

REAKTIFITAS SERBUK LOGAM KELOMPOK (Fe Ni, Co) TERHADAP SERBUK TiN DAN TiN_{1-x} YANG DIREAKSIKAN DENGAN METODA LASER MELTING

Salim Mustofa¹ dan Yasuhiro Tsugita²

¹P3IB - BATAN, Kawasan PUSPIPTEK Serpong 15314

²Sumitomo Metal Mining Industry, Co., Niihama, JAPAN

ABSTRAK

REAKTIFITAS SERBUK LOGAM KELOMPOK Fe (Ni, Co) TERHADAP SERBUK TiN, TiN_{1-x} YANG DIREAKSIKAN DENGAN METODA LASER MELTING. Pembuatan logam komposit dispersi partikel TiN memerlukan data yang cukup tentang reaktifitas antara logam kelompok Fe (*Ferrous Group Metal*, di bawah disingkat dengan FGM) sebagai matriks dan TiN sebagai partikel penguat. Setelah mencampur TiN dan TiN_{1-x} (TiN yang defisit Nitrogen) dan logam Ni, Co dengan volume perbandingan masing-masing 50%, dilakukan pengompakatan atas campuran tersebut. Kemudian dilakukan peleburan terhadap campuran kompak tersebut dengan laser melting dengan daya 1,2 kV untuk kemudian dianalisis morfologi permukaan komposit yang terbentuk serta struktur mikro bagian dalamnya. Pengamatan mikro dilakukan dengan mikroskop optik, sedangkan untuk phase-phase yang terbentuk dianalisis dengan Sinar X, dan untuk komposisi lengkap dari phase-phase tersebut dideterminasi dengan EPMA-EDX. Partikel-partikel TiN bereaksi dengan matrik FGM yang telah melebur akibat panas dari laser melting, sehingga mengakibatkan lapisan terluar dari partikel TiN melepaskan atom Nitrogennya menjadi gas N₂. Akibatnya adalah lapisan terluar dari partikel TiN yang telah melepaskan atom Nitrogennya, berubah menjadi Ti (Titanium) dan kemudian Titanium ini bereaksi dengan FGM membentuk *Intermetallic Compound* (IMC) seperti M₂Ti dan M₃Ti (M : Ni, Co). Tingkatan reaktifitas antara serbuk TiN, TiN_{1-x} dan FGM adalah Co lebih reaktif daripada Ni. Meskipun reaktifitas TiN_{1-x} jauh lebih tinggi bila dibandingkan dengan TiN, namun hasil eksperimen memberikan kesimpulan bahwa serbuk TiN_{1-x} pun dapat dipakai sebagai partikel penguat untuk membentuk komposit berkualitas sama dengan TiN stoikiometri.

ABSTRACT

REACTIVITY TiN AND TiN_{1-x} POWDERS VERSUS FERROUS GROUP METAL (Ni, Co) BY LASER MELTING METHOD. The fabrication of particle dispersion TiN - composite requires an understanding of the reactivity between TiN as reinforcement and Ferrous Group Metal (below written as FGM) as matrix. After mixing stoichiometric TiN and N deficient TiN_{1-x} powders and Ni, Co powders with each volume ratio 50%, we pressed the mixture using press machine. Then mixture compacts were melted by laser melting equipment. Cross section microstructures of the compacts were observed by optical microscope, various phases of the composite were identified by X-Ray diffraction, and composition various phases of the composite were determined by EPMA-EDX. TiN particles decomposed in the melt of FGM heated by laser irradiation, and free Ti without N₂ which was formed by isolating N. Consequently, Intermetallic Compound (IMC) such a M₂Ti (M : Ni, Co) were formed. The order of reactivity between TiN, TiN_{1-x} powders and FGM is Ni > Co. Although reactivity between TiN_{1-x} and FGM is more active than TiN, but N deficient TiN_{1-x} powder can be used as reinforcement for composites as well as stoichiometric TiN.

1. PENDAHULUAN

Dewasa ini kalau kita perhatikan dengan seksama, peralatan industri makin lama makin diperlukan ketahanannya terhadap lingkungan penempatannya, misalnya lingkungan dengan temperatur tinggi, oksidasi tinggi, abrasi tinggi, dan lain-lain. Agar dapat tahan terhadap lingkungan keras (*strick environment*) seperti itu, peralatan yang dibuat dari logam telah mencapai batas dan limit pemakaiannya, atau dengan kata lain sudah tidak mungkin lagi pengembangannya. Di lain pihak, untuk mengganti bahan logam tersebut dengan bahan-bahan keramik (*ceramic materials*) atau bahan-bahan

intermetalik (*intermetallic compound materials*) masih terdapat masalah pada sifat kekerasan mekaniknya (*mechanical behaviour*).

Sehubungan dengan hal tersebut, sekarang banyak dikembangkan materi baru, diantaranya adalah *Fiber Reinforcement Matrix (FRM)*, *Metal Matrix Composites (MMC)* dan *Fine Ceramic*. Selain dari itu, ada juga pengembangan materi baru dengan memadukan keramik dan logam dengan menggunakan teknik pengelasan (*laser welding methods*). Teknik pengelasan 2 bahan atau lebih yang berbeda jenisnya, teknik

penguatan permukaan materi dengan cara *PTA* (*Plasma Transfer Arc Welding*) atau pembuatan lapisan tipis di atas bahan utama dengan metoda *electron beam* atau laser, sangatlah pesat sekali perkembangannya [1].

Di antara teknik-teknik untuk mengembangkan materi baru di atas, metoda dengan menggunakan energi laser lebih unggul dan praktis.

Kelebihannya antara lain :

1. Nilai penyimpangannya kecil, dikarenakan fase dari laser sangat koheren.
2. Panjang gelombang dari sinar laser mendekati sinar gelombang tunggal.
3. Pemusatan energi ke satu titik atau satu tempat mudah dicapai.

