

**KARAKTERISASI PADUAN $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$, $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$ DAN NiB
SEBAGAI BAHAN INTERKONEKSI CHIP**

Tesis Magister Material Science

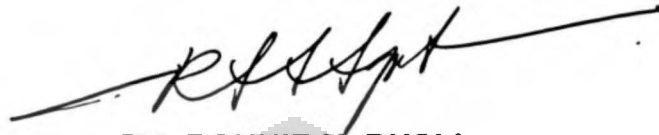
DESRIZAL LUWU

3396012151



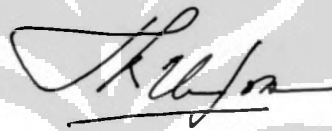
**PROGRAM PASCA SARJANA
PROGRAM STUDI MATERIAL SCIENCE
UNIVERSITAS INDONESIA
1999**

Tesis ini telah disetujui oleh :



DR. RONNIE H. RUSLI

Pembimbing



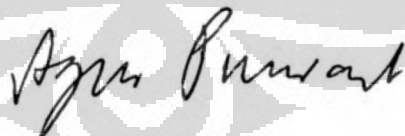
DR. ELLYZA HERDA

Penguji



DR. A. HARSONO

Penguji



DR. A. PURWANTO

Penguji



DR. A. K. JAHJA

Penguji

ABSTRAK

Pada penelitian ini dibuat paduan $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$, $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$ dan NiB menggunakan proses metalurgi serbuk. Adapun tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui dan memahami struktur dan sifat panas paduan tersebut. Dari hasil analisa difraksi sinar-x menunjukkan bahwa pembuatan ketiga paduan tersebut membentuk multifasa. Fasa $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$ dan $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$ belum diketahui strukturnya mengingat keterbatasan referensi. Fasa Pd membentuk struktur kubik, fasa Pt mempunyai struktur kubik FCC, sedangkan fasa NiB membentuk struktur ortorombik. Fasa Boron dalam ketiga paduan membentuk struktur rombohedral. Hasil Spektrometer massa untuk paduan $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$ menunjukkan ion $[\text{Pd}^{++}]$ dengan nomor massa 52 dan ion $[\text{Pd}^+]$ mempunyai dua nomor massa yaitu 110 dan 105, demikian pula untuk boron yaitu 10 dan 11. Untuk paduan $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$ terbentuk ion $[\text{Pt}^{++}]$ dengan nomor massa 97,5 dan $[\text{Pt}^+]$ 195. Sedangkan ion $[\text{B}^+]$ mempunyai nomor massa 10 dan 11. Paduan $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$ menunjukkan tiga puncak endotermis pada analisis DTA (Differential Thermal Analysis). Enthalpi, ΔH untuk ketiga puncak adalah $-16,07 \text{ J/g}$ pada suhu puncak $127,99^\circ\text{C}$, $-4,46 \text{ J/g}$ pada $182,96^\circ\text{C}$ dan $-11,07 \text{ J/g}$ pada $911,18^\circ\text{C}$. Diperkirakan bahwa puncak ketiga adalah fasa $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$. Untuk paduan $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$ dan NiB belum menunjukkan hasil yang baik. Bahan mempunyai kenampakan yang rapuh secara makroskopis. Dari hasil pengamatan dengan SEM terlihat adanya butiran pipih khususnya pada paduan $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$. Paduan $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$ dan NiB mempunyai kekerasan yang lebih besar dari paduan $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$.

ABSTRACT

Alloys $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$, $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$ and NiB have been prepared using Powder Metallurgy Process. The research was aimed to know and understand the structure and thermal characteristic of alloys. The phases of the crystal structure have been analysed by Hanawalt Method for x - ray bulk Diffractions. The results showed that all alloys contain multiphases. Phases of $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$ and $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$ couldn't be yet identified because of the limited of reference . Phase of Pd has a cubic structure, phase of Pt has a cubic FCC structure, and phase NiB with an orthorhombic structure. Phase of Boron in the three alloys formed rhombohedral structure . Mass spectrometer analysis showed that in alloy $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$ have some ions. Ion $[\text{Pd}^{++}]$ has mass number 52 and ion $[\text{Pd}^+]$ has two mass number 10 and 11. For alloy $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$ have ion $[\text{Pt}^{++}]$ with mass number 97.5 and ion $[\text{Pt}^+]$ has mass number 195. For ion $[\text{B}^+]$ from all at the alloy have mass number 10 and 11. Alloy $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$ showed three endothermic peaks at DTA (Differential Thermal Analysis) . Enthaphi , ΔH for the peaks are -16.07 j/g at temperature 127.99 , -4.46 j/g at temperature 182.99 $^{\circ}\text{C}$ and -11,07 j/g at temperature 911.18 $^{\circ}\text{C}$. The third peak was estimated for phase of $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$. Alloys $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$ and NiB hasn't showed the good DTA result. Macroscopically, the alloys were brittle , as showed by SEM, especially for $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$ which has thin grain. Alloy $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$ has hardness less than others alloy ($\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$ and NiB).

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum Wr... Wr...

Syukur Allhamdulillah Hirobbil Alamin , hanya kata ini yang pantas penulis hanturkan atas pelimpahan rahman , rahim dan hidayah-Nya sehingga penyusunan tesis ini dapat terselesaikan .

Tesis ini berjudul “ **Karakterisasi Paduan $Pd_{73}B_{27}$, $Pt_{58}B_{42}$ dan NiB sebagai Bahan Interkoneksi CHIP** “, yang disusun dalam rangka memenuhi syarat mengikuti ujian Pasca Sarjana Program Material Science di Universitas Indonesia.

Penulis sangat menyadari bahwa rampungnya penyusunan tesis ini juga karena adanya motivasi dan kasih sayang dari berbagai pihak. Untuk itu, pada kesempatan ini penulis menyampaikan rasa terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Ronnie H. Rusli, Ph.D selaku pembimbing utama dalam penyusunan tesis ini .
2. Ibu DR. Ellyza Herda selaku staff RCMS-UI yang telah membantu fasilitas peralatan dalam mengkarakterisasi bahan hasil penelitian.
3. Bapak A. Hanafi Setiawan MSc dan Grace Tj. Sulung B.,MSc. yang telah bersedia mendampingi penulis dalam menyelesaikan tesis ini.

4. Seluruh staff pengajar dan administrasi material science yang telah membantu kelancaran penyelesaian tesis ini.
5. Seluruh teman-teman Material Science dan sejawat dari PT. GECO-PRAKLA IND. SCHLUMBERGER yang selalu bersama dalam suka maupun duka diberbagai aktivitas dan kesempatan.
6. Ibunda Kasmiati dan Ayahnda M. Zein Masinang serta keluarga atas kasih sayang dan dukungan baik moral maupun moril yang tiada hentinya.

Sebagai bagian perjalanan yang panjang , penulis menyadari masih banyaknya kekurangan , kelemahan dan kekeliruan di dalam tesis ini , sehingga segala saran dan kritikan yang bersifat membangun sangat diharapkan agar dapat berbuat yang lebih baik di kesempatan selanjutnya.

Akhirul kalam, semoga apa yang kami cita-citakan dapat tercapai dengan baik .

Wassalamualaikum Wr...Wr...

Jakarta , juni 1999

Penulis

Desrizal Luwu

DAFTAR ISI

halaman

LEMBAR PERSETUJUAN

ABSTRAK

KATA PENGANTAR

DAFTAR ISI

DAFTAR TABEL

DAFTAR GAMBAR

BAB I. PENDAHULUAN

BAB II. TINJAUAN PUSTAKA

II.1 SOLIDIFIKASI PADUAN

II.2 STRUKTUR PADUAN BORON (B)

II.3 DIFRAKSI SINAR-X

II.4 S E M (SCANNING ELECTRON MICROSCOPE)

II.5 D T A (DIFFETRENTIAL THERMAL ANALYSIS)

II.6 SPEKTROMETER MASSA

II.6.1 Sumber Ion

II.6.2 Bagian Analisa

II.6.3 Bagaian Kolektor

i

iii

v

vi

1

7

7

12

19

22

25

28

29

31

33

BAB III. METODOLOGI PENELITIAN	35
III.1 PENYIAPAN CUPLIKAN	35
III.2 KARAKTERISASI BAHAN	37
III.2.1 Difraksi Sinar - x	38
III.2.2 Pengamatan SEM	39
III.2.3 Pengamatan DTA	40
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	41
IV.1 SPEKROMETER MASSA	41
IV.2 ANALISA DTA	45
IV.3 DIFRAKSI SIAR-X	49
IV.4 ANALISA S E M	56
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN	60
V.1 KESIMPULAN	60
V.2 SARAN	62
DAFTAR PUSTAKA	63

DAFTAR TABEL

halaman

Tabel II.1	Struktur paduan B - Pt oleh H. Okamoto , 1990	15
Tabel II.2	Struktur paduan B - Pd oleh P.K. Liao dan K.E. Spear	17
Tabel II.3	Struktur paduan Ni - B oleh P.K. Liao dan K.E. Spear 1991	18
Tabel II.4	Beberapa dasar dari efek endotermik dan eksotermik	26
Tabel IV.1	Intensitas Spektrometer Massa Pd ₇₃ B ₂₇	43
Tabel IV.2	Intensitas Spektrometer Massa Pd ₅₈ B ₄₂	45
Tabel IV.3	Hasil Normalisasi Difraksi sinar - x pada Pd ₇₃ B ₂₇	51
Tabel IV.4	Hasil Normalisasi Difraksi sinar - x pada Pt ₅₈ B ₄₂	53
Tabel IV.5	Hasil Normalisasi Difraksi sinar - x pada NiB	55

DAFTAR GAMBAR

halaman

Gambar I.1	Diagram pohon, model hirarki interkoneksi secara fisik	2
Gambar II.1	Diagram fasa paduan Boron - Platinum (B - Pt)	14
Gambar II.2	Diagram fasa paduan Paladium - Boron (Pd - B)	16
Gambar II.3	Diagram fasa paduan Nikel - Boron (Ni - B)	18
Gambar II.4	Skema peralatan SEM (Scanning Electron Microscope)	24
Gambar II.5	Skema Differential Thermal Analysis (DTA)	27
Gambar II.6	Pengukuran DTA secara ideal	28
Gambar II.7	Sumber ion disederhanakan dan digambar secara terurai	30
Gambar II.8	Dua puncak yang jaraknya satu-satuan massa dicatat dengan kecepatan menulis yang berbeda	32
Gambar IV.1	Hasil Analisa spektrometer massa $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$	41
Gambar IV.2	Hasil Analisa spektrometer massa $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$	44
Gambar IV.3	Termogram DTA paduan $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$ dengan massa 70,60 mg kec. pemanasan $15^{\circ}\text{C} / \text{menit}$	46
Gambar IV.4	Termogram DTA paduan $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$ dengan massa 132,8 mg kec. Pemanasan $15^{\circ}\text{C} / \text{menit}$	48

Gambar IV.5	Termogram DTA paduan NiB dengan massa 83,60 mg kec. pemanasan 15 °C / menit	49
Gambar IV.6	Pola difraksi sinar - x paduan Pd ₇₃ B ₂₇	50
Gambar IV.7	Pola difraksi sinar - x paduan Pt ₅₈ B ₄₂	52
Gambar.IV.8	Pola Difraksi sinar - x paduan NiB	54
Gambar IV.9	Hasil SEM Mikrostruktur Pd ₇₃ B ₂₇ untuk perbesaran 100 X dan 1000 X	57
Gambar IV.10	Hasil SEM Mikrostruktur Pt ₅₈ B ₄₂ untuk perbesaran 200 X dan 1000 X	58
Gambar IV.11	Hasil SEM Mikrostruktur NiB untuk perbesaran 100 X dan 1000 X	59

BAB I PENDAHULUAN

Lebih dari 20 tahun, pembuatan dan biaya dari sistem digital telah disempurnakan secara besar-besaran dengan fokus pengembangan teknologi pada tingkat *gate* dan memori *bit cell*.

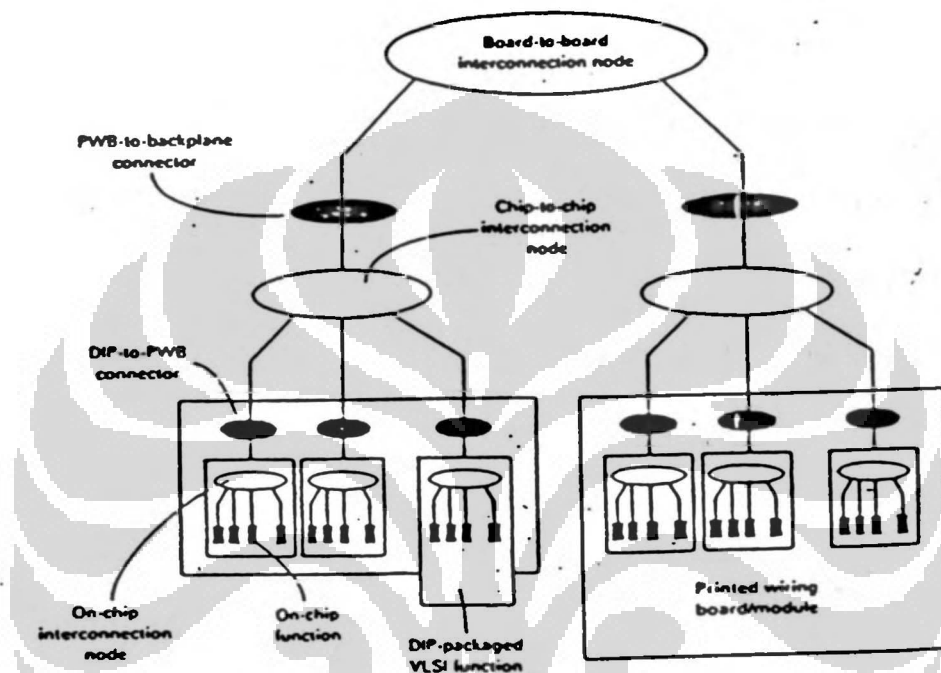
Untuk Silicon-oxide (MOS), dengan fisik yang semakin kecil, kecepatan dan *switching* intrinsik yang lebih tinggi serta penyimpanan energi yang lebih rendah telah menghasilkan era *Very Large Scale-Integration* (VLSI) dan era *Ultra Large Scale Integration* (ULSI).

Kemajuan spektakuler pada pabrikasi *Integrated Circuit* (IC) semikonduktor menyarankan bahwa sistem konvensional dapat diluaskan secara tak terbatas dengan pengembangan *device* yang lebih kecil dan pemetaan secara fisik di sistem besar dengan banyak IC.

Lingkungan fisik interkoneksi menyarankan model hirarki sederhana yang ditunjukkan pada Gambar 1.1. Diantara tingkatan yang ada, kumpulan interkoneksi adalah secara khusus bermacam-macam, yang membolehkan suatu model keseragaman dari komunikasi, jika hanya penundaan dan kerapatan interkoneksi tidak mempengaruhi daya guna.

Elips hitam *inter-level node* mempresentasikan koneksi antara paket level. Ini adalah batas lintasan interkoneksi yang dapat diluaskan antara level dan untuk kecepatan lintasan-lintasan signal yang sangat tinggi (sebagai contoh lintasan transmisi), memperlihatkan diskontinu serius

pada karakteristik lintasan transmisi, seperti batas komunikasi, ini disebabkan karena terbatasnya lebar-pita dan kerapatan kawat pada konektor.



Gambar I.1 Diagram pohon, model hirarki interkoneksi secara fisik [1].

Parameter-parameter fisik dasar dari karakterisasi suatu hubungan interkoneksi adalah jumlah kawat per hubungan (N_l), angka data per kawat (f_s) dan penundaan signal melalui hubungan (τ_l). Parameter-parameter ini sangat bergantung satu sama lainnya. Sebagai contoh, perubahan jumlah kawat per hubungan logika mempengaruhi jumlah dari

kawat yang melalui/menembus konektor dan sirkuit interkoneksi. Penambahan panjang lebar-pita satu hubungan "akhir ke akhir " membutuhkan kawat lebar-pita yang lebih tinggi, pemandu dan multiplekser yang lebih cepat. Oleh karena itu, teknologi maju untuk penyempurnaan komunikasi harus secara umum mempertahankan daya guna tiap level dari hirarki interkoneksi. Bagaimanapun juga, daya guna dari fungsi komunikasi lebih penting dari ketertarikan hubungan interkoneksi secara individual pada penyempurnaan daya guna sistem.

Lebar-pita komunikasi yang lebih tinggi dapat diperoleh, sebagai contoh, dengan cara menambah kawat secara fisik per hubungan komunikasi (mempertahankan lebar-pita tiap kawat pada kondisi yang ditetapkan), dengan meningkatkan lebar-pita dari kawat secara fisik (mempertahankan jumlah kawat per hubungan pada kondisi yang ditetapkan) atau dengan kombinasi dari dua pendekatan tersebut.

