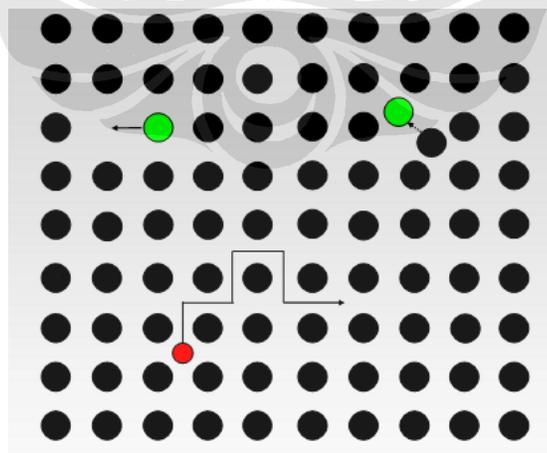


BAB 2

DASAR TEORI

2.1. PADUAN Fe-Al

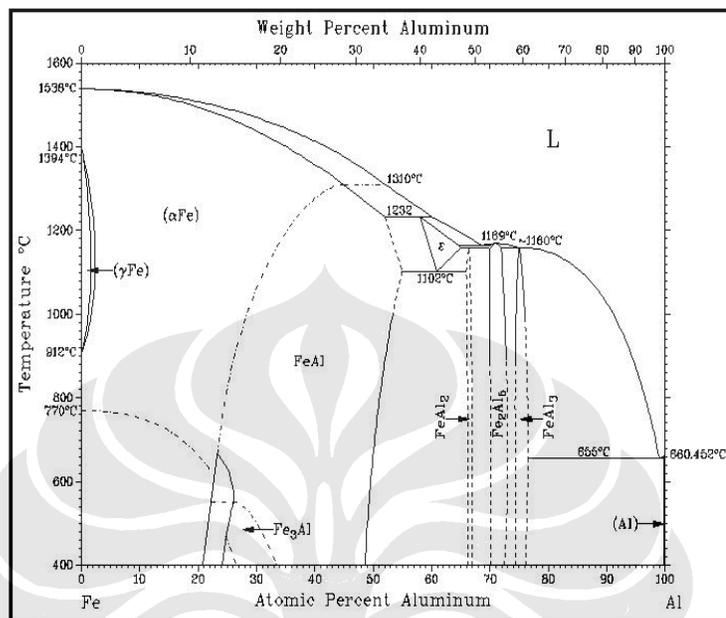
Paduan Fe-Al adalah hasil dari pelarutan padat atom pada kisi-kisi kristal matrik. Pelarutan padat dilakukan untuk menambah kekuatan suatu material. Atom yang terlarut memiliki diameter atom yang berbeda dengan diameter atom matrik sehingga akan menyebabkan peregangan elastik diantara atom matriks sehingga akan menyebabkan peningkatan modulus elastik di medan antar kisi dengan atom yang terlarut. Atom yang terlarut akan terdifusi ke dalam atom matriks sehingga akan menghasilkan pelarutan padat^[15-16]. Mekanisme difusi atom terlarut ke dalam kisi ditunjukkan oleh gambar 2.1



Gambar 2.1 Mekanisme difusi ke dalam kisi dengan mekanisme atom interstisi dan atom substitusi ^[15]

Jika atom yang terlarut lebih kecil dibanding atom matriksnya maka mekanisme pelarutan padat yang terjadi adalah mekanisme intersisi. Jika atom yang terlarut sama besar dibanding atom matriksnya maka mekanisme pelarutan padat yang terjadi adalah mekanisme substitusi. Paduan Fe-Al adalah pelarutan padat dengan mekanisme interstisi. Atom Al larut ke dalam kisi kristal Fe dan membentuk penguatan pelarutan padat. Penguatan akibat pelarutan padat inilah yang akan membuat material tahan terhadap temperatur tinggi.

Pemaduan mekanik akan menghasilkan struktur nanokristalin yang susunan atomnya tidak teratur. Struktur tersebut biasa disebut dengan susunan *disorder intermetallic*. Jika susunan *disorder intermetallic* ini diberi panas maka akan menjadi susunan yang teratur dan membentuk superkisi intermetalik seperti B2 dan B03^[1]. Susunan yang teratur ini akan membentuk kisi tersendiri. Intermetalik Fe-Al ini terbentuk dari dua elemen logam yang berbeda dimana fasa paduan ini tersusun lebih dari dua atau lebih subkisi pada struktur atomnya. Pada struktur atom dari intermetalik adalah atom logam yang dikelilingi oleh atom logam lainnya pada struktur atomnya. Susunan dari intermetalik ini termasuk unik karena intermetalik seperti alumide ini memiliki formasi susunan kristal yang panjang dan teratur pada suhu dibawah titik leleh^[1]. Susunan kristal yang panjang dan teratur dari superkisi intermetalik ini akan mengurangi pergerakan dislokasi dan proses difusi pada temperatur tinggi sehingga paduan intermetalik ini memiliki sifat kekuatan yang baik pada temperatur tinggi, kekakuan dan memiliki ketahanan terhadap lingkungan yang tinggi. Akan tetapi pergerakan dislokasi yang kecil ini akan menghasilkan keuletan dan ketangguhan yang kecil pada aplikasi pada temperatur rendah. Berbagai teknik telah digunakan untuk memperbaiki sifat keuletan seperti dengan pemaduan mikro-makro oleh metode pemaduan mekanik.



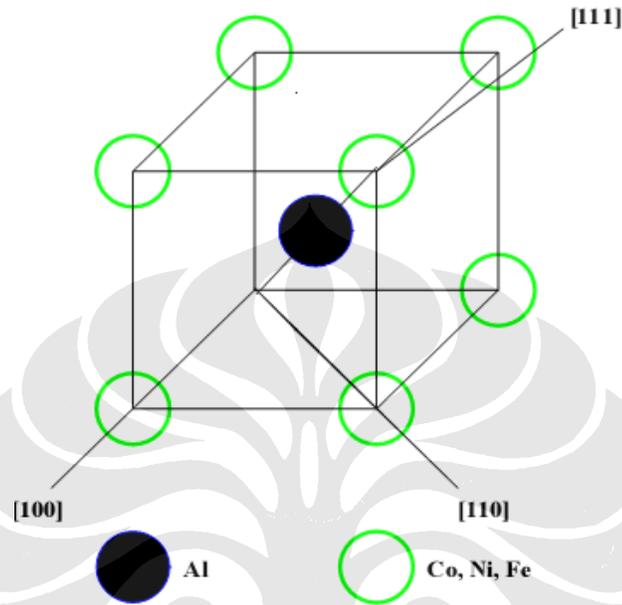
Gambar 2.2. Diagram Fasa biner Fe-Al [7]

FeAl mempunyai struktur kristal B2 yang mempunyai turunan dari struktur kristal kubus berpusat ruang (*body center cubic*). Fe₃Al membentuk susunan tersendiri dinamakan DO₃ [1]. Berikut adalah tabel gambar dari sifat dari fasa paduan dua komponen Fe-Al :

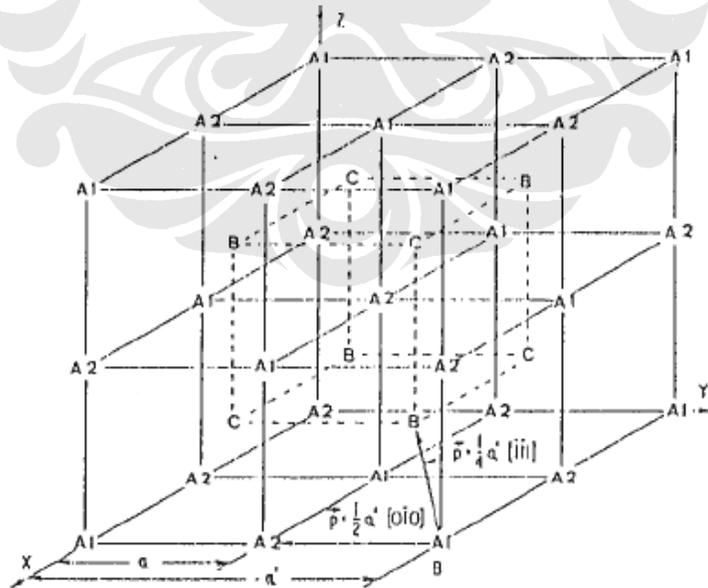
Tabel 2.1. Struktur kristal dan nilai kekerasan mikro pada berbagai fasa yang terbentuk dalam sistem Fe-Al pada temperatur ruang [17]

Fasa	Struktur Kristal	%atom Al	Kekerasan Vickers (9.8 N)
Fe	BCC	0-4.5	belum terinvestigasi
γ-Fe	FCC	0-1.3	belum terinvestigasi
FeAl	BCC	23-55	470 (491-667)
Fe ₃ Al	DO ₃	23-34	330 (344-667)
Fe ₂ Al ₃	Kubik (kompleks)	58-65	belum terinvestigasi
FeAl ₂	Triklinik	66-66.9	(1058-1070)
Fe ₂ Al ₅	Ortorombik	70-73	1013(1000-1158)
FeAl ₃	Monoklinik	74.5-76.5	892 (772-1017)
Al	FCC	99.998-100	belum terinvestigasi

Struktur Kristal intermetalik D03 dan B2 ditunjukkan dengan gambar berikut.



