

SINTESIS PADUAN INTERMETALIK NiAl DENGAN METODE METALURGI SERBUK

Sulistioso G. Sukaryo dan Didin S. Winatapura

Puslitbang Iptek Bahan (P3IB) - BATAN
Kawasan Puspipetek, Serpong, Tangerang 15314

ABSTRAK

SINTESIS PADUAN INTERMETALIK NiAl DENGAN METODE METALURGI SERBUK. Paduan intermetalik NiAl yang berfasa tunggal, yaitu fasa γ dengan komposisi kimia Ni-37% atom Al telah dibuat dengan metode metalurgi serbuk. Untuk mendapatkan sifat ingat bentuk, paduan NiAl kemudian diberi perlakuan panas. Hasil pengukuran cuplikan dengan difraksi sinar-X menunjukkan bahwa sebelum dicelup cepat ke dalam air, paduan NiAl memiliki struktur kristal CsCl, akan tetapi setelah dicelup cepat, sistem kristalnya berubah menjadi *face center tetragonal* (FCT). Pengamatan morfologi dengan mikroskop optik memperlihatkan bahwa struktur mikro setelah dicelup cepat tersusun dari struktur kembaran. Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa senyawa NiAl yang dibuat dengan metode metalurgi serbuk berpotensi untuk dibuat menjadi paduan ingat bentuk (*shape memory alloys*).

Kata kunci : Metalurgi serbuk, NiAl, senyawa intermetalik, paduan ingat bentuk

ABSTRACT

SYNTHESIS OF INTERMETALLIC COMPOUND NiAl USING A POWDER METALLURGY METHOD. A NiAl alloys with γ phase which has a chemical composition of Ni-37% at Al has been synthesized by means of powder metallurgy method. To obtain shape memory properties, the NiAl sample was heat treated. The measurement by X-rays diffraction showed that before quenching in water, NiAl compound has CsCl crystal system but after water quenching, the crystal system changed to face center tetragonal (FCT). The microstructure showed the existence of twinning for NiAl structure after quenching. From this experiment it can be concluded that NiAl compound which has been synthesized by using powder metallurgy is able to show shape memory effect after heat treatment.

Key words : Powder metallurgy, NiAl, intermetallic compound, shape memory alloys

PENDAHULUAN

Paduan logam NiAl telah digunakan secara luas sebagai komponen sudu turbin pada industri dirgantara. Paduan logam NiAl memiliki sifat fisis yang baik antara lain titik leleh yang tinggi, ketahanan lingkungan yang baik, konduktivitas panas yang tinggi, suhu transformasi *ductile to brittle* yang rendah (Daniel, 1994).

Selain memiliki sifat fisis diatas, yang menarik pada paduan NiAl adalah dapat ditunjukkannya sifat ingat bentuk (*shape memory*). Logam dengan sifat *shape memory* memiliki sifat dapat kembali ke bentuk semula setelah mengalami deformasi plastis kemudian dipanaskan diatas suhu transformasi. Sifat *shape memory* dihasilkan sebagai akibat terjadinya perubahan struktur kristal di dalam logam yang dapat berlangsung secara reversibel apabila terhadap logam tersebut diberikan siklus pemanasan dan pendinginan. Perubahan stuktur tersebut terjadi pada suhu transformasi. Variasi suhu transformasi ditentukan oleh komposisi kimia dan proses perlakuan panas yang diberikan. Menurut Otsuka dan Shimizu (1986) paduan

NiAl dapat memunculkan sifat *shape memory* dengan komposisi (62-64)% atom Ni dan (36-38)% atom Al.

