

SINTESIS PADUAN Al-Ti MENGGUNAKAN TEKNIK PEMADUAN MEKANIK

Adolf Asih Supriyanto, Deni Kurnia
Politeknik Enjinering Indorama Purwakarta
Kembangkuning, Jatiluhur, 41152 Purwakarta
adolf@pei.ac.id

ABSTRAK

Sintesis paduan Al-10%*wt*.Ti dari serbuk alumunium dan titanium melalui teknik pemaduan mekanik telah dijalankan menggunakan bola *stainless steel* didalam lingkungan gas argon dengan waktu pemaduan sampai 30 jam. Plenetari model *Fritsch Pulverisette-5* dengan kecepatan 360 putaran per menit digunakan sebagai alat pemaduan dan asam stearik digunakan sebagai bahan untuk menjaga selama proses pemaduan. Bola *stainless steel* yang digunakan berdiameter 10, 15 dan 20 mm dengan rasio berat bola terhadap berat serbuk adalah 20 : 1. Perubahan struktur dan morfologi partikel sepanjang proses pemaduan mekanik diamati menggunakan XRD, SEM dan EDX. Hasil yang diperoleh menggunakan XRD menunjukan bahawa puncak-puncak Ti semakin menghilang dengan bertambahnya masa pemaduan, yang menunjukkan bahwa telah terbentuk proses paduan dimana atom Ti masuk ke dalam matrik Al. Ukuran kristalit paduan Al-Ti yang diperoleh adalah 17,6 nm setelah dipadu selama 30 jam. Hasil SEM menunjukkan bahwa nanokristalit yang dihasilkan adalah paduan biner Al-Ti. Ukuran partikel Al-Ti menggunakan SEM adalah 1.5 μm setelah dipadu selama 30 jam.

Kata kunci : Al-10%*wt*.Ti, pemaduan mekanik, asam stearik, parameter kisi.

ABSTRACT

Synthesis of Al-10*wt*%.Ti from aluminium and titanium powders by mechanical alloying method was carried out using stainless steel balls under argon atmosphere with milling time up to 30 hours. A Fritsch Pulverisette-5 planetary type ball mill was used for the mechanical alloying with the rotational speed of about 360 rpm and a stearic acid was used as process control agent (PCA). Different ball mill sizes of 10, 15 and 20 mm was employed for the mechanical alloying process and the balls to powder ratio was 20 : 1 (in weight percent). The change in structure and morphology of particles during mechanical alloying were investigated by XRD, SEM and EDX. The XRD results showed that the peaks of Ti begin disapper with the increasing of milling time, which indicates the forming alloying of Ti atoms in the Al matrix. The crystallite size of Al-10*wt*%.Ti is 17.6 nm when milling time was 30 hours. The SEM result confirmed that the nanocrystalline produced were binary alloy of Al-Ti. The Al-10*wt*%.Ti particle size is 1.5 μm when milling time was 30 hours.

Keywords : Al-10*wt*%.Ti, mecahnical alloying, stearic acid, lattice parameter.

PENDAHULUAN

Aluminium merupakan salah satu bahan logam ringan yang memiliki sifat-sifat agak lembut, mulur dan tidak kuat. Hal ini menyebabkan penggunaan bahan aluminium menjadi sangat terbatas. Namun Al merupakan salah satu logam yang dapat diperbaiki sifat mekaniknya melalui paduannya dengan logam lain. Salah satu logam tersebut adalah titanium (Li. 2007). Paduan Al-Ti telah dikenali sebagai salah satu bahan yang paling prospektif semenjak ditemukannya. Kegunaan utama paduan ini adalah didalam industri luar angkasa dan berbagai kegunaan untuk mesin (Xiaoying Zhu. 2006). Disamping itu, paduan Al-Ti sangat prospektif untuk aplikasi pada suhu tinggi karena paduan ini antara lain memiliki ciri-ciri densitas yang rendah, titik lebur yang tinggi dan tahan terhadap korosi (Lauer. 2002; Calderon. 2001).

