

KARAKTERISASI PADUAN AlMgSi1 MENGGUNAKAN MIKROSKOP ELEKTRON TRANSMISI

Masrukan *, Elman P**

* Pusat Elemen Bakar Nuklir

** Pusat Penelitian Sains Dan Materi

ABSTRAK

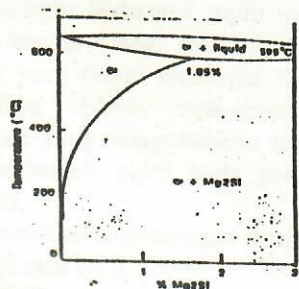
KARAKTERISASI PADUAN AlMgSi1 MENGGUNAKAN MIKROSKOP ELEKTRON TRANSMISI. Telah dilakukan percobaan *aging* paduan AlMgSi1 mengandung 1,29 % Mg₂Si menurut langkah sebagai berikut: (a) sebagian spesimen dilakukan pemanasan (anil) pada suhu 400°C selama 3 jam, dan (b) sebagian spesimen dilakukan *solution treatment* pada suhu 550°C dan dilanjutkan *quenching*. Setelah proses *quenching* sebagian spesimen dilakukan *aging* pada suhu kamar dan sebagian lainnya dilakukan *aging* pada suhu 160°C selama 16 jam. Spesimen yang telah dilakukan pemanasan dibuat dalam bentuk *thin foil* untuk diamati dengan menggunakan mikroskop elektron transmisi. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa pemanasan pada suhu 400°C selama 3 jam menghasilkan fasa kedua yaitu Mg₂Si berbentuk batang dengan struktur heksagonal mempunyai orientasi [0111] dan matrik [001], serta mempunyai kekerasan 31 HB. Hasil percobaan *aging* pada suhu kamar menghasilkan zona GP berbentuk jarum pada daerah dislokasi pada matrik dengan struktur *face center cubic*, mempunyai orientasi [111], matrik [114]. Kekerasan yang dicapai sebesar 64 HB. Sementara itu pada *aging* suhu 160°C selama 16 jam menghasilkan endapan Mg₂Si lebih besar berbentuk jarum dengan struktur *face center cubic* tanpa disertai matriks dengan orientasi [111] dan matriks [114]. Kekerasan yang dicapai pada kondisi ini sebesar 94 HB.

ABSTRACT

AlMgSi1 ALLOYS CHARACTERIZATION USING TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPE (TEM). The aging alloys of AlMgSi1 containing Mg₂Si of 1,29 % has been done with the following steps: e.g. (a) part of the specimen was heated at 400°C during 3 hours, and (b) the other part was done with solution treatment at 550°C followed by quenching. After quenching a part of the specimen was aged at room temperature and other specimen was aged at 160°C during 16 hours. After the specimen had been heated, then it was shaped into thin foil to be examined by Transmission Electron Microscope. The result showed that the heating at temperature of 400°C during 3 hours created a second phase (i.e. Mg₂Si) was like a stick shape with the hexagonal structure at [0111] orientation and matrix [001], and the hardness was 31 HB. The aging of specimen at room temperature gave result a GP zone which was like the needles shape in the dislocation area of the face center cubic structure at [111] orientation and [114] matrix. The hardness obtained was 64 HB. In the other hand the aging process at temperature of 160°C within 16 hours have resulted the precipitate which was greater than that of the former needle shaped as the face center cubic structure without dislocation at matrix with [111] orientation and [114] matrix. The hardness at this condition was 94 HB.

PENDAHULUAN

Sistem paduan AlMgSi1 dapat digambarkan dengan diagram pseudo biner Al-Mg₂Si seperti pada gambar 1.1, dimana pseudo biner mempunyai titik eutektik pada suhu 595°C dengan kelarutan Mg₂Si maksimum 1,85 %.