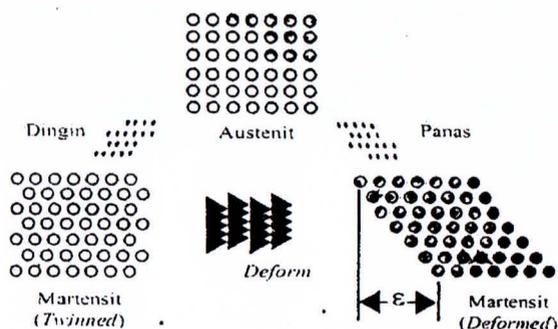
Dalam makalah ini paduan logam NiAl dibuat dengan menggunakan teknik metalurgi serbuk meliputi *milling*, kompaksi, dan *sintering*. Analisis cuplikan dilakukan sebelum dan sesudah perlakuan panas menggunakan peralatan *X-ray diffractometer (XRD)*, Mikroskop Optik (MO), dan *Wavelength Dispersive Spectrometry (WDS)*. Penelitian ini bertujuan untuk membuat paduan logam NiAl dengan komposisi 63% atom Ni dan 37% atom Al serta melihat gejala dari sifat ingat bentuk yang dimiliki oleh paduan intermetalik NiAl. Karakteristik paduan logam NiAl memiliki struktur kristal kubus teratur dengan *space group* B2 (cP2) dan jenisnya CsCl. Atom Al menempati posisi di tengah sedangkan atom Ni menempati posisi di pojok-pojok kubus. Struktur B2 stabil pada deviasi yang lebar, hal ini terlihat dari diagram fasa Ni - Al. Transformasi *martensit* terjadi setelah dilakukan *quenching*. Fasa *martensit* NiAl memiliki struktur yang berbeda dengan struktur fasa induknya yaitu berupa *face centered*

tetragonal (*fct*), atau struktur L10 (tP4). Tiga persyaratan umum material yang memiliki efek *shape memory* telah dimiliki oleh paduan NiAl yaitu transformasi *martensit* yang termoelektik, fasa induk dan *martensitnya* adalah teratur dan fasa *martensitnya* mengandung struktur kembar (*twinning*).

TEORI

Fenomena *shape memory* yang diperlihatkan oleh sejumlah paduan logam terjadi sebagai mekanisme perubahan struktur kristal karena adanya transformasi fasa *austenit-martensit* yang reversibel dan termoelektik. Perubahan struktur kristal pada transformasi *martensitik* terjadi tanpa mekanisme difusi atom (*difussionless*), tetapi berkaitan dengan deformasi geseran serupa dari bidang-bidang kristal yang membentuk struktur tumpukan teratur berjangkauan panjang (LPSO- *Long Period Stacking Order*) (Tadaki, 1988).

Sifat *shape memory* hanya terjadi pada paduan logam yang membentuk struktur dengan tingkat simetri tinggi. Mekanisme *shape memory* pada transformasi *martensitik* diperlihatkan pada Gambar 1 berikut.



Gambar 1. Mekanisme ingat bentuk.

Fasa *austenit* memiliki struktur kubus dengan susunan atom yang teratur (*ordered*). Bila paduan logam tersebut didinginkan dengan cepat maka akan terjadi transformasi fasa menjadi *martensit*, yang memiliki struktur atom tersusun kembar (*twinned*). Ketika dibebani, atom-atom tersebut akan bergeser pada bidang batas butir kristal kembar (*twin boundaries*), lalu membentuk susunan dengan orientasi yang sama, yakni kombinasi antara *twinning* dan *reorientation*. Ketika beban dilepaskan deformasi yang disimpan dalam struktur *martensit* tidak dilepaskan, sehingga terjadi perubahan bentuk. Namun dengan memanaskannya maka struktur *martensit* dan deformasi yang tersimpan dalam material akan menghilang dan berubah menjadi fasa *austenit* yang disertai dengan proses pengembalian bentuk (*shape recovery*).

METODE PERCOBAAN

Bahan dan Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk aluminium (Al) dengan

ukuran butir sekitar 10 μm dan kemurniannya 99% berat (sisanya Pb 0,03%, As < 0.0005 berat %. Fe < 0,5 berat %, E.Merck.Darmstadt), serbuk nikel(Ni) dengan ukuran 10 μm dan kemurniannya 99,5% (E.Merck.Darmstadt). Larutan *etsa* yang digunakan terdiri dari 7,5 mL HF, 2,5 mL HNO: 200 mL Metanol. *Grinding paper* dengan tingkat kekasaran 150, 400, 600, 800, 1000, 1500, dan 2000, *micro-polish* alumina 0,05 μm (Buehler), akuades dan resin. Peralatan yang digunakan adalah alat press, cetakan pelet atau *dies*, *ball milling*, mesin poles, tungku listrik, difraktometer sinar-X (XRD), Mikroskop Optik (MO) dan WDS (*Wavelength Dispersion Spectrometry*).