Terjadinya penyusutan peralatan dan dimensi kawat akibat peningkatan pada fungsional dan kompleksitas akan berdampak pada ukuran chip secara keseluruhan. Dalam hal ini, selama penundaan dalam kawat akibat peningkatan konstanta waktu RC *Resistor-Capacitor* sebagai kwadrat dari faktor skala, maka kontribusi penundaan RC dari kawat submikron yang panjang dapat sebesar 50% dari total penundaan lintasan , antara lain : awal dan akhir dari alat, kapasitas kawat dan penundaan RC [2]. Rapat arus dalam kawat submikron juga bertambah secara aproksimasi dengan faktor skala yang sama. Namun demikian,

perhatian muncul dari kawat pada tingkat realitas adalah faktor hambatan elektromigrasi.

Meskipun penundaan RC dapat secara potensial dipecahkan secara parsial dengan menggunakan kawat tebal dan tingkat ekstra untuk interkoneksi, namun peningkatan kesulitan proses dan biaya produksi menjadi faktor yang dipertimbangkan. Untuk alasan ini, ada beberapa inisiatif kuat untuk mencari material interkoneksi baru yang mempunyai hambatan terendah dan penyempurnaan hambatan elektromigrasi pada rapat arus tinggi.

Pada saat ini, telah banyak hasil penelitian yang diarahkan untuk menggantikan paduan Al(Cu) dengan tembaga (Cu) [3,4]. Alasan dari penelitian ini adalah rendahnya hambatan dari Cu ($\sim 1,7 - 1,9 \mu\Omega\text{cm}$ pada suhu 22°C) dibandingkan dengan paduan Al(Cu) ($\sim 3,0 - 3,2 \mu\Omega\text{cm}$ pada suhu 22°C) dan energi aktivasi yang tinggi dari difusi diri Cu dari pada Al. Meskipun Cu murni mempunyai hambatan terendah dari paduan Al(Cu), hambatan elektromigrasinya dilaporkan sama atau bahkan lebih rendah dari paduan Al(Cu). Pengukuran energi aktivasi elektromigrasi dilaporkan untuk Cu murni dalam range 0,5 - 1,3 eV [5] dan 0,7-0,9 eV untuk Al(Cu) dengan konsentrasi Cu antara 0,5 - 2,0 wt% [6,7].

Penelitian baru pada *elektrotransport* dalam bentuk bongkah dari paduan Cu (Sb,Fe,Co, dan Sn) telah dilaporkan oleh Kuzmeko [8,9] dan Stepper [10]. Pengkajian elektromigrasi pada polykristalin lapisan tipis

paduan Cu(Al) dan Cu(Be) telah dilaporkan oleh D'Heurle [11] dan pada film paduan Cu(Pd) oleh Park [12]. Baru-baru ini, pengukuran hambatan oleh Hu et.al [13] telah ditunjukkan penyempurnaan hambatan elektromigrasi untuk Cu(Sn)

Tembaga (Cu) telah menggambarkan banyaknya perhatian sebagai bahan interkoneksi baru untuk kedalam submikron IC sebagai pengganti Al dan paduannya. Bagaimanapun, pada tingkat untuk kesuksesan IC, metalisasi Cu terdapat beberapa masalah yang diasosiasikan [14], antara lain :

- Penggoresan Anisotropik
- Oksidasi dan Korosif
- Miskin adhesi untuk sebahagian besar lapisan dielektrik.

Dengan penekanan tingkat korosif pada bahan Cu terutama pada daerah yang mempunyai kelembaban dan suhu tinggi seperti di daerah tropis, maka dianalisa bahan yang lebih tahan korosif sebagai bahan interkoneksi chip. Bahan yang akan dianalisa ini adalah paduan Boron (B)

Berbagai macam unsur pada Tabel Periodik dari paduan dengan Boron , terbentuk *borides* yang mempunyai daya tarik bagi perkembangan ilmu pengetahuan dan industri. Bahan ini mempunyai karakter yang menguntungkan, antara lain : kekerasan, kekuatan, ketahanan pemakaian, titik leleh yang tinggi, tahan terhadap reaksi kimia *innert chemical* dan bersifat metal.

Sifat Mekanik dari *borides* belum secara intensif diteliti, bagaimanapun beberapa pernyataan dapat dibuat. Sebagaimana tipe untuk material keras, modul elastisitasnya adalah tinggi dan penampakan secara umumnya adalah rapuh (brittle) pada temperatur rendah [15].

Atas dasar karakter yang dimiliki oleh Boron ini, maka akan dianalisa karakter dan struktur paduan-nya sebagai bahan interkoneksi chip yang tahan terhadap korosif. Adapun paduannya adalah unsur dari golongan VIII yaitu Platinum (Pt) , Paladium (Pd) dan Nikel (Ni) yang bersifat metal.

Penelitian paduan Boron dengan unsur Nikel , Platinum dan Paladium mengarah pada analisa karakter dan struktur dari paduan tersebut.

Pembuatan paduan ini menggunakan proses metalurgy serbuk *powder metallurgy route* yaitu masing - masing bahan ditimbang sesuai dengan perbandingan beratnya yang kemudian dilakukan pencampuran dalam *induced melting furnace* pada suhu dan tekanan tertentu.

Analisa karakter dan struktur dari fasa yang terbentuk dilakukan dengan Spektrometer Massa untuk penentuan massa atom / senyawa yang terbentuk pada paduan , Difraksi Sinar-x, mikrostruktur dianalisa melalui S E M (Scan Electromagnetic Mikroskop), dan DTA (Differential Thermal Analyser) untuk menganalisa karakter panas pada bahan yang telah dibuat.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

II.1 SOLIDIFIKASI PADUAN

Solidifikasi dari logam murni sangat jarang digunakan baik untuk tujuan praktis, maupun komersial. Logam murni mengandung cukup *impurities* untuk merubah karakteristik solidifikasi dari logam murni ke paduan.

Proses solidifikasi dari bahan baik metal maupun paduan tidak dapat dilihat hanya dari sifat makro seperti konduktifitas panas / pemindahan panas saja, namun harus dilihat secara atomik . Contoh proses solidifikasi dilihat secara atomik adalah proses penyusunan atom yang menempati posisi tertentu sesuai dengan jarak kisi . Keberadaan atom-atom ini menentukan sistem kristal dan energi atom tersebut. Semakin dekat jarak antar atom semakin besar pula energi yang diperlukan untuk memisahkannya. Demikian pula dengan jumlah ikatan yang dimilikinya dengan atom-atom terdekat. Semakin banyak ikatan yang terbentuk maka semakin besar pula energi yang dibutuhkan untuk melepaskannya, sehingga mempunyai panas laten yang lebih besar.

Panas laten yang dibutuhkan untuk atom-atom berpindah tempat agar terjadinya pertumbuhan kristal haruslah sama. Selain itu pada proses pertumbuhan terdapat suatu keadaan yang harus dilewati yang disebut

activated state yaitu terdapatnya energi yang lebih besar daripada energi rata-rata atom dalam keadaan cair.

Proses pembekuan dan pencairan memerlukan kondisi sebagai berikut [16]:

- a. Harus mempunyai energi cukup agar dapat mencapai *activated state*
- b. Harus mempunyai kecepatan yang cukup besar agar dapat membentuk *interface*.
- c. Harus dapat menemukan tempat-tempat untuk atom-atom cairan dapat bergabung dengan atom padatan.

Kristal dapat tumbuh melalui suatu kesetimbangan antara atom yang datang dan keluar dari suatu permukaan bahan padatan. Proses penumbuhan kristal dapat terjadi melalui proses atom tunggal maupun melalui pembentukan kluster atom atau kelompok atom secara *agregate*, kemudian membentuk kristal kecil. Namun pembentukan melalui kluster atom sangat kecil untuk membentuk kristal yang lebih besar. Hal ini disebabkan karena kristal yang kecil tidak stabil. Dengan perkataan lain, pengelompokan atom yang memungkinkan untuk berorientasi pada antar permukaan dan menjadi bagian dari pertumbuhan kristal , mempunyai masa hidup yang pendek.

Pertumbuhan Kristal selalu melalui penambahan atom satu-persatu, yang prosesnya tergantung pada tempat-tempat permukaan yang tersedia

untuk proses pertumbuhan atau sebaliknya apakah tempat-tempat tersebut memungkinkan atom untuk meninggalkan tempat-tempat tersebut. Proses penambahan atom terjadi hanya pada tempat-tempat tertentu seperti tempat-tempat penumbuhan menyerupai anak tangga, yang membentuk sisi dari suatu permukaan.

Proses kinetik permukaan sangat menentukan terjadinya kesetimbangan antara dua komposisi atau lebih dalam suatu paduan. Besarnya energi yang dibutuhkan suatu solute menunjukkan 'mudah tidaknya suatu *solute* untuk mencair.

Didalam pertumbuhan kristal atau proses solidifikasi, terdapat pertumbuhan yang disebut pertumbuhan dendrit. Ada beberapa aspek yang berkaitan dengan pertumbuhan dendrit yang harus dipertimbangkan secara kuantitatif yaitu [16]:

1. Jumlah dendrit/padatan *solid* yang terbentuk sebagai fungsi dari ΔT *undercooling* / *supercooling*
2. Kecepatan pertumbuhan dendrit sebagai fungsi dari T_1 (suhu cair)
3. Arah pertumbuhannya sesuai dengan arah pertumbuhan struktur kristal.
4. Jarak dari cabang dendrit adalah sama *regular spacing*.

Jumlah total dendrit yang terbentuk dapat dihitung berdasarkan panas laten gabungan, panas spesifik (C) dan jumlah/besarnya ΔT *undercooling*. Proses solidifikasi dengan pembentukan dendrit akan berhenti jika panas laten dipindahkan dalam jumlah tertentu sehingga terjadi transisi dari cairan ke padatan. Proses tersebut harus terjadi dalam keadaan setimbang.

Kecepatan pertumbuhan ujung-ujung cabang dendrit tergantung pada kecepatan pemindahan panas dari ujung cabang dendrit ke sekeliling cairan. Sehingga pertumbuhan dendrit tergantung pada bentuk serta ukuran dari ujung cabang dendrit dan temperaturnya.

Mikrostruktur selular dari pertumbuhan suatu dendrit hanya stabil pada gradient temperatur tertentu. Jari-jari sekunder dari dendrit dapat terlihat pada temperatur yang lebih rendah dari temperatur jari-jari primer dan pada temperatur yang lebih rendah dari temperatur jari-jari sekunder akan terbentuk jari-jari tersier. Dengan adanya perubahan morfologi dapat menyebabkan terjadinya suatu perubahan arah jari-jari primer dari arah aliran panas ke arah yang cenderung untuk suatu kristal, seperti $\langle 100 \rangle$ untuk metal kubik [17].

Secara umum, tendensi untuk penambahan pembentukan dendrit tidak secara penuh dipahami. Bagaimanapun, Pertumbuhan dendrit sangat mungkin untuk diasosiasikan dengan pembentukan *constitutional*

supercooling dalam cairan pada sel-sel yang menyebabkan ketidakstabilan permukaan dalam arah melintang.

Perlu diketahui bahwa untuk solidifikasi yang tak terarah dapat didekati dengan tidak adanya gradient temperatur yang tegak lurus terhadap arah pertumbuhan. Pengembangan jarak jari-jari dendrit atau sel dapat mengurangi *constitutional supercooling* dalam menghambat cairan ke level yang sangat rendah. Ini sebaiknya dilakukan pengamatan yang konsisten untuk sel dan jarak jari-jari dendrit, yang keduanya akan berkurang dengan peningkatan kecepatan pendinginan, lebih tinggi kecepatan pendinginan menyebabkan kurangnya waktu untuk difusi lateral dari *solute* yang terpisah. Oleh karena itu dibutuhkan lebih kecilnya sel dan jarak jari-jari dendrit untuk menghindari *constitutional supercooling*.

Secara umum, solidifikasi pada paduan dalam prakteknya, sangat dipengaruhi oleh tiga komponen yang sangat kompleks yaitu : gradient temperatur, kecepatan pendinginan dan pertumbuhan. Gradient temperatur ini dapat berupa perbedaan temperatur antara permukaan cabang dendrit dengan cairan, dengan temperatur kesetimbangan, dan dengan permukaan tempat dendrit tersebut tumbuh.

II.2 STRUKTUR PADUAN BORON (B)

Paduan Boron dengan unsur lain membentuk *borides* yang tidak sesuai dengan konsep dasar valensi, demikian pula secara stoikiometri maupun struktural. Stoikiometri dari metal *borides* berada pada daerah dari kandungan boron rendah seperti M_5B sampai kandungan kaya boron secara ekstrem, seperti MB_{66} - MB_{99} dan M adalah logam/non-logam, B adalah boron. Diantara daerah komposisi diatas struktur kristalografi dari *borides* yang terbentuk berubah [15].

Distribusi spatial dari atom-atom boron adalah karakteristik untuk semua paduan-nya. Pada *borides* yang kaya karbon, perubahan dari atom-atom boron yang terisolasi ke atom-atom yang berpasangan akan membentuk rantai-rantai yang terhubung secara 3 dimensi. Jumlah interaksi boron-boron bertambah dengan bertambahnya kandungan boron.

Ikatan kovalen dari atom-atom boron dapat dipertimbangkan sebagai suatu penyebab tingginya kekerasan dan tingginya titik leleh dari *borides*. Sebagai contoh NiB mempunyai kerapatan $7,39 \times 10^3 \text{ Kgm}^{-3}$, titik leleh [$^{\circ}\text{K}$] 1325 dan hambatan listrik $23 \times 10^{-8} \Omega\text{m}$.

Perubahan struktur mikro suatu bahan/paduan berkaitan dengan pengaturan kembali atom-atomnya yang dapat mengakibatkan terjadinya

perubahan sifat dari paduan serta pembentukan fasa -fasa baru. Campuran dari dua atau tiga fasa dalam bahan memungkinkan terjadinya interaksi antara fasa dan sifat yang dihasilkan umumnya berbeda dengan sifat masing-masing fasa.

Fasa-fasa yang terbentuk dari suatu paduan Boron dapat dilihat pada diagram fasanya, (Gambar II.1 - II.3) [18]. Selain mengidentifikasi fasa kesetimbangan / fasa stabil, dari diagram fasa ini kita juga dapat menentukan komposisi kimia dan menentukan kuantitas setiap fasa yang ada dalam kesetimbangan. Kuantitas yang dinyatakan dalam fasa α dan β atau α dan L merupakan suatu komposisi yang berbeda dengan yang dinyatakan dalam jumlah komponen paduannya.

Gambar II.1 menunjukkan diagram fasa paduan Boron - Platinum (B - Pt). Sebagai contoh untuk menghitung kuantitas fasa, kita mengambil 90Pt - 10B pada 1200 °C sebanyak 800 gr, maka terdapat 720 gr Pt dan 80 gr B. Misalkan terdapat A gr Pt (100Pt - 0B) dan L gr cairan (82Pt - 18B), maka dapat dinyatakan $A + L = 800$ gr. Jadi berdasarkan komposisi kimia kedua fasa dan paduan keseluruhan bahan Pt - B adalah :

$$1 \text{ Pt} + 0,82 \text{ L} = 0,9 (\text{Pt} + \text{L}) \quad (\text{II.1})$$

Secara umum pers. (II.1) dapat ditulis sbb :

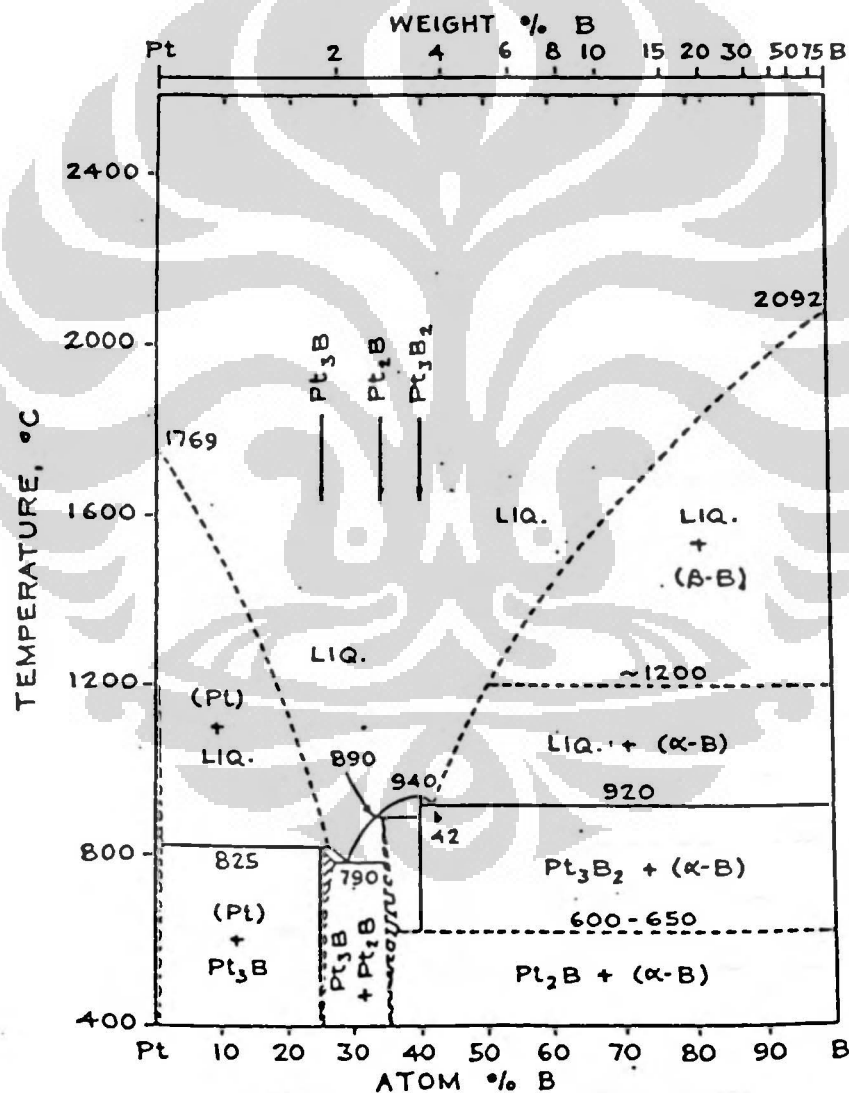
$$C_x (X) + C_y (Y) = C (X + Y) \quad (\text{II.2})$$

C_x dan C_y adalah komposisi kimia dari fasa-x dan fasa-y , C adalah

komposisi dari paduannya, sedangkan X dan Y adalah kuantitas fasa-x dan fasa-y. Pers. (II.2) dapat ditulis sbb:

$$\frac{X}{X+Y} = \frac{C_y - C}{C_y - C_x} \quad \text{atau} \quad \frac{Y}{X+Y} = \frac{C_x - C}{C_x - C_y} \quad (\text{II.3})$$

Persamaan ini disebut juga " Dalil Pengungkit Terbalik " [19].