Gambar 1. Diagram fasa pseudo biner Al-Mg₂Si¹

Fenomena pengendapan paduan AlMgSi1 telah banyak diteliti dengan metoda yang berbeda. Geisler dan Hill³ serta Guiner dan Lambert⁴ menggunakan metoda sinar X, menunjukkan tahap awal terbentuknya zona GP (Guiner dan Prestone). Dari pengamatan menggunakan metoda Lau diperoleh zona berbentuk jarum pada perlakuan *aging* sampai suhu 200°C. Guiner dan Lambert⁴ melaporkan bahwa zona GP yang terbentuk terdiri dari lapisan atom silikon berbentuk jarum yang semakin lama berubah menjadi bentuk batang sebelum akhirnya menjadi fasa keseimbangan Mg₂Si yang berbentuk pelat. Hasil yang diperoleh dengan metoda Lau kemudian dibandingkan dengan metoda *thin foil* pada mikroskop elektron. Pengamatan menggunakan mikroskop electron pada *thin foil* dilakukan oleh Thomas⁵ dari paduan yang mengandung 1,5 % Mg₂Si, dan menghasilkan

zona pada tahap awal *aging* berbentuk jarum dengan orientasi $\langle 100 \rangle_a$. Pada proses *aging* lebih lama akan terjadi perubahan bentuk sebagai berikut: jarum \rightarrow batang \rightarrow pelat, dimana bentuk batang merupakan bentuk antara dari fasa keseimbangan Mg_2Si . Bentuk batang mempunyai struktur *face center cubic* dengan parameter kisi $a = 0,64$ nm. Perubahan bentuk jarum menjadi batang a' berlangsung melalui proses difusi. Jacob⁶ mempelajari struktur endapan fasa antara (meta stabil) selama *aging* paduan AlMgSi1 yang mengandung 1,2 % Mg_2Si , kemudian mengusulkan mekanisme sebagai berikut: (a) Zona GP berbentuk jarum dan tersusun secara acak di daerah dislokasi pada matriks; (b) zona GP berkembang menjadi endapan meta stabil berbentuk batang yang mempunyai struktur heksagonal dengan parameter kisi $a = 0,705$ nm dan $c = 12,5$ nm, dan akhirnya (c) fasa keseimbangan Mg_2Si berbentuk pelat. Lynch et.al⁷ dengan metoda *Scanning Transmission Electron Microscope* (STEM) dari paduan AlMgSi1 yang mengandung 1,16 % Mg_2Si yang dilakukan *aging* selama 2 jam pada suhu $250^\circ C$ dan mendapatkan hasil dengan struktur monoklin dengan parameter kisi $a = 0,30$ nm, $b = 0,33$ nm dan $c = 0,40$ nm serta hubungan orientasi $[001]_{a'} // [001]_{matriks}$ disingkat dengan struktur a'' . Fasa a' diamati pada paduan yang dilakukan *aging* selama 5 jam dengan struktur heksagonal dan parameter kisi $a = b = 0,708$ nm, $c = 0,405$ nm dengan hubungan orientasi $[001]_{a'} // [110]_{matriks}$ [100]_{a'} // [110]_{matriks}. Lynch menunjukkan bahwa pada tahap awal *aging* dihasilkan zona GP berbentuk jarum yang koheren dengan matriks. Pada *aging* lebih lama bentuk jarum berubah menjadi a'' yang berbeda struktur dengan zona GP. Fasa a'' secara perlahan-lahan berubah menjadi batang a' dan akhirnya menjadi fasa keseimbangan Mg_2Si berbentuk pelat. Tujuan penelitian ini untuk mengamati karakteristik perubahan bentuk dan struktur endapan selama *aging* serta hubungannya dengan kekerasan paduan.

TATA KERJA DAN PERCOBAAN

Bahan dan alat

Bahan

- Pelat AlMgSi1 tebal 3,5 mm panjang 30 mm dan lebar 20 mm.
- Ampelas (kekasaran 180 sampai 1200)
- Asam asetat (CH_3COOH)
- Asam pospat (H_3PO_4)
- Asam perklorat ($HClO_4$)
- Developer

g. Fixer

2. Alat

- Tungku pemanas berpendingin udara
- Seperangkat alat *Jet Thinning*
- Mesin gerinda
- Mikroskop elektron transmisi
- Seperangkat alat cuci cetak foto

Cara kerja

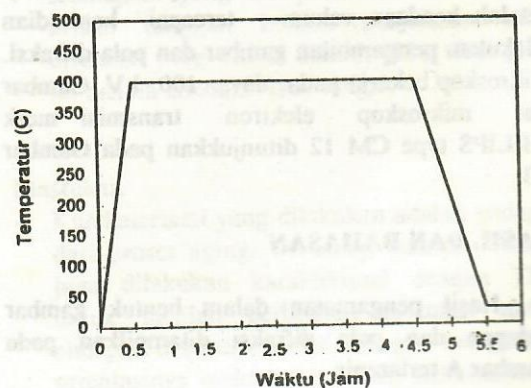
Pemanasan

Spesimen dibagi menjadi dua bagian, yang pertama dilakukan pemanasan pada suhu $400^\circ C$ selama 3 jam (anil) kemudian didinginkan secara perlahan didalam tungku.