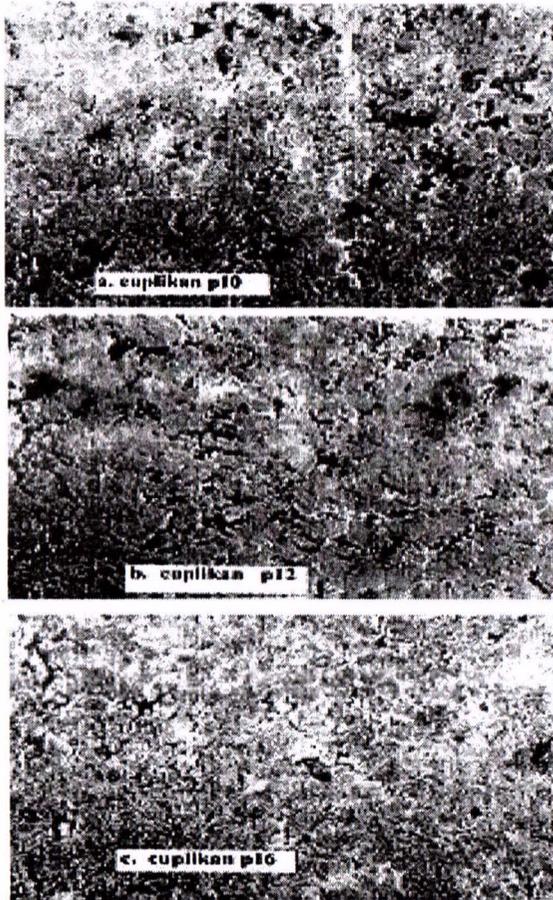
Cara Kerja

- Penyiapan Cuplikan Serbuk Ni dan Al dengan massa total 60 g (47,25 g Ni dan 12,75 g Al) dicampur dalam wadah (*ball milling*) kemudian di putar dengan kecepatan 900 rpm selama 50 jam. Campuran yang telah di *milling* dimasukan dalam *dies* sebanyak 1,5 g dan kemudian dikompaksi dengan alat pengompak jenis Carver (model C S/N 40000-183) untuk dicetak menjadi pelet dengan pembebanan masing-masing 10 ton, 12 ton dan 16 ton. Selanjutnya disebut cuplikan p10, p12 dan p16.
- Cuplikan disinter di lingkungan udara biasa pada suhu 922 $^{\circ}\text{C}$ selama 6 jam dengan menggunakan tungku listrik KL-600. Kemudian dipoles dengan menggunakan mesin poles *Struers Dap-V* dan *Grinding paper* dengan tingkat kekasaran 150, 400, 600, 800, 1000, 1500 dan 2000 secara bertahap. Setelah itu cuplikan dipoles menggunakan larutan alumina ukuran 0,05 μm . Untuk menampilkan struktur mikro cuplikan, digunakan larutan *etsa* dengan komposisi : 7,5 mL HF, 2,5 mL HNO dan 200 mL metanol. Pengetsaan dilakukan dengan cara mencelupkan cuplikan kedalam larutan *etsa* selama ± 50 detik.
- Perlakuan panas Pelarutan padat (*solid solution*) dilakukan di lingkungan udara biasa menggunakan tungku listrik *carbolite* (CTF 16/75) pada 1200 $^{\circ}\text{C}$ selama 1 jam. diikuti pendinginan cepat ke dalam air. *Aging* dilakukan pada 500 $^{\circ}\text{C}$ selama 6 jam.
- Karakterisasi awal dari cuplikan yang telah di *etsa* adalah pengamatan struktur mikro dengan menggunakan MO. Setelah itu identifikasi fasa dilakukan menggunakan XRD. Karakterisasi setelah perlakuan panas meliputi pengamatan struktur mikro dengan MO, dan analisis fasa.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengamatan struktur mikro dengan mikroskop optik ditampilkan pada foto-foto berikut, seluruh foto diambil dengan perbesaran 200X.

