

PERSIAPAN, PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI PADUAN INGAT BENTUK Cu-Al-Ni

Bambang Sunendar¹, Suyatman¹ dan Chriswan Sungkono²

¹Departemen Teknik Fisika, FTI - ITB

Jl. Ganesha No. 10, Bandung 40132

²Program Studi Teknik Fisika ITB

Jl. Ganesha No. 10, Bandung 40132

ABSTRAK

PERSIAPAN, PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI PADUAN INGAT BENTUK Cu-Al-Ni.

Paduan Ingat Bentuk (PIB) sistem Cu-14%Al-3-4%Ni berhasil dibuat dalam skala kecil dengan metode metalurgi serbuk dalam tungku pemanas listrik. Serbuk Cu, Al, Ni dengan kemurnian 99%, berukuran 63 μ m, dicampur secara mekanik, dimampatkan dengan gaya 50 kN menjadi silinder (tablet) dengan diameter 3 cm dan tebal 5 mm, kemudian dilebur pada suhu di atas titik leburnya (1.100 °C) di atmosfer terbuka selama 10 menit, 20 menit, dan 30 menit. Empat sampel dengan massa awal 10 g dibentuk dengan dimensi yang hampir sama, tetapi bervariasi massanya, dari 5,44 g/cm³ sampai dengan 6,82 g/cm³. Hasil difraksi sinar-X memastikan keberadaan *martensite* 18R (fasa β_1') pada dua sampel. Pengamatan mikroskop optik menunjukkan terbentuknya struktur *martensite* (fasa γ_1') dari fasa induk *austenite* (β_1). Pada sampel #4 terbentuk *martensite* padat dan tidak berpori. Pengujian efek ingat bentuk dengan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC) memberi hasil positif. Suhu transformasi sampel yang diuji sesuai perhitungan teoretis. Reaksi endotermal yang menunjukkan proses pembentukan *austenite* tampak pada kurva DSC.

Kata kunci : Paduan ingat bentuk Cu-Al-Ni, efek ingat bentuk, fasa *martensite*, transformasi *martensitik*, metalurgi serbuk, suhu transformasi

ABSTRACT

PREPARATION, SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF SHAPE MEMORY ALLOYS OF Cu-Al-Ni.

Shape Memory Alloys of Cu-14%Al-3-4%Ni have been made employing a small scale powder metallurgy using electric furnace. Cu, Al and Ni powder of 99% purity with grain diameter of 63 μ m were mechanically mixed and uniaxially pressed of 50 kN to form pellet shaped of 3 cm diameter and 5mm thick. The pellet density has variation of 5.44 – 6.82 g/cm³. X-ray diffraction two samples confirmed formation of β_1 martensite 18R. Optical microscope analysis indicated the formation γ_1 martensite structure phase from β_1 austenite phase. The other sample shows solid martensite without pore. Differential Scanning Calorimetry (DSC) measurement for shape memory effect showed true results, which is conformed with theoretical calculation. The formation of austenite phase was clearly revealed in the calorimetric measurement curve.

Key words : Shape memory alloys, shape memory effects, martensite phase, martensitic transformation, powder metallurgy, transformation temperatures.

PENDAHULUAN

Di antara jenis-jenis material cerdas yang ada, salah satu kelompok material yang pemanfaatannya berkembang dewasa ini adalah *Shape Memory Alloys* (SMA) atau yang selanjutnya disebut Paduan Ingat Bentuk (PIB). PIB dikenal sebagai bahan yang unik karena memiliki efek super elastisitas dan efek ingatan termal (*thermal memory*).

Paduan ingat bentuk yang telah dideformasi secara mekanis mampu kembali ke bentuk asalnya jika diberikan aliran kalor. Umumnya, PIB yang terdeformasi plastis akan kembali ke struktur asalnya jika diekspos pada suhu yang lebih tinggi dari suatu nilai tertentu. Jumlah usaha yang

dihasilkan selama proses transformasi balik ini cukup besar dan juga sering dimanfaatkan.