Sebagian spesimen dilakukan *solution treatment* (perlakuan pelarutan) dengan cara memanaskan spesimen pada suhu $550^\circ C$ selama 1 jam, selanjutnya didinginkan cepat menggunakan air (*quenching*). Setelah perlakuan pelarutan dilanjutkan dengan *aging* seperti berikut:

- Sebagian spesimen dibiarkan pada suhu kamar, dikenal dengan *Natural Aging*, (T4).
- Spesimen yang lain dipanaskan pada suhu $160^\circ C$ selama 16 jam, (T6).

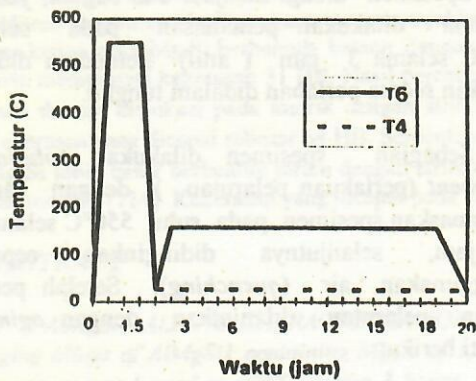
Proses pemanasan spesimen ditunjukkan pada Gambar 2.1 dan 2.2.



Gambar 2.a. Proses Anil

Pembuatan *thin foil*

Spesimen yang telah dipanaskan kemudian ditipiskan, mula-mula menggunakan gerinda sampai ketebalan $< 200 \mu\text{m}$ selanjutnya dilubangi menggunakan mesin pelubang (*punch disc*) dengan diameter 3 mm. Penipisan dilanjutkan menggunakan alat *jet thinning* dalam elektrolit terdiri dari CH_3COOH , H_3PO_4 , HClO_4 , dan H_2O dalam perbandingan 4:3:2:1 sampai diperoleh daerah tembus elektron.



Gambar 2.b. Proses *Aging*

Pengamatan dengan mikroskop elektron transmisi

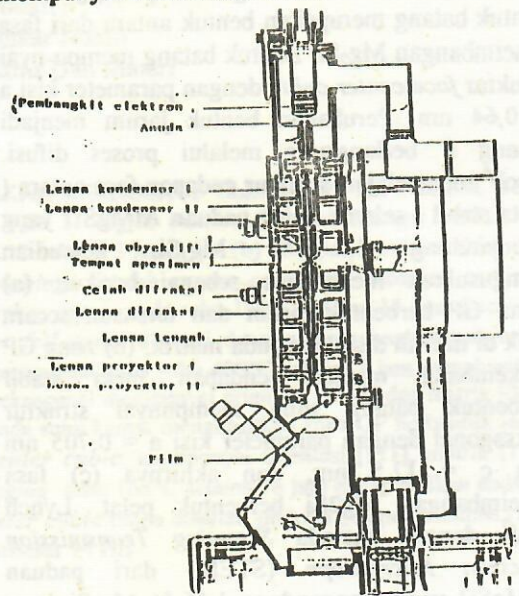
Spesimen berbentuk lembaran tipis (*thin foil*) diletakkan diatas pemegang spesimen selanjutnya dimasukkan ke dalam mikroskop elektron transmisi. Sistem pendingin, main power, dan gas nitrogen dihidupkan dan di-tunggu sampai keadaan vakum tercapai (10^{-7} bar). Setelah keadaan vakum tercapai kemudian dilakukan pengambilan gambar dan pola difraksi. Mikroskop bekerja pada daya 100 kV. Gambar alat mikroskop elektron transmisi merk PHILIPS type CM 12 ditunjukkan pada Gambar 2.3.

HASIL DAN BAHASAN

Hasil pengamatan dalam bentuk gambar endapan dan pola difraksi ditampilkan pada Gambar A terlampir.

Dari gambar A.1 pada spesimen yang dilakukan *aging* pada suhu kamar setelah diquenching, terlihat adanya zona GP berbentuk jarum (A) berukuran antara 10-20 nm dan diameter 0,25 nm tersebar didaerah dislokasi (B) pada matriks. Dari pengamatan pola difraksi seperti pada gambar A.1.1 dan A.1.2

menunjukkan bahwa zona GP mempunyai orientasi [111] dan matriks [114], koheren dengan matriks, struktur *face center cubic* dan mempunyai kekerasan 64 HB.