Gambar 2.3. Susunan Kristal B2 pada intermetalik Fe-Al^[1]



Gambar 2.4. Susunan Kristal D03 pada intermetalik Fe-Al^[1]

Pada gambar 2.2 dan 2.2 terdapat susunan kristal B2 dan B03. Huruf A, A1, A2, dan C menunjukkan atom Fe sedangkan B menunjukkan atom Al. Pada struktur B03 atom Al berada dekat pada atom Fe sedangkan pada kristal B2 atom Al berada secara acak dalam sekeliling atom Fe. Susunan intermetalik memiliki sifat yang baik ketika diaplikasikan pada temperatur tinggi. Intermetalik ini memiliki kekuatan yang tinggi, peningkatan kekakuan, dan ketahanan terhadap korosi dan oksidasi. Sifat ini menghasilkan penurunan pergerakan dislokasi (bagian dislokasi, superdislokasi, butuh pergerakan bersama untuk mendapat susunan dari kisi ini) dan difusifitas yang rendah. Akan tetapi paduan Fe-Al ini memiliki keuletan yang rendah pada temperatur rendah. Oleh karena itu beberapa cara dibuat untuk mengurangi masalah ini. Cara yang biasa diadopsi untuk memperbaiki keuletan dari intermetalik ialah :

- Pengurangan ukuran butir
- Membuat kisi lebih tidak teratur, untuk memperbaiki pergerakan dislokasi (superdislokasi tidak terdapat pada kisi yang tidak teratur dan oleh karena itu hanya dislokasi single perlu bergerak untuk terjadinya suatu deformasi)
- Memodifikasi struktur Kristal dari fasa menjadi lebih simetrik.

2.1.1 Kekuatan Paduan Fe-Al

Westbrook menemukan hubungan persamaan temperatur untuk mencari nilai kekerasan dari struktur intermetalik Fe-Al yaitu dengan rumus : $H=Ae^{-BT}$, dimana A dan B menunjukkan nilai kekerasan pada saat temperatur rendah dan temperatur tinggi.^[1] Pada suhu rendah nilai kekerasan akan naik seiring dengan bertambahnya kadar Al namun pada suhu diatas 873 perilaku tersebut akan berubah. Peningkatan kekerasan pada suhu rendah telah diamati oleh beberapa pengamat, pada struktur B2 (32- 50 %Al) penguatan akan meningkat secara signifikan seiring dengan penambahan kadar Al.^[1]

2.2 PEMADUAN MEKANIK

Pemaduan mekanik adalah sebuah teknik pelarutan padat untuk mensintesis fasa tidak seimbang seperti amorfasi atau senyawa metastabil larutan lewat jenuh. Proses dari pemaduan mekanik adalah penggilingan bola di mana suatu campuran serbuk yang ditempatkan dalam suatu wadah penggilingan dipadu dengan cara dikenai benturan bola-bola berenergi tinggi. Paduan yang terbentuk melalui metoda tersebut sangat tergantung pada komponen, parameter proses dan mekanisme pemaduan mekaniknya^[18].

Akhir-akhir ini pemaduan mekanik telah digunakan untuk memproduksi paduan Fe-Al nanokristalin yang mempunyai struktur atom yang unik dan memberikan aplikasi pada teknologi yang menjanjikan^[4,5]. Penggunaan teknik ini dimungkinkan dapat menciptakan material baru yang memiliki keunggulan sifat dan karakteristik untuk berbagai aplikasi.

Tujuan dari penggilingan adalah untuk mengurangi ukuran dari partikel dengan pengadukan dan pemaduan^[7,18], serta pembentukan paduan.. Proses yang terjadi pada pemaduan mekanik adalah terjadi proses pemecahan dan pengelasan berulang dari campuran partikel serbuk dalam suatu *high-energi ball mill*. Dalam proses ini setidaknya dibutuhkan satu logam ulet yang berperan sebagai pencampur. Sedangkan komponen yang lainnya dapat berupa logam ulet Logam getas, dan senyawa intermetalik atau non-logam.

Proses pemaduan mekanik mempunyai tujuan utama yaitu membuat suatu paduan dari serbuk yang berkualitas dan senyawa dengan mikrostruktur dan morfologi yang terkontrol melalui pengelasan dingin, perpatahan, dan pengelasan kembali dari serbuk yang digunakan. Penggunaan pemaduan mekanik bertujuan untuk :

1. Mengurangi dan menumbuhkan ukuran partikel
2. Mengubah bentuk lapisan
3. Agglomerasi
4. Pemaduan pada keadaan padat

5. Memodifikasi, mengubah atau merubah sifat material (densitas, sifat mudah mengalir atau work hardening)
6. Memadukan atau mencampurkan dua atau lebih material

2.2.1 Komponen Pemaduan Mekanik

Ada empat komponen penting yang digunakan dalam pemaduan mekanik, yaitu: bahan baku, bola giling, wadah penggilingan dan alat penggiling bola.^{[7][18]}

2.2.1.1 Bahan baku Serbuk

Ukuran serbuk yang digunakan umumnya berkisar antara 1 μm – 200 μm ^[7]. Semakin kecil ukuran partikel serbuk yang digunakan, maka proses pemaduan mekanik akan semakin efektif dan efisien. Selain itu, serbuk yang digunakan juga harus memiliki kemurnian yang sangat tinggi. Hal ini bertujuan agar paduan yang terbentuk bersifat homogen dan menghindari terbentuknya paduan lain yang tidak diharapkan. Berdasarkan sifat mekaniknya, bahan baku yang dapat digunakan dalam proses pemaduan mekanik dapat berupa campuran antara serbuk ulet dengan serbuk ulet, serbuk ulet dengan serbuk getas dan serbuk getas dengan serbuk getas

2.2.1.2 Bola giling

Bola giling digunakan sebagai penghancur dan pemadu campuran serbuk sehingga terbentuk suatu paduan baru. Oleh karena itu, material pembentuk bola giling harus memiliki kekerasan yang sangat tinggi agar tidak terjadi kontaminasi saat terjadi benturan dan gesekan antara serbuk, bola dan wadah penggilingan. Material yang dapat digunakan untuk melakukan proses tersebut antara lain: baja tahan karat, baja karbon, baja perkakas dan baja kromium.

Ukuran bola yang dapat digunakan dalam proses pemaduan mekanik bermacam-macam. Pemilihan ukuran bola bergantung pada ukuran serbuk yang akan dipadu. Bola yang akan digunakan harus memiliki diameter yang lebih besar dibandingkan dengan diameter serbuknya ^[7]. Pada perbandingan berat bola terhadap berat serbuk dan waktu penggilingan yang sama, proses pemaduan mekanik suatu serbuk berlangsung lebih efisien jika menggunakan bola berukuran

kecil dibandingkan bola berukuran besar ^[7]. Namun, penggunaan campuran bola giling berukuran besar dan kecil ternyata lebih maksimal ^[18].

2.2.1.3 Wadah penggilingan

Wadah penggilingan merupakan media yang digunakan untuk menahan gerakan bola-bola giling dan serbuk ketika proses penggilingan berlangsung. Akibat yang ditimbulkan dari proses penahanan gerak bola-bola giling dan serbuk tersebut adalah terjadinya benturan antara bola-bola giling, serbuk dan wadah penggilingan sehingga menyebabkan terjadinya proses penghancuran dan pengelasan dingin campuran serbuk secara berulang dalam proses pemaduan mekanik.

