

Bab 4

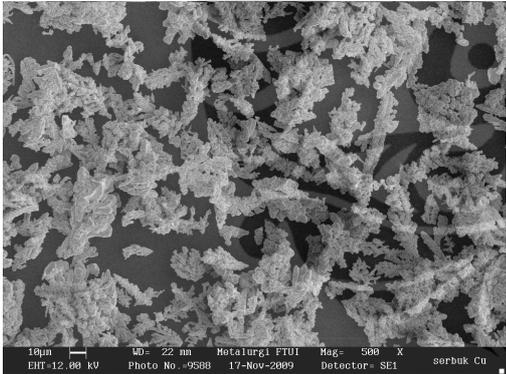
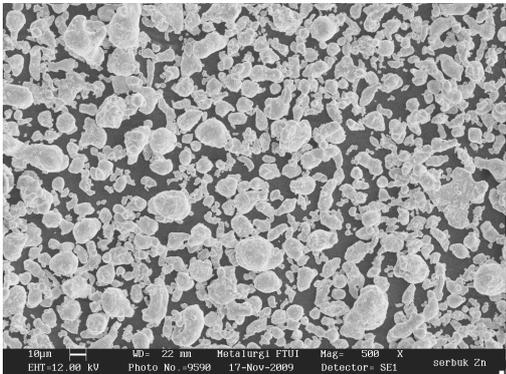
HASIL dan ANALISA

1. Karakterisasi Bahan

1.1 Serbuk Logam Induk

Dengan perhitungan sederhana (lihat lampiran), berat jenis serbuk logam induk saat menjadi paduan Cu15Zn didapat $8,6 \text{ g/cm}^3$. Dibandingkan dengan ref ^[41] yang telah disampaikan di tabel 2.1 adalah $8,75 \text{ g/cm}^3$. Kedua nilai ini merupakan densitas solid (ρ_s) bukan densitas logam busa (ρ).

Tabel 4.1 Karakterisasi serbuk Cu dan Zn

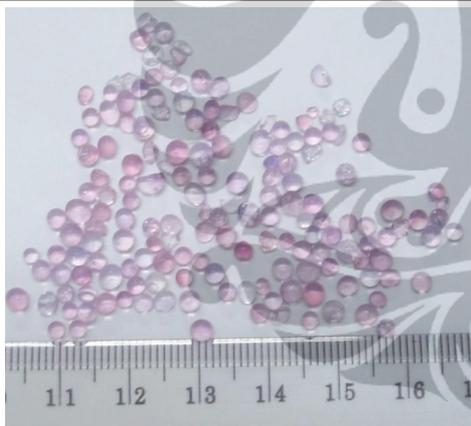
Foto serbuk logam induk dengan perbesaran yang sama (500x)	Bentuk partikel	Ukuran [μm]	ρ [g/cm^3]	Titik lebur [$^{\circ}\text{C}$]	Berat molar [g/mol]	Pelarut
 <p style="text-align: center;">Serbuk Cu</p>	antara dendritic dan irregular rod-like	~ 63	8,92	1084	63,55	
	Struktur kristal	Resistivitas listrik	Konduktivitas thermal			
	face-centered cubic	(20 $^{\circ}\text{C}$) 16,78 $\text{n}\Omega\cdot\text{m}$	(300 K) 401 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$			
 <p style="text-align: center;">Serbuk Zn</p>	flake atau rounded	~ 10	7,14	419,53	65,38	
	Struktur kristal	Resistivitas listrik	Konduktivitas thermal			
	hexagonal	(20 $^{\circ}\text{C}$) 59,0 $\text{n}\Omega\cdot\text{m}$	(300 K) 116 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$			

Dengan mengamati bentuk dan ukuran partikel Cu dan Zn, serta temperatur lebur masing-masing zat, maka diprediksi hasil pencampuran zat-zat tersebut secara

mekanik. Ukuran Zn sekitar 1/6 dari ukuran Cu, ditambah fraksi massa Cu yang jauh lebih banyak, diperkirakan menghasilkan partikel Cu akan mengelilingi Zn.

1.2 Bahan Pengisi dan Pelengkap

Tabel 4.2 Karakterisasi bahan pengisi, bahan pelumas, dan pengikat.