Berbagai cara telah dilakukan untuk memperoleh paduan logam berukuran nanopartikel salah satunya adalah teknik pelarutan padat (Belyakov, A. 2003). Teknik pelarutan padat khususnya pepaduan mekanik lebih diminati karena teknik ini cukup mudah, murah, dapat dilakukan didalam suhu ruang dan dapat menghasilkan produk dalam skala yang besar (Bonastre, J. 2007; Barona Mercado, W. 2006; Chicinas, I. 2004). Kelebihan-kelebihan lain bagi pepaduan mekanik diantaranya dapat menghasilkan paduan yang sukar dibuat melalui proses tuangan biasa terutamanya bagi unsur-unsur pepadu yang mempunyai titik lebur yang tinggi dan teknik ini merupakan teknik yang sangat baik untuk menghaluskan ukuran butiran (Bonastre, J. 2007).

Teknik pelarutan padat dengan bola pepadu bertenaga tinggi telah banyak digunakan untuk mensintesis berbagai senyawa paduan logam (Angelo. 2007; Cao. 2007; Enayati. 2004). Teknik ini merupakan teknik yang melibatkan proses patahan dan pengelasan yang berulang dari partikel serbuk sebagai akibat berbenturan dengan bola pepadu berenergi tinggi. Biasanya bahan pelicin yang dikenali sebagai agen pengawal proses perlu ditambahkan pada campuran serbuk tersebut dengan beberapa tujuan, diantaranya untuk menghindari terjadinya perlekatan antara serbuk dengan bola atau serbuk dengan dinding. Juga bahan pelicin digunakan untuk mengontrol proses patahan dan pengelasan sewaktu pengadukan. Bahan-bahan organik yang biasa digunakan sebagai bahan pelicin adalah asam stearik, asam oksalik, heksana, etanol, metanol (Barona Mercado, W. 2006). Asam stearik adalah bahan pelicin yang paling sering digunakan.

Dalam penelitian ini digunakan teknik pepaduan mekanik dan bahan pelicin asam stearik untuk memperoleh paduan Al-Ti. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh diameter bola pengaduk dan waktu pepaduan terhadap perubahan mikrostruktur paduan Al-Ti. Untuk itu paduan yang dihasilkan kemudian dilakukan karakterisasi dengan menggunakan XRD, SEM dan EDX.

METODOLOGI PENELITIAN

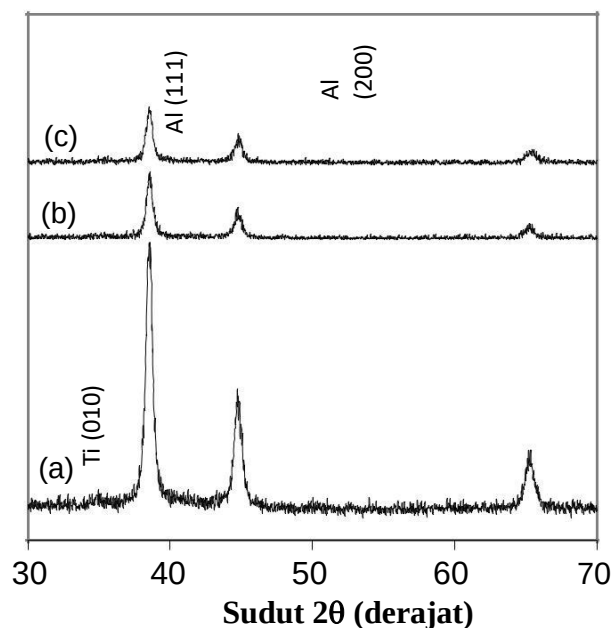
Serbuk yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk aluminium (kemurnian 99%, ukuran serbuk 71 μ m) dan titanium (kemurnian 99.5 %, ukuran serbuk 60 μ m), kemudian serbuk tersebut ditimbang dan dicampur dengan komposisi Al-10%beratTi. Bola *stainless steel* berdiameter 10, 15 dan 20 mm digunakan untuk mengaduk dan mencampur serbuk tersebut dengan berbandingan berat bola terhadap berat serbuk ialah 20 : 1. Asam stearik ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{16}\text{-COOH}$) ditambahkan kedalam campuran serbuk tersebut sebanyak 4 % daripada berat serbuk sebagai pengawal proses yang bertindak sebagai pelicin untuk megawal proses patahan dan pengelasan dingin serbuk sewaktu pengadukan, dan juga berfungsi untuk mengurangkan perlekatan antara serbuk dengan bola dan dinding dari wadah pengaduk. Seterusnya semua bahan dan bola dimasukkan kedalam *vial* (wadah) pengaduk *stainless steel* dengan volume 250 ml didalam lingkungan gas argon untuk menghindari terjadinya oksidasi terhadap serbuk aluminim dan titanium. Pengadukan dilakukan dengan menggunakan planetari bermerk *Fitsch Pulverisette-5* dengan empat pemegang *vial* seperti yang ditunjukan dalam Gambar 1. Pengadukan dilakukan dengan kecepatan 360 putaran per menit dengan waktu pengadukan divariasikan 2, 5, 10, 15, 20 dan 30 jam dengan diistirahatkan selama 30 minit setiap 2,5 jam pengadukan untuk menghindarkan peningkatan suhu yang mendadak. Setelah diaduk, analisis XRD dilakukan dengan difraktometer model Siemen D5000 dengan sinar-x CuK α yang memiliki panjang gelombang 1,5418 Å. Analisis XRD bertujuan untuk menentukan perubahan struktur dan ukuran partikel selama proses pengadukan berlangsung. Sedangkan perubahan morfologi serbuk paduan Al-Ti dikaji menggunakan SEM bermerk LEO 1450 VPSEM model 7353 dioperasikan pada 20 kV yang dilengkapi dengan EDX.