Gambar II.1 Diagram fasa paduan Boron - Platinum (B - Pt) [18]

Dari pers. (II.3) dapat diperoleh fraksi kuantitas Pt :

$Pt / (Pt + L) = (0,82 - 0,9) / (0,82 - 1) = 0,08 / 0,18 = 4 / 9$, sedangkan fraksi kuantitas L adalah $1 - 4/9 = 5/9$.

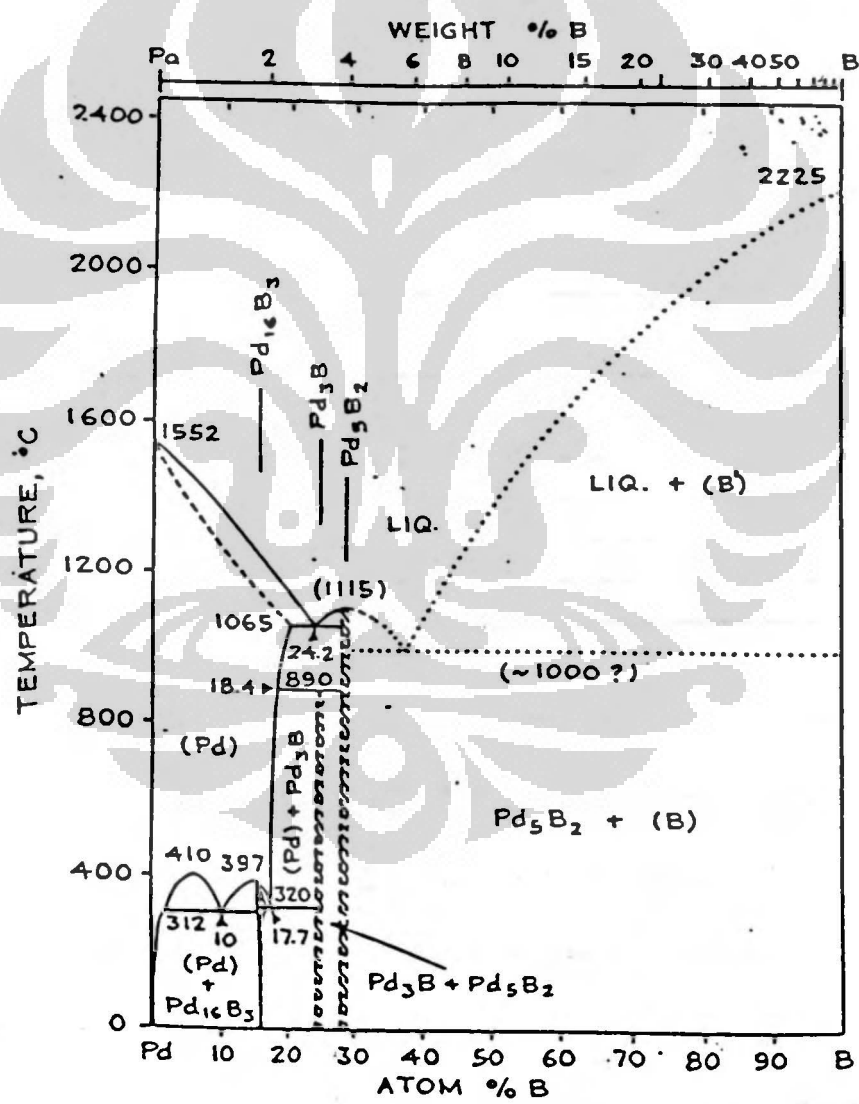
Garis solubilitas merupakan garis-garis pembatas antara satu fasa dengan fasa lainnya yang terbentuk pada suhu dan komposisi tertentu dari komponennya. Pada Gambar (II.1) terlihat garis solubilitas yang berpotongan pada 790 °C dengan komposisi ~ 29,5 B - 70,5 Pt. Ini merupakan suhu terendah. Pada suhu ini paduan cair masih berupa cairan dan dinamakan suhu *eutektoid* dengan komposisi *eutektik* . Apabila terdapat larutan padat pada reaksi *eutektik* tidak sungguhan terjadi sewaktu pendinginan, maka akan terjadi analogi reaksi *eutektik*. Reaksi ini disebut dengan reaksi *eutektoid*.

Struktur yang terbentuk pada tiap perubahan fasa paduan Boron - Platinum dapat dilihat pada Tabel II.1, yang telah dilakukan oleh H. Okamoto , 1990 [18] .

Tabel II.1 Struktur paduan B - Pt oleh H.Okamoto, 1990

Phase	Composition wt % B	Pearson symbol	Space group
(β B)	0	<i>hR108</i>	<i>R3m</i>
B ₂ Pt ₃	96
BPt ₂	97.3	<i>hP6</i>	<i>P6₃/mmc</i>
BPt ₃	98	<i>t</i>	...
(Pt)	100	<i>cF4</i>	<i>Fm3m</i>

Fasa (β B) mempunyai struktur rombohedral dengan *space group* $R3m$ yang mempunyai simetri m serta mempunyai parameter kisi $a = b = c$ dan $\alpha = \beta = 90^\circ$ dan $\gamma = 120^\circ$. Sedangkan Platinum (Pt) adalah kubik dengan parameter kisi $a=b=c$ dan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Dari Gambar II.2 terdapat garis solubilitas yang berpotongan pada $\sim 38B - 62Pd$ yang merupakan komposisi *eutektik* dengan suhu *eutektik* $1000^\circ C$.



Gambar II.2 Diagram fasa paduan Paladium - Boron (Pd - B) [18]

Fasa tunggal Paladium terdapat pada komposisi (0 - 16 % atom) B dengan suhu 400 - 1555 °C. Sedangkan fasa Pd₂B₅ mempunyai kelebihan B yang terdapat pada komposisi ~ (30 - 100 % atom) B pada suhu 0 - 1000 °C. Ini menunjukkan bahwa pada komposisi tersebut ada sejumlah B yang tidak bereaksi.

Struktur paduan Pd- B dari fasa yang terbentuk dapat dilihat pada Tabel II.2 yang diperoleh oleh P.K.Liao dan K.E.Spear [18].

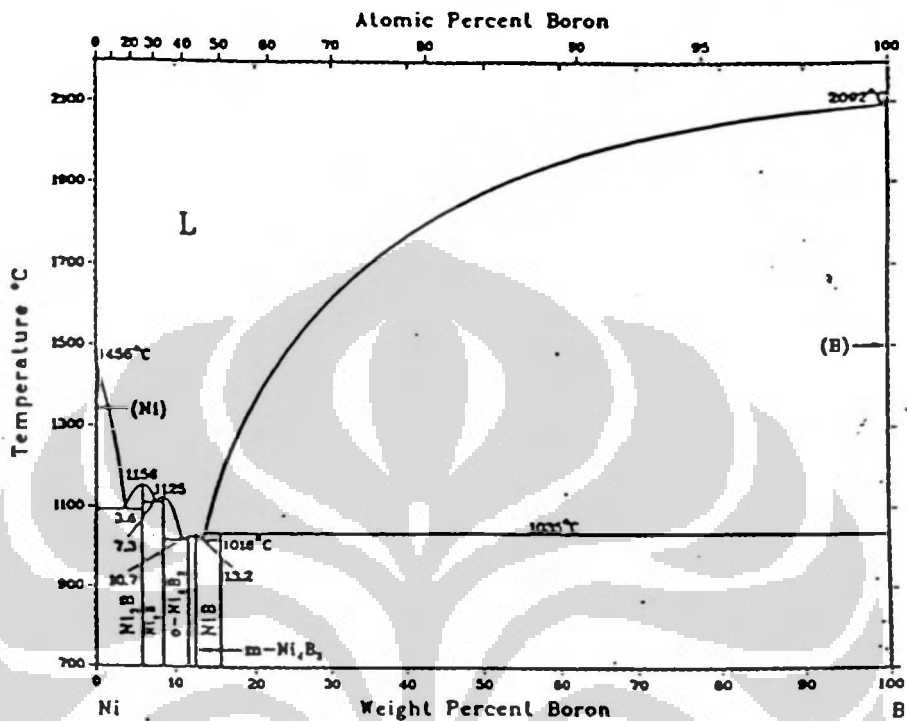
Tabel II.2 Struktur paduan B - Pd oleh P.K.Liao dan K.E.Spear

Phase	Composition wt % B	Pearson symbol	Space group
(Pd)	0.00 - 2.2	<i>cF4</i>	<i>Fm3m</i>
Pd ₁₆ B ₃	1,9
Pd ₃ B	3,4	<i>oP16</i>	<i>Pnma</i>
Pd ₅ B ₂	3,9	<i>mC28</i>	<i>C2/c</i>
(βB)	100	<i>hR105</i>	<i>FR3m</i>

Unsur Paladium (Pd) mempunyai struktur kubik, Struktur ini dapat terbentuk dengan komposisi (0,0 - 2,2 % berat) B. Demikian pula untuk fasa Pd₅B₂ dengan komposisi 3,9 % berat B. Fasa Pd₃B dengan komposisi 3,4 % berat B mempunyai struktur ortorombik dengan parameter kisi a , b dan c tidak sama, sedangkan α, β dan γ = 90°.

Komposisi eutektik dari diagram fasa Ni - B adalah ~ 13,2 - 86,8 Ni dengan suhu *eutektik* 1018°. Dibawah suhu *eutektik* ini akan terbentuk

NiB yang mempunyai struktur ortorombik, struktur ini dapat dilihat pada Tabel II.3 yang ditentukan oleh P.K.Lio dan K.E.Spear, 1991.



Gambar II.3 Diagram fasa paduan Nikel - Boron (Ni - B) [18]

Tabel II.3 Struktur paduan B - Ni [18]

Phase	Composition wt % B	Pearson symbol	Space group
(Ni)	0	cF4	Fm3m
Ni ₃ B	6	oP6	Pnma
Ni ₂ B	8,4	tI12	I4/mcm
Ni ₄ B ₃	11,5	(a)	Pnma
Ni ₄ B ₃	12,5	(b)	C2/c
NiB	16	oC8	Cmcm
NiB ₂ (c)	26,9	(d)	...
NiB ₁₂ (c)	68.8	(d)	...
(βB)	100	hR108	R3m

(a) Ortorombik. (b) Monoklinic (c) Eksistensi paduan ini telah dilaporkan, tetapi sangat berbeda . (d) Kubik

Komposisi *eutektik* tidak hanya terbentuk pada komposisi 13,2 % berat B, tetapi juga terdapat pada komposisi lainnya yaitu 10,7 % berat B dengan suhu *eutektik* yang sama (1018 °C). Pada komposisi ini, apabila suhu diturunkan lebih kecil dari 1018 °C akan terbentuk fasa Ni_4B_3 dengan struktur ortorombik pada komposisi 11,5 % berat B dan membentuk struktur monoklinik pada komposisi 12,5 % berat B.

II.3 DIFRAKSI SINAR - X [20]

Suatu bahan mempunyai bidang-bidang atom yang mempengaruhi sifat dan perilaku bahan. Bidang-bidang kristal ini dianotasikan dalam bentuk indeks yang disebut indeks Miller (hkl). Indeks Miller merupakan bilangan bulat dari perbandingan terkecil dari kebalikan perpotongan bidang pada sumbu x , y dan z .

Bidang-bidang pada suatu sistem kristal dapat dikelompokkan dalam kelompok bidang yang sama. Sebagai contoh pada sistem kubik terdapat kelompok bidang : (100) (010) (001) (100) (010) dan (001) yang semuanya dapat dianotasikan dalam bentuk $\{100\}$. Perpotongan bidang dengan sumbu negatif ditandai dengan garis diatas indeks miller. Untuk arah kristal diberi indeks sesuai berkas yang berasal dari titik asal melalui titik dengan indeks bilangan bulat terkecil. Arah kristal ini dianotasikan dengan $[uvw]$. Anotasi u , v , dan w berasal dari tiga arah sumbu utama.

Dalam sistem heksagonal penggunaan indeks miller jauh lebih mudah bila digunakan empat sumbu, tiga diantaranya terdapat dalam bidang alas . Indeks ke empat adalah l yang mempunyai hubungan matematik dengan jumlah indeks pertama dan kedua .

$$h + k = -l \quad (11.4)$$

Perpotongan dari ke empat indeks ini (h k l) disebut juga indeks Miller-Bravis.

Adanya struktur kristal dapat dibuktikan dengan percobaan difraksi sinar-x. Gelombang elektromagnetik berfrekuensi tinggi mempunyai panjang gelombang yang besar sedikit dari jarak antar bidang dalam kristal. Berkas gelombang elektromagnetik yang mengenai kristal mengalami difraksi sesuai dengan hukum Bragg [20]. Besarnya sudut difraksi θ tergantung pada panjang gelombang λ berkas sinar-x dan jarak antar bidang d. Ini dapat dirumuskan dalam bentuk :

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (11.5)$$

Keterangan :

n	=	Bilangan bulat
λ	=	Panjang Gelombang
d	=	Jarak antar bidang
θ	=	Sudut difraksi

Jarak antar bidang dalam suatu sistem kristal bergantung pada konstanta kisi a , b dan c yang masing-masing mewakili konstanta pada sumbu x, y, z dan bergantung pula pada indeks miller .

Pola difraksi bahan dapat di analisa dengan metode Hanawalt yang dibuat oleh Hanawalt dkk dan telah dipublikasikan oleh American Society for Testing Materials (ASTM) untuk pertama kalinya pada tahun 1941 dalam bentuk kartu-kartu. Kegiatan ini dilanjutkan oleh Joint Committee on Powder (JCPDS) dengan bahan-bahan unsur, paduan, senyawa anorganik dan senyawa organik.

Beberapa bahan mempunyai nilai d yang sama/hampir sama untuk garis terkuat pertama bahkan garis terkuat ke dua, sehingga Hanawalt mengatakan untuk mencirikan suatu bahan harus berdasarkan tiga garis terkuat yaitu d_1 , d_2 dan d_3 . Ketiga harga d bersama dengan intensitas relatif cukup untuk menentukan pola bahan yang belum diketahui dan mencocokkannya dengan data yang ada.

Kumpulan data biasanya disertai buku index untuk memudahkan pencarian. Setiap buku berisi dua index yaitu :

1. Index alfabet, berdasarkan nama, rumus kimia, harga d dan intensitas relatif dari tiga garis terkuat serta nomor seri kartu.
2. Index numerik, berdasarkan harga d dan intensitas relatif tiga garis terkuat, rumus kimia, nama dan nomor seri kartu.

Dalam analisa kualitatif dengan metode Hanawalt , bila pola difraksi didapat dari film maka intensitas mulai dari angka 100 untuk garis terkuat sampai 10 -5 untuk garis terlemah. Jika menggunakan Diffraktometer maka intensitas ditentukan berdasarkan intensitas maksimum yang diukur diatas *background*. Kita akan selalu membandingkan harga d eksperimen dan intensitas relatifnya dengan tabel, selalu memberikan kesalahan $\pm 0,01 \text{ \AA}^0$ (untuk d). Bila telah ditemukan kesesuaian untuk ketiga garis terkuat pada index, cari kartu data yang cocok dan bandingkan nilai d dan I/I_1 dari semua garis difraksi eksperiment dengan tabel. Dari hasil ini kita dapat mengidentifikasi bahan eksperimen .