Dari foto-foto pada Gambar 2 tampak bahwa sampel yang dibuat dengan tekanan 16 ton (p16)

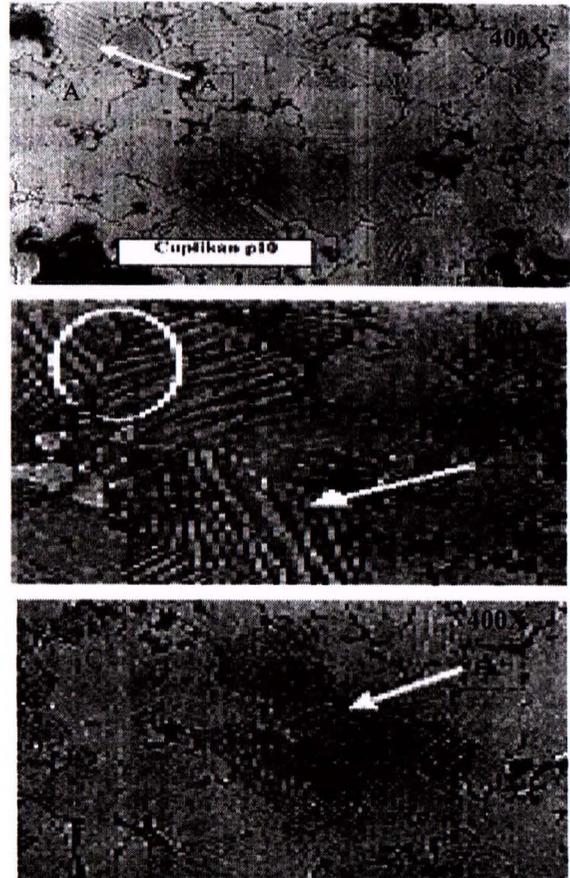


Gambar 2. Foto – foto A , B , C adalah sampel NiAl hasil kompaksi setelah disintering sebelum diquench

mempunyai kerapatan yang lebih baik dibandingkan sampel yang dibuat dengan tekanan 10 ton (p10) dan 12 ton (p12). Hal tersebut diatas dapat dilihat dari morfologi sampel, yang mana sampel p16 menampakkan porous yang lebih sedikit dibandingkan p10 dan p12.

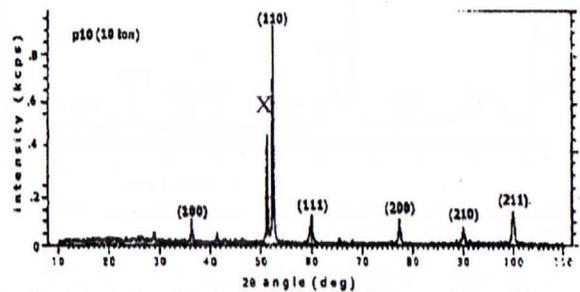
Pada Gambar 3, tampak adanya garis-garis yang memotong batas butir dan ada juga yang berada di dalam batas butir, garis-garis tersebut menunjukkan adanya perubahan fasa dari fasa induk menjadi fasa *martensit* yang yang kembar (*twinning*), fasa *martensit* ini adalah berstruktur FCT seperti ditunjukkan pada Gambar 4, Gambar 5 dan Gambar 6. Eksistensi dari garis kembar, mempunyai arti yang penting untuk pembentukan sifat ingat bentuk dari paduan NiAl. Karena garis kembar ini akan menjadi fasilitator untuk fasa *martensit* kembali pada fasa induknya setelah dipanaskan. Pada kondisi ini variasi tekanan yang diberikan pada saat pembuatan sampel tidak berpengaruh pada strukturmikro seperti ditunjukkan pada Gambar 3 (A,B,C), maupun pada pola difraksi (Gambar 4, Gambar 5 dan Gambar 6)

Berikut ini adalah gambar pola difraksi dari sampel hasil *sintering* 1200 °C, sebelum diberi perlakuan panas. Fasa yang muncul adalah fasa NiAl dengan struktur CsCl (JCPDS 44-1188 th.1992), yaitu struktur kristal kubus sederhana dengan atom Ni mengisi posisi tengah kubus, dan Al menempati titik-titik sudut kubus.