Fenomena ini dapat dijelaskan secara singkat sebagai suatu transformasi reversibel bahan PIB dari fasa *martensite* (yang lebih rendah suhu transformasinya dan kurang simetris tatanan molekulnya) menuju fasa *austenite* (yang lebih tinggi suhu transformasinya dan lebih simetris tatanan molekulnya). Efek superelastisitas terjadi tanpa perubahan suhu, sedangkan efek ingatan termal terjadi seiring dengan kenaikan suhu bahan tersebut.

PIB yang paling lazim digunakan adalah Ni-Ti, karena kompatibel dengan sel hidup, tidak bersifat magnetik,

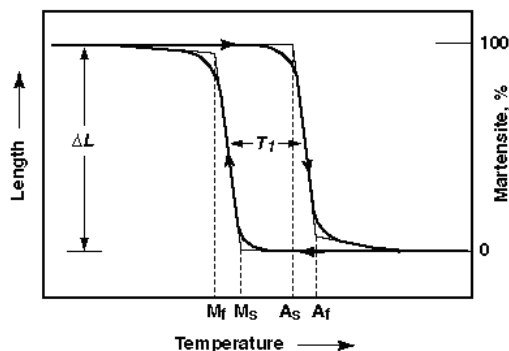
dan tahan terhadap korosi. Namun, bahan mentahnya mahal dan proses pembuatannya rumit [1].

PIB berbasis tembaga (diantaranya Cu-Al-Ni dan Cu-Zn-Al), juga populer. Meskipun paduan-paduan tembaga ini memiliki efek ingat bentuk yang tidak sekuat Ni-Ti, proses produksinya jauh lebih sederhana dan bahan mentahnya lebih murah. Cu-Al-Ni lebih disukai daripada Cu-Zn-Al, karena suhu transformasinya terletak pada jangkauan yang lebar, histeresisnya kecil, dan merupakan satu-satunya PIB yang dapat digunakan pada suhu di atas 100 °C [2]. Pemanfaatan PIB Cu-Al-Ni dalam bidang industri meliputi: aktuator termal, katup pencampur, pengaman kebakaran, pemutus rangkaian, dan kawat antipatah.

Umumnya paduan Cu-Al-Ni dibuat dengan meleburkan logam-logam Cu, Al, dan Ni dalam krusibel yang dialiri arus listrik hingga suhu di atas 1.100 °C. Metode pelelehan induksi ini efektif untuk memproduksi paduan Cu-Al-Ni dalam jumlah besar. Namun, untuk produksi skala kecil dan sederhana, metode ini tidak efisien. Metode lain, yaitu metalurgi serbuk, cukup menjanjikan sebagai metode alternatif pembuatan paduan Cu-Al-Ni skala kecil.

TEORI

Perubahan fasa *austenite* menuju *martensite* dan sebaliknya terjadi pada jangkauan suhu tertentu, disebut suhu transformasi. Seperti ditunjukkan pada Gambar 1, terdapat empat suhu yang menentukan perubahan fasa PIB. M_s dan M_f menandai awal dan akhir terbentuknya fasa *martensite*, sedangkan A_s dan A_f menandai awal dan akhir terbentuknya fasa *austenite*. Semakin besar pembebanan terhadap PIB, semakin tinggi keempat suhu transformasinya. Nilai awal keempat suhu transformasi PIB bergantung pada komposisi unsur-unsurnya.



Gambar 1. Empat suhu transformasi (M_f , M_s , A_s , A_f) dan kurva histeresis (T_1) dari sistem paduan ingat bentuk [1].

Efek Ingat Bentuk dapat diamati ketika spesimen PIB didinginkan menuju suhu yang lebih rendah dari M_f . Pada kondisi ini, spesimen seluruhnya akan berwujud *martensite*, yang mudah dideformasi. Setelah dideformasi, bentuk PIB berubah. PIB dapat kembali ke bentuk asalnya dengan memanaskannya hingga suhu di atas A_f [1].