Gambar 3 Mikroskop Electron Transmisi.⁶

Pada spesimen yang *diaging* pada suhu 160°C selama 16 jam zona berkembang membentuk endapan Mg_2Si berbentuk jarum berukuran antara 22,2-66,8 nm dan diameter 0,25 nm seperti pada gambar A.2 (C) yang tersebar secara teratur. Pengamatan pola difraksi seperti pada gambar A.2.1 dan A.2.2 menunjukkan bahwa endapan mempunyai struktur *face center cubic* dengan orientasi [111] dan matriks [114] serta koheren dengan matriks. Kekerasan yang dicapai sebesar 94 HB.

Apabila suhu pemanasan dinaikkan menjadi 400°C dan waktu pemanasan selama 3 jam, endapan berubah menjadi fasa kedua Mg_2Si berukuran lebih besar antara 1000-3000 nm dan diameter 100-200 nm seperti pada gambar A.3 (D). Dari pengamatan pola difraksi seperti pada gambar A.3.1 dan A.3.2 fasa kedua mempunyai struktur heksagonal dengan orientasi [0111] dan matriks [100], tersusun secara acak dan telah kehilangan koherensinya dengan matriks. Kekerasan yang dicapai berkisar 31 HB.

Dari pemanasan paduan didapat bahwa pada pemanasan suhu 160°C selama 3 jam paduan mempunyai kekerasan maksimum dimana pada kondisi tersebut antara endapan Mg_2Si yang berbentuk jarum dengan matriks terdapat keterkaitan (*koheren*). Kondisi koheren mempunyai tegangan dalam tinggi namun tegangan antar muka (*interface*) rendah.

SIMPULAN

Dari proses *aging* yang dilakukan terhadap paduan AlMgSi1 dapat disimpulkan bahwa pada *aging* suhu kamar terbentuk zona GP dengan struktur *face center cubic*, orientasi [111] dan matriks [114] yang koheren dengan matriks.

Pada *aging* suhu 160°C selama 16 jam ukuran zona GP akan membesar, mempunyai struktur *face center cubic* dengan orientasi [111] pada matriks [114] yang tersusun secara teratur dan koheren dengan matriks.

Apabila suhu pemanasan dinaikkan menjadi 400°C selama 3 jam, endapan berubah menjadi fasa kedua yang berukuran lebih besar dan tersusun secara acak. Fasa kedua mempunyai struktur heksagonal dengan orientasi [0111] dan matriks [001]. Pada kondisi tersebut fasa kedua telah kehilangan koherensinya dengan matriks.

Kekerasan maksimum yang dicapai adalah pada *aging* suhu 160°C selama 16 jam yaitu sebesar 94 HB.

DAFTAR PUSTAKA.

1. Polmear I J., "Light Alloys : Metallurgy of the Light Metals", London, 1981.
2. Geisler and Hill I K., "Acta Crystal", 1984.
3. Guiner and Lambort, "Acad Science", 1984.
4. Thomas G., "Inst. Met", 1961.
5. Jacobs M H., Phil., 1972.
6. Brosur TEM-SEM Philips 1989.

TANYA JAWAB

1. Harini Sosiati

- Di dalam abstrak anda simpulkan bahwa ada kaitan erat bentuk dan struktur presipitat dengan kekerasan bahan. Mohon dijelaskan kenapa bentuk presipitat jarum cenderung mempunyai kekerasan lebih tinggi dibandingkan dengan presipitat berbentuk tongkat/batang.

Masrukan

- Pada presipitat berbentuk jarum regangan elastis antara presipitat dengan matriks besar, tetapi tegangan antar muka presipitat dengan matriks kecil. Perlu diingat bahwa kekerasan bahan ditimbulkan jika ada gerakan dislokasi

di sekitar presipitat. Karena pada presipitat bentuk jarum regangan elastis menghalangi gerakan dislokasi, maka pada presipitat berbentuk jarum akan keras. Pada bentuk batang presipitat mempunyai ukuran yang lebih besar dari bentuk jarum akibat dari pemanasan. Karena bentuknya besar maka tegangan muka antara presipitat dengan matriks juga tinggi, tetapi regangan elastis antara presipitat dengan matriks rendah. Pada kondisi elastis rendah maka gerakan dislokasi akan mudah bergerak menjadi lunak.

2. T. Hadilukito

- Dari judul nampaknya akan dilihat karakter-karakter dari AlMgSi, tetapi pada hasil dan pembahasan hanya satu sifat yaitu kekerasan saja. Mohon dijelaskan.