Material yang digunakan sebagai wadah penggilingan tidak boleh sama dengan material serbuk yang akan digiling, karena proses penghancuran serbuk tidak akan efektif dan efisien karena kedua material tersebut memiliki kekerasan yang sama. Jika kedua material yang digunakan tersebut berbeda, maka akan terjadi kontaminasi pada material serbuk yang akan digiling. Oleh karena itu untuk menghindari terjadinya kontaminasi serbuk akibat benturan yang terjadi selama proses penggilingan berlangsung, maka material yang digunakan sebagai wadah penggilingan harus memiliki kekerasan yang lebih tinggi dibandingkan dengan kekerasan material serbuknya. Material yang dapat digunakan sebagai wadah penggilingan antara lain: baja perkakas, baja kromium dan baja tahan karat ^[18]

Kontaminasi serbuk juga dapat terjadi akibat perbedaan jenis material yang digunakan sebagai wadah penggilingan dan bola penggiling. Untuk menghindari hal ini, gunakan wadah penggilingan dan bola penggiling yang terbuat dari jenis material yang sama ^[18]. Jika menggunakan jenis material yang berbeda, usahakan kekerasan kedua material tersebut tidak jauh berbeda.



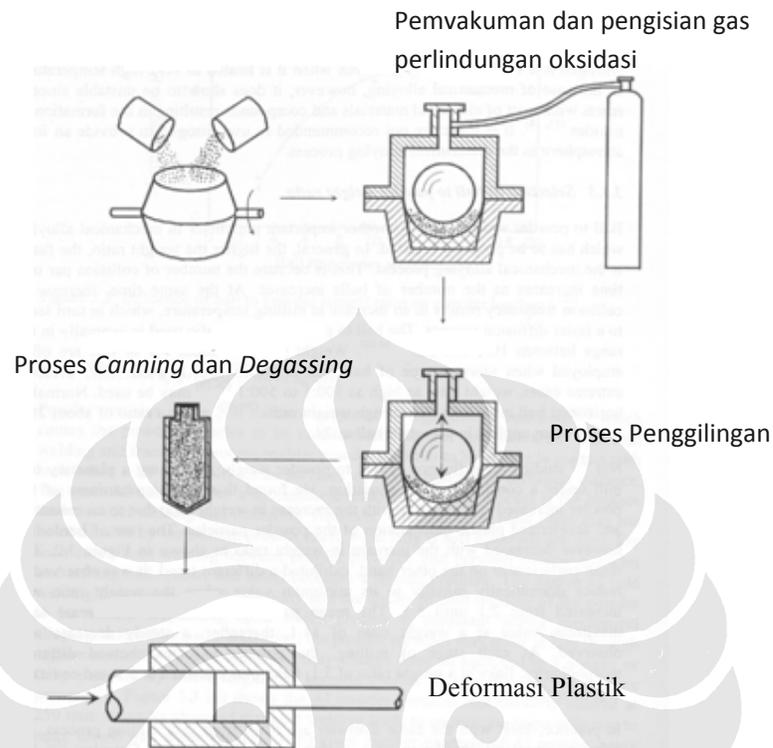
Gambar 2.5. Bola giling dan wadah penggilingan^[18]

2.2.1.4 Alat penggiling bola

Ada beberapa jenis alat penggiling bola yang dapat digunakan untuk melakukan proses pemaduan mekanik, antara lain: *planetary ball mill*, *conventional horizontal ball mill*, *horizontal ball mill controlled by magnetic force*, *attritor mill* dan *shaker ball mill* ^[18]. Alat-alat penggiling bola tersebut terus dikembangkan untuk meningkatkan keefektifan dan efisiensinya dalam proses pemaduan mekanik. HEM-E3D, salah satu jenis *shaker ball mill*, merupakan generasi termutakhir alat penggiling bola yang dapat melakukan proses pemaduan mekanik paling efektif dan efisien saat ini.

2.2.2 Proses Pemaduan Mekanik

Secara keseluruhan proses pemaduan mekanik meliputi proses pencampuran serbuk ke dalam bola giling, proses pemvakuman atau pengisian dengan gas pelindung untuk mencegah oksidasi dan kontaminasi dan proses penggilingan itu sendiri. Biasanya dilakukan proses lain setelah proses pemaduan mekanik seperti proses *canning* , *degassing* dan pada akhir proses terdapat pendeformasian secara palstis dengan cara ekstrusi atau *rolling* ^[7]. Keseluruhan proses pemaduan mekanik terdapat pada gambar 2.8. Sebaiknya sebelum proses pemaduan mekanik dilakukan proses pencampuran terlebih dahulu di dalam alat pencampur, tujuannya adalah agar distribusi ukuran serbuk lebih homogen sebelum dimasukkan ke dalam alat penggilingan.



Gambar 2.6. Proses Pemaduan Mekanik ^[7]

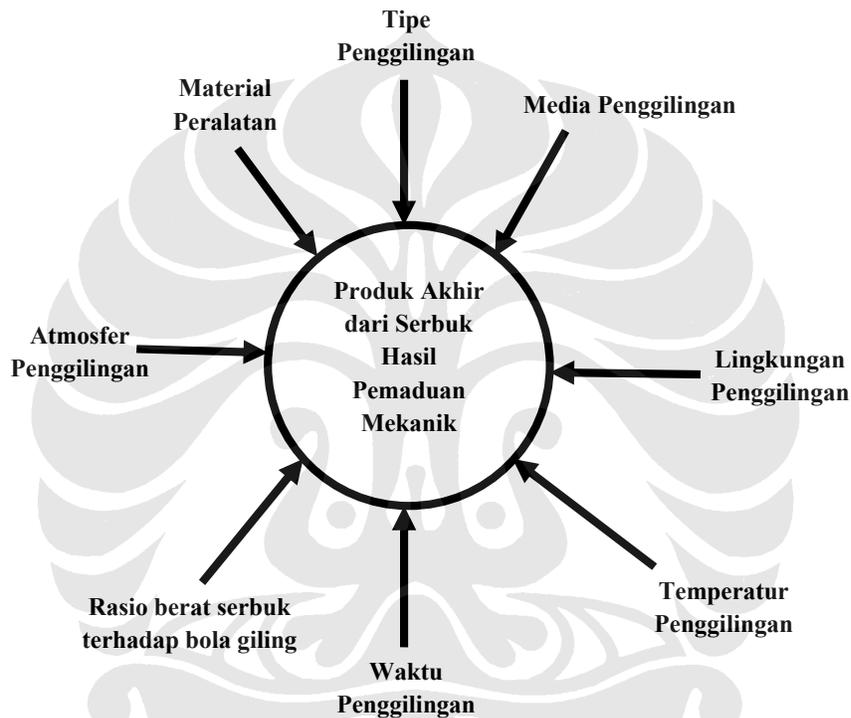
2.2.3 Faktor yang Mempengaruhi Pemaduan Mekanik

Pemaduan mekanik merupakan proses yang kompleks sehingga dibutuhkan sesuatu parameter proses yang mempengaruhi proses pemaduan sehingga pemaduan mekanik dapat berjalan secara optimal. Proses pemaduan mekanik dipengaruhi oleh beberapa faktor yang mempunyai peran penting dalam membentuk suatu material yang homogen. Parameter proses ini yang akan mempengaruhi fasa produk atau mikrostruktur hasil penggilingan. Beberapa parameter penting tersebut ialah ^[7,18,19]

- tipe penggilingan,
- kecepatan penggilingan,
- waktu penggilingan,

- jenis, ukuran dan distribusi ukuran dari media grinding
- rasio bola-berat serbuk
- atmosfer penggilingan
- kontrol agent
- temperatur penggilingan

Berikut adalah gambar yang menjelaskan faktor-faktor yang mempengaruhi pemaduan mekanik^[7,18,19]



Gambar 2.7 Faktor-faktor mempengaruhi proses pemaduan mekanik^[19]

Seluruh parameter proses ini tidak seluruhnya berdiri sendiri, masing-masing parameter saling mempengaruhi satu sama lain. Sebagai contoh waktu optimum penggilingan tergantung dari tipe penggilingan ukuran media grinding, temperatur penggilingan, rasio berat bola-serbuk, dan lain-lain. Pada dasar teori ini akan dibahas tentang keseluruhan parameter proses pemaduan mekanik.