PIB menyerap kalor untuk menata kembali struktur molekulnya dari *martensite* menuju *austenite*. PIB yang awalnya berstruktur *martensite* terdeformasi berubah fasa menjadi *austenite* kubik (untuk Cu-Al-Ni) [3,4]. Secara makroskopis ini dapat diamati: PIB akan berubah kembali ke bentuk awal sebelum deformasi terjadi. Seiring dengan mendinginnya spesimen PIB, fasa *austenite* kembali berubah menjadi fasa *martensite* berantai, namun kali ini tanpa disertai perubahan makroskopis. Proses ini disebut transformasi martensitik.

Hampir seluruh proses transformasi martensitik berlangsung dalam jangkauan suhu transformasi yang sempit, dan selalu mengakibatkan efek histeresis suhu. Untuk setiap sistem PIB, kurva histeresisnya berbeda-beda.

METODE PERCOBAAN

Ketiga jenis serbuk Cu, Al, dan Ni, yang kemurniannya di atas 99 %, dengan ukuran partikel rata-rata 63 μm , ditimbang hingga tingkat ketelitian 0,01 mg. Perbandingan kandungan Al ditetapkan sebesar 14 % massa, sementara Ni divariasikan nilainya antara 3 % hingga 4 % massa, dan komponen sisanya adalah Cu, seperti yang tersaji pada Tabel 1 [5]. Massa total masing-masing sampel 10 gram. Pencampuran awal dilakukan secara manual, kemudian campuran serbuk-serbuk tersebut diaduk.

Tabel 1. Komposisi paduan Cu-Al-Ni.

Komponen	Sampel #			
	1	2	3	4
Cu (gram)	8,3	8,2	8,3	8,2
Al (gram)	1,4	1,4	1,4	1,4
Ni (gram)	0,3	0,4	0,3	0,4
Massa total (gram)	10	10	10	10

Terhadap tiga dari empat sampel yang sudah disiapkan, dilakukan penumbukan (*ball-milling*) yang lamanya divariasikan, antara 45 jam (sampel #1 dan sampel #2) hingga 90 jam (sampel #4). Bola yang digunakan terbuat dari alumina dan berdiameter 5 mm. Perbandingan massa bola dengan serbuk 1:1. Sampel #3 dilarutkan dalam metanol, kemudian dibiarkan bercampur dalam mesin pencuci ultrasonik selama 15 menit. Larutan Cu-Al-Ni dalam metanol tersebut dibiarkan selama 2 hari untuk mengering.

Keempat sampel homogen ini dimampatkan dengan mesin hidraulik tangan jenis *uniaxial pressing*. Digunakan gaya tekan 50 kN untuk membuat sampel tablet berdiameter 19 mm dengan tebal berlainan. Setelah itu, sampel #1, #2, dan #4 divakumkan selama 5 hingga 10 menit untuk meminimalisasi kemungkinan terbentuknya pori di dalam sampel, sementara sampel #3 tidak divakumkan. Aspek-aspek yang diukur dari keempat sampel sebelum dilebur terdaftar pada Tabel 2.

Tabel 2. Parameter eksperimental setiap sampel.

Aspek yang diukur setelah pemampatan	Sampel #			
	1	2	3	4
Diameter (mm)	19	19	19	19
Ketebalan (mm)	5,5	5,9	5,5	5,8
Volume (cm ³)	1,56	1,67	1,56	1,64
Massa jenis (gr./cm ³)	6,35	5,92	6,35	5,96
Parameter proses peleburan				
Durasi ball-mill (jam)	45	45	0	90
Durasi vakum (menit)	10	5	0	10
Durasi temperatur > 1100 °C (menit)	10	10	20	30
Medium pendinginan	udara	oli	udara	udara
Aspek yang diukur setelah peleburan				
Massa jenis (g/cm ³)	6,82	5,56	6,10	5,44

Peleburan keempat sampel dilakukan dengan metode pemanasan elemen (menggunakan tungku listrik dan pengontrol suhu) di atmosfer terbuka, dengan cawan alumina sebagai pelindung dalam. Suhu di dalam tungku listrik diatur hingga mencapai lebih dari 1.100 °C (titik lebur Cu-Al-Ni sesuai persentase komposisi sampel).