Masrukan

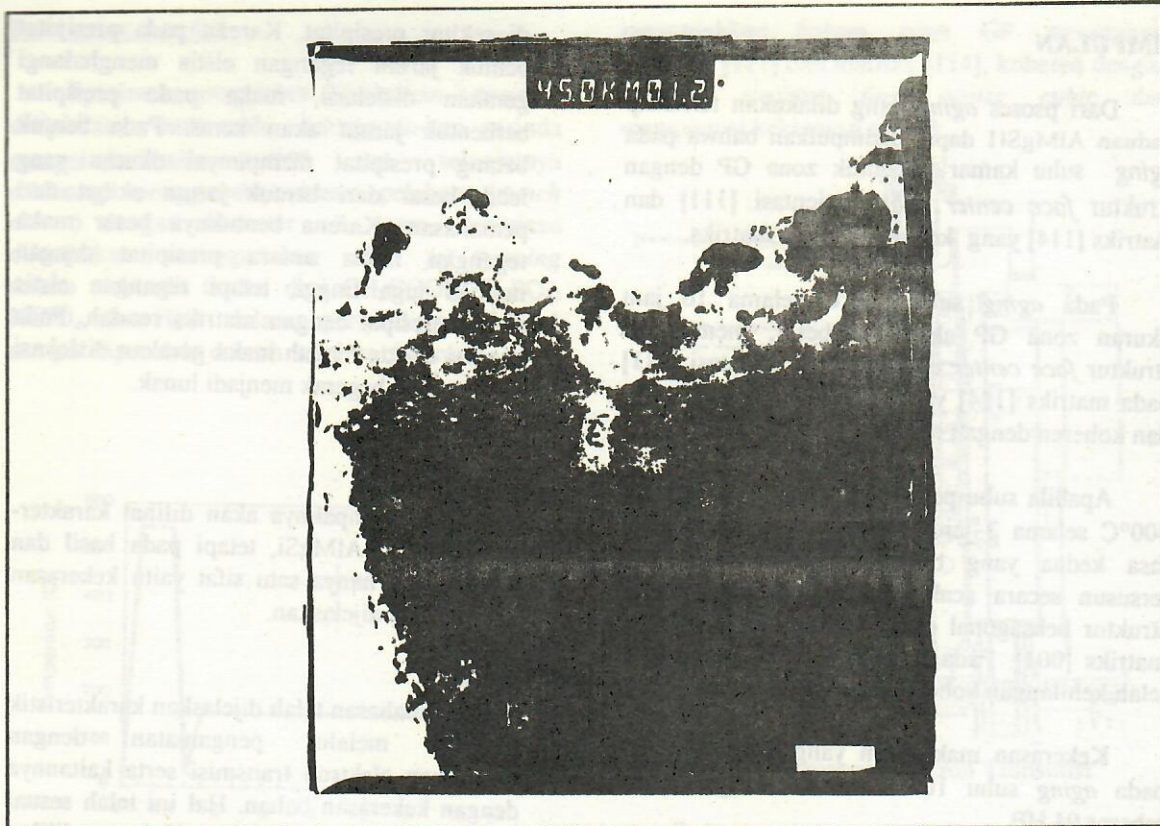
- Dari pembahasan telah dijelaskan karakteristik AlMgSi melalui pengamatan dengan mikroskop elektron transmisi serta kaitannya dengan kekerasan bahan. Hal ini telah sesuai dengan judul tulisan. Kalau dilihat karakteristik AlMgSi akan terlalu banyak, sehingga pada tulisan ini saya batasi hanya sifat yang dapat dilihat dari pengamatan dengan mikroskop elektron transmisi dan kaitannya dengan kekerasan bahan.