II.4 S E M (Scanning Electron Microscope) [21]

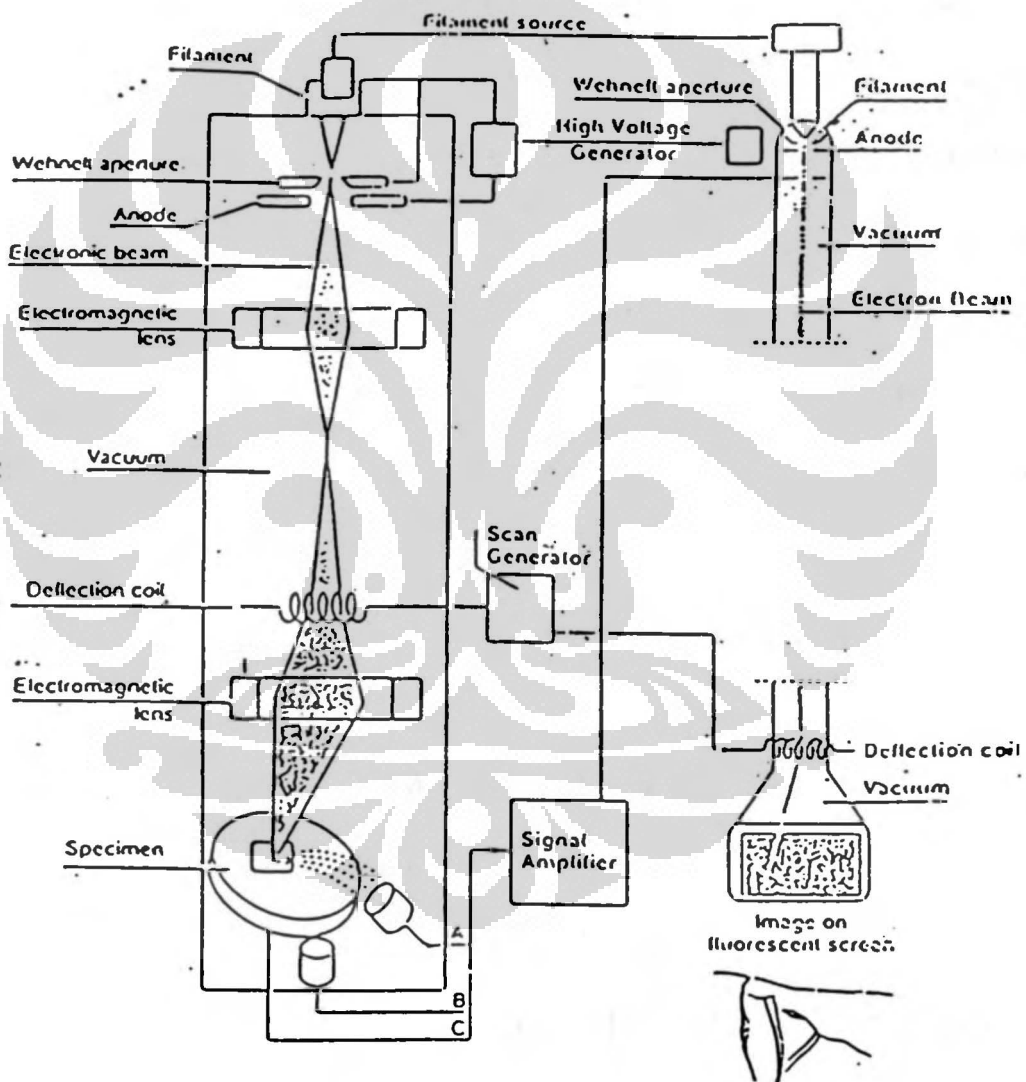
Pengamatan dengan SEM bertujuan untuk melihat topografi permukaan sampel dan analisis kimia mikro pada daerah yang sangat kecil. Ditinjau dari sistem pencahayaan (radiasi), mikroskop dapat dibedakan menjadi mikroskop optik dan mikroskop elektron. Mikroskop optik menggunakan pencahayaan sinar tampak (4000 \AA) dan ultraviolet ($4000-800 \text{ \AA}$), sedangkan mikroskop elektron menggunakan radiasi elektron ($200-0,1 \text{ \AA}$) sehingga mempunyai daya pisah atau resolusi yang lebih tinggi dibanding mikroskop optik. Disamping itu berkas elektron dapat difokuskan pada suatu titik (spot) yang sangat kecil ($<100 \text{ \AA}$) seperti terlihat pada Gambar II.4, dan hal ini dapat digunakan untuk

analisis mikro dari satu titik ke titik yang lain. Namun demikian penggunaan mikroskop elektron tidak bersifat untuk menggantikan fungsi dari mikroskop optik akan tetapi bersifat melengkapi.

Pada dasarnya SEM terdiri dari empat bagian, yaitu : penembak elektron *electron gun*, perangkat demagnetisasi, scan unit dan sistem deteksi. Penembak elektron adalah untuk menghasilkan elektron dalam volume dan energi tertentu dan terdiri dari filamen (yang biasanya terbuat dari tungsten), anoda dan silinder Wehnelt. Arus filamen dapat diatur dengan tombol pengatur. Bila diputar kekanan berarti menaikkan arus yang mengalir ke filamen yang berakibat panasnya filamen dan terjadi pelepasan elektron berdasarkan pancaran termionik. Penyekat Wehnelt dan anoda secara efektif berfungsi untuk mempersempit diameter berkas elektron pada suatu titik yang disebut *cross-over*, ini digunakan sebagai sumber bagi perangkat demagnetisasi.

Perangkat demagnetisasi terdiri atas gabungan lensa elektromagnetis yang digunakan untuk memfokuskan berkas elektron menjadi sangat kecil pada saat mencapai sampel. Pembentukan gambar SEM menggunakan prinsip *scanning*, yaitu berkas elektron diarahkan dari titik ke titik pada sampel seperti gerakan 'membaca'. *Scanning* berkas elektron dibangkitkan oleh *scanning coil*, sedangkan hasil interaksi berkas elektron dengan material diantaranya menghasilkan elektron skunder dan

hamburan balik yang diterima oleh detector *Secondary Electron* (SE) dan *Back Scattered Electron*. Dari detector sinyal diubah menjadi sinyal listrik yang akan diperkuat oleh pemerkuat (amplifire) dan selanjutnya terbentuk gambaran pada layar CRT .



Gambar II.4 Skema Peralatan SEM (Scanning Electron Microscope) [21]

Electron sekunder yang dikumpulkan oleh detektor SE mempunyai energi yang rendah (<50 eV) dan menghasilkan gambar topografi permukaan sample. Adanya efek bayangan yang ditimbulkan oleh elektron sekunder menghasilkan gambar tiga dimensi. Elektron hamburan balik merupakan hasil hamburan elastis yang mempunyai energi tinggi dan dapat mendekati energi elektron primer (electron datang). Koefisien hamburan balik akan semakin besar dengan bertambahnya nomor atom, ini akan memberikan peta struktur mikro yang gambarnya dibentuk dari perbedaan nomor atom yang terkandung pada sampel. Daerah pada sampel dengan nomor atom yang lebih rendah akan kelihatan lebih gelap dibanding daerah dengan nomor atom yang lebih tinggi, Hal ini terjadi karena elektron yang terserap lebih banyak, sehingga yang terhambur pada nomor atom yang lebih rendah akan lebih kecil.

II.5 DTA (Differential Thermal Analysis) [22]

Analisis panas merupakan suatu kelompok metode dengan mengukur beberapa sifat fisika dari sampel secara kontinu sebagai fungsi dari temperatur. Sampel dianalisis pada perubahan temperatur yang terkontrol. Teknik dalam analisis panas yang terpenting adalah : Thermogravimetry (TG) untuk pengukuran perubahan berat, Differential Thermal Analysis dan Differential Scanning Calorimeter untuk mengukur

perubahan energi dan menunjukkan apakah reaksi tersebut eksotermik (mengarah pada pelepasan panas) atau endotermik (mengarah pada penyerapan panas).

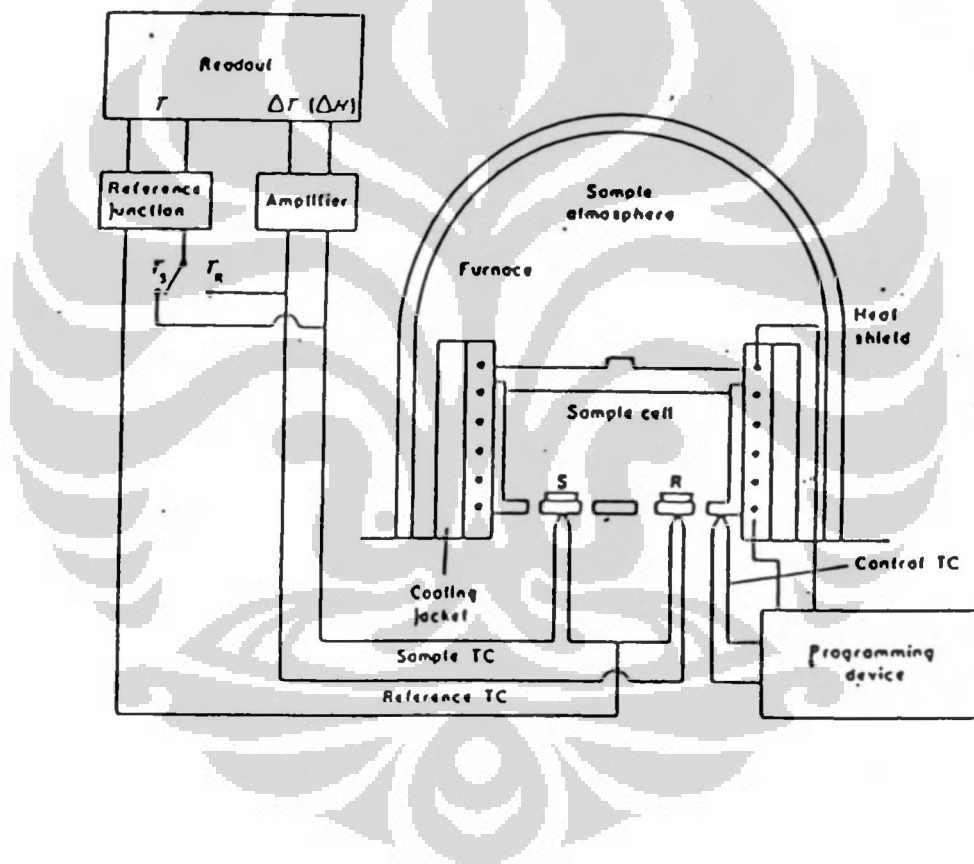
Efek endotermik dan eksotermik berhubungan dengan perubahan energi panas dalam sampel. Ketika suatu sampel meleleh, energi (dalam bentuk panas) dibutuhkan untuk melepaskan gaya yang menahan sampel dalam keadaan padat. Energi input berhubungan dengan efek endotermik. Mendidih dan penguapan juga melibatkan perubahan keadaan yang keduanya merupakan proses endotermik, sedangkan pembekuan termasuk proses eksotermik.

Tabel II.4 memperlihatkan beberapa sumber dari efek endotermik dan eksotermik [22]. Fenomena pada bagian (a) merupakan perubahan secara fisika pada bahan sedangkan bagian (b) merupakan secara kimia.

Tabel II.4 Beberapa dasar dari efek endotermik dan eksotermik [22]

Fenomena	Eksotermik	Endotermik
Bagian (a)		
Penyerapan	x	
Desorbtiion		x
Transisi kristalin	x	x
Kristalisasi		
(Pembekuan)	x	
Fusi (Meleleh)		x
Penguapan		x
Sublimasi		x
...		

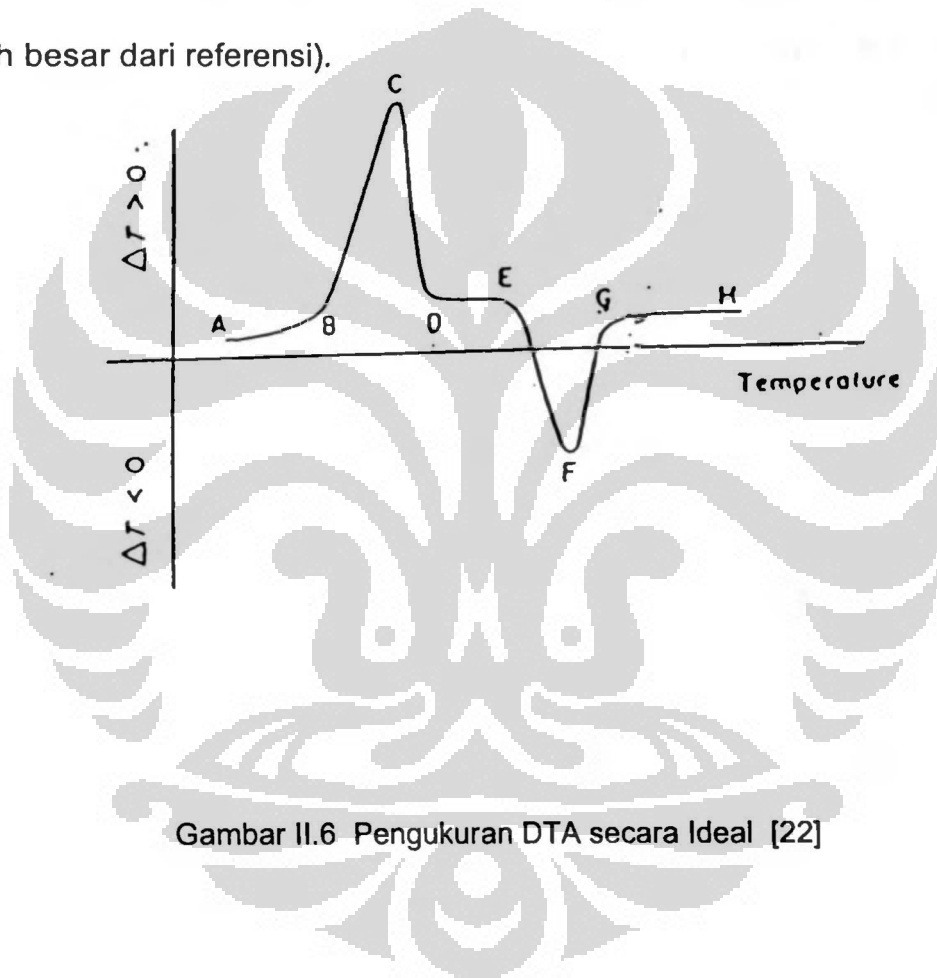
Bagian (b)		
Degradasi Oksidasi	x	
Oksidasi pad gas atm	x	
Reduksi pada gas atm		x
Dekomposisi	x	x
Dehidrasi		x
Desolvasi		x
Penyerapan kimia	x	
Reaksi Redoks	x	x
Reaksi keadaan padat	x	x



Gambar II.5 Skema Differential Thermal Analysis [22]

Differential Thermal Analysis adalah suatu teknik yang mana perbedaan pada temperatur (ΔT) antara sampel dengan material referensi

yang *innert* diukur sebagai suatu fungsi temperatur (T) yang terkontrol. Suatu rekaman pengukuran DTA yang ditampilkan secara ideal terlihat pada Gambar II.6. Faktor ΔT diplot pada sumbu-y dan T pada sumbu-x. Endotermik diplot mengarah ke bawah ($\Delta T < 0$, temperatur sampel lebih kecil dari referen) dan eksotermik ke atas ($\Delta T > 0$, temperatur sampel lebih besar dari referensi).



Gambar II.6 Pengukuran DTA secara Ideal [22]

II.6 SPEKTROMETER MASSA [23]

Spektrometer massa merupakan suatu alat untuk mengukur massa suatu molekul atau unsur dari suatu bahan. Dalam Spektrometer massa, dapat dibedakan tiga macam fungsi yaitu :

- a. Produksi ion pada sumber ion
- b. Pemisahan ion dalam bagian analisa dari spektrometer
- c. Penampungan ion-ion yang telah dipisahkan dan meneruskan intensitas relatif arus ion untuk pelbagai massa ke kolektor.