Setiap sampel dilebur pada suhu di atas 1.100 °C selama minimal 10 menit. Pemanasan dilakukan sedemikian hingga suhu leburnya terlampaui dua kali, supaya sampel menjadi cair dan dapat bercampur secara homogen. Total lamanya pemanasan dari suhu ruang hingga 1.100 °C untuk tiap sampel tidak melebihi 60 menit. Suhu sampel diamati dengan termokopel Pt.

Setelah peleburan selesai, proses pendinginan dilakukan. Medium pendingin bagi sampel #1, #3, dan #4 adalah udara, sementara untuk sampel #2 adalah cairan pelumas SAE 10. Keempat sampel yang telah didinginkan dihaluskan permukaannya. Massa jenis sampel diukur, kemudian dibandingkan dengan nilai teoretis massa jenis paduan Cu-Al-Ni (7,1 gram/cm³) [1]. Sebagian residu hasil penghalusan dari setiap sampel diambil untuk diuji.

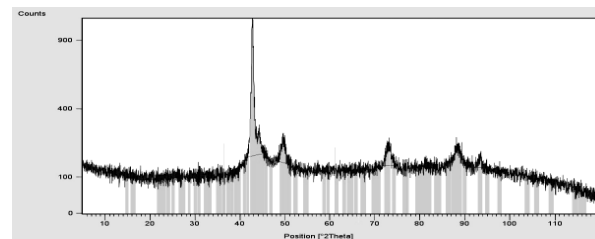
Sampel #2 dan #4 dikarakterisasikan dengan difraksi sinar-X (suhu 23 °C sampai dengan 25 °C, radiasi Cu-K α , 40 kV). Sampel #1 hingga #4 dikarakterisasi dengan metalografi guna mendapatkan gambar struktur mikro dari paduan yang terbentuk. Sampel dibingkai resin, kemudian permukaannya dihaluskan secara bertahap dengan amplas nomor 800, 1000, 1200, 1500 dan 2000. Larutan pengetsanya adalah HNO₃, asam asetat, dan aseton, dengan perbandingan volume 2:3:3 [6]. Masing-masing sampel dicelup dalam larutan pengetsas selama 10 detik. Pengamatan dilakukan pada kondisi suhu 23 °C dengan mikroskop optik dan perangkat lunak Omnimet, perbesaran 100x. Sampel #3 dikarakterisasi efek ingat bentuknya dengan metode DSC (Differential

Scanning Calorimetry). Pengujian dilakukan dalam atmosfer gas N₂ berkecepatan 20 mL/menit. Batas bawah dan batas atas suhu pengujian adalah -150 °C dan 300 °C, dengan kecepatan kenaikan suhu instrumen 10 °C/menit, selama 45 menit.

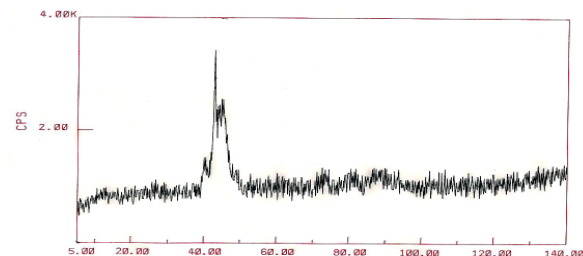
HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari Tabel 2 terlihat bahwa massa jenis sampel #1 sebesar 6,82 gram/cm³ merupakan harga yang tertinggi, mencapai 96 % dari massa jenis teoretis paduan Cu-Al-Ni. Rata-rata massa jenis keempat sampel adalah 86 % dari nilai teoretisnya. Menarik untuk diperhatikan bahwa hanya sampel #1 yang mengalami peningkatan massa jenis setelah dilebur. Penelitian ini belum dapat menentukan penyebabnya karena jumlah parameter prosesnya tidak cukup.

Gambar 2 dan Gambar 3 secara berturut-turut menunjukkan hasil karakterisasi XRD berupa pola difraksi sampel #2 dan sampel #4. Intensitas tertinggi dari pola difraksi keduanya terjadi pada sudut $2\theta = 42,7^\circ$.



Gambar 2. Pola difraksi sinar-X sampel #2.