Foto serbuk bahan pengisi, dengan perbesaran berbeda	Bentuk partikel	Ukuran [μm]	ρ [g/cm^3]	Titik lebur [$^{\circ}\text{C}$]	Berat molar [g/mol]	Pelarut
 <p>K₂CO₃</p>	antara spherical dan angular	420 (M40)	2,29	891	138,21	Air
		542 (M30)	2,29	891		
		841 (M20)	2,29	891		
 <p>SiO₂</p>		2,65 mm (M10)	2,63	2230	60,08	HF
 <p>ZnO</p>			5,61	1975	81,41	
C ₂ H ₆ O	liquid		0,79	-114,3	46,07	

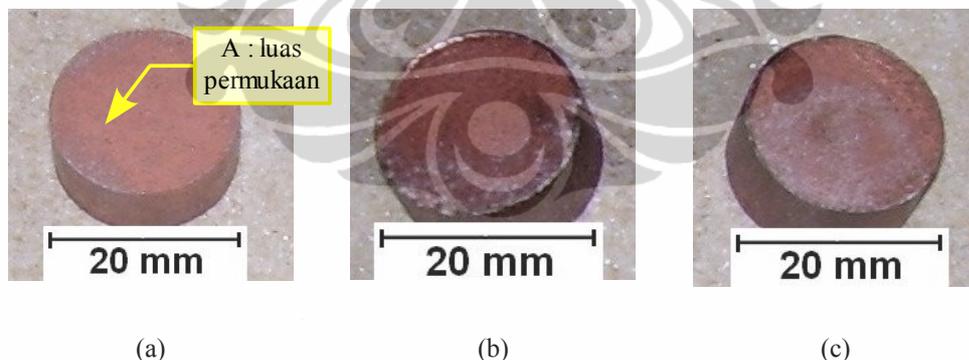
Serbuk Cu15Zn ini nantinya akan dicampur masing-masing dengan K_2CO_3 berukuran 420, 542, 841 μm , serta SiO_2 berukuran 2,650 mm. Ukuran serbuk potassium dan silica gel ini yang jauh lebih besar dari Cu15Zn sehingga serbuk paduan ini akan mengisi sela-sela butir potassium dan silica-gel.

Bentuk partikel potassium dan silica-gel yang cenderung bulat atau spherical akan memberi andil besar terhadap bentuk sel dan pori yang terbentuk.

Bila membandingkan titik lebur masing-masing zat, akan terlihat bahwa titik lebur potassium sebesar 891°C berdekatan bahkan 'beririsan' dengan kedua skema sinter. Oleh karena itu diprediksi ada sebagian unsur penyusun potassium akan hadir di paduan logam yang terbentuk. Namun prediksi ini harus dikonfirmasi dengan karakterisasi.

2. Karakterisasi Hasil Kompaksi

Dari pengamatan fisik hasil kompaksi beberapa foto sampel di lampiran, secara makro (mata telanjang) terjadi kasus-kasus segregasi di beberapa bagian permukaan.



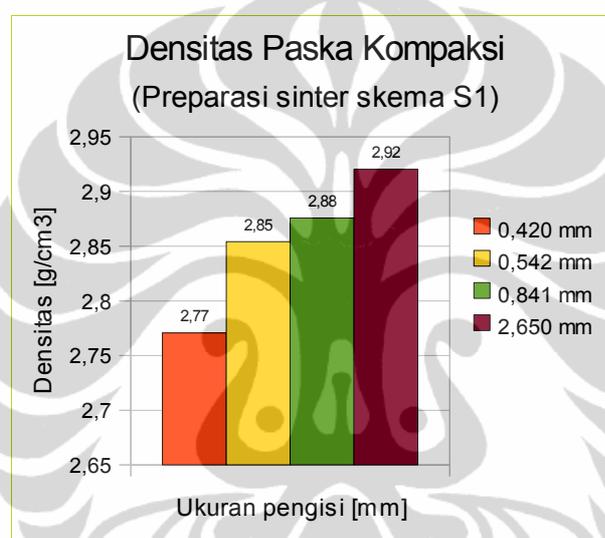
Gambar 4.1 Contoh pengamatan visual segregasi hasil kompaksi 1. (a) Tingkatan ringan ($A_{\text{segregasi}} < 1/3 A$) pada sampel S1302. (b) Tingkatan sedang ($1/3 A < A_{\text{segregasi}} < 2/3 A$) pada sampel S1202. c) Tingkatan berat/parah ($A_{\text{segregasi}} > 2/3 A$) pada sampel S1402.