3. Sugondo

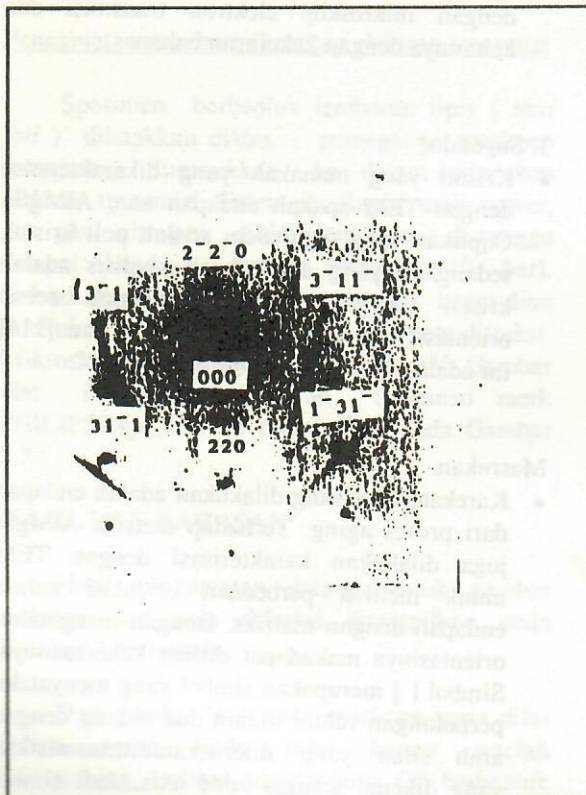
- Kristal yang manakah yang dikarakterisasi dengan TEM apakah endapan atau AlMgSi. Cuplikan yang digunakan adalah poli kristal, sedangkan yang ditulis/hasil analisis adalah kristal tunggal, mohon penjelasan sebab orientasi yang ditulis adalah [111] dan [114] ini adalah simbol kristal tunggal.

Masrukan

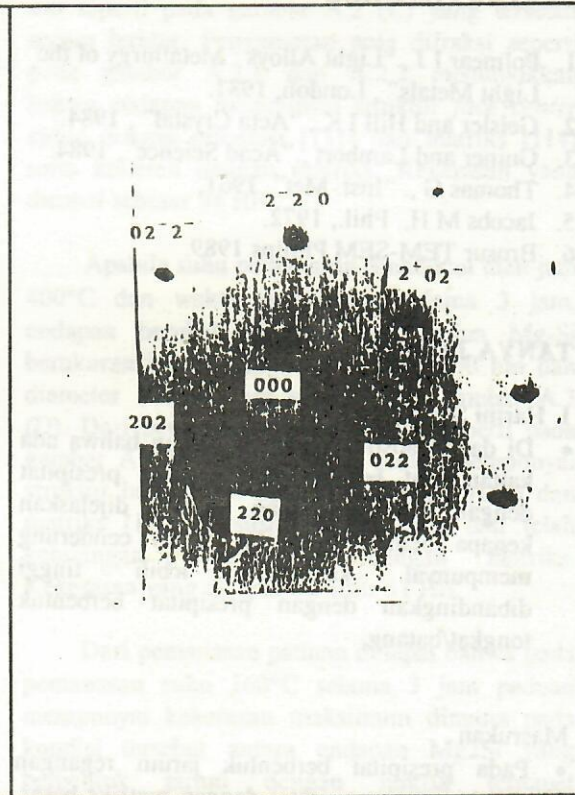
- Karakterisasi yang dilakukan adalah endapan dari proses *aging*. Terhadap matriks AlMgSi juga dilakukan karakterisasi dengan TEM untuk melihat perbedaan orientasi antara endapan dengan matriks. Dengan mengetahui orientasinya makadapat dilihat kekerasannya. Simbol [] merupakan simbol yang menyatakan perpotongan vektor antara dua bidang dengan arah sinar yang diteruskan/ditransmisikan yang dikenal sebagai zone axis. Jadi simbol tersebut untuk poli kristal maupun mono kristal.