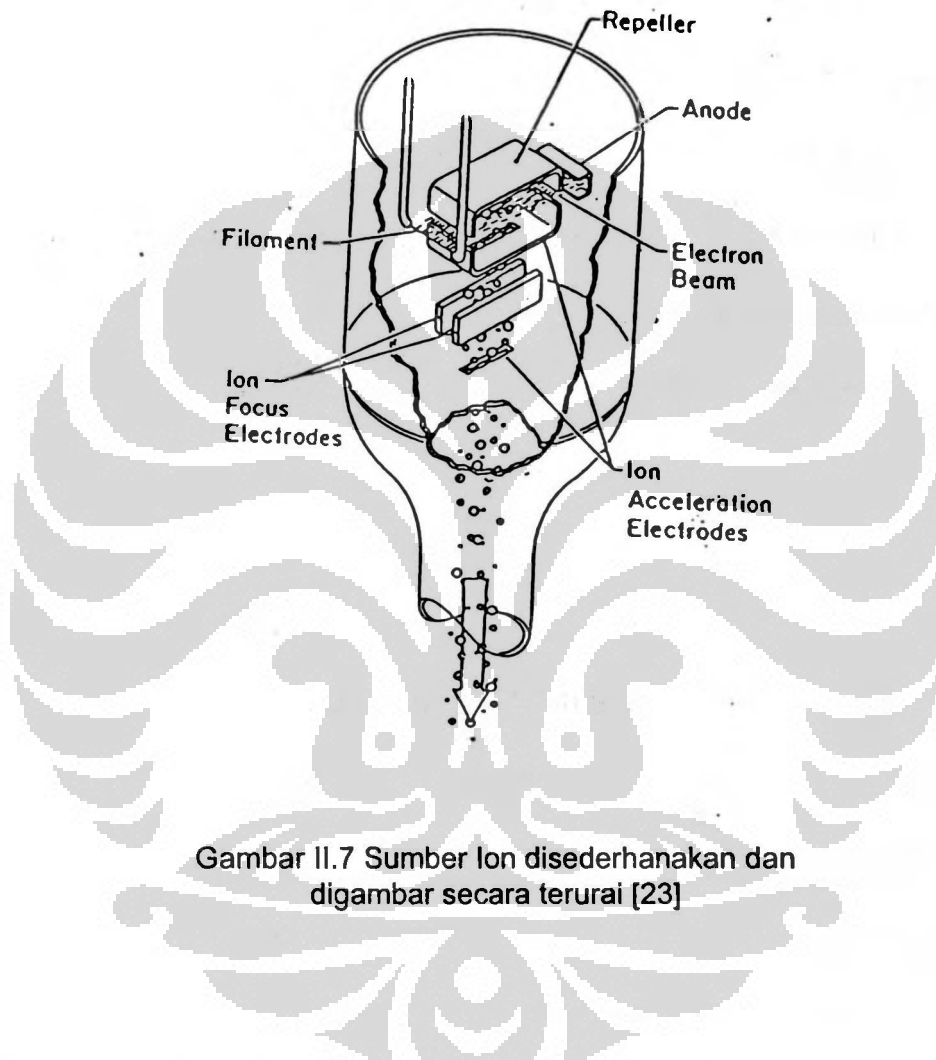
Spektrometer massa dapat dibagi dalam tiga bagian pokok yaitu : sumber ion, bagian analisa dan bagian kolektor.

II.6.1. Sumber Ion

Dalam sumber ion, sebagian dari sampel yang berada di sana diionisasikan dengan cara melakukan bombardemen elektron. Ion-ion ditarik dari ruangan ionisasi dan diarahkan ke lubang dari bagian analisa. Kualitas dari sumber ion dikarakterisasikan oleh produksi ion, dinyatakan dengan arus ion dalam ampere pada tekanan referensi 1 torr (A/torr).

Pada umumnya yang dipakai untuk mengionisasikan adalah seberkas elektron yang sedikit banyaknya diarahkan. Anode berada tepat dimuka katode, sedangkan ion-ion dari ruang ionisasi difokuskan ke arah yang tegak lurus ke lubang kecil dari bagian analisa. Dengan cara ini maka jejak elektronnya pendek dan penghamburan ke beberapa arah serta energinya dapat dibuat sekecil mungkin. Arah yang didefinisikan dengan baik dan energi ion-ion adalah merupakan persyaratan dari

kebanyakan spektrometer massa untuk dapat memberikan pemisahan yang baik dalam bagian analisa. Sebenarnya bila jarak yang ditempuh



Gambar II.7 Sumber Ion disederhanakan dan digambar secara terurai [23]

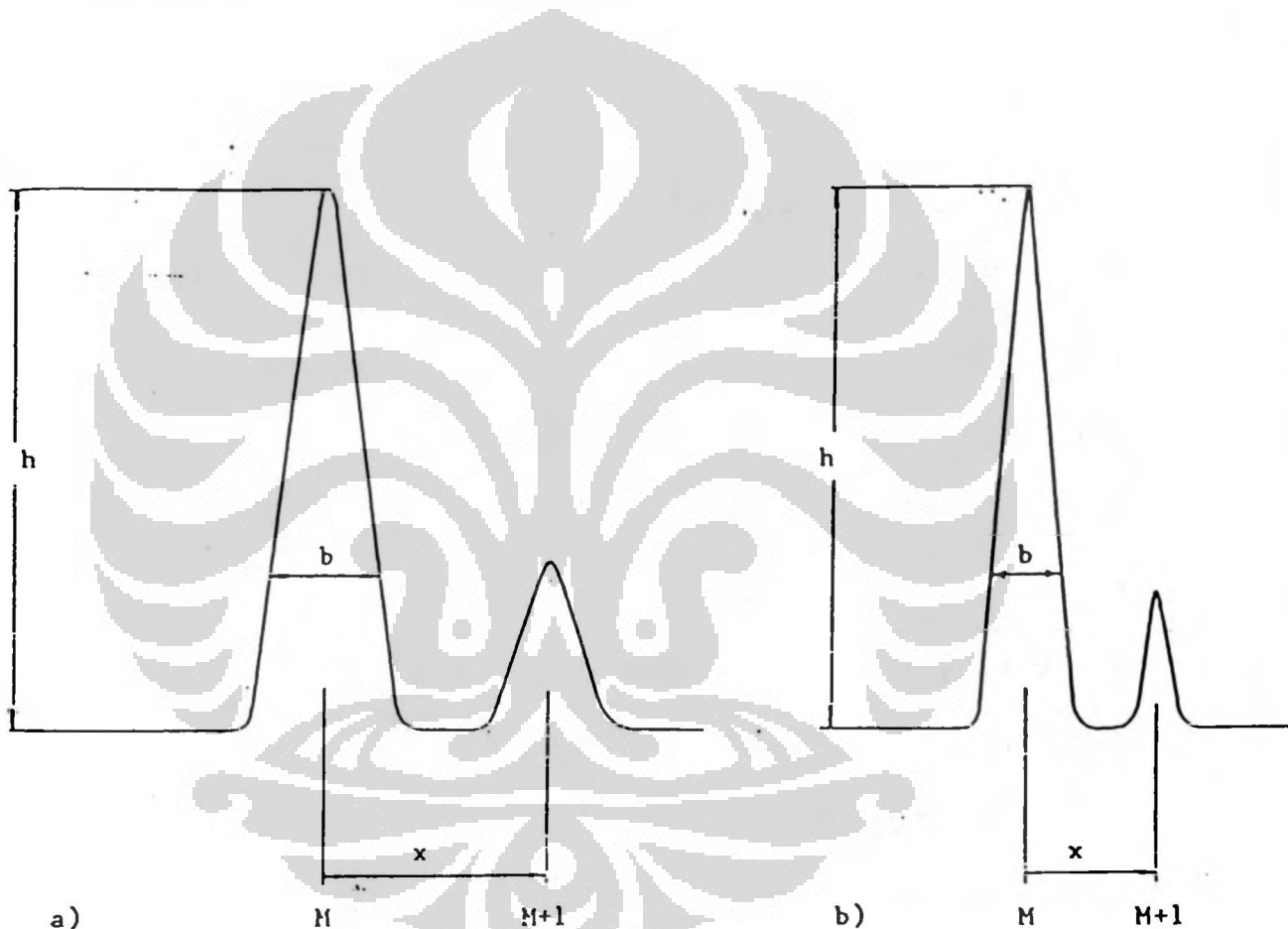
elektron pendek, maka elektron tidak dapat dipergunakan secara efisien untuk mengionisasikan. Disamping itu sebagai akibat dari pemfokusan yang baik (lubang bagian analisa yang kecil) , maka sebagian dari atom yang terbentuk dapat dianalisa.

Untuk mendapatkan produksi elektron yang relatif tinggi, dapat dicapai misalnya dengan bekerja pada arus elektron yang terlalu tinggi. Namun ini dapat mengakibatkan gejala-gejala muatan ruang yang mengganggu pada sumber. Gejala muatan ruang dapat memberikan pemencaran energi ion yang tidak dikehendaki dan akibatnya terjadi pemisahan massa yang jelek di bagian analisa. Dapat juga, karena adanya gejala muatan ruang, beberapa ion sukar mencapai lubang bagian analisa. Alat pengukur akan menunjukkan penyimpangan dalam kepekaan untuk pelbagai massa tertentu atau diskriminasi massa.

II.6.2 Bagian Analisa

Fungsi dari bagian analisa ini adalah untuk memisahkan massa dari ion-ion yang terbentuk dalam ruang ionisasi. Besaran-besaran yang memberi kesan kepada kita mengenai kualitas analisa adalah transmisi dan daya pemisah. Transmisi kita sebut maksimal (100%) bilamana ion dengan bilangan massa tertentu, pada mana spektrometer itu diatur, dari saat masuknya dan setelah dipisahkan dari ion-ion lain, benar-benar dapat mencapai bagian kolektor. Kemampuan daya pemisah (resolusi) suatu spektrometer ditunjukkan dengan puncak-puncak yang digambar, seberapa jelas ia dapat membedakan bilangan-bilangan massa yang berdekatan dengan spektrum.

Resolusi suatu spektrum dapat ditentukan dengan mengambil bagian tertentu dari puncak yang tertinggi yang lebarnya diukur b , dan jarak antara dua puncak dalam x satu satuan massa, lihat Gambar II.8. Bilangan $\Delta M = b/x$ sekarang kita bagikan dengan M maka kita peroleh resolusi pada bilangan massa M yaitu : $M / \Delta M$.



Gambar II.8 Dua puncak yang jaraknya satu satuan massa, dicatat dengan kecepatan menulis yang berbeda
a) lebih cepat dan b) lebih lambat

Memperbandingkan dua bilangan dari dua spektrometer massa adalah hal yang tidak ada artinya bila penentuan lebar puncak tidak

diambil pada tinggi yang sama. Pada tipe lain, $M / \Delta M$ berubah menurut bilangan massa, malah ada yang sebanding dengan bilangan massa. Hanya pada keadaan terakhir ini bilangan massa, pada mana resolusi disetel tidak perlu ditunjuk.

II.6.3 Bagian Kolektor

Disini dilakukan penentuan kuantitatif, setelah itu ion-ion disortir pada bagian analisa. Pada umumnya ion-ion yang keluar dari bagian analisa, ditampung oleh pelat kolektor. Pelat ini, yang merupakan bagian dari elektrometer, dihubungkan dengan tanah, melalui tahanan listrik yang sangat tinggi. Tahanan tipe Ohm yang tinggi (R) diperlukan untuk mendapatkan signal tegangan tinggi (V) pada arus listrik yang sangat kecil (I), yang disebabkan karena datangnya ion pada kolektor ($I = V/R$). Misalnya pada produksi ion 10^{-4} A/torr dari sumber dan transmisi dari bagaian analisa yang sempurna (100%), tekanan sebesar 10^{-10} torr hanya akan memberikan arus listrik sebesar 10^{-14} A. Untuk mendapatkan signal pengukur sebesar 10 mv, besarnya tahanan listrik adalah 10^{12} Ohm. Melalui tahanan listrik tipe ini pada hakekatnya perubahan-perubahan arus listrik yang cepat tidak dapat diikuti dengan baik. Maka dengan spektrometer massa yang diperlengkapi dengan kolektor yang sederhana dan elektrometer pada tekanan rendah spektrum harus

digambar (diikuti) dengan teliti. Kecepatan yang tepat dalam praktek ditentukan dengan mengubah-ubah kecepatan penulisan dan mengontrol signal luaran (output signal) dengan puncak yang diukur.

Bila diharapkan adanya kepekaan deteksi dan kecepatan penulisan yang lebih besar, maka pelat kolektor harus diganti dengan alat penggandaan ion. Kekurangan dari alat pengganda elektron adalah bahwa faktor penguatnya tergantung kepada kemurnian permukaan dynode. Mengembalikan faktor penguatan ke keadaan semula biasanya dapat dilakukan dengan cara memanasi seperti halnya pada proses yang diperlukan untuk mencapai vakum ultra tinggi.

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

III.1 PENYIAPAN CUPLIKAN

Pembuatan Paduan $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$, $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$ dan NiB menggunakan proses metalurgi serbuk (*powder metallurgy route*). Komposisi paduan yang dibuat berdasarkan pada perbandingan berat dari bahan-bahan penyusun.

Dalam pembuatan paduan $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$ dilakukan perhitungan sebagai berikut :

Berat atom Paladium (Pd) = 106,4 dan Boron (B) = 10.811 , maka total massa paduan adalah “ massa Pd + massa B “

$$\text{massa Pd} = 73 \times 106,4 = 7767,2 \text{ msa}$$

$$\text{massa B} = 27 \times 10.811 = 291,897 \text{ msa}$$

$$\text{Total} = 8059,097 \text{ msa}$$

jadi Persentase massa masing - masing bahan :

$$\% \text{ massa Pd} = 7767,2 / 8059,097 \times 100 \% = 96,4 \%$$

$$\% \text{ massa B} = 291,897 / 8059,097 \times 100 \% = 3,6 \%$$

Dengan demikian bila ingin membuat 100 gr $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$ maka diperlukan :

$$\text{Pd} = 96,4 / 100 \times 100 \text{ gr} = 96,4 \text{ gr}$$

$$\text{B} = 3,6 / 100 \times 100 \text{ gr} = 3,6 \text{ gr} .$$

Untuk paduan Pt₅₈ B₄₂ dilakukan perhitungan sbb :

Berat atom Platinum (Pt) = 195,1 dan Boron (B) = 10,811

Total massa paduan adalah " massa Pt + massa B "

$$\text{massa Pt} = 58 \times 195,1 = 11315,8 \text{ msa}$$

$$\text{massa B} = 42 \times 10,811 = 454,062 \text{ msa}$$

$$\text{Total} = 11769,862 \text{ msa}$$

jadi persentase massa bahan :

$$\% \text{ massa Pt} = 11315,8 / 11769,862 \times 100 \% = 96,1 \%$$

$$\% \text{ massa B} = 454,062 / 11769,862 \times 100 \% = 3,9 \%$$

Dengan demikian , jika ingin membuat 100 gr Pt₅₈ B₄₂ maka berat masing-masing bahan adalah Pt = 96,1 gr dan B = 3,9 gr .

Demikian pula dengan pembuatan paduan NiB yang mempunyai perbandingan mol 1 : 1 untuk Ni dan B .

Berat atom Nikel (Ni) = 58,71 dan Boron (B) = 10,811

maka massa -nya adalah :

$$\text{massa Ni} = 1 \times 58,71 = 58,71 \text{ msa}$$

$$\text{massa B} = 1 \times 10,811 = 10,811 \text{ msa}$$

$$\text{Total} = 69,521 \text{ msa}$$

Jadi % massa masing - masing :

$$\% \text{ massa Ni} = 58,71 / 69,521 \times 100 \% = 84,45 \%$$

$$\% \text{ massa B} = 10,811 / 69,521 \times 100 \% = 15,55 \%$$

Maka untuk 100 gr paduan dibutuhkan 84,45 gr Nikel dan 15,55 gr Boron.

Setelah bahan dilakukan penimbangan berat, bahan-bahan paduan yang akan dibuat dilebur dengan menggunakan *induction melting furnace* . Sebelum pemanasan dilakukan , ruangan terlebih dahulu di vakumkan. Temperatur pemanasan diatur sehingga mencapai titik leleh dari masing-masing bahan paduan. Agar campuran homogen maka temperatur ditahan beberapa menit yang selanjutnya leburan bahan tersebut di cor (*casting*). Kemudian temperatur diturunkan kembali ke keadaan semula ,

III.2 KARAKTERISASI BAHAN

Karakterisasi dan analisis struktur bahan dilakukan dengan Spektrometer massa, Difraksi Sinar - x, Scanning Electron Microscope dan Differential Thermal Analysis . Pengujian ini dilakukan di laboratorium Ilmu dan Perekayasaan Material, Program Pasca Sarjana, Universitas Indonesia .

III.2.1 Difraksi Sinar - x

Analisa Struktur bahan dilakukan dengan Difraksi sinar-x. Bahan dalam bentuk bongkah ditempatkan pada *specimen holder*, yang kemudian ditempatkan pada *specimen stage*. Parameter teknis yang digunakan dalam pengukuran ini adalah :

Difraktometer type	:	PW3710 BASED
Tube Anode	:	Cu
Generator tension	:	35 kV
Generator current	:	25
Wavelength Alpha1	:	1,78896 A
Wavelength Alpha2	:	1,79285 A
Intensity ratio	:	0,5
Divergence slit	:	1 / 4 °
Receiving slit	:	0,2
Monochromator used	:	No
Start angle [$^{\circ}2\theta$]	:	20,00
End angle [$^{\circ}2\theta$]	:	100,00
Time per step [s]	:	1,000
Type of scan	:	continous

Sinar-x yang pancarkan dari tabung mengenai specimen yang berada pada pusat *Goniometer* dan terdifraksi menurut hukum Bragg. Sudut difraksi dan Intensitas diperoleh dengan melakukan scanning specimen dari detektor yang ada pada *Goniometer*.