Gambar 1. Planetari bermerk *Fitsch Pulverisette-5* dengan empat *vial*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

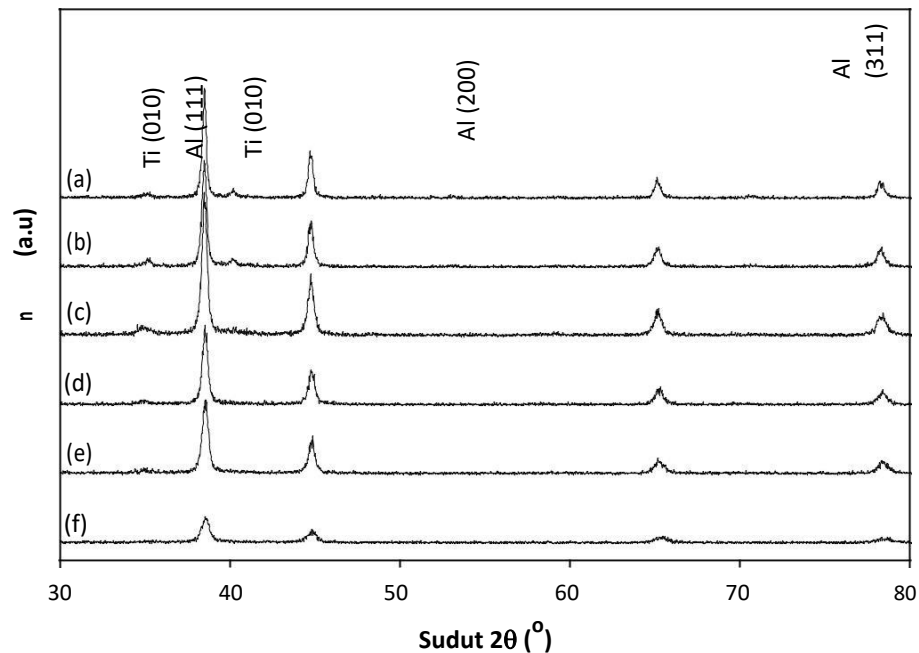
Gambar 2 menunjukkan difraktogram serbuk Al-10%beratTi setelah diaduk dengan berbagai ukuran bola selama 30 jam. Puncak difraktogram untuk Ti masih bisa terlihat dengan jelas apabila sampel diaduk dengan bola berdiameter 10 mm, sedangkan unsur Al terlihat dengan puncak yang tinggi (Gambar 2a). Dengan bertambahnya diameter bola menjadi 15 mm, puncak difraktogram untuk unsur Ti masih bisa terlihat tetapi makin pendek dan melebar, demikian juga untuk unsur Al semakin mengecil dan melebar (Gambar 2b). Bagi bola berdiameter 20 mm, puncak difraktogram untuk unsur Ti sudah susah untuk diamati, sedangkan untuk unsur Al semakin mengecil dan melebar (Gambar 2c). Hal ini menunjukkan bahwa semakin besar diameter bola pengaduk semakin besar energi tumbukan antara bola dengan serbuk yang mempercepat proses patahan unsur Ti yang berarti mempercepat proses terbentuknya paduan Al-Ti (Cuevas, F.G. 2006; Wang, C.B. 2006).