2.2.3.1 Tipe Penggilingan

Tipe penggilingan akan mempengaruhi hasil dari pemaduan mekanik. Jenis mesin giling akan mempengaruhi kecepatan dari penghancuran. Pada penelitian ini akan menfokuskan pada jenis penggilingan *High Energi Milling*.

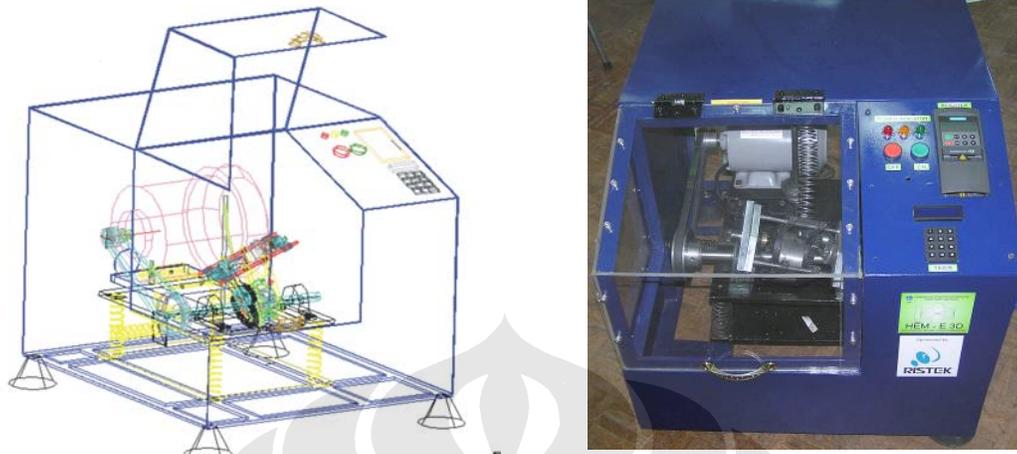
2.2.3.1.1 HEM (*High Energi Milling*) buatan LIPI

Indonesia juga telah melakukan penelitian yang lebih lanjut tentang *High energi Ball Mill*. P2F LIPI telah menemukan mesin *High-Energi Ball Mill* yang diberi nama E3D yang kecepatan millingnya dapat mencapai 1000 rpm. Pergerakan dari jar pada saat pengoperasian mesin menyerupai angka 8, sehingga proses pencampuran serbuk yang menjadi lebih cepat dan lebih homogen. High Energi Milling HEM-E3D adalah salah satu jenis *high energi milling* yang telah berhasil dibuat oleh Kelompok Penelitian Material Lanjut dan Nanoteknologi Puslit Fisika LIPI dari proyek non-insentif kementerian RISTEK.

Keunggulan HEM-E3D adalah gerak tiga dimensi dan putaran pada vial sehingga mekanisme proses amorfisasi dan pembentukan nanopartikel lebih cepat dan efektif. HEM-E3D ini dapat digunakan untuk pengadukan, homogenisasi, penggilingan mekanik, pemaduan mekanik, dan membuat emulsi. HEM-E3D bisa digunakan untuk industri dan penelitian dalam bidang nanomaterial terutama untuk material fungsional.

Tabel 2.2. Spesifikasi Hem-E3D ^[20]

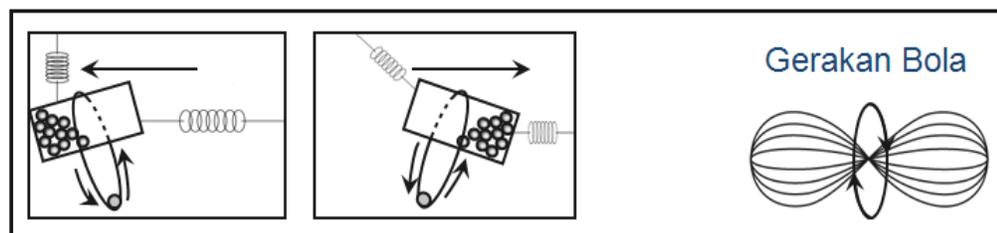
Spesifikasi	Nilai
Dimensi	70 cm x 60 cm x 40 cm
Berat	63 kg (tanpa wadah penggilingan)
Sumber daya	380 volt
Daya motor	0,5 PK
Kecepatan motor	0 rpm – 500 rpm



Gambar 2.8. Profil HEM (*High Energi Milling*) Buatan LIPI^[20]

2.2.2.3 Prinsip Kerja HEM-E3D

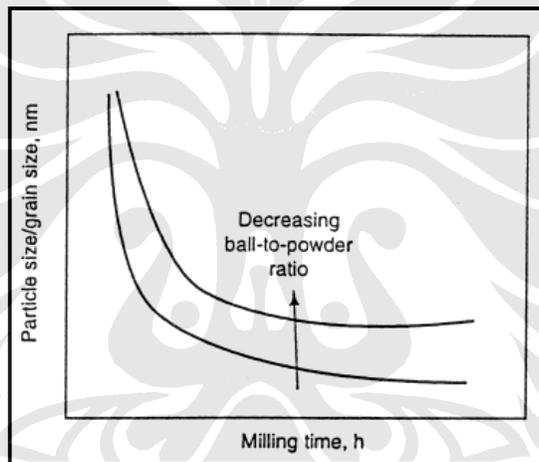
Dalam proses pemaduan mekanik, HEM-E3D bekerja dengan cara menghancurkan campuran serbuk melalui mekanisme pembenturan bola-bola giling yang bergerak mengikuti pola gerakan wadahnya yang berbentuk elips tiga dimensi. Pola gerakan elips tiga dimensi inilah yang memungkinkan pembentukan partikel-partikel serbuk berskala nanometer akibat tingginya frekuensi tumbukan. Tingginya frekuensi tumbukan yang terjadi antara campuran serbuk dengan bola-bola giling disebabkan karena wadah yang berputar dengan kecepatan tinggi, yaitu mencapai 500 rpm, dan bentuk pola gerakan yang berbentuk elips tiga dimensi tersebut. Prinsip kerja HEM-E3D tampak pada gambar berikut ini.



Gambar 2.9. Prinsip kerja HEM-E3D^[20]

2.2.3.2 Rasio Berat Bola-Serbuk

Rasio berat bola-serbuk mempunyai pengaruh yang signifikan terhadap waktu yang dibutuhkan untuk mendapatkan fasa tertentu. Laju dari paduan sangat bergantung dari energi kinetik dari muatan bola giling yang bereaksi dan berdifusi. Peningkatan dari rasio berat bola serbuk adalah dapat mempercepat laju dari pembentukan paduan, ini dapat dijelaskan dengan meningkatnya energi kinetik dari muatan bola giling. Dengan meningkatnya rasio berat bola-serbuk menyebabkan forrnasi dari fasa kristalin dan kemungkinan berkaitan dengan energi kinetik yang tinggi dari bola giling yang bertransformasi menjadi panas. Selain itu juga peningkatan rasio bola terhadap berat serbuk akan meningkatkan kekerasan serbuk seperti yang ditunjukkan terhadap gambar dibawah ini



Gambar 2.10 Hubungan antara perbandingan berat bola giling terhadap berat serbuk terhadap waktu penggilingan dan ukuran partikel^[18]

2.2.3.3 Atmosfer Penggilingan

Atmosfer dari penggilingan termasuk salah satu faktor yang paling penting selama proses penggilingan dari serbuk yang akan digunakan. Telah ditunjukkan sebelumnya bahwa serbuk yang sangat halus sangat reaktif tidak hanya dengan oksigen, tapi juga dengan gas-gas lainnya, seperti hidrogen atau nitrogen^[18].

Proses pemaduan mekanik biasanya dilakukan dalam kondisi atmosfer vakum atau inert untuk mencegah oksidasi atau kontaminasi serbuk. Oleh karena itu penggilingan biasanya dilakukan dalam suasana vakum atau diisi dengan gas

argon atau helium. Nitrogen didapati bereaksi dengan serbuk logam menghasilkan fasa nitrida. Sehingga tidak dapat digunakan untuk mencegah kontaminasi selama penggilingan, kecuali jika ingin menghasilkan fasa nitride.