Gambar 4. Endapan dari hasil *aging* pada suhu 160°C selama 16 jam



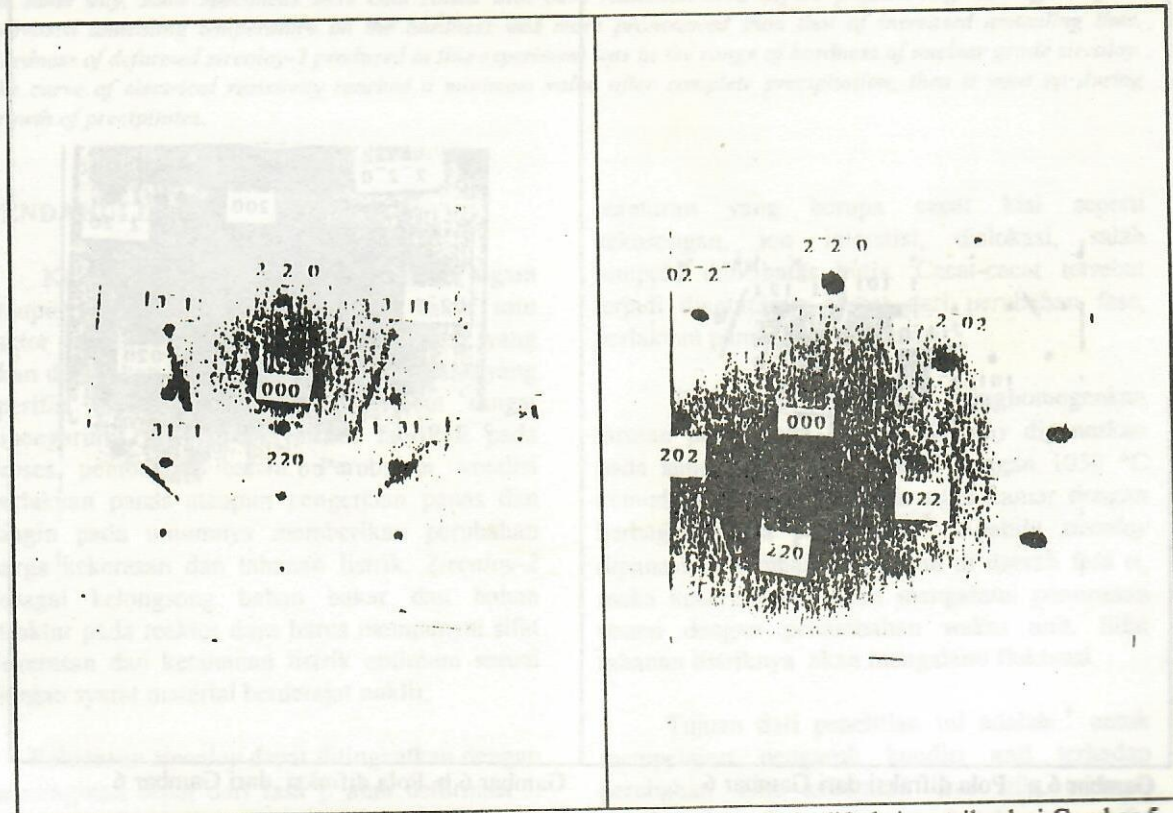
Gambar 4.a. Pola difraksi dari Gambar 4



Gambar 4.b. Pola matriks dari Gambar 4

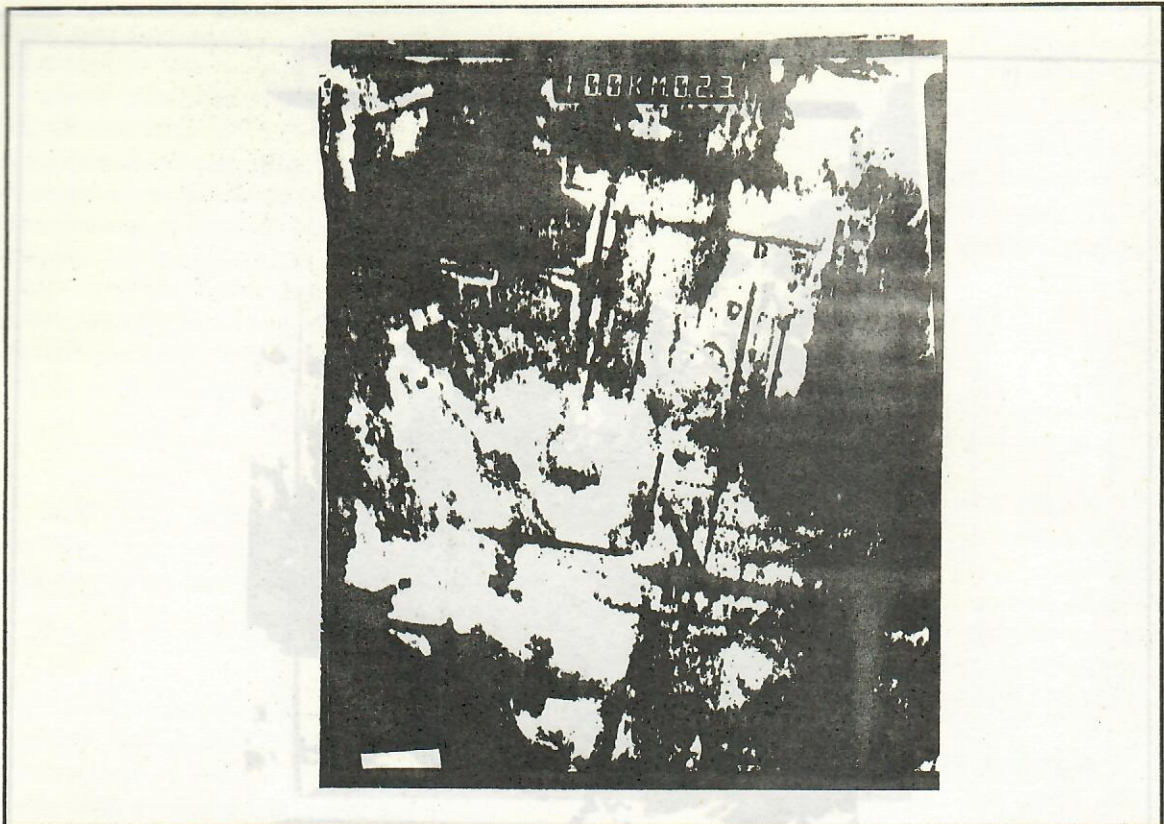


Gambar 5. Zona GP hasil aging pada suhu kamar