Gambar 2. Difraktogram XRD serbuk Al-10%beratTi setelah diaduk selama 30 jam dengan diameter bola (a) 10, (b) 15 dan (c) 20 mm.

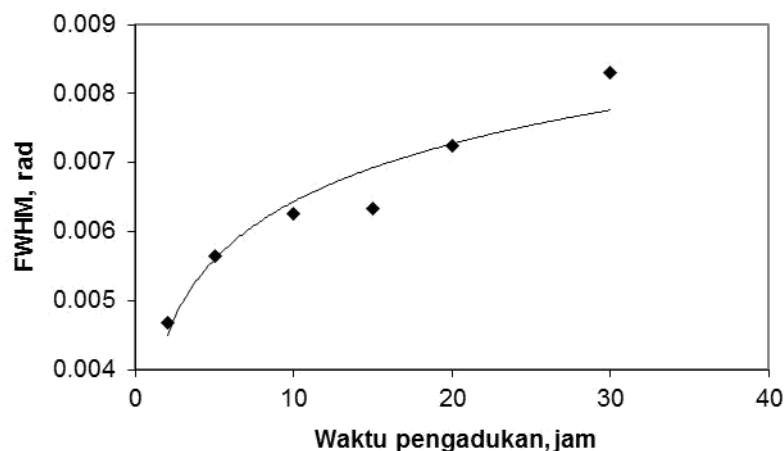
Jika diameter bola yang digunakan 20 mm, maka difraktogram XRD serbuk Al-10%bt.Ti terhadap waktu pengadukan ditunjukkan pada Gambar 3. Pada awal pengadukan selama 5 jam, unsur Al diamati dengan puncak yang tinggi. Sedangkan puncak difraktogram unsur Ti masih bisa diamati walaupun dengan puncak yang tidak terlalu tinggi. Persenyawaan serbuk karena proses tumbukan bola *stainless steel* bertenaga tinggi dan dinding wadah pengadukan dapat diamati dengan menaikkan waktu pengadukan. Puncak difraktogram untuk unsur Ti berangsur-angsur hilang dan menghilang ketika waktu pengadukan selama 30 jam. Fenomena ini menunjukkan bahwa

unsur Ti telah masuk kedalam matriks Al dan membentuk senyawa paduan Al-Ti (Cuevas, F.G. 2006).



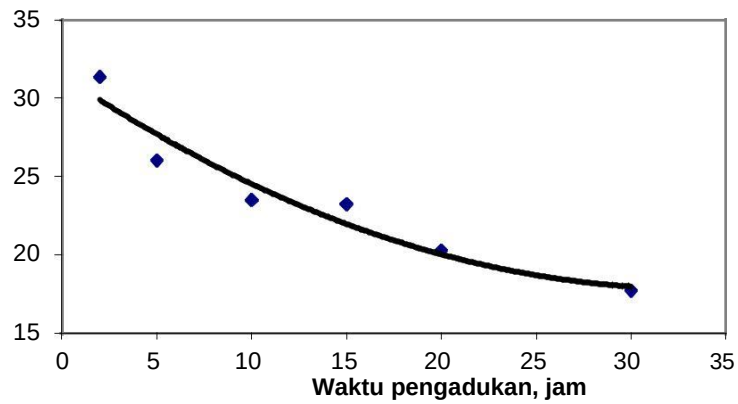
Gambar 3.
Difraktogram XRD serbuk Al-10%beratTi setelah diaduk dengan bola berdiameter 20 mm selama: (a) 2, (b) 5, (c) 10, (d) 15, (e) 20 dan (f) 30 jam.

