

PENGARUH WAKTU PENGADUKAN TERHADAP UKURAN KRISTALIT DAN HAMBATAN JENIS AL-TI MENGGUNAKAN TEKNIK PEMADUAN MEKANIK

Adolf Asih Supriyanto

Lab Fisika, Prodi Teknik Mekatronika, Politeknik Enjineri Indorama Purwakarta
E-mail: adolf@pei.ac.id

ABSTRAK--Pengaruh waktu pengadukan terhadap ukuran kristalit dan hambatan jenis Al-Ti telah dijalankan menggunakan pemaduan mekanik. Serbuk aluminium dan titanium dicampur melalui teknik pemaduan mekanik menggunakan bola stainless steel didalam lingkungan gas argon dengan waktu pengadukan sampai 30 jam. Planetari model Fritsch Pulverisette-5 dengan kecepatan 360 putaran per menit digunakan sebagai alat pemaduan dan asam stearik digunakan sebagai bahan untuk mengawal selama proses pencampuran. Bola stainless steel yang digunakan berdiameter 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. Sedangkan perubahan hambatan jenis diamati dengan menggunakan Hand-Held Eddy Current Conductivity Meter. Hasil yang diperoleh menggunakan XRD menunjukkan bahwa puncak-puncak Ti semakin menghilang dengan bertambahnya waktu pengadukan, yang menunjukkan bahwa telah terbentuk proses paduan dimana atom Ti masuk ke dalam matrik Al. Ukuran kristalit paduan Al-Ti yang diperoleh semakin menurun dengan bertambahnya waktu pengadukan. Hasil SEM menunjukkan bahwa nanokristalit yang dihasilkan adalah paduan biner Al-Ti. Hasil yang diperoleh menggunakan Hand-Held Eddy Current Conductivity Meter menunjukkan bahwa hambatan jenis paduan Al-Ti semakin meningkat dengan bertambahnya waktu pengadukan.

Kata kunci: ukuran kristalit, hambatan jenis, Al-10%bt.Ti, pemaduan mekanik, asam stearik

Abstract--Effect of milling time to electrical resistivity of Al-Ti using mechanical alloying method have been done. Aluminium and titanium powders were mixed by mechanical alloying method 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). Ball mill size of 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 disappear with the increasing of milling time, which indicates the forming alloying of Ti atoms in the Al matrix. The crystallite size of Al-Ti obtained decrease with increasing milling time. The SEM results confirmed that the nanocrystalline produced were binary alloy of Al-Ti. The Hand-Held Eddy Current Conductivity Meter results showed that the electrical resistivity increase with increasing milling time.

Keywords: crystallite size, electrical resistivity, Al-10wt%Ti, mechanical alloying, stearic acid

1. PENDAHULUAN

Aluminium merupakan salah satu bahan logam ringan yang memiliki sifat-sifat agak lunak, mulur dan tidak kuat, sehingga penggunaan bahan aluminium menjadi sangat terbatas. Namun aluminium dapat diperbaiki sifat fisik ataupun mekaniknya melalui paduannya dengan logam lain. Beberapa logam lain yang biasa dipadu dengan aluminium antara lain Fe, Mg, Si dan Ti (Zhan, Z., dkk., 2006; Fan, G.J., dkk., 2006; Dahle, A.K., dkk., 2005; Li, X., dkk., 2007). Salah satu dari logam tersebut yang paling populer adalah titanium (Li, X., dkk., 2007). Paduan Al-Ti telah dikenali sebagai salah satu bahan yang sangat prospektif yang digunakan dalam industri luar angkasa dan permesinan (Xiaoying Zhu dkk., 2006). Disamping itu, paduan Al-Ti dapat diaplikasikan pada suhu tinggi karena paduan ini antara lain memiliki ciri-ciri densitas yang rendah,

titik lebur yang tinggi dan tahan terhadap korosi (Lauer, St., dkk., 2002; Calderon, H.A., dkk., 2001).

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

menghaluskan ukuran butiran (Bonastre, J., dkk., 2007).

Teknik pelarutan padat dengan bola pepadu bertenaga tinggi telah banyak digunakan untuk mensintesis berbagai senyawa paduan logam (Angelo L. D., dkk., 2007; Enayati M. H., dkk., 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., dkk., 2006). Asam stearik adalah bahan pelicin yang paling sering digunakan.