Dengan memanfaatkan keunggulan diatas, teknik laser dapat dipakai untuk melelehkan hanya pada bagian permukaan suatu bahan tanpa memberikan pengaruh yang besar pada bagian bawah logam dasarnya. Salah satu contohnya adalah pembuatan paduan materi dengan menyebarkan secara merata serbuk *Titanium Nitride* (*TiN*) ke dalam matrik logam sehingga terbentuk paduan logam serbuk keramik. Sifat paduan yang didapat, yaitu kekerasannya, ketahanan terhadap abrasi, serta sifat-sifat fisik dan kimia yang lainnya, adalah lebih baik dari materi-materi pembentuknya. Ini adalah akibat dari penyebaran serbuk *TiN* ke dalam matrik logam. Dengan kata lain serbuk yang kita dispersikan meru pakan faktor penting dalam pembuatan paduan logam - keramik. Selain itu, pemilihan matrik pun sangat mempengaruhi juga pada karakteristik akhir paduan logam yang kita buat [2,3,4,5,6]. Tetapi sangatlah disayangkan, belum begitu banyak penelitian yang menekankan tentang tingkat reaksi antara *TiN* dengan matrik di dalam pembuatan paduan logam-keramik dengan teknik dispersi serbuk *TiN*.

Tingkat reaksi antara logam dengan *TiN* pada metoda *furnace* telah diketahui oleh banyak ahli metalurgi, yaitu sangat cepat sekali reaksinya terutama reaksi antara *TiN* dengan kelompok logam [7]. Sedangkan kalau kita memakai metoda laser, suhu yang tinggi akan diperoleh, aliran lelehan logam pun akan deras terjadi. Dari hal tersebut, dapat kita bayangkan bahwa reaksi antara matrik dan *TiN* sebagai unsur penguat akan tinggi dan berlangsung dengan cepat melebihi cara *furnace*.

Dengan latar belakang di atas, serta dengan tujuan untuk mengetahui dengan jelas reaksi antara matrik logam dengan serbuk *TiN*, dilakukanlah percobaan dengan menyinarkan laser ke atas permukaan campuran logam dan serbuk *TiN*. Setelah itu dianalisis hasil paduannya dengan melihat kondisi serta proses lelehannya, mendeteksi senyawa dan fase yang dibentuk dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (*SEM*), *Electron Probe Micro Analyzer* (*EPMA*), dan *Energy Dispersive X-Ray spectroscopy* (*EDX*).

2. TATA KERJA

2.1. Bahan

- Serbuk penguat yang dipakai ada 2 macam, yaitu :
1. Serbuk *TiN* stoikiometri yang umum dipakai di industri-industri.
 2. Serbuk *TiNi_{1-x}* (*TiN* defisit *N₂*), yang difabrikasi kan memakai metoda *Reactive Gas Atomization Process* (proses pembuatan serbuk *TiNi_{1-x}* akan dijelaskan tersendiri pada bagian 2.2.).

Sedangkan sebagai bahan matrik, dipilih 2 jenis logam kelompok Fe (*Ferrous Group Metal* : FGM) seperti dijelaskan pada table berikut ini.

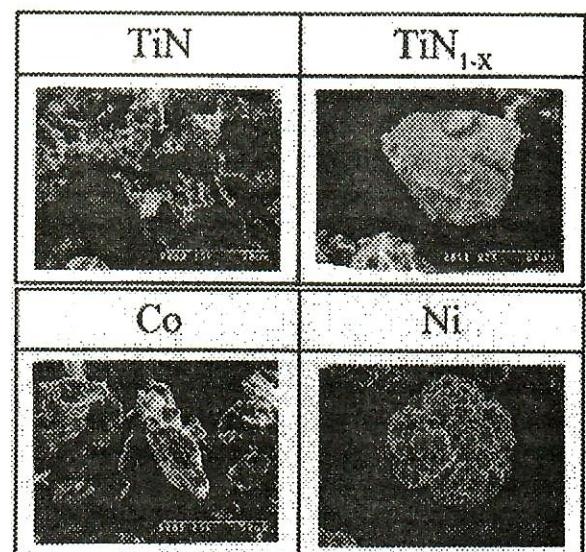
Ukuran butir serbuk sebagai bahan matrik berkisar 200 mesh ~ 325 mesh, dan tingkat kemurniaannya 99%. Hasil pengamatan mikroskopi SEM seperti dijelaskan pada Gambar 1 menunjukkan bahwa partikel *TiN* memiliki bentuk porositas, partikel *TiNi_{1-x}* memiliki bentuk *equiaxial*, partikel *Co* memiliki bentuk lonjong, dan partikel *Ni* memiliki bentuk lingkaran. Eksperimen ini dilakukan di Labarotorium Teknik Pengelasan, Fakultas Teknik Universitas Ehime kota Matsuyama Jepang.

Tabel 1.Bahan serta karakteristik matrik yang dipakai.

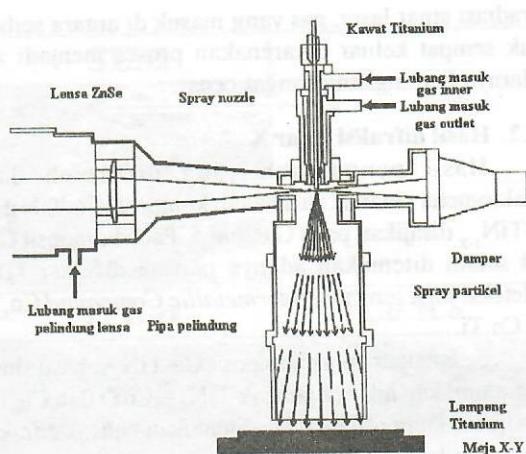
Bahan Matrik	Karakteristik
Co	Tahan suhu tinggi
Ni	Tahan suhu tinggi

2.2. Pembuatan serbuk *TiNi_{1-x}*

Serbuk *TiNi_{1-x}* difabrikasikan dari bahan kawat Titanium yang umum dipakai di industri ($\phi=0.8$ mm) dengan memakai alat seperti dijelaskan pada Gambar 2. Kawat Titanium sebagai bahan dasar diletakkan pada pintu keluar yang dipasang di bagian tengah *nozzle*, dan



Gambar 1 Ukuran dan bentuk serbuk penguat dan matrik (SEM)



Gambar 2 Skematik pembuatan serbuk penguat TiN_{1-x}

diusahakan sedemikian rupa sehingga titik fokus sinar laser tepat mengenai ujung kawat Titanium. Setelah laser ditembakkan ke ujung kawat Titanium, maka bagian ujung kawat tersebut akan meleleh. Kemudian gas Nitrogen yang disemprotkan dari *nozzle* ke ujung kawat akan bereaksi dengan kawat Titanium yang meleleh, dan kemudian akan dihasilkan tetesan lelehan. Tetesan lelehan ini kemudian ditampung di lempengan Titanium yang telah disiapkan sebelumnya di atas meja X-Y. Serbuk TiN_{1-x} diperoleh dari penghalusan serbuk yang ditampung di lempengan Titanium sampai ukuran butir serbuk 200 mesh. Syarat-syarat eksperimen dalam pemfabrikasian serbuk TiN_{1-x} tertera pada Tabel 2.