Pada waktu yang sama, puncak difraktogram unsur Al semakin melebar dan bergeser kekanan dengan meningkatnya waktu pengadukan. Pelebaran puncak tersebut disebabkan oleh penyusutan ukuran partikel (Joshi, P. B. 2005). Variasi pelebaran puncak (FWHM) untuk unsur Al terhadap waktu pengadukan yang diambil daripada data XRD dalam Gambar 3 di atas, ditunjukkan dalam Gambar 4. Pada awal pengadukan nilai FWHM terus meningkat menuju keadaan jenuh dan seterusnya menyebabkan penyusutan ukuran partikel. Perubahan penyusutan ukuran partikel menyebabkan perubahan mikrostruktur seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 5. Penyusutan ukuran partikel dihitung dengan menggunakan teknik *Hall-Williamson*. Pada awal pengadukan ukuran partikel terus menurun menuju pada suatu nilai tertentu, sehingga mencapai 17,6 nm selama 30 jam pengadukan. Sementara itu, bergesernya puncak difraktogram unsur Al ke kanan disebabkan oleh penyusutan parameter kisi, dan penyusutan parameter kisi unsur Al terhadap waktu pengadukan yang dihitung dengan menggunakan data XRD ditunjukkan dalam Gambar 6. Parameter kisi terus berkurang sehingga mencapai 0,4044 nm sepanjang tempuh pengadukan selama 30 jam.

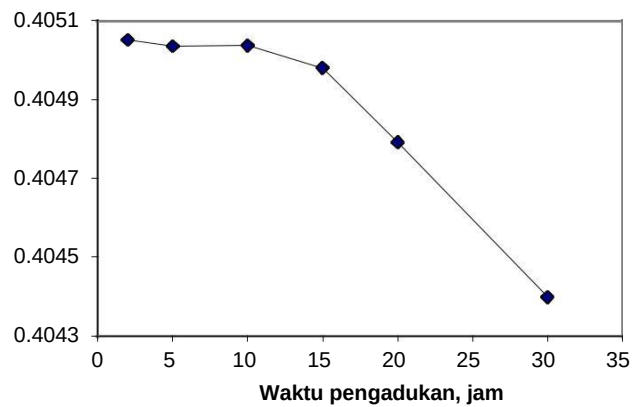


Gambar 4. Perubahan FWHM puncak Al terhadap waktu pengadukan.