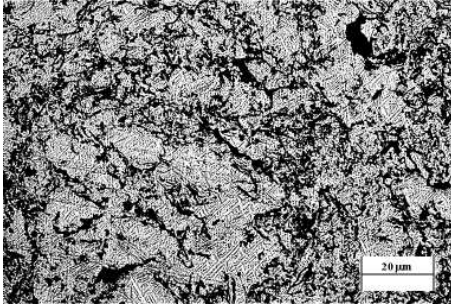


Gambar 3. Pola difraksi sinar-X sampel #4.

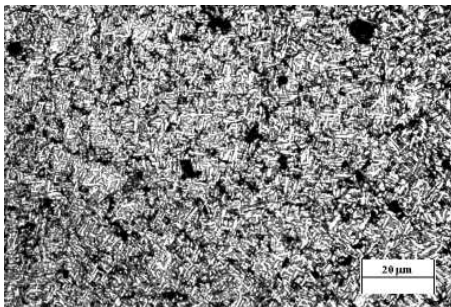
Pola puncak-puncak yang terdapat di daerah 35° sampai dengan 50° dari difraktogram kedua sampel memiliki kesamaan dengan difraktogram hasil penelitian PIB Cu-Al-Nb oleh M. C. A. Da Silva dan PIB Cu-Al-Ni oleh Zhang [7]. Senyawa tersebut diidentifikasi sebagai struktur martensite tipe 18R (fasa β_1).

Gambar 4 adalah mikrograph sampel #3. Dari gambar tersebut terdeteksi pori (berupa titik-titik hitam) dan garis-garis yang menunjukkan keberadaan struktur martensite. Pengamatan atas keteraturan garis-garis yang hampir vertikal tersebut menunjukkan eksisnya fasa twinned martensite (tipe 2H, fasa γ_1') [8].

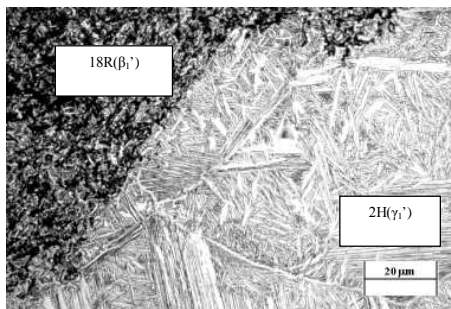
Gambar 5 adalah mikrograph sampel #4 yang diambil dari tengah permukaannya. Gambar 6 adalah mikrograph sampel #4 yang diambil dari tepi



Gambar 4. Mikrograph sampel #3. Perbesaran 100x.



Gambar 5. Mikrograph sampel #4, bagian tengah. Perbesaran 100x.



Gambar 6. Mikrograph sampel #4, bagian tepi. Dua fasa berbeda eksis berdampingan. Fasa yang terbentuk di kanan adalah martensite 2H (γ_1'). Perbesaran 100 x.

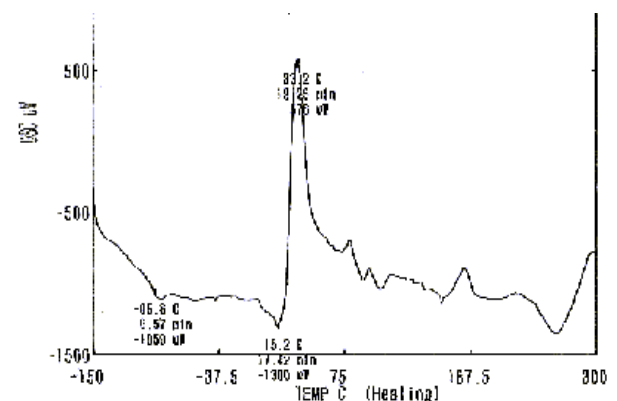
permukaannya. Hasil ini kontras dengan gambar sebelumnya, karena pada gambar ini terdapat dua fasa martensite yang eksis berdampingan. Fasa pertama, yang sama dengan Gambar 4, ada di sebelah kiri dan fasa kedua ada di sebelah kanan. Fasa pertama telah berhasil diidentifikasi oleh XRD sebagai martensite tipe 18R (β_1'), sehingga dapat dipastikan bahwa fasa kedua ini adalah martensite tipe 2H (γ_1'). Pada fasa kedua tidak ada porositas sama sekali, dan garis-garisnya sangat nyata.

