh yang demikian, saiz ira alumina dapat dikawal daripada membesar dan menjadi tidak sekata seperti yang ditunjukkan pada Rajah 3. Saiz ira zirkonia yang halus juga berperanan menghalang penyebaran retak dalam matriks alumina semasa proses pensinteran (Sadangi et al. 2005; Tuan et al. 2002). Nilai keliatan patah yang diperoleh dalam kajian ini adalah setara dengan kajian terdahulu iaitu di antara 3.70 hingga 4.20 MPa.m^{1/2}. Walaupun kajian terdahulu menggunakan proses pembuatan yang berbeza iaitu kaedah padatan serbuk dan teknik penuangan buburan namun komposisi bahan dan parameter pensinteran yang digunakan adalah hampir sama (Azhar et al. 2010; Naglieri et al. 2013; Oungkulsolmongkol et al. 2010). Ini kerana nilai keliatan patah amat bergantung kepada suhu pensinteran, komposisi bahan dan mikrostruktur. Nilai keliatan patah yang tinggi dapat mengelakkan kegagalan ke atas struktur bahan terutamanya apabila berlaku keretakan pada strukturnya.

KESIMPULAN

Secara keseluruhannya, kajian ini menunjukkan bahawa kaedah CIM sesuai untuk menghasilkan komponen alumina-zirkonia yang mempunyai sifat mekanik bahan yang baik setara dengan kaedah pembuatan yang lain. Peningkatan suhu pensinteran secara langsung mempengaruhi nilai ketumpatan, kekerasan, keliatan patah dan mikrostruktur bahan. Pada suhu pensinteran yang tinggi ira alumina telah mengalami tumbesaran yang lengkap kerana telah tersinter sepenuhnya. Maka dengan kehadiran ira zirkonia pada celahan matriks alumina dapat mengurangkan keporosan bahan dengan mikrostruktur ira



RAJAH 6. Kesan suhu pensinteran ke atas keliatan patah



RAJAH 7. Keputusan XRD bagi seramik alumina-zirkonia selepas proses sinteran

yang kecil dan seragam. Serbuk zirkonia yang terserak juga dapat mengawal tumbesaran ira alumina yang tidak sekata pada suhu tinggi. Ini kerana mikrostruktur alumina-zirkonia saling tercemat antara satu sama lain dan hanya dipisahkan oleh sempadannya. Situasi ini menyebabkan sifat mekanik bahan berada pada tahap yang terbaik. Pada suhu pensinteran 1650°C sifat mekanik bahan mencapai keadaan maksimum dengan nilai ketumpatan, kekerasan dan ketahanan patah bahan masing-masing adalah 4.23 g/cm³, 16.9 GPa dan 3.95 MPa.m^{1/2}.

PENGHARGAAN

Penulis merakamkan penghargaan kepada Universiti Kebangsaan Malaysia dan Kerajaan Malaysia atas tajaan projek ini melalui Geran Penyelidikan DIP-2016-001 dan AP-2015-016. Ucapan terima kasih juga kepada Pusat Latihan Pengajar dan Kemahiran Lanjutan (CIASST) serta Jabatan Perkhidmatan Awam Malaysia di atas pemberian biasiswa pengajian.