Tingkatan segregasi dibagi menjadi 3; ringan, sedang, berat (parah), berdasarkan pada perbandingan luasan endapan terhadap luasan sampel. Contoh hasil pengamatan ditampilkan di gambar 4.1.

Beberapa penyebab segregasi : teknik pencampuran mekanik (*mixing*) yang kurang berhasil ^[46]. Faktor penyebab lain, kemungkinan adalah jeda waktu antara

proses *mixing* dengan kompaksi, sehingga zat-zat yang memang nilai massa jenisnya berbeda, memiliki cukup waktu memisahkan diri akibat gravitasi. Pada penelitian ini, jeda waktu antara *mixing* dan kompaksi berjarak 1 hari.

Metode kompaksi yang dilakukan adalah *double action*, yang menurut Randal German ^[46] menghasilkan densitas dan kekuatan lebih tinggi dari metode *single action*, walaupun menurunkan porositas. Pilihan metode ini bertujuan sebagai kompensasi keterbatasan mesin pres untuk aplikasi tekanan di atas 20 MPa.



Gambar 4.2 Kalkulasi densitas bakalan paska kompaksi.

Bentuk bakalan hasil kompaksi berbentuk silinder sempurna, sehingga pengukuran fisik dan berat pada tahap ini cukup akurat (lihat tabel L.1 dan L.2 di lampiran). Dari kalkulasi (matematis), densitas hasil *green-compaction*; bahwa dengan kondisi kompaksi yang sama, termasuk massa campuran zat awal yang sama (kecuali sampel ke 3 setiap varian), dihasilkan bakalan dengan variasi nilai massa dan dimensi yang berbeda. Gambar 4.2 menunjukkan bahwa semakin besar ukuran bahan pengisi, densitasnya semakin besar.

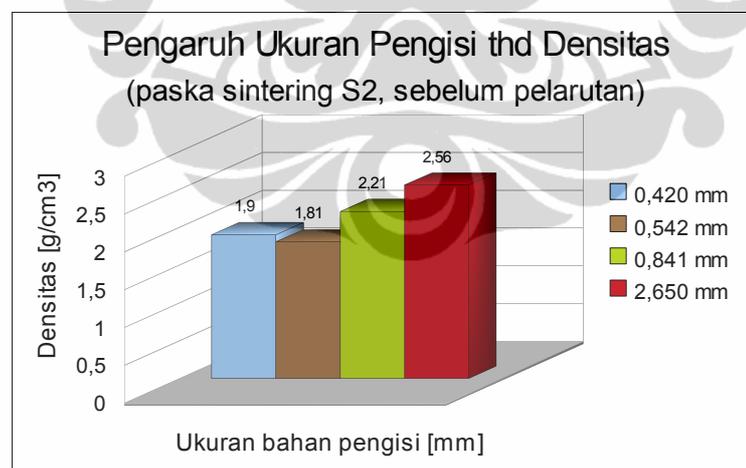
Fenomena ini dapat dijelaskan sebagai berikut : pada saat persiapan, perhitungan penimbangan setiap zat dilakukan berdasarkan fraksi massa. Namun dimensi hasil kompaksi dipengaruhi oleh fraksi volume setiap zat. Perbandingan perhitungan detail fraksi massa terhadap fraksi volume bisa dilihat di lampiran 2. Pembahasannya bisa dilihat di poin berikutnya di bab ini.

3. Karakterisasi Hasil Sinter

Kalkulasi pengaruh skedul sinter terhadap densitas menghasilkan grafik perbandingan densitas hasil sinter pada gambar 4.3. Namun berbeda dengan dimensi bakalan hasil kompaksi, sampel hasil sinter mengalami beragam deformasi. Karena wujud fisik yang tidak lagi berupa silinder sempurna, maka hasil pengukuran fisiknya adalah berdasarkan pendekatan rerata di beberapa titik.