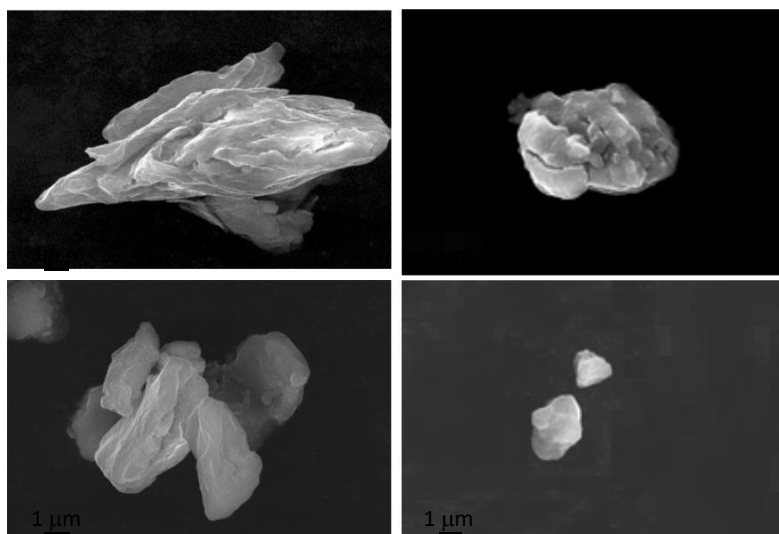
Morfologi serbuk hasil proses pemaduan mekanik diamati menggunakan SEM. Perubahan morfologi yang terjadi disebabkan oleh deformasi plastik terhadap partikel sebagai akibat tumbukan bola *stainless steel* bertenaga tinggi dengan dinding wadah pengadukan atau bola dengan bola. Mikrograf dalam Gambar 7(a) menunjukkan serbuk Al-10%beratTi yang diaduk dengan bola berdiameter 20 mm selama 2 jam. Gambar 7(a) menunjukkan serbuk Ti dan serbuk Al yang mengalami proses patahan dan pengelasan dingin (Lu, 1998), kemudian membentuk kepingan-kepingan. Asam stearik yang berfungsi sebagai agen pengawal proses dapat mengawal proses patahan tersebut. Jika waktu pengadukan lebih panjang yaitu 5 jam maka proses patahan dan pengelasan akan terjadi secara berulang-ulang yang menyebabkan terbentuknya proses pemaduan yang melibatkan meresapnya atom-atom baik dari serbuk Ti kepada serbuk Al ataupun sebaliknya. Berdasarkan bentuk dalam Gambar 7(b), yang lebih mendominasi dalam proses ini adalah patahan kemudian pengelasan dingin. Jika waktu pengadukan ditambah lagi menjadi 20 jam maka kepingan-kepingan serbuk semakin mengecil dan halus seperti yang ditunjukkan pada Gambar 7(c). Akhirnya dalam waktu pengadukan selama 30 jam, serbuk hasil pengadukan menjadi halus dan berbentuk sfera dengan ukuran rata-rata adalah 1,5 μm .



Gambar 5. Perubahan ukuran kristalit paduan Al-Ti terhadap waktu pengadukan.

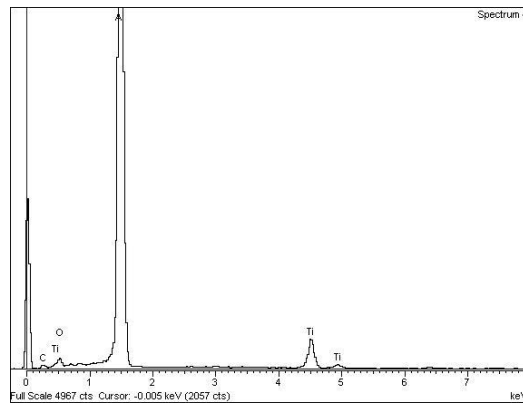


Gambar 6. Perubahan parameter kisi Al terhadap waktu pengadukan.



Gambar 7.
Mikrograf SEM paduan 90%bt.Al-10%bt.Ti yang diaduk selama (a) 2, (b) 5, (c) 20 dan (d) 30 jam

Gambar 8 menunjukkan spektrum EDX untuk paduan Al-10%beratTi setelah diaduk dengan bola berdiameter 20 mm selama 20 jam. Terlihat dalam Gambar 3, unsur Al dan Ti dapat diamati dengan baik. Hal ini menunjukkan bahwa teknik pemaduan mekanik telah berhasil menjadikan serbuk Al dan Ti sebagai paduan biner Al-Ti. Selain terdapat unsur Al dan Ti, ada juga unsur C dan O yang diamati yang dipercayai berasal dari sisa asam stearik (Lu, 1998). Selain unsur C dan O, tidak ada unsur lain yang dapat diamati. Hal ini menunjukkan bahwa teknik pemaduan mekanik adalah terbebas dari pencemaran unsur-unsur lain.



Gambar 8.
Spektrum EDX paduan 90%bt.Al-10%bt.Ti setelah diaduk
dengan bola berdiameter 20 mm selama 15 jam

KESIMPULAN

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa teknik pemaduan mekanik telah berhasil menghasilkan paduan biner Al-Ti dan tidak dicemari oleh unsur-unsur lain. Semakin besar bola pengaduk dan lama waktu pengadukan semakin cepat terbentuknya paduan Al-Ti. Hasil yang diperoleh dengan menggunakan XRD dan SEM menunjukkan bahwa ukuran kristalit dan partikel serbuk paduan Al-Ti, yang diaduk dengan bola berdiameter 20 mm selama 30 jam, masing-masing adalah 17,6 nm dan 1,5 μm .