Tabel 2 :Syarat-syarat eksperimen pemfabrikasian serbuk TiN_{1-x} dari kawat Titanium.

NO.	PARAMETER	NILAI
1.	Daya laser	1.3 kW
2.	Medium gas atomizing	N_2
3.	Tekanan gas	294 kPa
4.	Medium penampung	Titanium
5.	Kecepatan perputaran	$3.0 \times 10^{-2} \text{ ms}^{-1}$

Sebelum dilakukan penembakan sinar laser, serbuk penguat dan serbuk bahan matrik dicampur dengan fraksi volume masing-masing sebesar 50%. Setelah dicampur, dihaluskan dan diaduk sampai merata, campuran serbuk tersebut dikompak dengan mesin press.

2.3. Pembentukan komposit

Alat percobaan iradiasi laser yang dipakai pada pembuatan komposit tersusun atas bagian penghasil laser jenis gas CO_2 dengan mode tunggal (Tipe ELA-1501, buatan Daihen dengan maksimum output 1,4 kW) meja X-Y untuk menggerakkan campuran kompak, dan chamber sederhana untuk mencegah oksidasi sampel pada waktu proses iradiasi sinar laser.

2.3.1. Syarat-syarat iradiasi laser

Proses pembuatan komposit dilakukan dengan menembakkan iradiasi sinar laser ke kompak campuran serbuk penguat dan bahan matrik yang diletakkan di atas meja X-Y.

2.3.2. Metoda Karakterisasi

Untuk mengetahui tingkat reaksi antara partikel penguat dengan partikel matrik, komposit yang dihasilkan kemudian tampilan luarnya diamati secara makroskopi dengan mata. Dilakukan juga pengamatan secara mikroskopi dengan mikroskop optik dan SEM pada bagian dalam komposit setelah komposit tersebut dipotong melintang. Sebelum pengamatan dengan mikroskop optik dan SEM, komposit yang sudah dipotong melintang dicampur dengan bahan pasta silikon untuk kemudian dipadatkan. Hasil padatan ini kemudian digosok bagian permukaan yang akan diamati dengan amplas sampai No. #1500, lalu berikutnya dengan serbuk alumina (ukuran 1 μm dan 0.05 μm).

Tabel 3. Syarat-syarat penembakan sinar laser pada pembuatan komposit.

NO.	PARAMETER	NILAI
1.	Daya laser	1.3 kW
2.	Medium gas atomizing	N_2
3.	Tekanan gas	294 kPa
4.	Medium penampung	Titanium
5.	Kecepatan perputaran	$3.0 \times 10^{-2} \text{ ms}^{-1}$

Pengamatan fasa-fasa yang terbentuk secara dengan SEM terhadap sampel dilakukan setelah dilakukan pengkorosian sampel dengan syarat sebagai berikut :

Analisis secara proporsional elemen-elemen yang terkandung di dalam masing-masing komposit dilakukan secara analisis titik terhadap komposit dengan alat *Energy Dispersive X-Ray* (EDX), dan secara analisis area terhadap komposit dengan alat *Electro Probe Micro Analyzer* (EPMA). Sampel komposit yang diamati dengan EDX dan EPMA adalah sampel yang sama dengan yang diamati dengan SEM.

Pendektesian terhadap fasa-fasa yang dihasilkan di dalam bahan komposit juga dilakukan dengan metoda pengamatan difraksi sinar x (Jenis RAD-IIA, buatan Rigaku Denki). Target yang dipakai Cu, dengan tegangan 30kV.

Tabel 4 : Larutan korosi serta ukurannya

Komposit	Larutan korosi
Co-TiN	10% CrO_2 liquid
Co-TiN _{1-x}	10% CrO_2 liquid
Ni-TiN	18% NH_4SO_3
Ni-TiN _{1-x}	18% NH_4SO_3

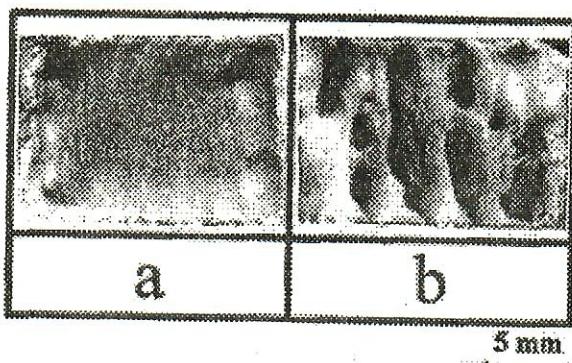
Fasa-fasa hasil deteksi sinar X kemudian dicocokkan dengan kartu ASTM dan JCPDS untuk diselidiki kebenaran fasa-fasa tersebut.

Tingkat kekerasan partikel dan matriks pada komposit dilakukan dengan menggunakan alat tes uji kekerasan knoop. Syarat-syarat yang dipakai adalah tekanan sebesar 0,098 N dan 0,147 N, lama penekanan 15 detik, dan diadakan pengambilan data di 10 titik.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Komposit Co-TiN dan Co-TiN_{1-x}

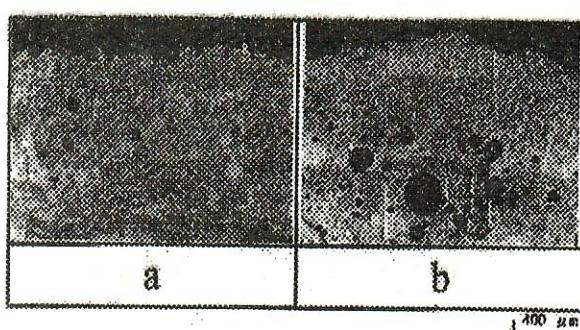
Dari Gambar 3 tampak jelas bahwa pada bahan komposit TiN-Co, bentuk permukaannya bagus kalau kita bandingkan dengan bahan komposit TiN_{1-x}-Co, dimana memiliki bentuk yang sangat bergelombang dan berlubang.