RUJUKAN

- Anstis, G.R., Chantikul, P., Lawn, B.R. & Marshall, D.B. 1981. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements. *Journal of the American Ceramic Society* 64: 533-538.
- Azhar, A.Z.A., Mohamad, H., Ratnam, M.M. & Ahmad, Z.A. 2010. The effect of MgO addition on microstructure, mechanical properties and wear performance of zirconia-toughened alumina cutting inserts. *Journal of Alloys and Compounds* 497: 316-320.
- Azhar, A.Z.A., Ratnam, M.M. & Ahmad, Z.A. 2009. Effect of Al₂O₃/YSZ microstructures on wear and mechanical properties of cutting inserts. *Journal of Alloys and Compounds* 478: 608-614.
- Callister, W.D. & Rethwisch, D.G. 2013. *Materials Science and Engineering*. New Jersey: John Wiley & Sons.
- Chua, M.I.H., Sulong, A.B., Abdullah, M.F. & Muhamad, N. 2013. Optimization of injection molding and solvent debinding parameters of stainless steel powder (SS316L) based feedstock for metal injection molding. *Sains Malaysiana* 42(12): 1743-1750.
- Chuankrerkkul, N., Somton, K., Wonglom, T., Dateraksa, K. & Laoratanakul, P. 2016. Physical and mechanical properties of zirconia toughened alumina (ZTA) composites fabricated by powder injection moulding. *Chiang Mai Journal of Science* 43: 375-380.
- Cristofolini, I., Rao, A., Menapace, C. & Molinari, A. 2010. Influence of sintering temperature on the shrinkage and geometrical characteristics of steel parts produced by powder metallurgy. *Journal of Materials Processing Technology* 210: 1716-1725.
- Farhana Mohd Foudzi. 2011. Keupayaan pemprosesan yttria zirkonia terstabil bersaiz nano dengan bahan pengikat berasaskan stearin sawit dalam pengacuan suntikan serbuk mikro. Tesis Sarjana Sains, Jabatan Kejuruteraan Mekanik dan Bahan, Universiti Kebangsaan Malaysia (tidak diterbitkan).
- Foudzi, F.M., Muhamad, N., Sulong, A.B. & Zakaria, H. 2011. Flow behavior characteristic for injection process using nano-yttria stabilized zirconia for micro metal injection molding (μ MIM). *Applied Mechanics and Materials* 44-47: 480-484.
- German, R.M. & Bose, A. 1997. *Injection Molding for Metal and Ceramic*. New Jersey: Metal Powder Industries Federation.
- German, R.M. & Ferchalk, S.K. 2005. Metal and ceramic injection molding-technical status and future challenges. *Proceeding of Advances in Powder Metallurgy & Particulate*. hlm. 30-40.
- Han, J.S., Gal, C.W., Kim, J.H. & Park, S.J. 2016. Fabrication of high-aspect-ratio micro piezoelectric array by powder injection molding. *Ceramics International* 42: 9475-9481.
- Ipek, M., Zeytin, S. & Bindal, C. 2011. An evaluation of Al₂O₃-ZrO₂ composites produced by coprecipitation method. *Journal of Alloys and Compounds* 509: 486-489.
- Lo Casto, S., Lo Valvo, E., Lucchini, E., Maschio, S., Piacenta, M. & Ruisci, V.F. 1996. Machining of steel with advanced ceramic tools. *Key Engineering Materials* 114: 105-114.
- Loebbecke, B., Knitter, R. & Haubelt, J. 2009. Rheological properties of alumina feedstocks for the low-pressure injection moulding process. *Journal of the European Ceramic Society* 29: 1595-1602.
- Mahfuzah, Z. & Muhammad, H.I. 2017. Rheological behavior of yttria stabilized zirconia (YSZ) feedstock for ceramic injection moulding (CIM) process. *Materials Science Forum* 882: 119-123.