Dalam penelitian ini digunakan teknik pemaduan mekanik dan bahan pelicin asam stearik untuk memperoleh paduan Al-Ti. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh waktu pengadukan terhadap perubahan ukuran kristalit dan hambatan jenis paduan Al-Ti. Untuk itu paduan yang dihasilkan kemudian dilakukan karakterisasi dengan menggunakan XRD, SEM dan EDX sedangkan pengukuran hambatan jenis menggunakan *Hand-Held Eddy Current Conductivity Meter*.

2. METODE PENELITIAN

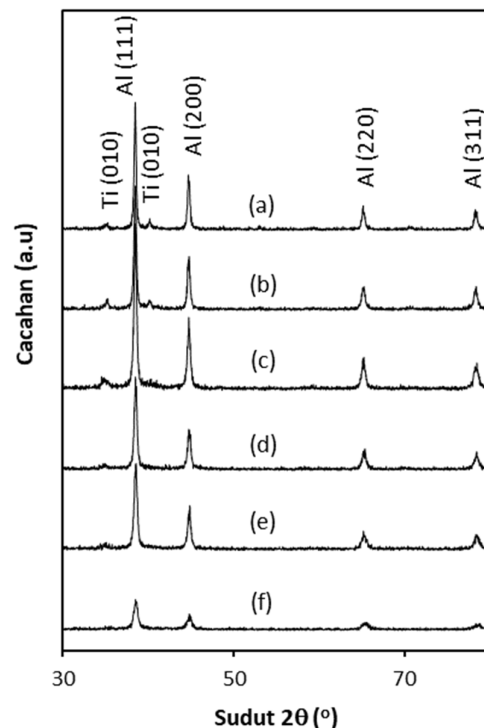
Dalam penelitian ini digunakan serbuk aluminium (kemurnian 99%, ukuran serbuk 71 μ m) dan titanium (kemurnian 99.5 %, ukuran serbuk 60 μ m). Kedua serbuk tersebut ditimbang dan dicampur dengan komposisi Al-10%beratTi. Bola *stainless steel* berdiameter 20 mm digunakan untuk mengaduk dan mencampur serbuk tersebut. Perbandingan berat bola terhadap berat serbuk adalah 20 : 1. Asam stearik (CH₃-(CH₂)₁₆-COOH) ditambahkan kedalam campuran serbuk Al-10%beratTi sebanyak 4 % daripada berat serbuk dan asam stearik bertindak sebagai pengawal proses yang bertindak sebagai pelicin untuk mengawal proses patahan dan pengelasan dingin serbuk sewaktu pengadukan, dan juga berfungsi untuk mengurangkan perlekatan antara serbuk dengan bola dan dinding dari wadah pengaduk. Kemudian, 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 aluminium dan titanium. Pengadukan dilakukan menggunakan

planetari bermerk *Fitsch Pulverisette-5* dengan empat pemegang *vial*. Pengadukan dijalankan dengan kecepatan 360 putaran per menit. Waktu pengadukan divariasikan 2, 5, 10, 15, 20 dan 30 jam dengan diistirahatkan selama 30 menit setiap 2,5 jam untuk menghindari peningkatan suhu yang mendadak.

Analisis XRD dilakukan menggunakan difraktometer model Siemen D5000 dengan sinar-x CuK α yang memiliki panjang gelombang 1,5418 Å. Analisis XRD digunakan untuk menentukan perubahan struktur dan ukuran partikel selama proses pengadukan berlangsung. Sedangkan perubahan morfologi serbuk paduan Al-Ti diamati menggunakan SEM bermerk LEO 1450 VPSEM model 7353 dioperasikan pada 20 kV yang dilengkapi dengan EDX. Akhirnya perubahan hambatan jenis terhadap waktu pengadukan paduan Al-Ti dikaji menggunakan *Hand-Held Eddy Current Conductivity Meter*.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Analisis XRD