Gambar 3 Bentuk makro komposit (a) Co-TiN dan (b) Co-TiN_{1-x}

3.1.1. Strukturmikro

Struktur mikro dari bahan komposit Co-TiN, seperti disajikan pada Gambar 4, walaupun ditemukan sedikit lubang (*blow hole*) dan retak akibat proses penyusutan, namun secara global tersusun atas partikel yang tersebar merata di dalam matriks. Hasil yang sama juga diperoleh pada bahan komposit Co-TiN_{1-x}. Lubang yang nampak pada penampang melintang baik pada bahan komposit Co-TiN maupun Co-TiN_{1-x} terbentuk karena pada waktu serbuk campuran meleleh akibat



Gambar 4 Struktur mikro komposit (a) Co-TiN dan (b) Co-TiN_{1-x} dengan Mikroskop Optik

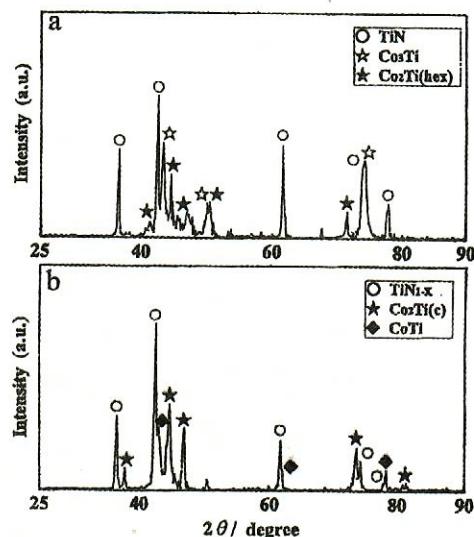
diiradiasi sinar laser, gas yang masuk di antara serbuk tidak sempat keluar dikarenakan proses menjadi zat padatnya berlangsung sangat cepat.

3.1.2. Hasil difraksi sinar X

Hasil pengukuran yang diperoleh dari difraktometer sinar-X dari bahan komposit Co-TiN dan Co-TiN_{1-x} disajikan pada Gambar 5. Pada komposit Co-TiN selain ditemukan adanya puncak difraksi TiN, terdeteksi juga senyawa *Intermetallic Compound* Co₃Ti dan Co₂Ti.

Sedangkan untuk komposit Co-TiN_{1-x}, hasil sinar x menunjukkan adanya puncak TiN_{1-x}, Co₃Ti dan Co₂Ti. Pada kedua komposit ini tidak ditemukan puncak difraksi logam matriks Co.

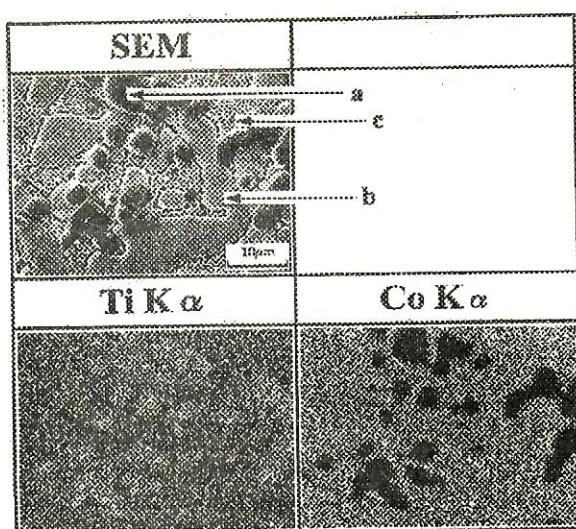
Oleh karena itu, dari hasil XRD ini, dapat diperoleh hipotesa bahwa partikel TiN dan TiN_{1-x} bereaksi bagus dengan Co. Ini ditandai dengan ditemukannya puncak difraksi senyawa *Intermetallic Compound*. Juga karena *Intermetallic Compound* yang terdeteksi pada TiN_{1-x} bila dibandingkan dengan TiN kaya akan Ti, maka bisa diketahui juga kalau reaksi TiN_{1-x} terhadap Co lebih tinggi dari TiN.



Gambar 5 Hasil XRD komposit (a) Co-TiN dan (b) Co-TiN_{1-x}

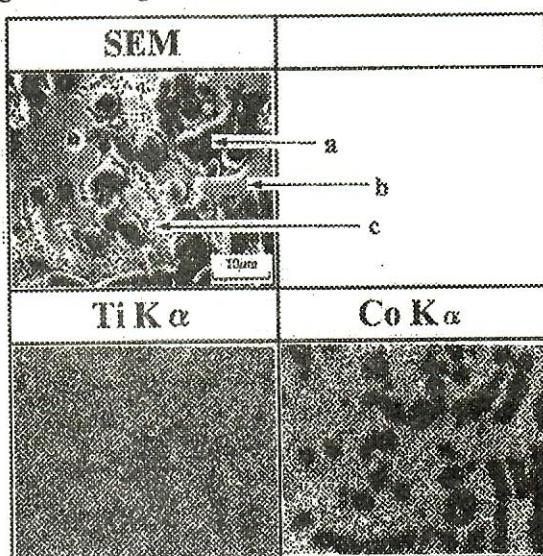
3.1.3. Hasil analisis SEM dan EPMA

Seperti yang dijelaskan pada Gambar 6, komposit Co-TiN tersusun atas bagian berbentuk bulat (partikel) yang mengandung bintik-bintik hitam (bagian a) dan bagian matriks (bagian b dan bagian c). Hasil ini mendukung hasil pengamatan dengan menggunakan mikroskop optik. Menurut analisis pengamatan dengan EPMA, komposisi fase bagian a hanya terdiri atas Ti yang memiliki nilai kekerasan knoop diatas 2000 HK. Sedangkan bagian b dan bagian c (matriks sekitar partikel) komposisinya tersusun atas banyak Co dan sedikit Ti yang memiliki nilai kekerasan knoop kurang lebih 600-800 HK.