Terciptanya fasa martensite tipe 2H (γ_1') yang benar-benar padat dan tak berpori seperti pada tepi sampel #4 adalah akibat dari durasi pembakarannya yang lebih lama dibandingkan sampel lainnya, yaitu 30 menit. Perbedaan waktu ini menyebabkan serbuk Cu, Al, dan Ni meleleh dan

bercampur dengan lebih baik. Meskipun demikian, waktu 30 menit kurang lama untuk mengijinkan proses pencampuran ini terjadi pada seluruh bagian sampel, karena proses ini hanya terjadi pada sebagian kecil (tepi) sampel, tidak sempat berlangsung di bagian dalamnya.

Gambar 7 menampilkan hasil karakterisasi termal sampel #3 dengan DSC, yang menunjukkan jumlah kalor yang diserap atau dilepaskan oleh sampel ketika suhunya dinaikkan dengan kecepatan 10 °C/menit dari -150 °C sampai dengan 300 °C. Pada kurva DSC tampak bahwa, secara keseluruhan, reaksi yang terjadi bersifat endotermal. Pada kurva ini juga terdapat setidaknya dua puncak reaksi endotermal (kurva turun) di sekitar nilai suhu 15 °C dan 250 °C, serta satu puncak reaksi eksotermal (kurva naik) di suhu 33,2 °C.

Melalui perhitungan M_s dengan formula empiris [9], diperoleh bahwa nilai M_s sampel #3 (Cu-14%Al-3%Ni) terletak antara 5 °C sampaidengan 10 °C. Maka, reaksi endotermal yang pertama terjadi karena berlangsungnya transformasi dari martensite menuju *austenite*, dengan puncak reaksi transformasinya terjadi di suhu 15,2 °C. Dari kurva reaksi eksotermalnya disimpulkan bahwa A_f , suhu yang menandai selesainya proses pembentukan *austenite* (di atas suhu ini sampel seluruhnya berfasa *austenite*), berada di atas 33 °C.



Gambar 7. Kurva DSC dari sampel #3. Terdapat dua puncak reaksi endotermal dan satu puncak reaksi eksotermal.

KESIMPULAN

Pembuatan paduan ingat bentuk Cu-14%Al-3-4%Ni dengan proses metalurgi serbuk dan peleburan dalam tungku pemanas listrik pada suhu 1.100 °C telah berhasil membentuk martensite tipe 2H (γ_1') dan tipe 18R (β_1'). Pada sampel #4, yang dilebur selama 30 menit, ditemukan struktur *martensite* yang tegas, padat, dan tidak berpori. Adanya puncak reaksi endotermal di suhu 15 °C pada kurva termogram (DSC) secara tidak langsung menunjukkan bahwa transformasi martensitik, yang menjadi karakteristik efek ingat bentuk, telah terjadi.

DAFTARACUAN

- [1]. D. E. HODGSON, M. H. WU, R. J. BIERMANN, *Shape Memory Alloys*, http://www.jmmedical.com/html/_shape_memory_alloys_.html
- [2]. A to Z of Materials, <http://www.azom.com/>
- [3]. S. MIYAZAKI, K. OTSUKA, Development of Shape Memory Alloys, *ISIJ International*, **29** (5), (1989) 353-377
- [4]. Z. NISHIYAMA, *Martensitic Transformations*, Academic Press, New York (1978)
- [5]. ASM Handbook Volume 3: *Alloy Phase Diagram*, ASM International, USA (1997)
- [6]. G. F. VANDER VOORT, *Metallography—Principles and Practice*, McGrawHill & Co, USA (1984)
- [7]. M.C.A. DA SILVA, S.J.G. DE LIMA, Evaluation of Mechanical Alloying to Obtain Cu-Al-Nb Shape Memory Alloy, *Materials Research*, **8** (2005) 2
- [8]. ASM Handbook Volume 9: *Metallography and Microstructures*, , ASM International, USA (1995) 672-674
- [9]. K. SUGIMOTO, *Bull. Jpn. Inst. Met.*, **24** (1985) 45