(a)



(b)

Gambar 4.3 Densitas paska sinter. (a) skema sinter S1. (b) skema sinter S2.

Skema sinter S2 (850°C 60 menit) menghasilkan fenomena perubahan densitas yang lebih variatif dibanding skema sinter S1 (900°C 45 menit). Lama waktu sinter yang sedikit lebih panjang, walaupun dengan suhu lebih rendah, memberi kesempatan pada bakalan untuk lebih berkonsolidasi.

4. Karakterisasi Produk Akhir Logam Busa

4.1 Analisa Proses Pelarutan

Pengisi potassium dilarutkan oleh air, reaksi stokiometri dapat dituliskan sebagai berikut ;



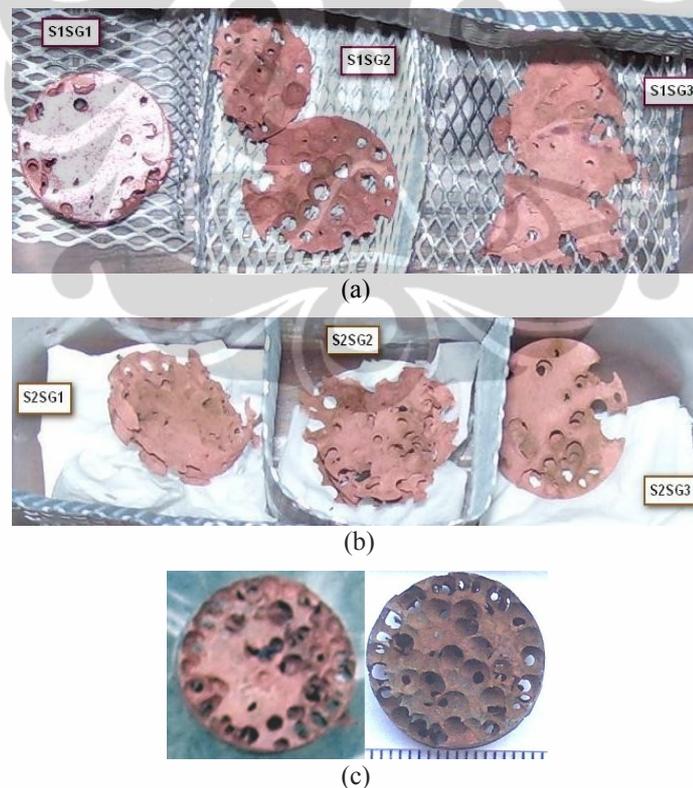
Silica-gel dilarutkan oleh larutan HF (konsentrasi 25% vol.), hasil pengenceran dari HF konsentrasi 55%. Reaksi stoikiometri didefinisikan sebagai :



Penggunaan larutan HF menyebabkan reaksi berikut :



Morfologi partikel SiO_2 yang berpori juga membantu mempercepat larutnya bahan pengisi ini.



Gambar 4.4 Perbandingan metode pelarutan SiO_2 (a) S1SGn. (b) S2SGn. c) Sampel [44] metode ditetes (waktu tahan kompaksi 1 jam) dan Sinter 850°C 120 menit

Setelah pelarutan silica gel oleh larutan HF 25%, 4 dari 6 sampel hancur (gambar 4.4). Mengingat hasil penelitian Castrodeza dan Mapelli ^[11], telah dibuktikan