Gambar 6 Komposisi bahan komposit Co-TiN dengan EPMA

Gambar 7 menunjukkan hasil pengamatan fasa dengan SEM dari bahan komposit Co-TiN_{1-x} . Komposisi fasa bahan komposit jenis ini, sama dengan bahan komposit Co-TiN, tersusun atas 3 fasa yaitu bagian berbentuk partikel yang diberi tanda a dan bagian matriks yang diberi tanda b dan c. Dari hasil EPMA diketahui kalau bagian a tersusun atas Ti, bagian b dan bagian c kaya akan Co dan sedikit Ti. Sedangkan nilai kekerasannya, bagian a memiliki nilai lebih dari 2000 HK bagian b dan bagian c sekitar 800 - 1000 HK.



Gambar 7 Komposisi bahan komposit Co-TiN_{1-x} dengan EPMA

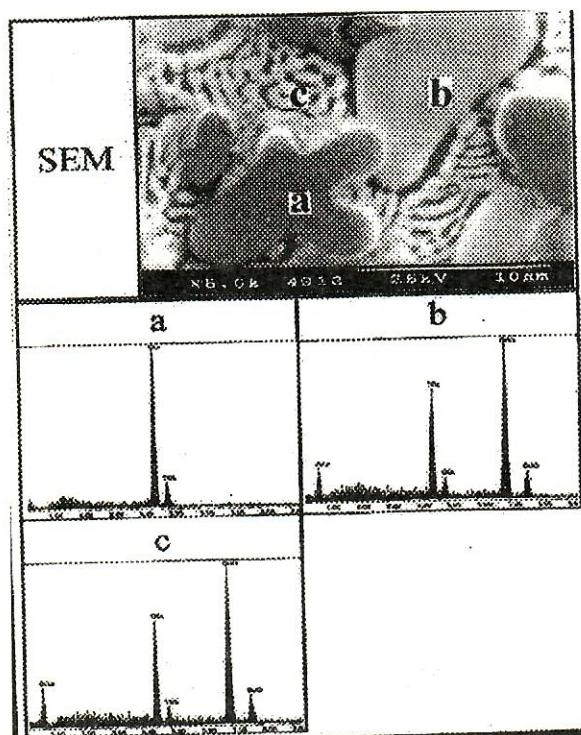
Dari hasil pengamatan fasa dengan SEM, analisis dengan EPMA dan uji kekerasan dengan knoope, dapat disimpulkan sebagai berikut:

- Partikel yang ada di dalam bahan komposit Co-TiN dan Co-TiN_{1-x} adalah partikel penguat TiN yang tidak mengalami pelelehan, karena bagian partikel ini hanya tersusun atas Ti (hasil EPMA) dan memiliki nilai kekerasan sepadan dengan TiN[8].

- Bentuk partikel dari komposit Co-TiN_{1-x} cukup kecil diameternya bila dibandingkan dengan komposit Co-TiN, sehingga dapat disimpulkan kalau TiN_{1-x} bereaksi lebih baik daripada TiN.

3.1.4. Hasil analisis EDX

Guna lebih memperkuat hasil pengamatan fasa SEM dan analisis EPMA dilakukan analisis spot dengan EDX yang hasilnya disajikan pada Gambar 8. Hasil dari bahan komposit Co-TiN, bagian a tidak mengandung Co dan hanya mengandung Ti. Bagian b mengandung Ti 28 at% dan Co 72 at%, bagian c mengandung Ti 21 at% dan Co 79 at%. Kalau nilai-nilai ini kita plotkan pada diagram 2 fasa Co-Ti (gambar 10), maka bagian a adalah Ti, bagian b adalah Co_2Ti (hexagonal), dan bagian c adalah Co_3Ti .



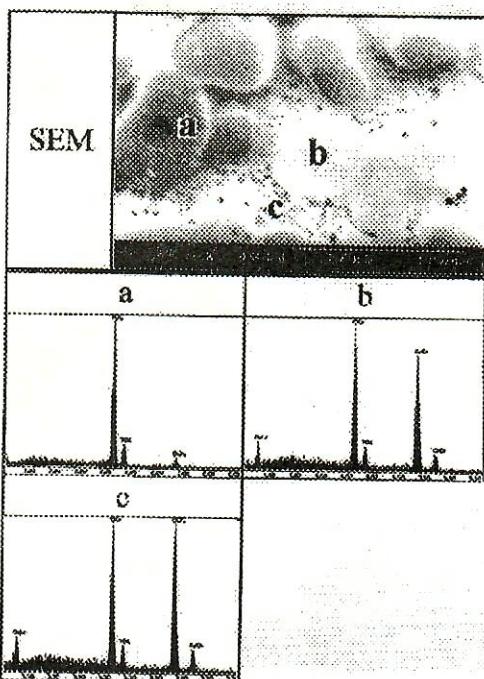
Gambar 8 Hasil spot analisis EDX bahan komposit Co-TiN

Hasil dari bahan komposit Co-TiN_{1-x} (Gambar 9) menunjukkan bahwa bagian a mengandung Ti hampir 100 at%, bagian b mengandung Co 60 at% dan Ti 40 at%, bagian c mengandung Co 65 at% dan Ti 35 at%.

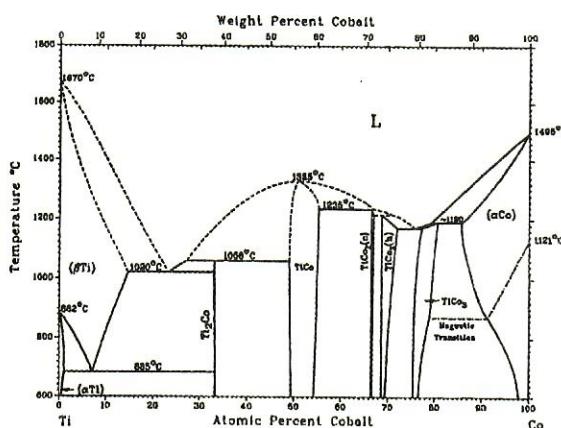
Kalau kita plotkan pada diagram 2 fasa Co-Ti (Gambar 10), maka akan kita ketahui kalau bagian a adalah Ti, bagian b adalah CoTi dan bagian c adalah Co_2Ti .

Dari hasil analisis spot EDX, serta dengan memperhatikan hasil uji kekerasan knoope, maka akan diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

- Bagian a baik pada bahan komposit Co-TiN maupun pada Co-TiN_{1-x} merupakan partikel penguat TiN. Sedangkan bagian matrik (bagian b dan c) adalah senyawa *Intermetallic Compound* CoTi , Co_2Ti dan Co_3Ti .