Pola difraksi akan dicatat pada recoder yang dihubungkan dengan *Goniometer Scanning*. Intensitas sinar-x ditunjukkan sebagai tinggi puncak, dan sudut difraksi dapat dibaca dari *Recoder angle marks* [24].

III.2.2 Pengamatan SEM

Pengamatan SEM bertujuan untuk melihat mikrostruktur bahan yang sedang diamati. Tahapan yang digunakan untuk pengamatan mikrostruktur ini dapat dituangkan sebagai berikut :

Sebelum sampel dianalisa dengan SEM , sampel dalam bentuk bongkah kecil (bulk) baik untuk $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$, $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$ dan NiB dibersihkan terlebih dahulu dengan aseton / metanol, demikian pula dengan tatakan sampel tersebut. Sampel tidak dilakukan penghalusan dan pengetsaan, mengingat keterbatasan sampel untuk analisa berikutnya. Sampel dimasukkan kedalam ruang sampel (chamber) dan kondisi dan kondisi vakum tercapai, tombol tegangan dan tombol detektor dinyalakan. Dengan mengatur posisi kemiringan sampel, pembesaran diinginkan, ketajaman (fokus), kontras dan sebagainya hingga diperoleh gambar yang paling baik yang kemudian dapat dilakukan pemotretan.

III.2.3 Pengamatan DTA

Pengamatan DTA bertujuan untuk melihat karakter/sifat panas dari bahan yang diamati. Bahan yang dalam bentuk bongkah (bulk) dihaluskan terlebih dahulu dengan menggunakan " mortar Agate ". Penghalusan ini dilakukan hingga bahan membentuk butiran yang cukup halus sehingga dapat dimasukkan kedalam alat DTA.

Adapun parameter teknis yang digunakan dalam analisa DTA untuk paduan Pd-B, Pt-B dan Ni-B adalah sebagai berikut :

Detector type	:	Shimadzu DTA-50
Cell	:	Alumina
Atmosphere	:	Nitrogen
Rate Flow	:	20.00 (ml/min)
Heating Rate	:	15 ⁰ C / min.

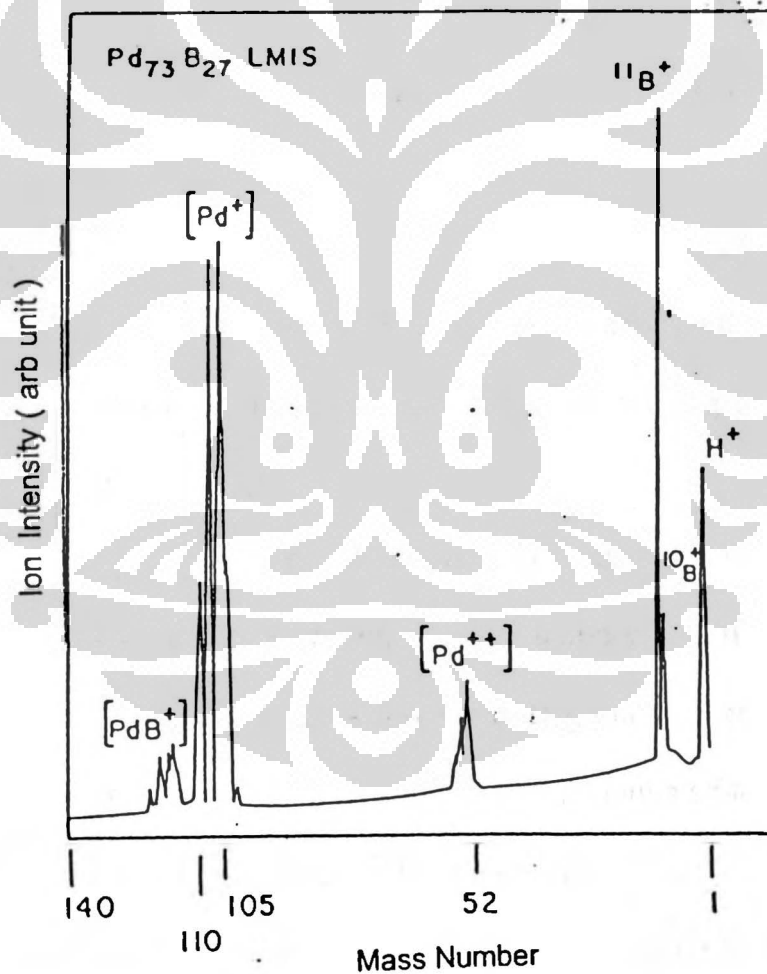
Sedangkan berat masing - masing sampel dalam analisa ini adalah sebagai berikut :

Nama Sampel	Berat (mg)
Pd ₇₃ B ₂₇	70,60
Pt ₅₈ B ₄₂	132,80
NiB	83,60

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

IV.1 SPEKTROMETER MASSA

Dari analisa spektrometer massa pada paduan (Boron-Paladium) $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$ terdapat beberapa puncak, masing-masing untuk ion $[\text{PdB}^+]$, $[\text{Pd}^+]$, $[\text{Pd}^{++}]$, $[\text{B}^+]$ dan $[\text{H}^+]$ yang dapat dilihat pada Gambar IV.1.



Gambar IV.1 , Hasil Analisa Spektrometer massa $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$

Sumbu - x mengidentifikasikan massa persatuan muatan (m / e) dan sumbu - y mengidentifikasikan intensitas (a.u).

Puncak [H^+] mempunyai nomor massa 1, [Pd^{++}] dengan nomor massa 52 dan [Pd^+] terdapat dua nomor massa yaitu 110 dan 105. Pada ion [Pd^{++}] terdapat kelebihan 2 muatan positif, dengan demikian yang berlaku adalah $m/2e$ dari bilangan massa [Pd^+] yang kelebihan satu muatan positif.

Adanya bilangan massa yang lebih dari satu menunjukkan bahwa unsur tersebut mempunyai isotop alam yaitu Paladium (Pd) dan Boron (B). Kumpulan puncak-puncak yang muncul pada suatu ion disebut Spektrum Pecah . Spektrum Pecah ini sangat dipengaruhi oleh energi elektron yang dalam sumber ion bertumbukan dengan sampel. Bombardemen elektron ini mengakibatkan sampel dapat pecah menjadi fraksi-fraksi yang lebih ringan.

Selain energi elektron, spektrum pecah juga dapat dipengaruhi oleh timbulnya gejala muatan ruang pada sumber, dan gejala ini mempengaruhi keluarnya ion - ion yang tergantung kepada massa. Situasi ini akan menjadi lebih rumit bilamana tidak hanya sifat-sifat sumber ion, tetapi juga bagian analisa yang turut mempengaruhi bentuk spektrum pecah. Ini terjadi bila transmisi dari bagian analisa tidak 100 % dan bergantung pada massa.

Tabel IV.1 Intensitas Spektrometer massa Pd₇₃B₂₇

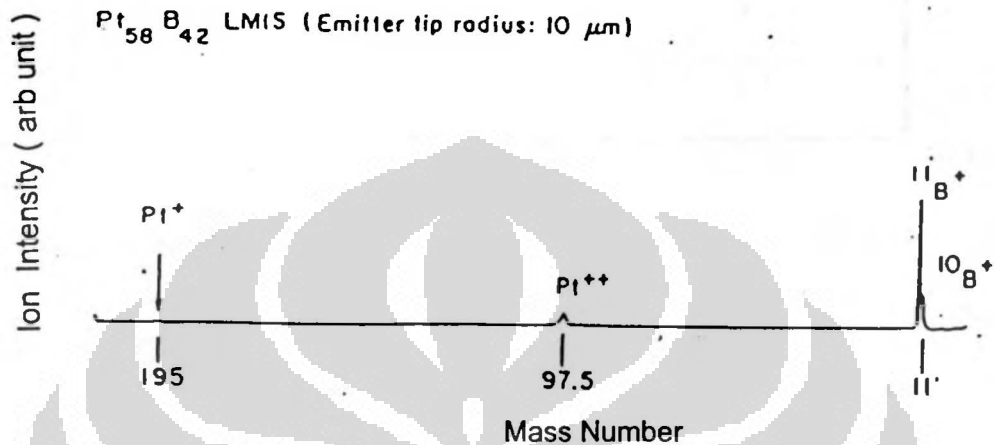
Ion	M / e	Intensitas (a.u)
H ⁺	1	51,8
B ⁺	10	30,5
B ⁺	11	100
Pd ⁺⁺	52	21,6
Pd ⁺	105	82,2
Pd ⁺	110	35,8
Pd B ⁺	-	12,6

Intensitas terbesar ada pada ion B⁺ dengan nomor massa 11, sedangkan ion Pd⁺ mempunyai intensitas 82,2 dengan nomor massa 105. Besarnya intensitas dari kedua ion ini dapat mengidentifikasi bahwa ion tersebut terdapat dalam jumlah yang banyak.

Secara umum dapat dikatakan bahwa dari paduan Paladium - Boron, selain yang terbentuk senyawa Pd-B, juga terdapat unsur-unsur Pd dan B. Terbentuknya ion H⁺ (ion hidrogen) yang mempunyai nomor massa 1 pada analisa spektrometer massa ini dapat diakibatkan karena sistem vakum yang tidak dipanasi hingga benar-benar bersih, sehingga dapat memberikan saham hidrogen yang relatif tinggi. Dari Tabel III.1 terlihat bahwa ion hidrogen mempunyai intensitas 51,8 a.u.

Dari hasil spektrometer massa, Gambar IV.2 untuk paduan Platinum - Boron (Pt₅₈B₄₂) terdapat puncak-puncak ion ,yaitu [Pt⁺] dengan nomor

massa 195, $[Pt^{++}]$ bernomor massa 97,5 dan Boron $[B^+]$ pada nomor massa 10 dan 11.



Gambar IV.2. Hasil Analisa Spektrometer Massa $Pt_{58}B_{42}$

Dengan tidak munculnya puncak-puncak ion senyawa Pt - B dapat menunjukkan bahwa atom - atom Boron (B) hanya bersifat interstisial pada susunan atom-atom Platinum (Pt). Ini berbeda dengan paduan Pd - B yang membentuk ion $[PdB^+]$.

Intensitas terbesar terdapat pada ion B^+ dengan nomor massa 11 sedangkan yang terkecil pada ion Pt^+ dengan $m/e = 195$ dan intensitas > 1 . Secara umum puncak yang tertinggi ini diperoleh dengan pengukuran jumlah bagian bagian skala dari garis dasar (pusat noise) ke ujung puncak dan kemudian dikalikan dengan atenuasi galvanometer.

Tabel IV.2 Intensitas Spektrometer massa $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$

Ion	m / e	Intensitas (a.u)
B^+	10	27,3
B^+	11	100
Pt^{++}	97,5	9,1
Pt^+	195	> 1

Resolusi dari spektrum massa, baik itu pada paduan $\text{Pd}_{73}\text{B}_{37}$ dan paduan $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$ adalah kurang baik. Spektrum yang dihasilkan mempunyai puncak-puncak yang lebar. Ini seharusnya baru muncul pada bagian-bagian yang resolusinya rendah.

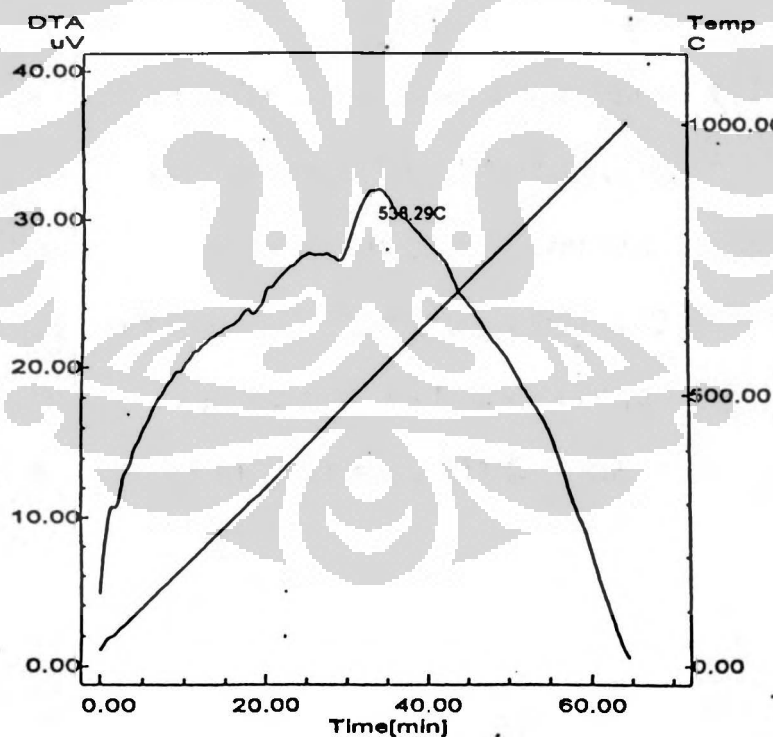
IV.2 ANALISA DTA

Analisa panas adalah analisa dengan membandingkan suhu cuplikan secara terus menerus dengan suhu bahan pembanding yang dinyatakan dalam ΔT . Perbedaan suhu antara cuplikan dan bahan pembanding disebabkan adanya perbedaan enthalpi antara kedua jenis bahan tersebut. Besarnya perubahan enthalpi sebanding dengan puncak eksotermik atau endotermik yang terdapat pada termogram DTA.

Analisa differensial termal untuk paduan $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$ dengan massa 70,60 mg ditunjukkan pada Gambar IV.3. Dari termogram DTA terlihat bahwa telah terjadi reaksi eksotermis pada temperatur $538,29^\circ\text{C}$. Kemungkinan besar reaksi yang terjadi ini adalah karena *impurities* yang terdapat pada bahan paduan $\text{Pd}_{73}\text{B}_{37}$.

Berdasarkan diagram fasa, komposisi 73% atom Pd dan 27% atom B pada suhu 538,29 °C membentuk dua fasa yaitu fasa Pd dan Pd₃B. Fasa Pd mempunyai titik leleh 1552°C , dengan demikian dapat diasumsikan bahwa fasa yang muncul pada analisa DTA tersebut adalah fasa Pd₃B.

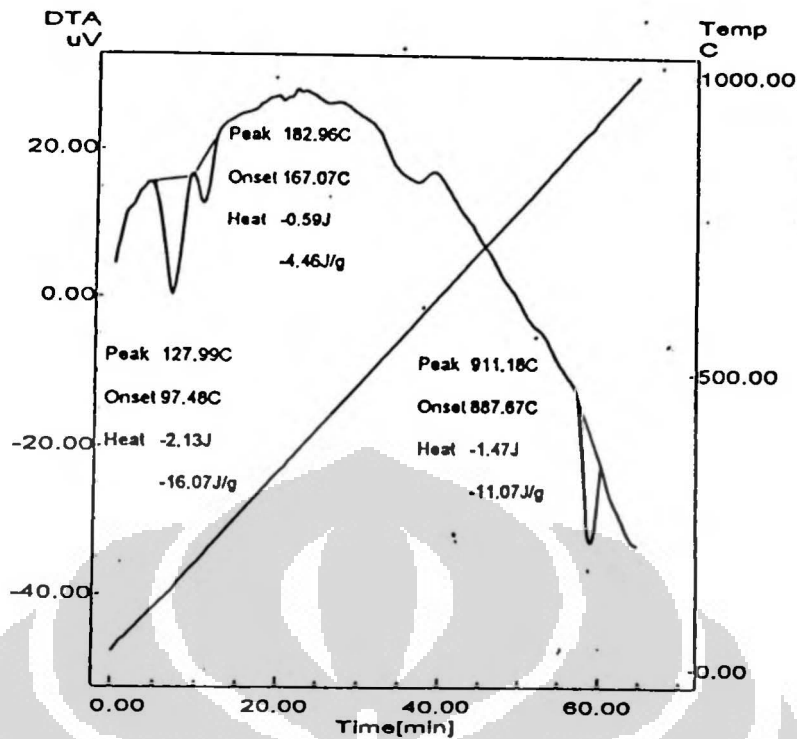
Keterbatasan pengukuran temperatur bahan dapat menyebabkan tidak munculnya puncak-puncak yang diharapkan. Pengukuran dilakukan terbatas sampai temperatur 1000 °C , sedangkan temperatur paduan Pd₇₃B₂₇ berdasarkan diagram fasa paduan Paladium-Boron berkisar 1000 °C - 1100 °C .