2.2.3.4 Kecepatan Penggilingan

Semakin cepat putaran penggilingan maka semakin tinggi pula energi yang diterima serbuk. Hal ini dikarenakan energi kinetik dari media gerinda ($E=1/2 mv^2$, dimana m adalah massa dan v adalah kecepatan media gerus) yang diteruskan kepada serbuk yang digerus. Sehingga energi kinetik yang diterima serbuk lebih tinggi pada kecepatan penggilingan yang lebih tinggi pula. Namun demikian disain penggilingan tertentu menimbulkan adanya batasan terhadap kecepatan maksimum yang diperbolehkan. Sebagai contoh pada suatu bola giling penambahan kecepatan rotasi akan meningkatkan kecepatan pergerakan bola. Sampai di atas kecepatan kritis, bola akan menempel pada dinding jar dan tidak jatuh kebawah sehingga terjadi dampak sebagaimana harusnya.

Pada kecepatan tinggi, temperatur jar naik cukup tinggi. Hal ini dapat merugikan pada kasus tertentu dimana diperlukan proses difusi untuk mendorong terjadinya homogenisasi atau pepaduan pada serbuk. Temperatur yang tinggi ini juga dapat merugikan karena dapat mempercepat proses transformasi sehingga terdekomposisinya supersaturated solid solution. Selain itu temperatur tinggi dapat mengakibatkan kontaminasi pada serbuk.

Kerugian lain yang ditimbulkan dari penambahan kecepatan penggilingan adalah aus pada peralatan penggilingan (media gerinda dan jar), pada akhirnya juga menyebabkan kontaminasi serbuk. Serbuk yang dihasilkan juga dapat berkurang jika serbuk terjebak pada dinding dalam jar karena meningkatkan pengelasan dingin yang diakibatkan tinggi deformasi plastik.

Beberapa peneliti lebih suka menggunakan istilah intensitas penggilingan daripada energi/kecepatan penggilingan untuk menggambarkan fasa yang berubah saat terjadi pepaduan. Intensitas penggilingan didefinisikan sebagai fungsi rasio berat bola-serbuk (*ball to powder ratio*), kecepatan dan frekuensi bola

$$I = M_b V_{\max} f / M_p \dots\dots\dots 2.1$$

Dimana M_b adalah massa bola, V_{\max} adalah kecepatan maksimum bola, f adalah frekuensi impact dan M_p adalah massa serbuk dalam jar. Dari persamaan ini kita ketahui bahwa intensitas penggilingan meningkat dengan meningkatnya frekuensi impact, kecepatan dan massa bola.

Pemaduan mekanik merupakan teknik pemrosesan yang sangat penting untuk menghasilkan fasa metastabil, termasuk fasa amorph, supersaturated solid solution. Secara umum dari pengujian yang sering dilakukan dapat disimpulkan hanya dengan melakukan *soft milling* (energi penggilingan rendah, media gerinda yang lebih kecil dan ringan) yang dapat menghasilkan fasa metastabil.

2.2.3.5 Waktu Penggilingan

Waktu penggilingan adalah salah satu parameter paling penting dalam proses milling. Biasanya waktu milling ditentukan untuk mencapai keadaan stabil antara *fracturing* dan *cold welding* yang memungkinkan terjadinya pemaduan. Waktu milling ini sangat ditentukan oleh jenis milling yang digunakan, intensitas milling, rasio berat bola-serbuk dan *temperatur* milling. Perlu diperhatikan waktu milling tidak boleh melewati waktu yang telah ditentukan untuk mencegah kontaminasi. Secara umum waktu yang diperlukan untuk mencapai keadaan stabil lebih singkat untuk *high energy mill*. Waktu yang diperlukan lebih singkat untuk rasio berat bola serbuk yang lebih besar.

2.2.3.6 Pengaruh Bola Giling

Media gerinda yang sering digunakan antara lain hardened steel, tool steel, hardened chrom steel, tempered steel, stainless steel, WC-Co dan bearing steel. Densitas media gerinda harus cukup tinggi untuk menimbulkan gaya impact yang cukup pada serbuk. Sedangkan untuk material yang sering digunakan sebagai bahan jar meliputi tembaga, niobium, zirkonia, agate, partially stabilized zirconia, sapphire, silicon nitride, dan Cu-Be. Lebih baik untuk material media gerinda, material serbuk dan material jar terbuat dari bahan yang sama untuk mencegah kontaminasi.

Ukuran dari media gerinda juga merupakan parameter penting dalam proses pemaduan mekanik. Secara umum media gerinda dengan ukuran besar akan menghasilkan energi impact yang lebih besar daripada gerinda kecil. Selain itu penggunaan campuran bola besar dan bola kecil terbukti lebih efektif dibanding dengan menggunakan satu jenis ukuran bola yang sama.

2.2.3.7 Pengaruh Jar

Material yang digunakan sebagai jar sangat penting karena impact yang ditimbulkan media gerinda dengan dinding bagian dalam jar dapat mengakibatkan terkikisnya dinding sehingga material jar bercampur dengan serbuk dengan serbuk sebagai pengotor. Material ini akan mengkontaminasi serbuk dan merubah sifat kimia serbuk. Jika material jar berbeda dengan serbuk yang dimilling, serbuk akan terkontaminasi dengan material jar. Sedangkan jika material jar sama dengan serbuk yang di milling maka sifat kimia serbuk tidak banyak berubah. Sebagai contoh saat proses milling campuran serbuk Cu-In-Ga-Se dalam jar Cu, diperoleh kandungan Cu yang lebih tinggi dibandingkan dengan kandungan awalnya. Hal ini dikarenakan oleh Cu dari jar terkikis dan bercampur dengan serbuk.

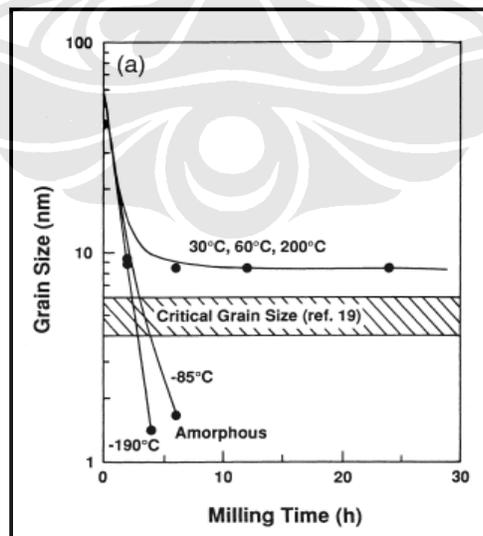
Beberapa material yang sering digunakan sebagai material jar antara lain *hardened steel, tool steel, hardened chromium steel, tempered steel, stainless steel, WC-Co, WC-lined steel* dan *bearing steel*. Bentuk jar juga penting untuk diperhatikan terutama disain bagian pinggir bawah jar, bagian pinggir bawah dalam jar ada yang berbentuk datar dan kurva. Didapati bahwa pemaduan dengan laju yang lebih tinggi terjadi pada bagian pinggir bawah dalam yang berbentuk kurva adalah berkurangnya intensitas milling karena bola tidak menumbuk dinding, tetapi hanya berputar saja. Desain yang sesuai sangatlah penting untuk menghindari terbentuknya dead zone (daerah dimana serbuk tidak termilling karena media gerinda tidak dapat mencapainya).

2.2.3.8 Pengaruh Tingkat Pengisian Jar

Pemaduan antar serbuk terjadi karena adanya gaya impact. Untuk memungkinkan impact yang cukup diperlukan ruang yang cukup agar bola dan partikel serbuk dapat bergerak bebas dalam jar. Oleh karena itu tingkat pengisian jar dengan serbuk dan bola sangatlah penting. Jika kuantitas bola dan serbuk sangat kecil, menyebabkan laju produksi Jambat. Sebaliknya, jika kuantitasnya besar, menyebabkan energi impact yang ditimbulkan ruang gerak bola dan serbuk yang sempit. Hal ini dapat menyebabkan tidak terbentuknya pemaduan, dan walaupun terjadi pemaduan membutuhkan waktu yang cukup lama. Sehingga harus diperhatikan tingkat pengisian jar jangan sampai terlalu penuh biasanya sekitar 50% atau lebih sedikit jar dibiarkan kosong.

2.2.3.9 Pengaruh Temperatur

Penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa temperatur penggilingan akan mempengaruhi waktu penggilingan yang diperlukan pada proses pemaduan dan ukuran dari partikel campuran serbuk yang terbentuk. Semakin rendah temperatur penggilingan, maka waktu pemaduan semakin singkat dan ukuran partikelnya semakin kecil [18]. Pengaruh temperatur penggilingan terhadap waktu pemaduan dan ukuran partikel tampak pada gambar berikut.