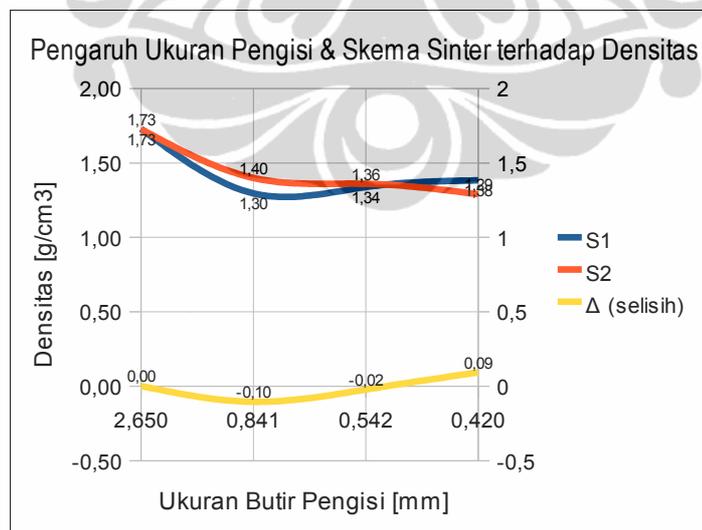
bahwa silica gel tidak bereaksi sedikitpun dengan logam induk pada temperatur sinter hingga 1000°C. Hal ini wajar, mengingat temperatur lebur silica gel (tabel 4.2) yang memang masih jauh di atas suhu sinter. Oleh karena itu penulis menduga bahwa penyebab hancurnya sampel-sampel ini adalah akibat kurang kuatnya ikatan antar paduan serbuk logam yang mengisi ruang kosong antar bulir silica gel, yang dipengaruhi beberapa faktor fabrikasi.

Faktor lama waktu kompaksi dan lama waktu sinter telah diprediksi mampu meningkatkan kekuatan [46]. Sebagaimana telah dibuktikan oleh penelitian [44] mampu menghasilkan sampel yang lebih utuh.

4.2 Hasil Perhitungan *Apparent Density* dan *Foam Density*

Perhitungan densitas teoritis (di lampiran 2, tabel L.8) adalah *apparent density* atau densitas logam solid atau nyata.

Sedangkan densitas logam busa (*foam density*), yang dihitung dengan prinsip hukum Archimedes tentang gaya apung, adalah densitas logam busa. Densitas logam busa suatu varian ditentukan dengan menghitung nilai rata-ratanya. Hasilnya bisa dilihat di gambar 4.5 untuk kedua skema sinter.



Gambar 4.5 Pengaruh ukuran pengisi terhadap Densitas logam busa.

Pada skema sinter S1; pengisi berukuran 2,650 mm menghasilkan densitas logam busa 1,73 g/cm³, pengisi berukuran 0,841 mm menghasilkan densitas logam busa 1,30 g/cm³, pengisi berukuran 0,542 mm menghasilkan densitas logam busa 1,34

g/cm^3 , pengisi berukuran 0,420 mm menghasilkan densitas logam busa 1,38 g/cm^3 .

Pada skema sinter S2; pengisi berukuran 2,650 mm menghasilkan densitas logam busa 1,73 g/cm^3 , pengisi berukuran 0,841 mm menghasilkan densitas logam busa 1,40 g/cm^3 , pengisi berukuran 0,542 mm menghasilkan densitas logam busa 1,36 g/cm^3 , pengisi berukuran 0,420 mm menghasilkan densitas logam busa 1,29 g/cm^3 .

Melihat nilai densitas yang dihasilkan dari penelitian-penelitian tentang logam busa yang telah dilakukan, ternyata kebanyakan menggunakan *foam density*, walaupun sering disebut sebagai *density* saja.

Pada perhitungan dengan fraksi volume, berat masing-masing zat penyusun bakalan dikonversi menjadi volume dengan cara membaginya dengan densitas atau berat jenis masing-masing zat. Dengan menggunakan rumus 3.6 dan 3.7 ternyata *apparent density* untuk sampel dengan pengisi potassium dan silica-gel masing-masing berbeda, yaitu 3,17 g/cm^3 dan 4,86 g/cm^3 . (lihat tabel L.10 dan L.11 di lampiran 2).

4.3 Hasil Perhitungan Densitas Relatif

Densitas relatif adalah perbandingan *foam density* terhadap *solid* atau *apparent density*, dengan kriteria Girlich^[22] (persamaan 2.1). Contoh perhitungan densitas relatif logam busa dengan fraksi massa dan fraksi volume adalah;