Gambar IV.3. Termogram DTA untuk Pd₇₃B₂₇ dengan massa 70,60 mg. Kec. Pemanasan 15 °C / menit

Termogram DTA untuk paduan $Pt_{58}B_{42}$ pada Gambar IV.4 memperlihatkan telah terjadinya reaksi endotermik pada 3 puncak yang berbeda. Ini menunjukkan bahwa paduan $Pt_{58}B_{42}$ membentuk multi fasa. Fasa puncak awal terbentuk pada temperatur $127,99^{\circ}C$ dengan temperatur onset $97,48^{\circ}C$. Fasa ini mempunyai entalpi, ΔH endotermis adalah $-16,07 \text{ J/g}$. Fasa kedua terbentuk dengan temperatur puncak $182,96^{\circ}C$ dan temperatur onset $167,07^{\circ}C$. Fasa kedua ini mempunyai entalpi, ΔH endotermis yang lebih kecil dari fasa pertama yaitu $-4,46 \text{ J/g}$. Sedangkan fasa ketiga yang diperkirakan fasa $Pt_{58}B_{42}$ ini mempunyai temperatur puncak $911,18^{\circ}C$, temperatur ini berada dalam kisaran temperatur diagram fasa paduan-nya. Temperatur onset fasa ketiga ini adalah $887,67^{\circ}C$ dan entalpi, ΔH endotermis-nya adalah $-11,07 \text{ J/g}$ yang lebih besar dari fasa kedua dan lebih kecil dari fasa pertama.

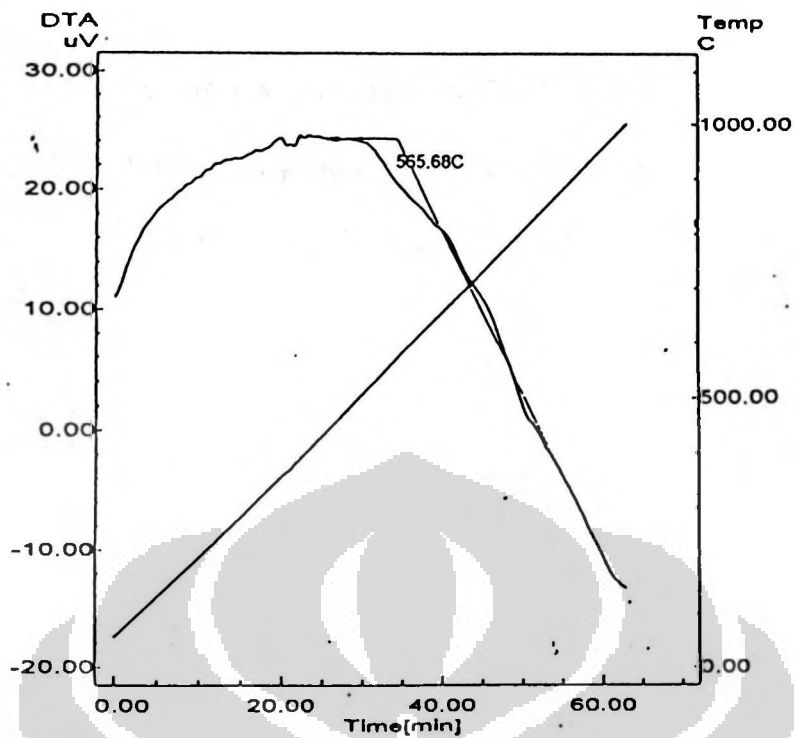
Apabila ditinjau dari diagram fasa pada komposisi 58% atom Pt dan 42% atom B pada suhu $127,99^{\circ}C$ dan suhu $182,96^{\circ}C$ membentuk fasa Pt_2B dan ($\alpha + B$). Kemungkinan fasa-fasa ini yang terdeteksi pada analisa DTA. Sedangkan pada suhu $911^{\circ}C$ membentuk fasa $Pt_3B_2 + (\alpha + B)$.



Gambar IV.4. Termogram DTA untuk $Pt_{58}B_{42}$ dengan massa 132,8 mg. Kec. Pemanasan $15^{\circ}C / \text{menit}$

Pada hasil termogram DTA pada paduan NiB menunjukkan hal yang serupa dengan hasil termogram DTA paduan $Pd_{73}B_{27}$, yaitu terdapatnya puncak eksotermik yang sangat kecil. Puncak ini muncul pada temperatur $565,68^{\circ}C$. Kemungkinan besar puncak tersebut adalah puncak dari fasa pengotor paduan NiB. Berdasarkan diagram fasa paduan Ni-B, paduan NiB mempunyai temperatur leleh berkisar pada $1000^{\circ}C - 1100^{\circ}C$. Hal ini merupakan keterbatasan alat yang hanya bekerja hingga temperatur $1000^{\circ}C$.

Namun demikian apabila ditinjau dari fasa yang terbentuk pada diagram fasa, dengan komposisi Ni 50% atom dan 50% atom pada suhu $565,68^{\circ}C$ kemungkinan akan membentuk fasa Ni_4B_3

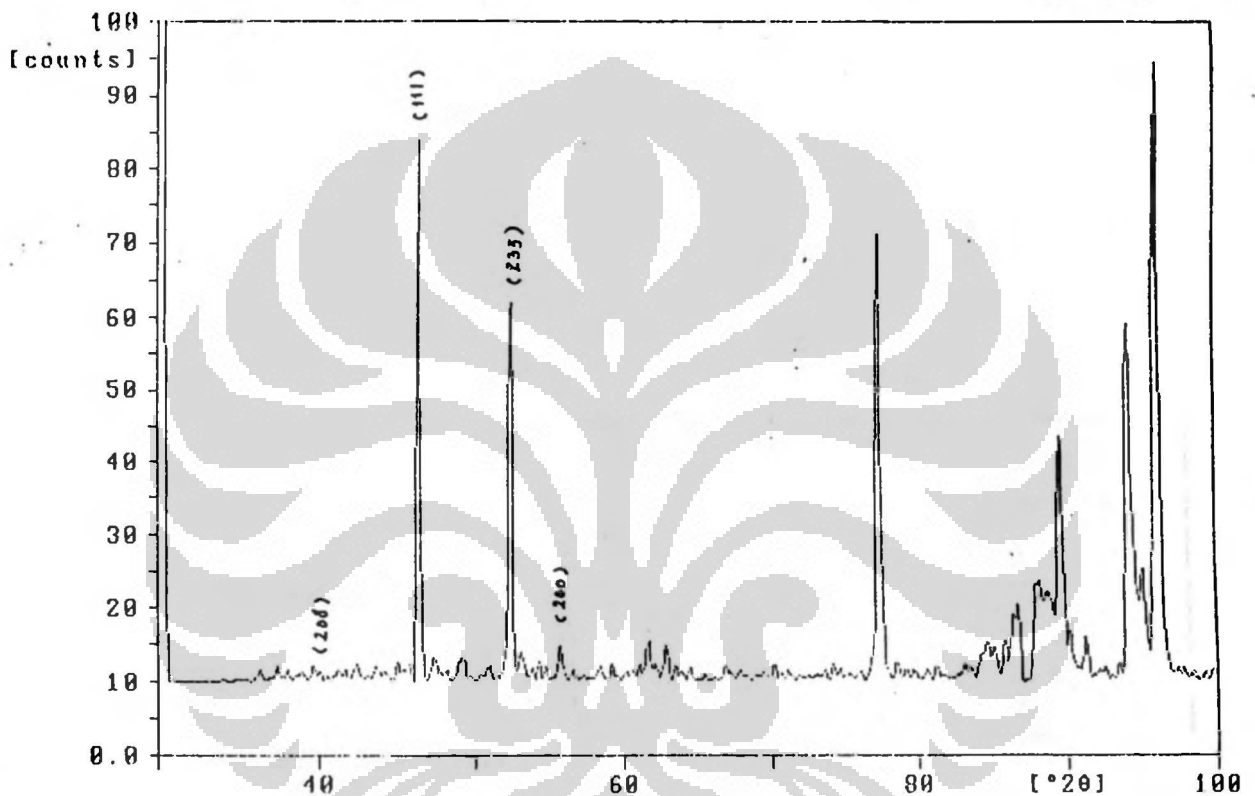


Gambar IV.5 . Termogram DTA untuk NiB dengan massa 83,60 mg. Kec. Pemanasan 15 °C / menit.

IV.3 DIFRAKSI SINAR - X

Berdasarkan data hubungan antara jarak bidang kristal (d) yang memenuhi hukum Bragg ($2d \sin\theta = n \lambda$) dan intensitas (I) melalui analisa kualitatif, dapat diketahui jenis-jenis senyawa/unsur dalam material yang diperiksa. Ini dilakukan dengan membandingkan jarak bidang kristal dan intensitasnya dengan pola difraksi yang menjadi referensi, *Powder Diffraction (PDF)* dari Hanawalt .

Pola difraksi sinar - x dari paduan $\text{Pd}_{27}\text{B}_{27}$ menunjukkan bahwa senyawa membentuk kristal yang ditunjukkan dengan munculnya puncak-puncak difraksi yang mendiskripsikan bidang - bidang kristal dari senyawa tersebut.



Gambar IV.6. Pola difraksi sinar -x pada paduan $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$.

Analisa data difraksi sinar-x menunjukkan bahwa paduan $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$ membentuk multifasa. Adapun fasa yang terbentuk adalah fasa Paladium (Pd) dengan nomor index 5 - 0681 dan fasa Boron (B) dengan nomor index 11 - 618. Fasa Paladium membentuk struktur kubik dengan panjang

kisi 3,89 Å. Fasa ini muncul pada sudut 2θ $47,595^\circ$ dan $55,470^\circ$, masing - masing pada bidang hkl (1 1 1) dan (2 0 0). Sedangkan fasa Boron membentuk struktur Rombohedral dengan panjang kisi 10,12 Å. Fasa ini muncul pada sudut 2θ $33,845^\circ$; $41,50^\circ$ dan $52,42^\circ$, masing - masing pada bidang kristal hkl (2 1 4), (2 0 8) dan (2 3 5).

Masih adanya puncak-puncak besar yang belum teridentifikasi secara indexing, kemungkinan fasa tersebut adalah fasa paduan Pd-B.

Tabel IV.3 Hasil Normalisasi Difraksi sinar-x paduan Pd₇₃B₂₇

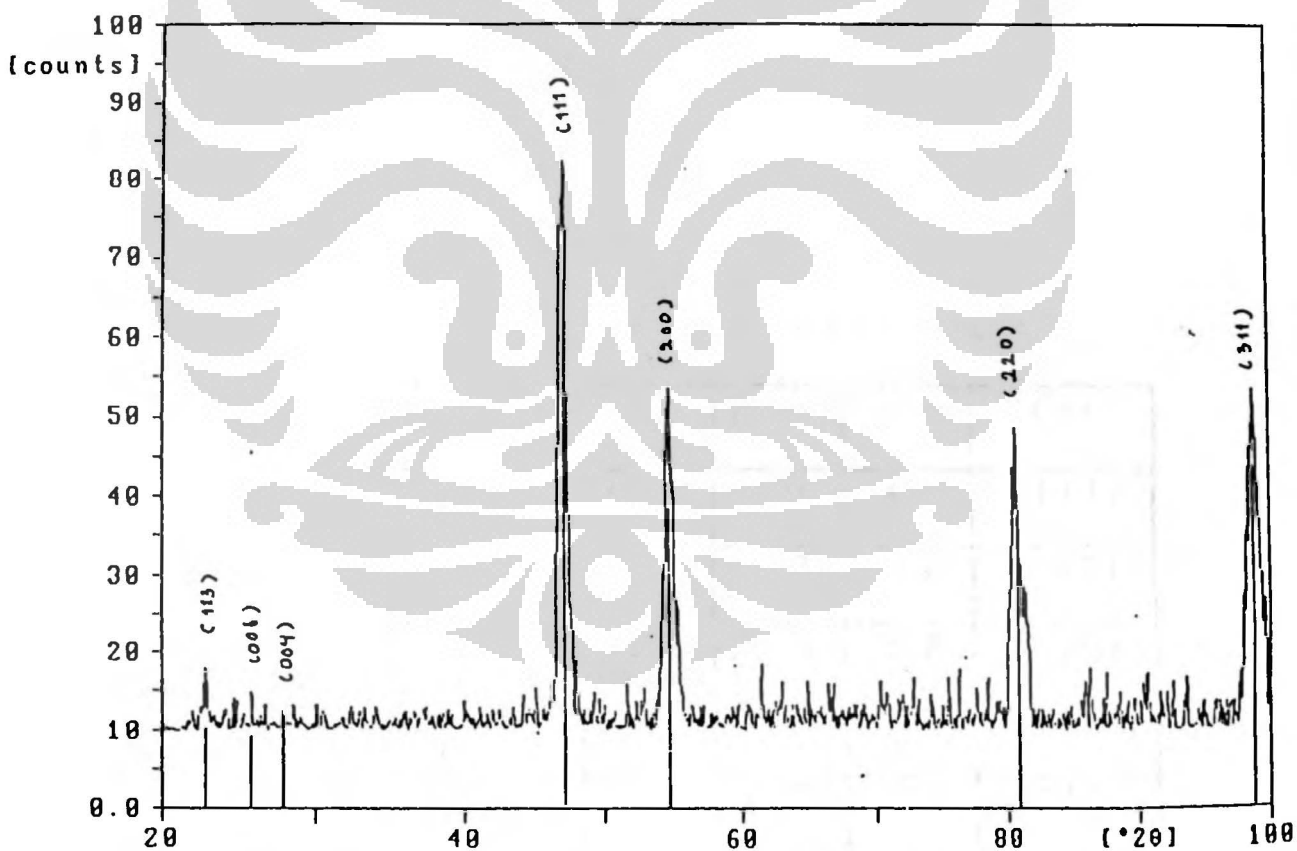
Fasa	2θ	d (Å)	I. Obs.	Norm.	h k l
Paladium (Pd)	47,59	2,2168	29,3	95.75	(1 1 1)
	55,47	1,9220	17,9	58.49	(2 0 0)
Boron (B)	41,500	2,5247	15,1	49.35	(2 0 8)
	52,420	2,0253	30,6	100	(2 3 5)

Apabila dilihat dari hasil DTA untuk paduan tersebut, kemungkinan fasa yang muncul adalah fasa Pd₃B. Adapun puncak-puncak yang belum teridentifikasi adalah pada $2\theta = 77^\circ$, 89° , dan 96° . Analisa lebih lanjut tidak dapat dilakukan karena kurangnya referensi pada paduan ini

Pola difraksi sinar-x untuk paduan $\text{Pt}_{58}\text{B}_{27}$ menunjukkan terbentuknya kristal dengan baik. Paduan $\text{Pt}_{58}\text{B}_{27}$ membentuk dua fasa yaitu fasa Platinum (Pt) dan fasa Boron (B) yang masing - masing dengan nomor index 4 - 0802 dan 11 - 618 .

Fasa Platinum (Pt) membentuk struktur kubik pusat sisi (FCC) dengan panjang kisi $a = b = c = 3,92 \text{ \AA}$. Sedangkan fasa Boron (B) membentuk struktur Rombohedral dengan $a = b = c = 10,12 \text{ \AA}$.

Fasa Platinum merupakan fasa yang paling dominan pada paduan Pt - B. ini terlihat pada besarnya intensitas difraksi sinar-x untuk fasa Pt.



Gambar IV.7 Pola Difraksi sinar-x paduan $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$

Dari hasil DTA pada paduan $Pt_{58}B_{42}$ dimana puncak eksotermik mendiskripsikan fasa Pt_3B_2 maka dari difraksi sinar-x kemungkina fasa ini ditunjukkan oleh puncak-puncak difraksi yang cukup kecil. Puncak-puncak ini terletak pada $2\theta = 60^\circ \sim 100^\circ$.