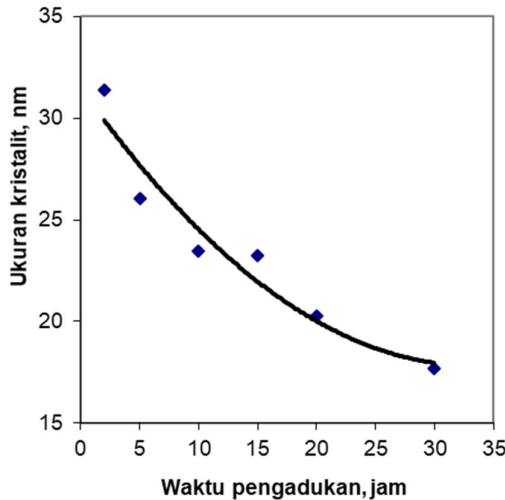


Gambar 3.1 Difraktogram XRD serbuk Al-10%beratTi setelah diaduk dengan bola berdiameter 20 mm selama: (a) 2, (b) 5, (c) 10, (d) 15, (e) 20 dan (f) 30 jam.

Difraktogram XRD serbuk Al-10%bt. Ti terhadap waktu pengadukan ditunjukkan pada Gambar 3.1. Selama pengadukan sehingga 2 jam, unsur Al diamati dengan puncak yang tinggi, sedangkan 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 ke dalam matriks Al dan membentuk senyawa paduan Al-Ti (Cuevas, F.G., dkk., 2006).

Puncak difraktogram unsur Al semakin melebar dan bergeser kekanan dengan meningkatnya waktu pengadukan sampai 30 jam. Pelebaran puncak tersebut disebabkan oleh penyusutan ukuran partikel (Joshi, P. B., dkk., 2005). Perubahan penyusutan ukuran partikel menyebabkan perubahan mikrostruktur seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 3.2. 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.



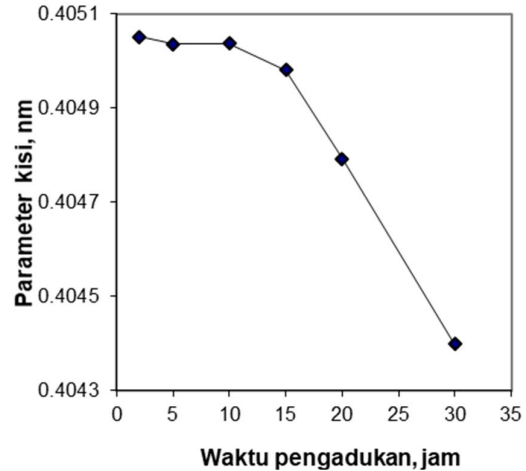
Gambar 3.2 Perubahan ukuran kristalit paduan Al-10%beratTi terhadap waktu pengadukan.

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 3.3. Parameter kisi terus berkurang sehingga mencapai 0,4044 nm sepanjang waktu pengadukan selama 30 jam.

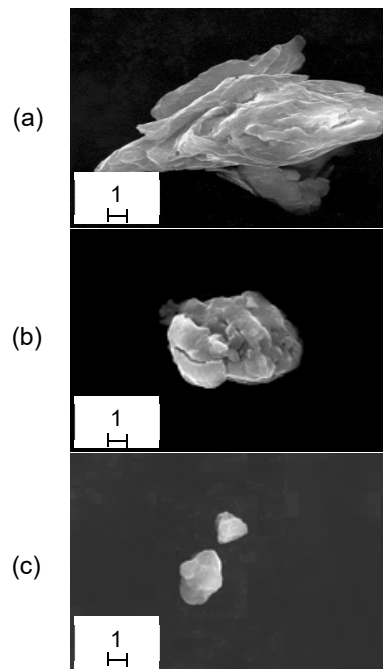
3.2 Analisis SEM

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. Perubahan morfologi serbuk Al-10%beratTi

terhadap waktu pengadukan ditunjukkan dalam Gambar 3.4.



Gambar 3.3 Perubahan parameter kisi Al terhadap waktu pengadukan.

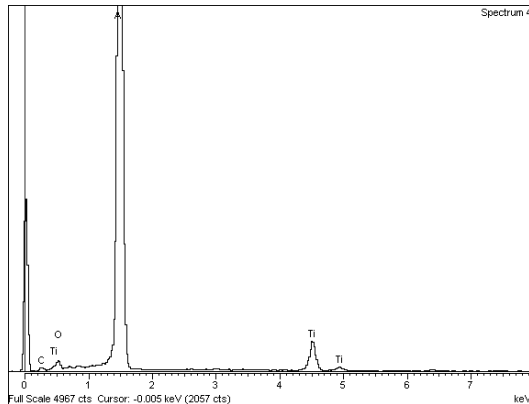


Gambar 3.4 Mikrograf SEM paduan Al-10%beratTi yang diaduk selama (a) 2, (b) 5 dan (c) 30 jam.