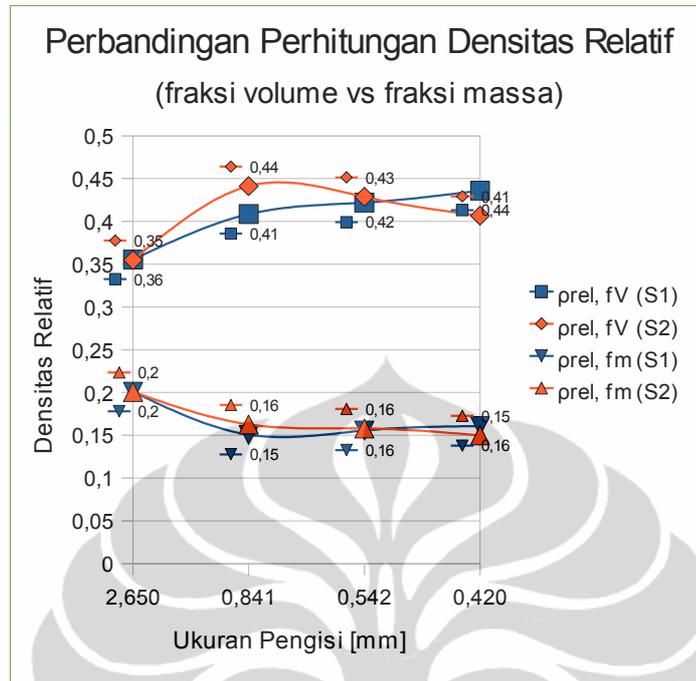
$$\text{(a) pengisi silica-gel } \rho_{rel} = \frac{\rho_{foam}}{\rho_{solid}} = \frac{1,73}{4,86} = 0,36 \quad \text{(fraksi volume)}$$

$$\text{(b) pengisi silica-gel } \rho_{rel} = \frac{1,73}{8,6} = 0,20 \quad \text{(fraksi massa)}$$

Perhitungan densitas relatif dengan fraksi massa terlihat lebih mendekati kriteria logam busa, yaitu sebesar 10%.

Hasil lengkap perbandingan densitas relatif, dihitung masing-masing dengan fraksi volume dan fraksi massa, dipresentasikan pada gambar 4.6.

Dari perhitungan densitas, ternyata densitas kuning busa sekitar 1/5 dari wujud konvensional (padat). Porositas bahkan mencapai rerata ~80%, suatu angka yang sangat baik untuk penghematan material.



Gambar 4.6 Perbandingan Densitas Relatif Fraksi Berat dan Fraksi Volume.

4.4 Hasil Perhitungan Porositas

Porositas dihitung dengan rumus 2.2 atau 3.4. Hasil ditampilkan di tabel L.9 (lampiran 2). Contoh perhitungan porositas ;

$$(a) \text{ pengisi silica-gel } \epsilon = 1 - \frac{\rho_{foam}}{\rho_{solid}} = 1 - \frac{1,73}{4,86} = 0,64 \quad (\text{fraksi volume})$$

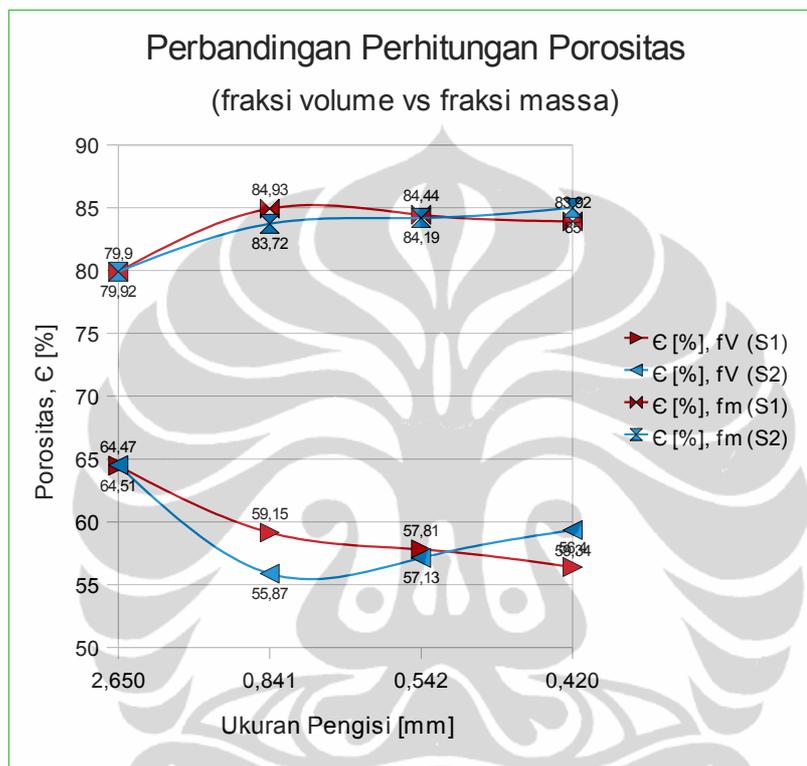
$$(b) \text{ pengisi silica-gel } \epsilon = 1 - \frac{1,73}{8,6} = 0,80 \quad (\text{fraksi massa}).$$