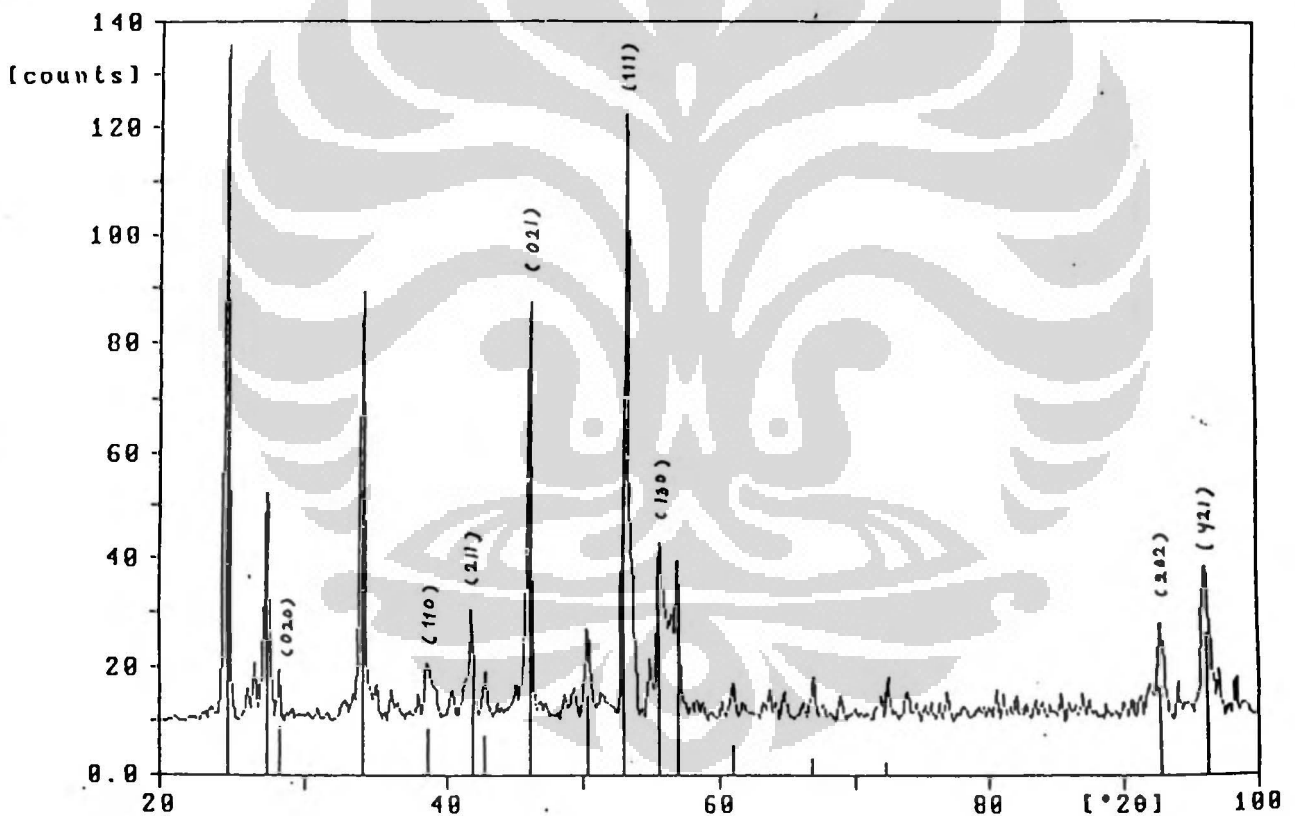
Pola difraksi sinar - x paduan Ni - B juga menunjukkan sifat kristalin yang membentuk multifasa. Hasil analisa diperoleh dua fasa yang teridentifikasi yaitu fasa NiB dengan nomor index 06 - 0567 dan fasa Boron (B) dengan nomor index 12 - 377. Fasa NiB membentuk struktur Ortorombik dengan panjang kisi kristal $a = 2,94 \text{ \AA}$, $b = 7,38 \text{ \AA}$ dan $c = 2,97 \text{ \AA}$, sedangkan fasa Boron membentuk strtuktur Rombohedral dengan panjang kisi $a=b=c=5,06\text{ \AA}$

Tabel IV.4 Hasil Normalisasi Difraksi Sinar - x paduan $Pt_{58}B_{42}$

Fasa	2θ	$d \text{ (\AA)}$	I. Obs.	Norm.	h k l
Platinum (Pt)	47,045	2,2412	100	100	(1 1 1)
	54,585	1,9507	57,2	57,2	(2 0 0)
	80,790	1,3803	55,3	55,3	(2 2 0)
	98,810	1,1780	64,8	64,8	(3 1 1)
Boron (B)	22,850	4,5156	15,2	15,2	(1 1 3)
	25,890	3,9929	13,4	13,4	(0 0 6)
	27,895	3,7110	15,2	15,2	(0 2 4)

Masih adanya beberapa puncak difraksi yang belum teridentifikasi, kemungkinan adalah fasa Ni, namun tidak ada kesesuaian yang baik dengan referensi. Dalam proses pembuatan memungkinkan Ni membentuk struktur lain dari yang telah diperoleh pada referensi.

Tingginya intensitas pada fasa NiB khususnya pada 2θ $52,94^\circ$ dan $45,6^\circ$ dapat mengidentifikasi besarnya jumlah fasa tersebut. Normalisasi hasil difraksi dapat dilihat pada Tabel IV.5.



Gambar IV.8 Pola difraksi sinar - x paduan NiB

Tabel IV.5 Hasil normalisasi data difraksi sinar-x paduan NiB

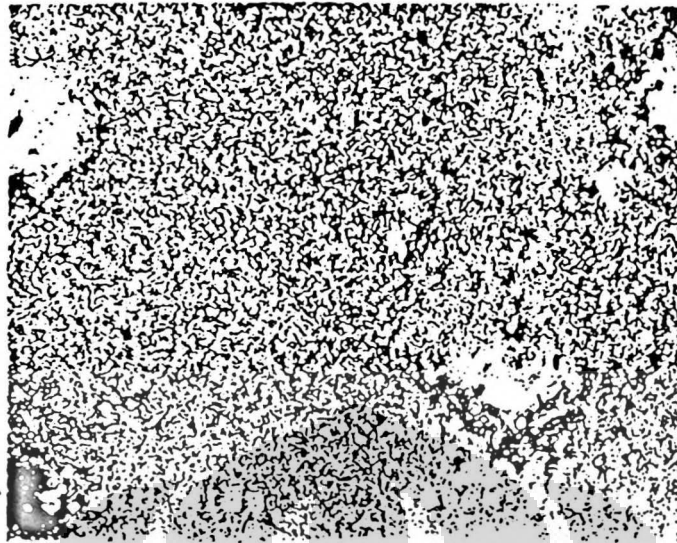
Fasa	2 θ	d (Å)	I. Obs.	Norm.	h k l
Nikel - Boron	28,295	3,6596	11,3	10,86	(0 2 0)
	38,735	2,6973	7,8	7,5	(1 1 0)
	45,600	2,3082	86	82,69	(0 2 1)
	52,940	2,0068	100	96,15	(1 1 1)
	56,855	1,8790	104	100	(1 3 0)
Boron (B)	41,805	2,5071	13,0	71,43	(2 1 1)
	50,270	2,1059	11,9	65,38	(1 1 1)
	92,805	1,2351	14,2	78,02	(2 0 2)
	96,215	1,2016	18,2	100	(4 2 1)

Masih adanya beberapa puncak difraksi sinar-x pada NiB yang belum teridentifikasi secara jelas. Namun demikian, apabila ditinjau dari hasil DTA maka dapat diprediksikan bahwa puncak tersebut adalah fasa Ni_4B_3 . Keterbatasan referensi dari paduan ini menyebabkan tidak dapat dianalisa lebih lanjut.

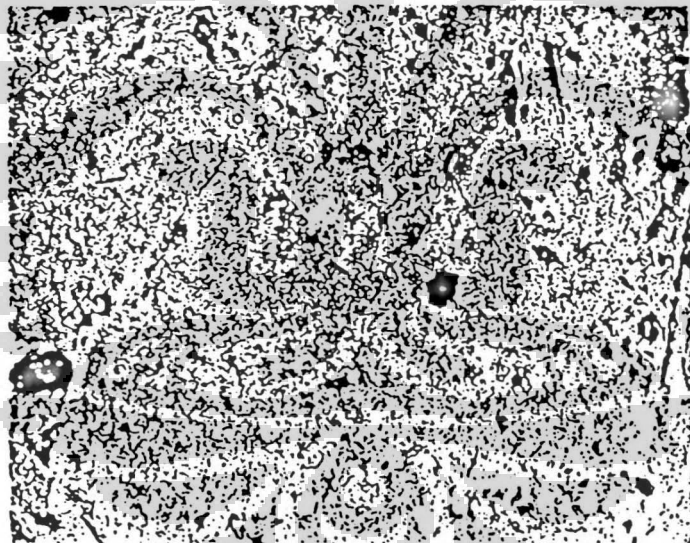
IV.4 ANALISA SEM

Analisa SEM untuk bahan paduan $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$, $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$ dan NiB belum menunjukkan batas butir dan bentuk butir yang jelas, ini lebih disebabkan karena bahan yang akan diuji tidak di etsa terlebih dahulu, mengingat keterbatasan bahan. Namun demikian dapat terlihat bahwa bahan $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$ mempunyai bentuk butiran yang lebih halus yang tentunya juga mempunyai jarak butir yang lebih kecil. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa bahan mempunyai kekuatan yang lebih tinggi.

Untuk bahan paduan $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$ menampakkan butiran yang lebih besar dan pada perbesaran 1000X terlihat lapisan-lapisan pipih yang dapat mengidentifikasi bahwa bahan ini lebih rapuh dari $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$. Sedangkan Hasil SEM untuk bahan NiB terlihat sangat padat dan mempunyai butir-butir yang sangat kecil. Ini dapat mengidentifikasi bahwa paduan NiB mempunyai kekuatan yang lebih besar dibandingkan $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$.



a)



b)

Gambar IV.9. Hasil SEM Mikrostruktur $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$
a) Perbesaran 100X b) Perbesaran 1000X

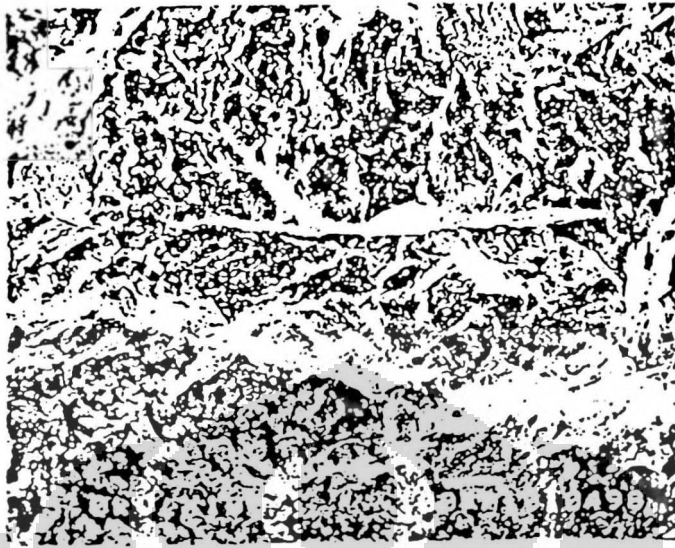


a)



b)

Gambar IV.10. Hasil SEM Mikrostruktur $Pt_{58}B_{42}$
a) Perbesaran 200X b) Perbesaran 1000X



a)



b)

Gambar IV.11. Hasil SEM Mikrostruktur NiB
a) Perbesaran 100X b) Perbesaran 1000X

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

V.1 KESIMPULAN

Pembuatan Paduan Boron dengan unsur Pd , Pt dan Ni telah dilakukan dengan proses metalurgi serbuk. Penjagaan temperatur dan tekanan menyebabkan tidak terjadinya penguapan yang dapat mengakibatkan pengurangan jumlah bahan sehingga tidak terbentuknya paduan yang diharapkan.

Hasil Spektrometer massa untuk paduan $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$ menunjukkan ion $[\text{Pd}^{++}]$ dengan nomor massa 52 dan ion $[\text{Pd}^+]$ mempunyai dua nomor massa yaitu 110 dan 105, demikian pula untuk boron yaitu 10 dan 11. Untuk paduan $\text{Pt}_{58}\text{B}_{42}$ terbentuk ion $[\text{Pt}^{++}]$ dengan nomor massa 97,5 dan $[\text{Pt}^+]$ 195. Sedangkan $[\text{B}^+]$ mempunyai nomor massa 10 dan 11.

Kehadiran ion hidrogen (H^+) menunjukkan tidak sempurnanya pemvakuman alat saat pemanasan.

Analisa karakter panas paduan $\text{Pd}_{73}\text{B}_{27}$ belum mendapatkan hasil yang baik mengingat keterbatasan alat, demikian pula untuk paduan NiB. Namun demikian terdapat puncak eksotermik pada kedua paduan tersebut yang mana dapat mengidentifikasikan adanya fasa pengotor (impurities) atau terbentuknya fasa Pd_3B .

Sedangkan pada paduan $Pt_{58}B_{42}$ terdapatnya tiga puncak reaksi endotermis. Puncak ketiga yang diperkirakan fasa $Pt_{58}B_{42}$ yang mempunyai temperatur onset $887,67^{\circ}C$ dan temperatur puncak $911,18^{\circ}C$ dan enthalpi ΔH sebesar $-11,07$ j/g.

Diifraksi sinar-x menunjukkan puncak-puncak multifasa, Untuk Paduan $Pd_{73}B_{27}$ belum diketahui strukturnya, mengingat keterbatasan referensi, demikian pula untuk paduan $Pt_{58}B_{45}$. Unsur Pd membentuk struktur kubik dengan index 5 - 0681 dan panjang kisi $3,8898$ A, Pt membentuk struktur kubik pusat sisi (FCC) dengan index 4 - 0802 dan panjang kisi $3,9231$ A. Sedangkan paduan NiB membentuk struktur Ortorombik dengan index 06 - 0567 dan panjang kisi $a = 2,936$ A, $b = 7,38$ A dan $c = 2,968$ A.

Unsur Boron yang terdapat pada ketiga paduan diatas membentuk struktur Rombohedral dengan index yang berbeda. Untuk B pada paduan $Pd_{73}B_{27}$ dan $Pt_{58}B_{42}$ mempunyai index 11 - 618 sedangkan pada paduan NiB mempunyai index 12 - 377.

Hasil SEM pada paduan $Pd_{73}B_{27}$ dan NiB menunjukkan butiran yang halus dan mempunyai kekerasan yang lebih besar dibandingkan dengan paduan $Pt_{58}B_{42}$. Paduan $Pt_{58}B_{42}$ menunjukkan butiran yang lebih besar dan terdapatnya butiran pipih yang kelihatan lebih rapuh. Tidak nampaknya secara terperinci ukuran dan batas butir lebih diakibatkan pada tidak di etsa-nya bahan.

V.2 SARAN

Sebelum dilakukan analisa spektrometer massa , pemvakuman harus dilakuan sebaik mungkin untuk menghindari adanya hidrogen yang dapat mengganggu analisa bahan.

Penggunaan alat DTA yang dapat menjangkau suhu diatas 1000 °C sangat membantu untuk mendeteksi karakter panas $Pd_{73}B_{27}$ dan $Pt_{58}B_{42}$, mengingat titik leleh bahan ynag cukup tinggi.

Sebaiknya bahan di etsa terlebih dahulu , sehingga dapat terlihat bentuk butir dan batasnya secara lebih jelas melalui analisa SEM.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Merrill L. Mingos. " Electronic Materials Handbook" Vol. 1
"PAKCKAGING" ASM Int. 1992.
- [2]. K.L.Lee, C.K.Hu and K.N.Tu, J. Appl. Phys, 78 (7), 1 October (1995).
- [3]. MRS Bulletin on "Copper Metallization", VOL. XVIII, No.6 , (1993).
- [4]. MRS Bulletin on "Copper Metallization in Industry" VOL.XIX,No.8
(1993)
- [5]. M.K.Kay, I.Asano, C.Ryu, and S.S.Wong, Proceeding of V-MIC,
p.233 (1993).
- [6]. F.M. d'Heurle, N.G.Ainslie, A.Gangulee, and M.C.Shine, J. Vac. Sci.
Technol. 9, 289 (1972).
- [7]. C.K.Hu and M.B.Small, J. Appl. Phys. 74. 969 (1993).
- [8]. P.P. Kuz'menko, L.F.Ostrovskii, and V.S. Koval'chuk, Fiz. Metal.
Metalloved , 13, 406 (1962).
- [9]. P.P. Kuz'menko, L.F.Ostrovskii, and V.S. Koval'chuk, Sov.Phys.-
Solid State 4, 356 (1962).
- [10]. H.J.Stepper and H.Weaver, J. Phys. Chem. Solids 28, 1103 (1967).
- [11]. F.M.D'Heurle and A. Gangulee, Thin solid Film , 25, 531 (1975).
- 12. C.W.Park and R.W. Vook, Thin Solid Film 226, 238 (1993).
- [13]. IBM Tech. Disclosure Bull. 37 , 61 (1994).

- [14]. K.H.Min, K.C.Chang and K.B.Kim, J.Vac.Sci. Technol. B. 14 (5) Sept/Oct. 1996.
- [15]. M.B. Beur "ENCYCLOPEDIA MATERIALS SCIENCE AND ENG." VOL.1 A-Co, Pregamon Press, 19 .
- [16]. Ronnie H. Rusli, " DASAR TEORI SOLIDIFIKASI METAL " UI Press , 1995.
- [17]. Fleming MC. " SOLIDIFICATION PROCESSING " McGraw-Hill , New York , 1974.
- [18]. Hugh Baker, "ASM Handbook" volume 3 Alloy Phase diagrams, 1993
- [19]. L.Van Vlack (Ir. sriati Djaprie, M.E, M.Met) " Ilmu dan teknologi Bahan" Erlangga, 1995.
- [20]. Cullity B.D. " Element of X - Ray Diffraction ", addison-wesley Inc. 1978.
- [21]. P.G.Merci, " Electron Microscope in Materials Science " world sci. 1991.
- [22]. James W. Dodd. " Thermal Methods " John wiley & sons (1987).
- [23]. F.W. McLafferty " Interpretation of Mass Spectra " W.A. Benjamin Inc. 1973.
- [24]. Instruction Manual for X - Ray Diffractometer Model XD - 3 , Shimadzu Seisakusho Ltd. Japan .