Gambar 9 Hasil spot analisis EDX bahan komposit Co-TiN_{1-x}



Gambar 10. Diagram 2 fasa Co-Ti

- b. Tingkat reaktifitas TiN dan TiN_{1-x} terhadap Co adalah lebih tinggi TiN_{1-x} jika dilihat dari persentase Ti pada senyawa *Intermetallic Compound* yang terbentuk pada komposit Co-Ti dan Co-TiN_{1-x}.

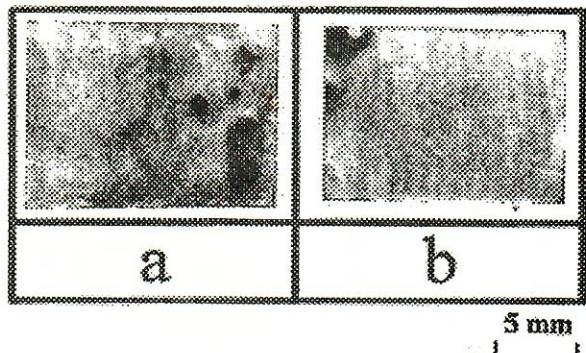
3.2. Komposit Ni-TiN dan Ni-TiN_{1-x}

Tampilan luar dari bahan komposit berbasis Ni yang diperkuat dengan partikel penguat TiN (disingkat dengan bahan komposit Ni-TiN), seperti tampak jelas terlihat pada Gambar 11, mengandung sedikit lubang.

Sedangkan untuk bahan komposit Ni-TiN_{1-x}, walaupun hanya ditemukan sedikit lubang jika dibandingkan dengan bahan komposit Ni-TiN, namun memiliki bentuk tampilan luar yang bagus.

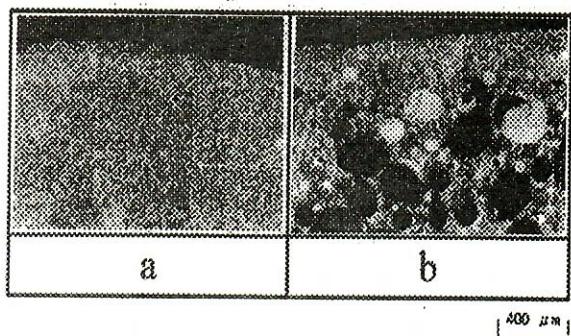
3.2.1. Pengamatan dengan mikroskop optik

Kalau kita perhatikan Gambar 12, maka pada komposit Ni-TiN tidak ditemukan lubang (*blow hole*) ataupun retak akibat penyusutan. Bagian yang kemungkinannya partikel tersebar secara merata di dalam matrik.



Gambar 11. Bentuk makro komposit (a) Ni-TiN dan (b) Ni-TiN_{1-x}

Sedangkan struktur komposit Ni-TiN_{1-x}, seperti dijelaskan di Gambar 12, tersusun atas partikel yang tersebar secara merata di dalam matrik. Juga ditemukan banyak lubang (*blow hole*) bila dibandingkan dengan komposit Ni-TiN. Sehingga dapat ditarik suatu hipotesa, kalau komposit Ni-TiN dan Ni-TiN_{1-x} berstruktur khas seperti komposit bentuk dispersi partikel pada umumnya.



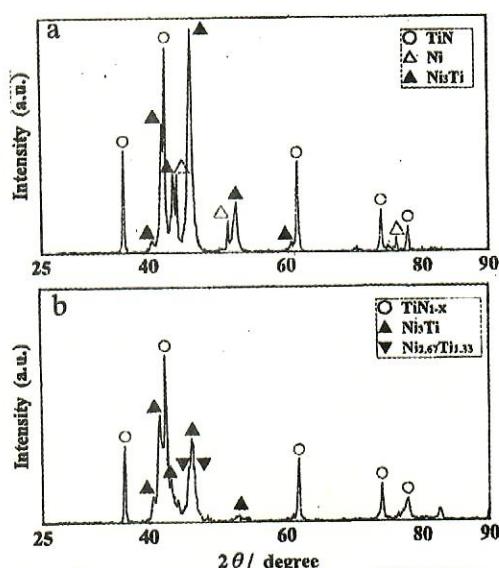
Gambar 12. Struktur mikro komposit (a) Ni-TiN dan (b) Ni-TiN_{1-x} dengan Mikroskop Optik

3.2.2. Hasil difraksi sinar X

Hasil analisis sinar x dari komposit Ni-TiN, seperti dijelaskan pada Gambar 13, menunjukkan adanya puncak difraksi TiN dan puncak difraksi senyawa *Intermetallic Compound* Ni₃Ti yang terbentuk akibat reaksi antara Ti dan Ni serta puncak difraksi Ni.

Sedangkan untuk komposit Ni-TiN_{1-x}, puncak difraksi yang terdeteksi adalah TiN_{1-x}, *Intermetallic Compound* Ni₃Ti dan Ni_{2.67}Ti_{1.33}. Puncak difraksi dari matrik Ni tidak ditemukan.

Dari hasil di atas, maka diketahui kalau TiN dan TiN_{1-x} bereaksi dengan Ni. Juga, karena pada komposit Ni-TiN_{1-x} terdeteksi senyawa *Intermetallic Compound* yang *rich* Ti, maka reaksi TiN_{1-x} terhadap Ni lebih bagus dibandingkan dengan TiN.