Ternyata fenomena densitas terhadap ukuran pengisi dan skema sinter, otomatis berpengaruh pada porositas.

Dengan mengolah kembali tabel L.9 (lampiran 2) maka dihasilkan tabel L.12 (lampiran 2) untuk perhitungan porositas dengan fraksi volume. Sehingga grafik perbandingan porositas hasil perhitungan fraksi massa dan fraksi volume dipresentasikan menjadi gambar 4.7.

Dengan fraksi massa, porositas yang dihasilkan oleh pengisi berukuran 2,65 mm adalah 79,9% dengan skema sinter S1 dan 79,92% dengan skema sinter S2. Sedangkan porositas yang dihasilkan oleh pengisi berukuran 0,841 mm adalah 84,93% dengan skema sinter S1 dan 83,72% dengan skema sinter S2. Porositas

yang dihasilkan oleh pengisi berukuran 0,542 mm adalah 84,44% dengan skema sinter S1 dan 84,19% dengan skema sinter S2. Terakhir, porositas yang dihasilkan oleh pengisi berukuran 0,420 mm adalah 83,92% dengan skema sinter S1 dan 85% dengan skema sinter S2.



Gambar 4.7 Perbandingan Porositas Fraksi Berat dan Fraksi Volume.

Dengan fraksi volume, porositas yang dihasilkan oleh pengisi berukuran 2,65 mm adalah 64,47% dengan skema sinter S1 dan 64,51% dengan skema sinter S2. Sedangkan porositas yang dihasilkan oleh pengisi berukuran 0,841 mm adalah 59,15% dengan skema sinter S1 dan 55,87% dengan skema sinter S2. Porositas yang dihasilkan oleh pengisi berukuran 0,542 mm adalah 57,81% dengan skema sinter S1 dan 57,13% dengan skema sinter S2. Terakhir, porositas yang dihasilkan oleh pengisi berukuran 0,420 mm adalah 56,4% dengan skema sinter S1 dan 59,34% dengan skema sinter S2.

Perbandingan perhitungan porositas juga menunjukkan bahwa dengan fraksi massa, nilai porositas yang didapat lebih mendekati hasil penelitian porositas logam busa umumnya. Oleh karena itu nilai densitas dan porositas yang dipakai adalah hasil perhitungan fraksi massa.

5. Morfologi Logam Busa

5.1 Hasil Pengamatan Struktur Makro

Uji struktur makro bertujuan mengetahui struktur sel, ukuran sel atau pori yang terbentuk oleh variasi pengaturan ukuran *filler*. Perbesaran oleh mikroskop yang dipakai di sini, maksimal 32x, sesuai alat yang tersedia.

Dengan mengolah data pengukuran sel (tabel L.6) serta foto makro (gambar L.3) yang dilakukan di mikroskop dengan perbesaran 7x untuk sel bentukan pengisi silica gel, dan 32x untuk sel bentukan pengisi potasium karbonat. Didapat hasil sebagai berikut ;

Ukuran Sel ; Untuk butiran silica gel 2,650 mm, menghasilkan sel berukuran rerata masing-masing 2,265 mm dan 2,432 mm untuk skedul sinter S1 dan S2.

Butiran potasium 0,841 mm mengkonstruksi sel dengan diameter rata-rata 0,624 mm pada skedul sinter S1. Sedangkan pada skedul sinter S2 mengkonstruksi sel berdiameter rerata 0,567 mm.