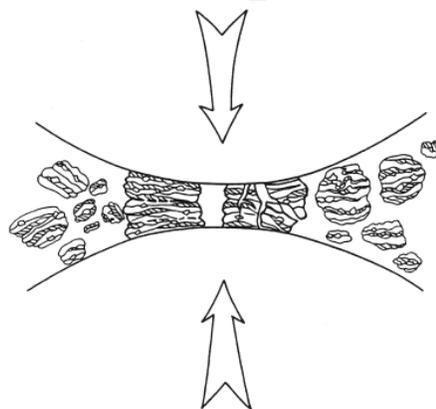
Gambar 2.11 Hubungan antara temperatur penggilingan terhadap waktu pemaduan dan ukuran partikel^[18]

2.2.4 Mekanisme Pemaduan mekanik

Pemaduan mekanik adalah proses penggilingan partikel serbuk dengan energi tinggi dilakukan secara berulang-ulang. Mekanisme pemaduan mekanik adalah pengelasan dingin (*cold welded*), pematahan (*fractured*) dan pengelasan kembali (*reweld*). Proses yang paling penting dalam pemaduan mekanik adalah pengelasan dingin (*cold welded*) dan pematahan (*fractured*)^[7,18]. Jika dilihat dari mikrostrukturnya pemaduan mekanik dibagi menjadi empat tahapan. Keempat tahapan itu adalah :

a. Tahapan awal

Pada tahapan ini partikel serbuk mengalami gaya tekan akibat benturan dari bola giling. Pada tahapan ini terjadi mikro forging yang dapat merubah bentuk dari partikel serbuk. Penghancuran dilakukan secara berulang-ulang. Pada tahapan ini sedikit ditemukan pengelasan dingin dalam partikel serbuk. Untuk pemaduan mekanik material ulet-ulet struktur lapisan terbentuk antara masing-masing elemen yang berbeda. Karena gaya tekan yang tinggi maka luas permukaan dari partikel serbuk menjadi besar. Partikel serbuk yang ulet akan lebih mudah terdeformasi plastic menjadi lapisan *flake* yang tipis. Jika menggunakan partikel getas-ulet maka deformasi akan lebih kecil, hal ini karena partikel ulet akan mengikat partikel getas. Perpatahan lebih didominasi oleh logam bcc dan hcp, dan untuk logam Fcc biasanya mengalami pengelasan dingin. Tahapan penghancuran partikel serbuk dapat dilihat dari gambar 2.15



Gambar 2.12 Mekanisme tumbukan serbuk-bola^[18]

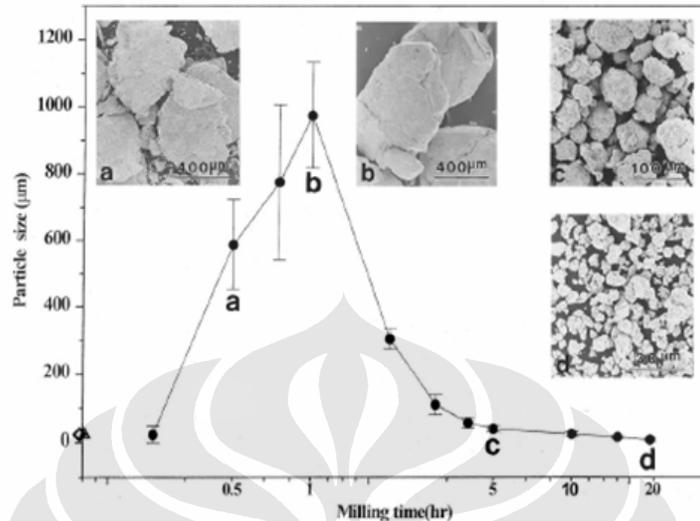
b. Tahapan pertengahan

Pada tahapan ini proses pengelasan dingin lebih dominan terjadi dari pada proses penghancuran. Deformasi plastic yang besar akan menghasilkan struktur yang berlapis. Proses perpatahan dan pengelasan dingin yang terjadi pada tahapan ini menghasilkan lamella yang terorientasi secara acak. Struktur yang berlapis ini lebih diperhalus. Ketebalan dari *lamella* menjadi berkurang. Komposisi kimia pada tahapan ini masih belum homogen. Perubahan dari ketebalan lamella ini tergantung dari energi penghancuran, sifat mekanis serbuk dan waktu penggilingan.

c. Tahapan akhir

Tahapan akhir dari pemaduan mekanik adalah proses penghalusan ukuran partikel. Mikrostruktur dari partikel akan lebih homogen dan struktur *lamella* tidak lagi ditemukan. Paduan yang sesungguhnya terbentuk pada tahapan ini. Partikel yang lebih homogen ini terjadi karena terjadi kesetimbangan antara perpatahan dan pengelasan dingin. Pada pemaduan mekanik serbuk ulet-ulet proses perpatahan dan pengelasan dingin menjadi proses yang saling berlawanan. Partikel menjadi lebih kecil karena perpatahan dan sebaliknya partikel akan menggumpal karena pengelasan dingin. Partikel yang menggumpal akibat pengelasan dingin akan memerlukan energi penghancuran yang lebih besar untuk memecahkan partikel tersebut, disisi lain proses pengelasan dingin akan lebih sulit jika partikel menjadi lebih halus karena membutuhkan energi yang lebih besar dalam mengikat partikel tersebut. Proses pengelasan dingin dan perpatahan akan menghasilkan kondisi yang setimbang. Jika sudah tercapai kesetimbangan maka ukuran partikel akan menjadi semakin halus dan menghasilkan kesetimbangan antara kekuatan dari gaya yang terjadi pada pengelasan dingin dan gaya untuk memecahkan partikel serbuk. Pada tahapan ini struktur lamella sudah tidak ada dan komposisi kimia akan

bercampur secara homogen sehingga akan terbentuk paduan yang sesuai dengan kadar serbuk awal



Gambar 2.13 Perubahan ukuran serbuk terhadap waktu penggilingan^[18]

Peningkatan temperatur dalam skala kecil ketika penggilingan akan membantu sifat difusi sehingga pemaduan terjadi diantara konstitusi elemen. Pemaduan mekanik secara umum terjadi pada temperatur kamar oleh karena itu diperlukan *annealing* pada serbuk hasil pemaduan mekanik pada temperatur tinggi agar pemaduan dapat dicapai. Aniling akan membantu dalam pembentukan senyawa intermetalik. Waktu yang spesifik disyaratkan untuk dapat membentuk struktur tertentu dalam suatu sistem adalah fungsi dari ukuran partikel awal dan karakteristik dari komponen masing-masing serbuk. Peralatan yang spesifik digunakan untuk mengatur operasi pemaduan mekanik dan parameter operasi dari peralatan juga merupakan parameter dalam pembentukan paduan. Akan tetapi dalam kebanyakan kasus kecepatan penghalusan struktur internal (ukuran partikel, crystalline size, lamellar spacing dan lain-lain.) adalah fungsi logaritmik kasar dengan waktu proses dan oleh karena itu ukuran awal partikel relatif tidak begitu penting. Dalam beberapa menit ke jam spacing lamellar biasanya menjadi kecil dan ukuran kristalit (butir) menjadi halus dan menjadi ukuran dimensi nanometer.

Kemudahan pemaduan mekanik dalam mensintesis menjadi nanomaterial menjadi alasan kenapa pemaduan mekanik sering dipakai untuk memproduksi

nanocrystalline material. Hal ini memungkinkan untuk mengolah paduan dengan pemaduan mekanik dengan tiga perbedaan kombinasi logam dan campuran sistem material ulet-ulet, ulet-getas dan getas-getas. Oleh karena itu berikut akan dijelaskan tentang mekanisme pemaduan mekanik ini pada tiap sistem serbuk diatas.

2.3 KARAKTERISTIK PARTIKEL DAN LAPISAN

Terdapat 4 karakter serbuk untuk pemaduan mekanik yaitu : pemaduan mekanik serbuk ulet-ulet, serbuk getas-ulet, serbuk getas-getas

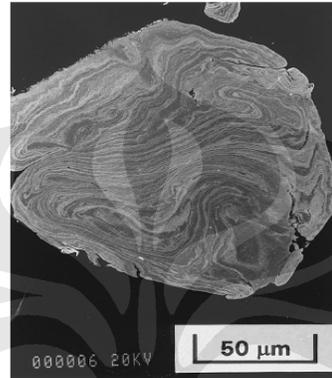
2.3.1 Mekanisme Pemaduan Mekanik Pada Serbuk Ulet-ulet

Menurut Benjamin kombinasi ideal pada pemaduan mekanik adalah paling tidak 15 % serbuk terdiri dari material ulet untuk mendapatkan pemaduan. Hal ini karena pemaduan terjadi karena merupakan proses pengelasan dingin dan pematangan (*fracturing*) dari partikel serbuk, pengelasan dingin tidak akan terjadi jika partikel tidak ulet^[18].