Mikrograf dalam Gambar 3.4(a) menunjukkan serbuk Al-10%beratTi yang diaduk dengan bola berdiameter 20 mm selama 2 jam. Serbuk titanium dan serbuk aluminium yang mengalami proses patahan dan pengelasan dingin (Lu, L. dan Lai M. O., 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 titanium kepada serbuk aluminium ataupun sebaliknya. Berdasarkan bentuk dalam Gambar 3.4(b), yang lebih mendominasi dalam proses ini adalah patahan kemudian pengelasan dingin. Akhirnya dalam waktu pengadukan selama 30 jam, serbuk hasil pengadukan menjadi halus dan berbentuk sfera dengan ukuran rata-rata adalah $1,5 \mu\text{m}$ seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 3.4(c).

Gambar 3.5 menunjukkan spektrum EDX untuk paduan Al-10%beratTi setelah diaduk selama 20 jam. Pada Gambar 3.5, unsur aluminium dan titanium dapat diamati dengan baik. Hal ini membuktikan bahwa teknik pemaduan mekanik telah berhasil menjadikan serbuk aluminium dan titanium sebagai paduan biner Al-Ti. Selain terdapat unsur aluminium dan titanium, ada juga unsur karbon dan oksigen yang diamati yang dipercayai berasal dari sisa asam stearik (Lu, L. dan Lai M. O., 1998). Selain unsur karbon dan oksigen, tidak ada unsur lain yang dapat diamati. Hal ini membuktikan bahwa teknik pemaduan mekanik adalah terbebas dari pencemaran unsur-unsur lain.



Gambar 3.5 Spektrum EDX paduan Al-10%beratTi setelah diaduk dengan bola berdiameter 20 mm selama 15 jam.

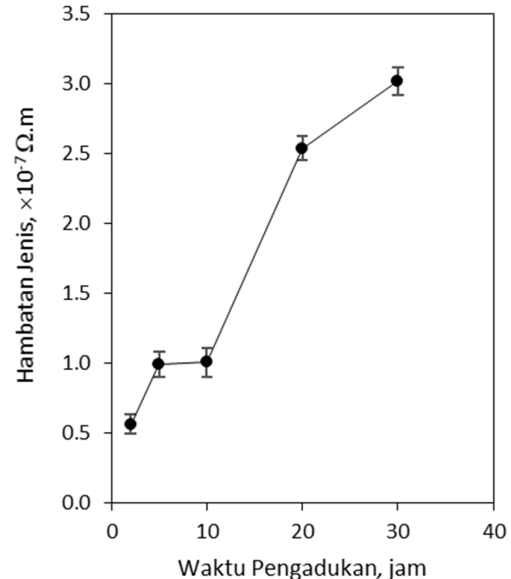
3.3 Analisis Hambatan Jenis

Gambar 3.6 menunjukkan perubahan hambatan jenis paduan Al-10%beratTi terhadap waktu pengadukan. Pada awal pengadukan yaitu pengadukan selama 2 jam hambatan jenis paduan Al-10%beratTi adalah $5,6 \times 10^{-8} \Omega\text{m}$. Jika waktu pengadukan ditingkatkan maka hambatan jenis paduan Al-10%beratTi tersebut terus meningkat. Semakin lama waktu pengadukan semakin kecil ukuran kristalit, mengakibatkan semakin besar hambatan jenisnya. Hal ini sesuai dengan kajian yang dilakukan oleh Khaloobagheri, dkk. (2015). Hambatan jenis yang diperoleh adalah $(3,02 \pm 0,10) \times 10^{-7} \Omega\text{m}$.

4. KESIMPULAN

Dalam penelitian ini menunjukkan bahwa teknik

pemaduan mekanik dapat menghasilkan paduan biner Al-Ti dan tidak dicemari oleh unsur-unsur lain. Semakin lama waktu pengadukan semakin cepat terbentuknya paduan Al-Ti. Hasil yang diperoleh dengan menggunakan XRD dan SEM menunjukkan bahwa semakin lama waktu pengadukan semakin kecil ukuran kristalit maupun partikel serbuk paduan Al-Ti, yaitu masing-masing mencapai ukuran $17,6 \text{ nm}$ dan $1,5 \mu\text{m}$ setelah diaduk selama 30 jam. Semakin lama waktu pengadukan semakin besar hambatan jenis paduan Al-Ti.