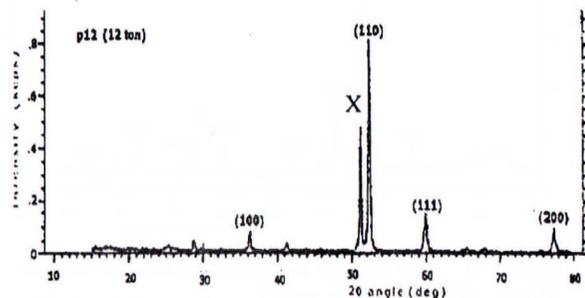


Gambar 3. Foto-foto A , B , C adalah sampel NiAl setelah diquench dan diaging

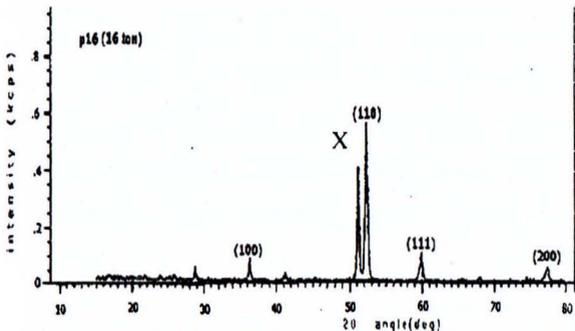
Pola difraksi sinar-X dari cuplikan NiAl setelah *quenching* dan *aging* ditunjukkan pada Gambar 7, Gambar 8 dan Gambar 9.



Gambar 4. Pola difraksi dari sampel dengan tekanan 10 ton sebelum perlakuan panas.

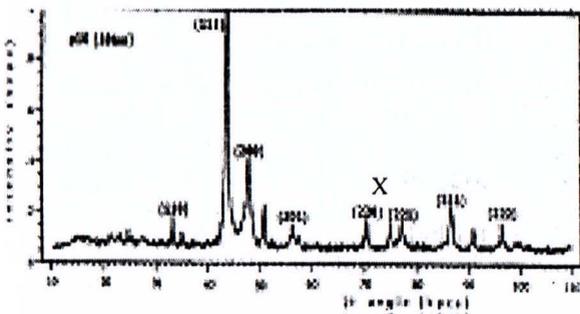


Gambar 5. Pola difraksi dari sampel dengan tekanan 12 ton sebelum perlakuan panas

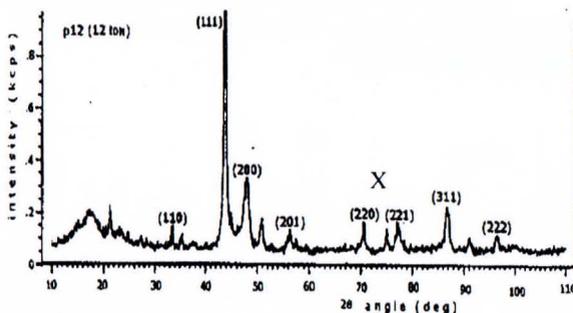


Gambar 6. Pola difraksi dari sampel dengan tekanan 16 ton sebelum perlakuan panas. X = Al_2O_3