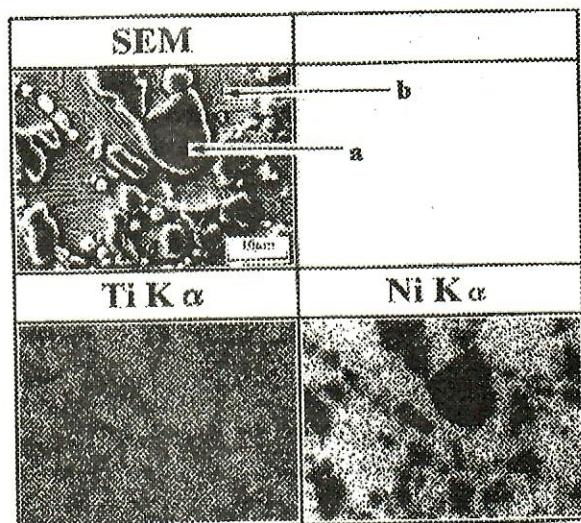


Gambar 13. Hasil XRD komposit (a) Ni-TiN dan (b) Ni-TiN_{1-x}

3.2.3. Hasil analisis SEM dan EPMA

Komposisi fase di sekitar partikel dari komposit Ni-TiN, tersusun atas 2 bagian yaitu, bagian yang berbentuk partikel yang mengandung sedikit bintik-bintik hitam pada Gambar 14 (bagian a) dan bagian yang berbentuk jarum yang merupakan fase campuran (bagian b). Dari hasil analisis komposisi dengan EPMA diketahui kalau bagian kaya Ti, bagian b terdiri atas sedikit Ti dan mayoritas Ni. Sedangkan nilai kekerasan knoope dari bagian a adalah di atas 2000 HK, bagian b adalah 540 HK.

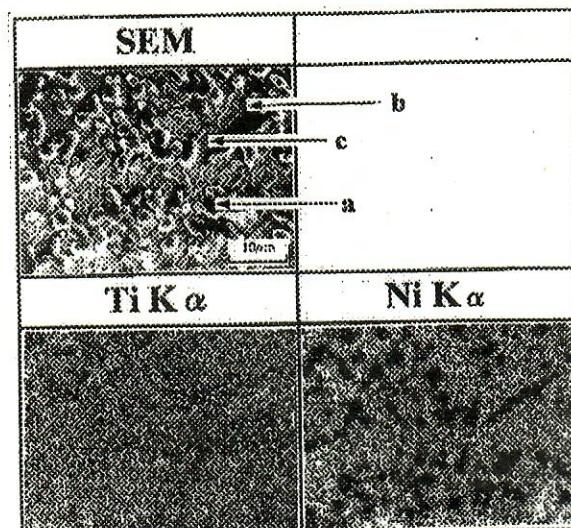
Sedangkan untuk bahan komposit seperti pada gambar 15, Ni-TiN_{1-x}, berbeda dengan Ni-TiN, tersusun atas 3 fasa yaitu bagian berbentuk partikel (bagian a), bagian berbentuk memanjang (bagian b) dan bagian fasa campuran (bagian c). Selain dari itu, bila dibandingkan dengan komposit Ni-TiN, partikel dari komposit Ni-TiN_{1-x}



Gambar 14. Komposisi bahan komposit Ni-TiN dengan EPMA

cukup tersebar secara merata dan padat di dalam matriks. Nilai kekerasan bagian a adalah di atas 2000 HK, bagian b dan bagian c menghasilkan nilai kekerasan knoope 900 HK.

Dari hasil pengamatan SEM, analisis EPMA, dan hasil difraksi sinar X serta dengan meninjau hasil uji kekerasan knoope, maka dapat disimpulkan sementara kalau bagian berbentuk partikel (bagian a dari Gambar 14 dan 15) pada bahan komposit Ni-TiN dan Ni-TiN_{1-x} adalah TiN. Dari pengamatan SEM diketahui kalau bagian partikel ini hanya tersusun atas Ti, sehingga dapat dikatakan juga kalau bagian partikel ini adalah partikel penguat TiN yang tidak mengalami proses pelelehan pada waktu proses iradiasi sinar laser.



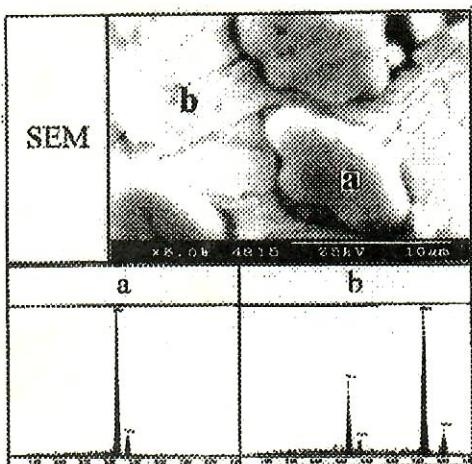
Gambar 15. Komposisi bahan komposit Ni-TiN_{1-x} dengan EPMA

3.2.4. Hasil analisis EDX

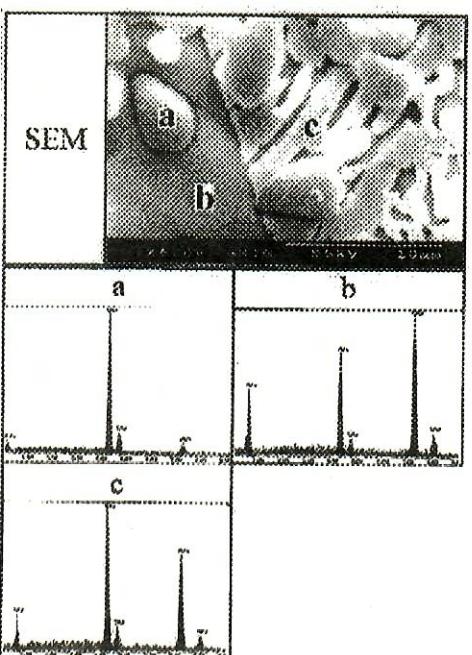
Gambar 16 menyajikan hasil pengukuran spot analisis bagian a dan b masing-masing dari Gambar 14 dari bahan komposit Ni-TiN. Titik a mempunyai kandungan Ti 100 at%, sedangkan titik b mengandung Ni 82 at% & Ti 18 at%. Kalau kita plot-kan nilai-nilai ini pada diagram 2 fasa Ni-Ti (Gambar 18) maka akan kita ketahui kalau bagian a adalah Ti, bagian b adalah campuran fasa antara senyawa *intermetallic compound* Ni₃Ti dan matriks Ni.

Sedangkan untuk bahan komposit Ni-TiN_{1-x} seperti pada Gambar 17, bagian berbentuk partikel (bagian a) mengandung Ti 93 at% dan Ni 7 at%. Bagian b mengandung Ni 73 at% dan Ti 27 at%. Sedangkan bagian yang diberi tanda c mengandung Ni 54 at% dan Ti 46 at%. Kalau kita plot-kan nilai a, b dan c ini ke diagram fasa Ni-Ti (Gambar 18), maka akan kita ketahui kalau bagian a adalah Ti, bagian b adalah *intermetallic compound* Ni₃Ti, serta bagian c adalah NiTi.