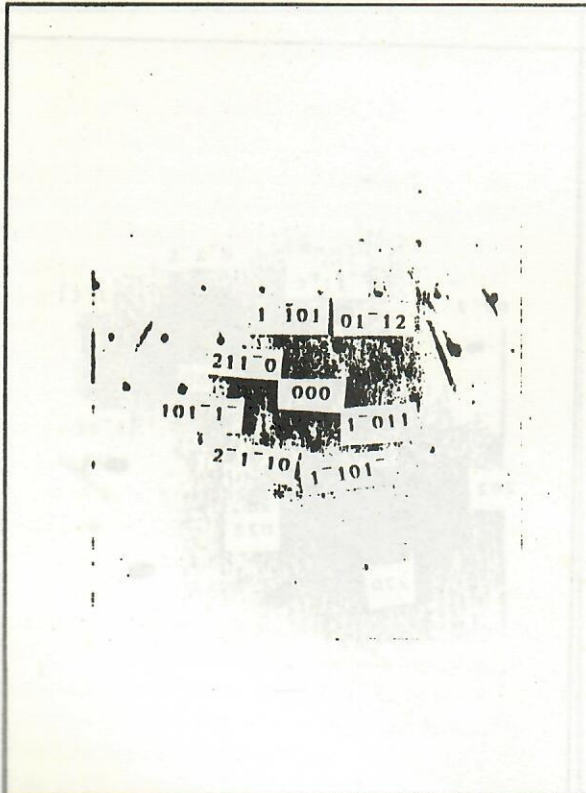


Gambar 5a. Pola difraksi dari Gambar 5

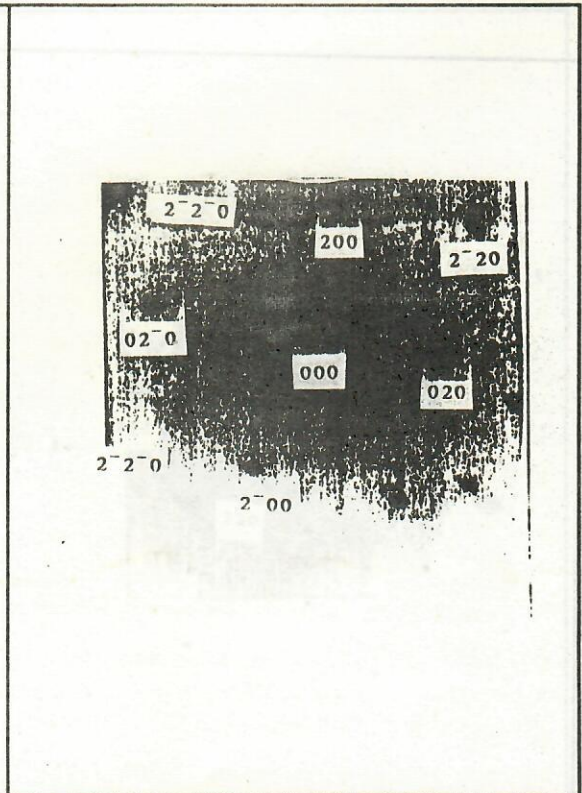
Gambar 5.b. Pola difraksi matriks dari Gambar 5



Gambar 6. Fasa kedua hasil pemanasan pada suhu 400°C selama 3 jam



Gambar 6.a. Pola difraksi dari Gambar 6



Gambar 6.b. Pola difraksi dari Gambar 6