PENGHARGAAN

Penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada Pusat Pengajian Fizik Gunaan, Fakulti Sains dan Teknologi, Universiti Kebangsaan Malaysia yang telah memberikan kemudahan peralatan dan tempat untuk menjalankan penelitian ini. Terima kasih juga kepada En. Razali, En. Aswani dan Puan Wati yang telah membantu dalam pemakaian peralatan di makmal metalurgi, Pusat Pengajian Fizik Gunaan, Fakulti Sains dan Teknologi, Universiti Kebangsaan Malaysia.

RUJUKAN

- Angelo L. D., Gonz'ales G. & Ochoa, J. 2007. Phase Transformations Study on $\text{Ni}_{75}\text{Al}_{25}$ and $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50}$ during Mechanical Alloying and Sintering. *Journal of alloys and compounds*: 345 – 353.
- Barona Mercado, W. et al. 2006. *Hyperfine interact* 169: 943 – 949.
- Belyakov, A., Sakai, Y., Hara, T., Kimura, Y. and Tsuzaki, K. 2003. *Metallurgical and Materials Transactions*, 34A: 131 – 138.
- Bonastre, J. 2007. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 88(1): 83 – 86.
- Calderon, H.A., Garibay-Febles, V., Cabrera, A., Cabanas-Moreno, J.G. and Umemoto, M. 2001. Mechanical Properties of Nanocrystalline TiAl-X and $\text{TiAl}_3\text{-X}$ Prepared by Mechanical Alloying and Sintering. *Materials Science Forum* 360-362: 229 – 234.
- Cao, G, Geng, L., Zheng, Z, & Naka, M. 2007. The Oxidation of Nanocrystalline Ni_3Al Fabricated by Mechanical Alloying and Spark Plasma Sintering. *Intermetallics*.15: 1672 – 1677.
- Chicinas, I., Pop, V. and Isnard, O. 2004. *Journal of Materials Science* 39: 5305 – 5309.
- Cuevas, F.G., Cintas, J., Montes, J.M. and Gallardo, J.M. 2006. Al-Ti Powder Produced Through Mechanical Alloying for Different Time. *J Master Sci* 41: 8339 – 8346.
- Enayati M. H., Sadeghian Z., Salehi, M and Saidi A. 2004. The Effect of milling Parameters on the Synthesis of Ni_3Al Intermetallic Compound by Mechanical Alloying. *Materials Science and Engineering A*. 375 – 377: 809 – 811.
- Joshi, P. B., Marathe, G. R., Arun Pratap and Vinod Kurup. 2005. *Hyperfine interactions* 160: 173 – 180.
- Lauer, St., Guan, Z., Wolf, H. and Wichert, Th. 2002. Investigation of mechanical alloying of Ti–Al compounds using perturbed angular correlation spectroscopy, x-ray diffraction, and differential scanning calorimetry. *J. Mater. Res.* 17(8): 2130 – 2139.
- Li, X., Hui, D., Xuefong, R. and Yaoyao, R. 2007. Microstructures of mechanically activated Ti-46at. % Al powders and spark plasma sintered ultrafine TiAl alloy. *Rare Metals* 26(6): 572 – 577.
- Lu, L. And Lai M. O. 1998. *Mechanical Alloying*. Kluwer Academic Publisher, London 29.
- Wang, C. B., Wang, Q. X., Shen, Q. and Zhang, L.M. 2006. Preparation of Fe-Si Composite Powders by Mechanical Alloying. *Key Engineering Materials* Vol. 249: 311 – 314.
- Xiaoying Zhu et al. 2006. Oxidation of Mechanically Allied Al-rich Al-Ti Powder. *Oxidation of metals* 65: 357 – 376.