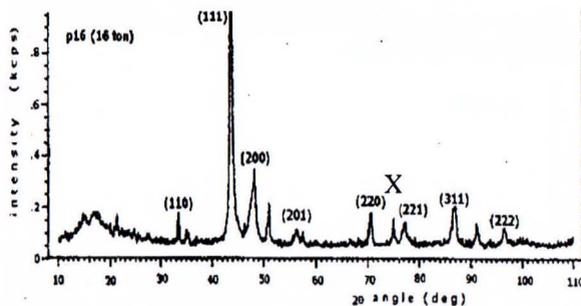
Puncak lain yang juga tampak pada pola difraksi tersebut adalah oksida nikel dan aluminium, hal ini disebabkan unsur Al dan Ni merupakan paduan yang sangat reaktif terhadap oksigen, sehingga terjadinya Al_2O_3 dan NiO sangat sulit untuk dihindari. Pola difraksi ini selanjutnya di analisis dengan menggunakan



Gambar 7. Pola difraksi untuk sampel dengan tekanan 10 tons, setelah perlakuan panas.



Gambar 8. Pola difraksi untuk sampel dengan tekanan 12 tons, setelah perlakuan panas



Gambar 9. Pola difraksi untuk sampel dengan tekanan 16 tons, setelah perlakuan panas

metoda manual *Hannawalt* (JCPDS, 21-0008, Th.1968) Hasil analisis menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk merupakan fasa *martensit* NiAl dengan sistem kristal fct yang mengandung struktur kembar (*twinning*), fasa ini merupakan transformasi fasa dari fasa induk yang tidak stabil, kondisi yang tidak stabil inilah yang memungkinkan sifat ingat bentuk dapat muncul pada paduan intermetalik NiAl. Gejala ini menunjukkan bahwa paduan NiAl dapat bersifat *shape memory* pada komposisi 62-64 persen atom Ni (Otsuka & Shimizu, 1986). Dalam makalah ini paduan NiAl dibuat dengan metoda metalurgi serbuk dengan komposisi 63 %atom Ni, untuk mengkonfirmasi komposisi paduan NiAl hasil dari proses *sintering* digunakan WDS.

KESIMPULAN

Paduan Logam NiAl dengan komposisi 63% telah dapat dibuat dengan teknik metalurgi serbuk, variasi tekanan 10 ton, 12 ton dan 16 ton hanya berpengaruh pada strukturmikro sampel hasil *sintering*, tapi variasi tekanan tersebut tidak berpengaruh pada strukturmikro dan pola difraksi setelah di *quench* dan di *aging*. Setelah di *quench* pada suhu 1200 °C paduan NiAl membentuk *martensit* dengan struktur kristal FCT. Terbentuknya paduan NiAl fasa α dengan sistem kristal CsCL, adanya transformasi fasa dari *austenit* ke *martensit*, perubahan struktur kristal NiAl dari CsCl ke FCT, dan adanya struktur kembar menunjukkan bahwa paduan logam intermetalik NiAl pada fasa- α adalah termasuk sebagai material *shape memory alloys* (paduan ingat bentuk).

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. AFKRIL, B. Pembuatan Paduan Logam Cu-Zn sebagai Basis Paduan Ingat Bentuk dengan Teknik Metalurgi Serbuk. *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Hasanudin, Makasar. (1997)
- [2]. ANDYANA, D. *Teknologi Paduan Logam Shape Memory dan Penerapannya untuk Industri*, Kongres Ilmu Pengetahuan Nasional IV, Jakarta, (1986)
- [3]. ASM Handbook, *Properties and SeicciMii Non Ferrous Alloys' Special Pub.Material, 2*, The Material Information Society, USA, (1992)
- [4]. CULLITY. B.D. *Element of X-ray Diffraction, 2nd Edition*, Addison-Wesley Publishing Company Inc. Massachusetts, (1977)

- [5]. LU.L, LAI. M and ZHANG, S. Preparation Copper Based Shape Memory Alloy by Mechanical Alloying Technique, *Material Science and Technology*, **10** (319) (1994)
- [6]. MASSALSKI, THADDEUS B. *Binary Alloy Phase Diagram*, **2**, 2Edition. The Material Information Society. USA, (1992)
- [7]. JCPDS **21 – 0008** (1962)
- [8]. JCPDS **44 – 1188** th. (1992)