Benjamin dan Volin mencoba menggambarkan mekanisme pemaduan dalam sistem yang meliputi dua komponen serbuk yang ulet. Mekanisme awal dari pemaduan mekanik dalam material ulet-ulet adalah terbentuk bentuk *pancake* (lempeng tipis) oleh karena proses *mikro forging*^[7].

Dalam jumlah kecil serbuk akan menempel pada permukaan bola giling akibat pengelasan dari serbuk. Pelapisan ini menguntungkan karena untuk menghindari keausan yang berlebihan (*excessive wear*) dari media grinding, sehingga media giling dan bola giling tidak akan mengkontaminasi serbuk. Akan tetapi ketebalan dari lapisan media grinding harus dijaga seminimum mungkin untuk mencegah pembentukan produk yang heterogen. Dalam tahap selanjutnya, partikel akan mengalami pengelasan bersama dan membentuk struktur komposit lamellar dari logam kontituen. Peningkatan ukuran partikel juga terjadi dalam tahap ini. Dengan peningkatan waktu penggilingan serbuk partikel komposit tersebut mengalami pengerasan (*hardened*), pengerasan ini mengakibatkan peningkatan kegetasan material serbuk dan partikel menjadi pecah. Kemudian

elemen dari permukaan yang mengalami pengelasan dan menjadi kasar tersebut mengalami pelilitan (*convulated*) Hal ini terjadi karena pengelasan yang acak dari partikel serbuk dan tidak adanya pengelasan pada satu tempat. Pemaduan dimulai pada tahap ini karena penggabungan ini akan mengakibatkan penurunan jarak difusi (*interlamellar spacing*), peningkatan masa jenis dari cacat kisi (*lattice defect*) dan panas yang bisa terjadi selama operasi penggilingan.



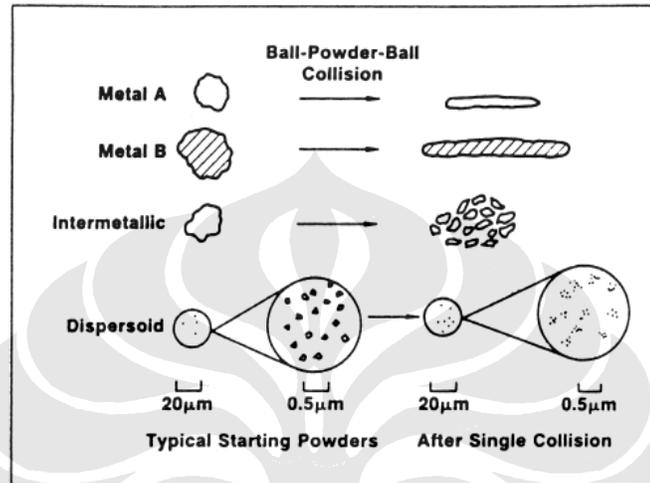
Gambar 2.14. Morfologi hasil penggilingan material ulet-ulet^[18]

Kekerasan dan ukuran partikel akan mencapai nilai pembasahan (*saturated value*) dan sering disebut tahapan yang tetap (*steady state*) dalam proses. Pemaduan sesungguhnya terjadi pada level atomik dan menghasilkan bentuk larutan padat (*solid solution*), intermetalik, atau bahkan fasa acak (*amorphous*).

Jarak lapisan menjadi hilang pada tahap ini dan tidak akan terlihat dibawah mikroskop optik. Indikasi ini menandakan bahwa proses pemaduan mekanik sudah lengkap terjadi dan mendapat struktur yang homogen.

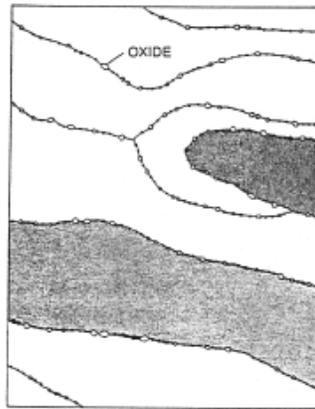
2.3.2 Campuran Antara Serbuk Ulet dengan Serbuk Getas

Pada tahap awal proses pemaduan mekanik campuran antara serbuk ulet dengan serbuk getas, partikel-partikel serbuk ulet akan mengalami proses pemipihan, sedangkan partikel-partikel serbuk getas akan hancur akibat tumbukan bola-bola giling.



Gambar 2.15. Mekanisme penghancuran partikel antara serbuk ulet dengan serbuk getas^[18]

Selanjutnya partikel-partikel serbuk getas yang berukuran lebih kecil akan terperangkap di antara partikel-partikel pipih serbuk ulet saat terjadi proses pengelasan dingin sehingga akhirnya terperangkap di dalam partikel-partikel berstruktur *lamellar* di antara lapisan-lapisan *lamellar*-nya. Seiring dengan tumbukan-tumbukan bola-bola giling yang terus menimpa partikel-partikel berstruktur *lamellar* tersebut, maka akan terjadi proses pengerasan regangan sehingga partikel-partikel berstruktur *lamellar* akan menjadi getas dan akhirnya hancur. Proses ini berlangsung terus-menerus hingga tercapai kesetimbangan antara laju penghancuran dengan laju pengelasan dingin.

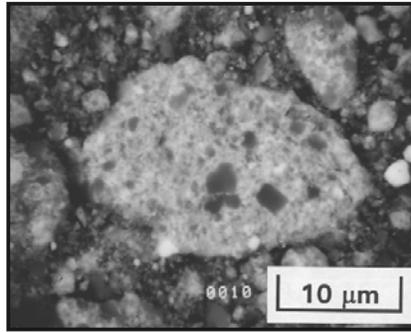


Gambar 2.16 Partikel berstruktur *lamellar* hasil pengelasan dingin antara serbuk ulet dengan serbuk getas^[18]

Jika partikel-partikel serbuk getas tersebut larut dalam matriks partikel-partikel serbuk ulet, maka proses pemaduan mekanik dapat terjadi. Sedangkan jika partikel-partikel serbuk getas tersebut tidak larut dalam matriks partikel-partikel serbuk ulet, maka partikel-partikel serbuk getas tersebut hanya akan tersebar secara merata di dalam matriks partikel-partikel serbuk ulet.

2.3.3. Campuran Antara Serbuk Getas dengan Serbuk Getas

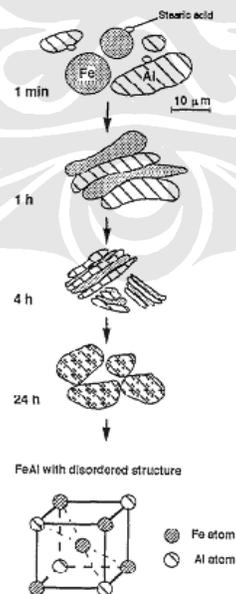
Pada tahap awal proses pemaduan mekanik antara campuran serbuk getas dengan serbuk getas, seluruh partikel dari kedua campuran tersebut akan segera mengalami penghancuran oleh tumbukan bola-bola giling tanpa adanya proses pengelasan dingin terlebih dahulu. Namun, setelah berada dalam ukuran partikel yang sangat kecil, partikel-partikel serbuk getas yang memiliki kekerasan lebih tinggi akan kembali mengalami proses penghancuran tersebut. Sedangkan partikel-partikel serbuk getas yang memiliki kekerasan lebih rendah akan bertindak sebagai *substrate* tempat melekatnya partikel-partikel serbuk getas yang memiliki kekerasan lebih tinggi. Namun, proses pemaduan mekanik pada campuran serbuk getas dengan serbuk getas ini sangat sulit terjadi tanpa adanya pemicu terjadinya proses difusi, salah satunya adalah temperatur yang tinggi^[18].