Gambar 3.6 Perubahan hambatan jenis paduan Al-10%beratTi terhadap waktu pengadukan.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Zhan, Z., He, Y., Wang, D. and Gao, W. 2006. Low-temperature Processing of Fe-Al Intermetallic Coatings Assisted by Ball Milling. *Intermetallics* 14: 75–81.
- [2]. Fan, G.J., Choo, H., Liaw, P.K. and Lavernia, E.J. 2006. Plastic Deformation and Fracture of Ultrafine-grained Al-Mg Alloys with a Bimodal Grain Size Distribution. *Acta Materialia* 54: 1759–1766.
- [3]. Dahle, A.K., Nogita, K., McDonald, S.D., Dinnis, C. and Lu, L. 2005. Eutectic Modification and Microstructure Development in Al-Si Alloys. *Materials Science and Engineering A* 413–414: 243–248.
- [4]. 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.
- [5]. Xiaoying Zhu et al. 2006. Oxidation of Mechanically Alloyed Al-rich Al-Ti Powder. *Oxidation of metals* 65: 357 – 376.

- [6]. Lauer, St., Guan, Z., Wolf, H. and Wichert, Th. 2002. Investigation of mechanical alloying of Ti–Al compounds using perturbed $\gamma\gamma$ -angular correlation spectroscopy, x-ray diffraction, and differential scanning calorimetry. *J. Mater. Res.* 17(8): 2130 – 2139.
- [7]. Calderon, H.A., Garibay-Febles, V., Cabrera, A., Cabanas-Moreno, J.G. and Umemoto, M. 2001. Mechanical Properties of Nanocrystalline TiAl-X and TiAl₃-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 Ni₃Al Fabricated by Mechanical Alloying and Spark Plasma Sintering. *Intermetallics*.15: 1672 – 1677.
- [8]. Belyakov, A., Sakai, Y., Hara, T., Kimura, Y. and Tsuzaki, K. 2003. Annealing Behavior of Submicrocrystalline Oxide-Bearing Iron Produced by Mechanical Alloying. *Metallurgical and Materials Transactions*, 34A: 131 – 138.
- [9]. Bonastre, J., Escoda, L., González, A., Saurina, J. and Suñol, J. 2007. Influence of Ni content on Fe–Nb–B alloy formation. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 88(1): 83 – 86.
- [10]. Barona Mercado, W., Fajardo, M., Perez Alcazar, G. A. and Sanchez Sthepa, H. 2006. Synthesis and characterization of Fe₃AlC_{0.5} by mechanical alloying. *Hyperfine interactions* 169: 943 – 949.
- [11]. Chicinas, I., Pop, V. and Isnard, O. 2004. *Journal of Materials Science* 39: 5305 – 5309.
- [12]. Angelo L. D., Gonz'ales G. & Ochoa, J. 2007. Phase Transformations Study on Ni₇₅Al₂₅ and Ni₅₀Al₅₀ during Mechanical Alloying and Sintering. *Journal of alloys and compounds*: 345 – 353.
- [13]. Enayati M. H., Sadeghian Z., Salehi, M and Saidi A. 2004. The Effect of milling Parameters on the Synthesis of Ni₃Al Intermetallic Compound by Mechanical Alloying. *Materials Science and Engineering A*. 375 – 377: 809 – 811.
- [14]. 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.
- [15]. Joshi, P. B., Marathe, G. R., Arun Pratap and Vinod Kurup. 2005. *Hyperfine interactions* 160: 173 – 180.
- [16]. Lu, L. And Lai M. O. 1998. *Mechanical Alloying*. Kluwer Academic Publisher, London 29.
- [17]. Khaloobagheri, M. and Barfjan, S.A. 2015. The Effect of Milling Time on Properties and Microstructure of Cu-Yttria Stabilized Zirconia Composites Fabricated by Powder Metallurgy. *Journal of Materials Sciences and Applications* 1(2): 78 – 84.