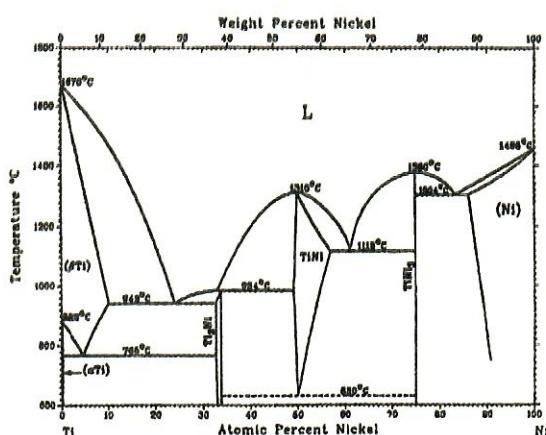
Dari hasil analisis spot EDX dan uji kekerasan knoope di atas, serta dengan memperhatikan hasil difraksi sinar X, walaupun kandungan nitrogen tidak terdeteksi,



Gambar 16. Hasil spot analisis EDX bahan komposit Ni-TiN



Gambar 17. Hasil spot analisis EDX bahan komposit Ni-TiN_{1-x}



Gambar 18. Diagram 2 fasa Ni-Ti

namun dapat disimpulkan kalau bagian a dari bahan komposit Ni-TiN dan Ni-TiN_{1-x} tidak lain adalah partikel penguat TiN. Sedangkan bagian matrik berwarna putih yang nampak terlihat dari pengamatan mikroskop optik adalah a) untuk komposit Ni-Ti tersusun atas 1 fasa saja, yaitu campuran fasa senyawa *intermetallic compound* Ni₃Ti dan matrik Ni, b) untuk komposit Ni-TiN_{1-x} tersusun atas senyawa *intermetallic compound* Ni₃Ti dan NiTi.

Pada metoda *casting* yang umum tingkat kecepatan pendinginan adalah di bawah 10 K s⁻¹, sedangkan pada metoda iradiasi sinar laser ini kecepatan pendinginannya sangat cepat yaitu lebih dari 10⁸ K s⁻¹[9]. Dengan mengecilnya ukuran partikel penguat, fasa-fasa yang terbentuk juga semakin mikro ukurannya. Hal ini mengakibatkan munculnya fasa-fasa yang semi stabil, sehingga sifat-sifat bahan yang tidak mungkin terbentuk pada metoda *casting* akan bisa diperoleh[10,11,12] melalui metoda iradiasi sinar laser. Inilah yang menjadi alasan mengapa pada bahan komposit Ni-TiN dan Ni-TiN_{1-x} serta bahan komposit Co-TiN dan Co-TiN_{1-x} ukuran partikel penguat sangat kecil dan tersebar dengan merata di dalam matrik sehingga dapat lebih memperkuat kekerasan matrik itu sendiri.

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil percobaan yang didapat dari penelitian ini, maka kesimpulan yang dapat diambil adalah sebagai berikut :

1. Pada Co-TiN dan Co-TiN_{1-x}, komponen komposit tersusun atas partikel TiN dan *intermetallic compound* Co-Ti. Sehingga dapat diperkirakan, tingkat reaksi antara TiN dan TiN_{1-x} dengan Co cukup tinggi.
2. Pada Ni-TiN dan Ni-TiN_{1-x}, komponen komposit tersusun atas partikel TiN dan *intermetallic compound* Ni-Ti. Hasil ini menunjukkan bahwa sama dengan logam Co, pada logam Ni tingkat reaksinya diperkirakan cukup tinggi pula walaupun tidak sekuat logam Co.
3. Dengan memperhatikan hasil-hasil analisis dari masing-masing komposit serta hasil dari Fe dan Cr pada penelitian sebelumnya[12], maka urutan tingkatan reaksi masing-masing logam dengan partikel TiN adalah sebagai berikut :

$$\text{Co} > \text{Ni} > \text{Fe} > \text{Cr}$$

5. UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini terlaksana atas biaya dari Laboratori Functionally Materials, Universitas Ehime serta dari kerjasama dengan Sumitomo Metal Mining Industry, Co.. Terima kasih kami sampaikan kepada Prof. Takao Araki selaku dosen pembimbing serta Dr. Minoru Nishida

selaku asosiate profesor dan juga Dr. Yasuhiro Tsugita atas bimbingan serta saran-saran yang diberikan dalam penyelesaian penelitian ini.

6. DAFTAR PUSTAKA

- [1]. K. NAKAI, N. MASAIE, *Journal of the Japan Welding Society*, 1988, **57**, (2), 70.
- [2]. I. SHIOTA, *Tetsu to Hagane*, 1989, **75**, (8), 1448.
- [3]. T. SHINODA, *Bulletin of the Japan Institute of Metals*, 1991, **30**, (3), 931.
- [4]. K. KUROKAWA, *Bulletin of the Japan Institute of Metals*, 1990, **29**, (11), 931.
- [5]. T. OKAMOTO, *Bulletin of the Japan Institute of Metals*, 1990, **29**, (11), 939
- [6]. T. OKI, etc., *Bulletin of the Japan Institute of Metals*, 1989, **28**, (4), 285
- [7]. Fine Ceramics Dictionary Editing Committee, *Fine Ceramics Dictionary*, Gihodo Publishing Co. Ltd., (1987)p. 536 American Standard of Testing Materials, ASTM Card
- [8]. JAPAN INSTITUTE OF METALS, "Materials volume - Casting Solidification", Edited by Japan Institute of Metals, 275, 1992, Japan, Maruzen Publishing Co. Ltd.
- [9]. T. ARAKI, I. OHNAKA, "Fusion and Solidification Remove Processing", 235, 1987, Corona Publishing Co. Ltd.
- [10]. O. MEGUMI, M. MORIYASU, *Plastic Working*, 1986, (27), 904
- [11]. Y. ITO, H. SAKAI, Y. ICHINOSE, *Journal of Japan Institute of Metals*, 1990, **54**, (11), 1293-1294
- [12]. SALIM MUSTOFA, etc, Prosiding Seminar Sehari Mikroskopi dan Mikroanalisis, (1998)