Gambar 2.17. Proses pemaduan mekanik pada campuran serbuk getas dengan serbuk getas^[18]

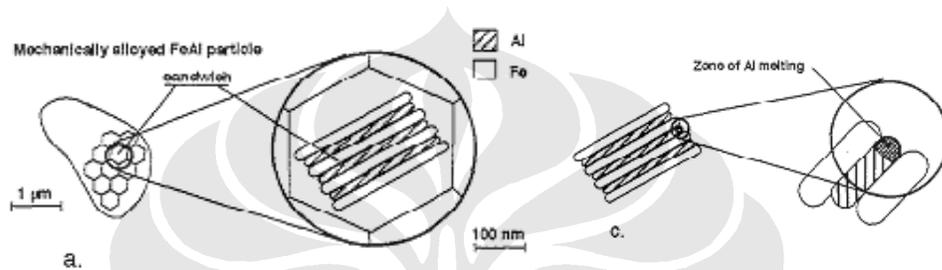
2.3.4 Sintesis Paduan Al-Fe dengan Menggunakan Pemaduan Mekanik

Serbuk Fe dan Al adalah jenis material serbuk ulet, oleh karena itu pemaduan mekanik Fe-Al mengikuti sistem paduan serbuk ulet-ulet yang telah dijelaskan pada pembahasan sebelumnya. Mekanisme awal dari pemaduan mekanik dalam material ulet-ulet adalah terbentuk bentuk *pancake* (lempeng tipis) oleh karena proses mikro forging. Dalam pemaduan mekanik serbuk ulet-ulet maka pengelasan dingin akan banyak terjadi. Mekanisme pemaduan mekanik serbuk Fe-Al dijelaskan dalam gambar 2.22



Gambar 2.18 Mekanisme Pemaduan Mekanik Serbuk Fe-Al^[21]

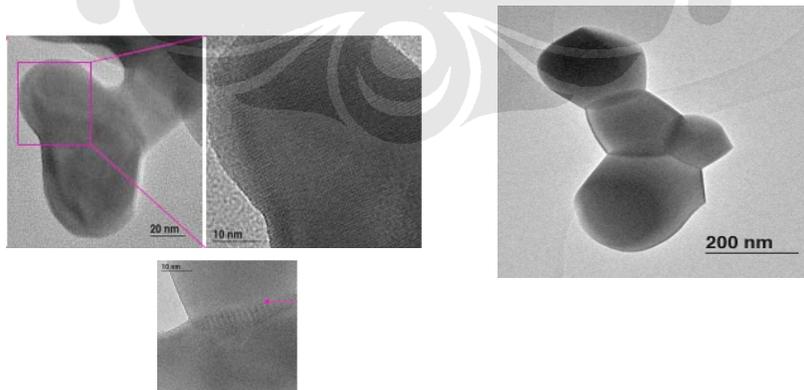
Proses pemaduan mekanik serbuk Fe-Al meliputi 2 tahap dalam pembentukannya. Tahap pertama adalah proses penghalusan dari butir Fe dan Al dengan pembentukan bentuk mikrostruktur berlapis-lapis seperti ditunjukkan dalam gambar 2.17. Tahapan yang kedua adalah pembentukan lapisan FeAl yang kemungkinan terdapat pada interfase butir Fe dan Al.



Gambar 2.19 Mikrostruktur *sandwich* yang terbentuk pada pemaduan mekanik Fe-Al^[21]

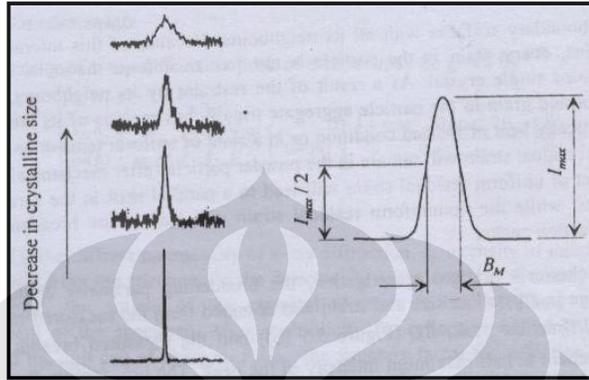
2.3.5 Pendekatan Pengukuran Ukuran Kristalit Melalui XRD

Pada pemaduan mekanik dibutuhkan pengukuran ukuran kristalit untuk mengetahui evolusi ukuran butir dalam skala nanokristalin. Kristalit merupakan bagian dari partikel. Jika ukuran kristalit berada pada ukuran 100 nm maka dapat dikatakan bahwa ukuran kristalit sama dengan ukuran butir.



Gambar 2.20 (a) Partikel yang terdiri dari berbagai ukuran kristalit (b) Bentuk Kristalit^[22]

Ukuran kristal juga mempunyai dampak yang besar terhadap pelebaran pola difraksi hasil pengujian *X-ray diffraction* (XRD). Semakin kecil ukuran kristal atau butir suatu sampel, maka intensitas puncak-puncak grafik hasil pengujian *X-ray diffraction* (XRD) semakin rendah dan lebar.

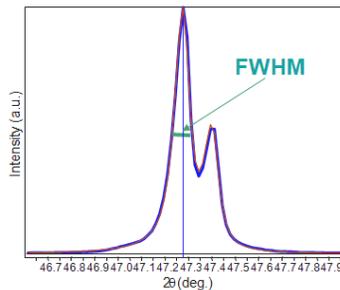


Gambar 2.21. Hubungan ukuran kristal terhadap pelebaran pola difraksi hasil pengujian *X-ray diffraction* (XRD) [7]

Penghitungan ukuran kristal dapat dilakukan dengan menggunakan pola difraksi hasil pengujian *X-ray diffraction* (XRD). Untuk menghitung ukuran kristal, digunakan persamaan *Scherrer* berikut :

$$D_v = K\lambda/\beta\cos\theta \dots \dots \dots 2.2 \text{ [7]}$$

di mana: D_v = ukuran kristal (nm), K = konstanta *Scherrer*, λ = panjang gelombang (Å) dan β = Full Width at Half Maximum (FWHM) (2θ degree). Nilai konstanta *Scherrer* diasumsikan sama dengan 1, sedangkan Full Width at Half Maximum (FWHM) adalah besarnya pelebaran suatu puncak pola difraksi grafik hasil uji *X-ray diffraction* (XRD) pada titik di ketinggian setengah puncak tersebut



Gambar 2.22. Full Width at Half Maximum (FWHM) [22]

Akibat adanya pengaruh regangan, ukuran kristal dan alat pada pola difraksi grafik hasil uji *X-ray diffraction* (XRD), maka dengan menggunakan metoda *Lorentzian*, β dapat didefinisikan sebagai berikut:

$$\beta_{\text{obs}} = \beta_{\text{size}} + \beta_{\text{strain}} + \beta_{\text{inst}} \dots\dots\dots 2.3$$

$$\{\beta_{\text{obs}}^2 - \beta_{\text{inst}}^2\} = \beta_{\text{size}}^2 + \beta_{\text{strain}}^2 \dots\dots\dots 2.4$$

dengan menyubstitusi persamaan $\beta = 4\epsilon_{\text{str}}\tan\theta$ sebagai β_{strain} dan persamaan $\beta = K\lambda/D_v\cos\theta$ sebagai β_{size} , meyubstitusi nilai K serta mengalikan kedua ruas dengan $\cos\theta$

Kemudian dengan menggunakan metoda *Williamson-Hall*, persamaan tersebut akan dianggap sebagai persamaan garis lurus, yaitu $y = a + mx$, dengan menge-plot $\{\beta_{\text{obs}} - \beta_{\text{inst}}\}\cos\theta$ pada sumbu-y dan $4\sin\theta$ pada sumbu-x. Lalu, dengan menyubstitusi nilai-nilai posisi puncak pola difraksi hasil pengujian *X-ray diffraction* (XRD) ke ke persamaan garis lurus tersebut, maka akan didapatkan nilai ukuran kristal D_v rata-rata dari setiap puncak grafik pola difraksi.

Perlu diketahui bahwa nilai besar ukuran kristal D_v rata-rata yang didapat di atas belum sepenuhnya dapat diterima sebab masih adanya pelebaran akibat pengaruh alat β_{inst} dalam persentase yang kecil pada penghitungan nilai besar ukuran kristal D_v rata-rata tersebut. Untuk mengatasi masalah tersebut, diperlukan sampel standar yang bebas dari pelebaran akibat pengaruh regangan dan ukuran kristal sehingga dengan membandingkannya dapat diketahui nilai pelebaran murni akibat alat dan ukuran kristal yang didapatkan lebih akurat ^[7]