- Md Ani, S., Muchtar, A., Muhamad, N. & Ghani, J.A. 2014. Fabrication of zirconia-toughened alumina parts by powder injection molding process: Optimized processing parameters. *Ceramics International* 40: 273-280.
- Md Ani, S., Muchtar, A., Muhamad, N. & Ghani, J.A. 2013a. Pencirian keseragaman campuran dan sifat reologi serbuk alumina-zirkonia untuk pengacuan suntikan seramik. *Sains Malaysiana* 42(9): 1311-1317.
- Md Ani, S., Muchtar, A., Muhamad, N. & Ghani, J.A. 2013b. Effects of injection temperature and pressure on green part density for ceramic injection molding. *Advanced Materials Research* 622-623: 429-432.
- Mohd Foudzi, F., Muhamad, N., Sulong, A.B. & Zakaria, H. 2013. Yttria stabilized zirconia formed by micro ceramic injection molding: Rheological properties and debinding effects on the sintered part. *Ceramics International* 39: 2665-2674.
- Mohd Hadzley Abu Bakar. 2004. Fabrikasi dan prestasi pemesinan sisipan perkakas alumina zirkonia. Tesis Sarjana Sains, Jabatan Kejuruteraan Mekanik dan Bahan, Universiti Kebangsaan Malaysia (tidak diterbitkan).
- Naglieri, V., Palmero, P., Montanaro, L. & Chevalier, J. 2013. Elaboration of alumina-zirconia composites: Role of the zirconia content on the microstructure and mechanical properties. *Materials* 6: 2090-2102.
- Ning, W.Y., Muhamad, N., Sulong, A.B., Fayyaz, A. & Raza, M.R. 2015. Effect of vanadium carbide on sintered WC-10%Co produced by micro-powder injection molding. *Sains Malaysiana* 44(8): 1175-1181.
- Oungkulsolmongkol, T., Salee-Art, P. & Buggakupta, W. 2010. Hardness and fracture toughness of alumina-based particulate composites with zirconia and strontia additives. *Journal of Metals, Materials and Minerals* 20: 71-78.
- Peng, H., Jiang, X., Li, J. & Bai, X. 2015. Advance in research of alumina ceramic injection molding. *Journal of Functional Materials* 46: 21007-21011.
- Rajabi, J., Zakaria, H., Muhamad, N., Sulong, A.B. & Fayyaz, A. 2015. Fabrication of miniature parts using nano-sized powders and an environmentally friendly binder through micro powder injection molding. *Microsystem Technologies* 21: 1131-1136.
- Sadangi, R.K., Shukla, V. & Kear, B.H. 2005. Processing and properties of $ZrO_2(3Y_2O_3)-Al_2O_3$ nanocomposites. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials* 23: 363-368.
- Song, X.X., Feng, Y.B. & Qiu, T. 2015. Preparation of alumina ceramic by injection molding. *Journal of Synthetic Crystals* 44: 3634-3638.
- Standring, T., Blackburn, S. & Wilson, P. 2016. Investigation into paraffin wax and ethylene vinyl acetate blends for use as a carrier vehicle in ceramic injection molding. *Polymer-Plastics Technology and Engineering* 55: 802-817.
- Szutkowska, M. 2004. Fracture resistance behavior of alumina-zirconia composites. *Journal of Materials Processing Technology* 153-154: 868-874.
- Tuan, W.H., Chen, R.Z., Wang, T.C., Cheng, C.H. & Kuo, P.S. 2002. Mechanical properties of Al_2O_3/ZrO_2 composites. *Journal of the European Ceramic Society* 22: 2827-2833.
- Yu, P.C., Li, Q.F., Fuh, J.Y.H., Li, T. & Lu, L. 2007. Two-stage sintering of nano-sized yttria stabilized zirconia process by powder injection moulding. *Journal of Materials Processing Technology* 192-193: 312-318.
- Zakaria, H., Muhamad, N., Sulong, A.B., Irwan Ibrahim, M.H. & Foudzi, F. 2014. Moldability characteristics of 3 mol% yttria stabilized zirconia feedstock for micro-powder injection molding process. *Sains Malaysiana* 43(1): 129-136.

Jabatan Kejuruteraan Mekanik dan Bahan
Fakulti Kejuruteraan dan Alam Bina
Universiti Kebangsaan Malaysia
43600 UKM Bangi, Selangor Darul Ehsan
Malaysia

*Pengarang untuk surat-menyurat; email: muchtar@ukm.edu.my

Diserahkan: 7 Mei 2017

Diterima: 21 Julai 2017