Untuk butiran potasium 0,542 mm, mengkonstruksi sel berdiameter 0,462 mm pada skedul sinter S1. Sedangkan pada skedul sinter S2 mengkonstruksi sel berdiameter 0,409 mm.

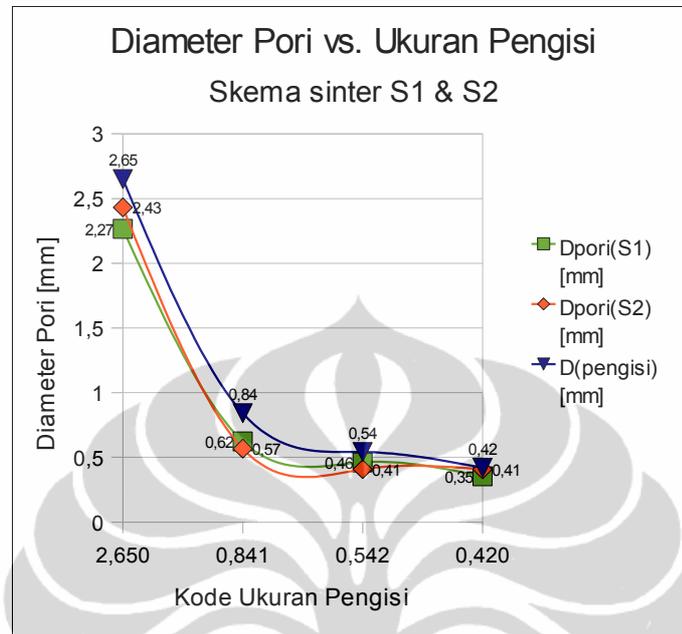
Terakhir, untuk butiran potasium 0,420 mm, mengkonstruksi sel dengan ukuran rerata 0,354 mm pada skedul sinter S1. Sedangkan pada skedul sinter S2 mengkonstruksi sel dengan ukuran rerata 0,407 mm.

Melihat kecenderungan bentuk grafik 4.8 ternyata agak sulit memprediksi ukuran sel yang akan dihasilkan dari ukuran butir tertentu dengan 2 variasi skema sinter ini.

Penyusutan Ukuran Sel. Pada skema sinter S1, ukuran pengisi 2,65 mm menghasilkan sel dengan penyusutan 14,52%, pengisi berukuran 0,841 mm menghasilkan sel dengan penyusutan 25,81%, pengisi berukuran 0,542 mm menghasilkan sel dengan penyusutan 14,85%. Dan pengisi berukuran 0,420 mm menghasilkan sel dengan penyusutan 15,74%.

Sedangkan skema sinter S2, menghasilkan penyusutan berturut-turut 8,24%; 32,58%; 24,63% dan 3,02%. Masing-masing hasil dari ukuran pengisi berturut-

turut 2,650 mm, 0,841 mm, 0,542 mm dan 0,420 mm.

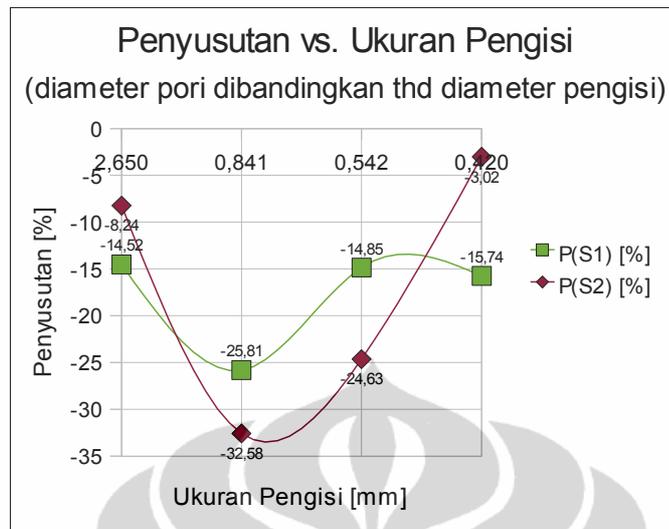


Gambar 4.8 Pengaruh Ukuran Pengisi terhadap Ukuran Sel.

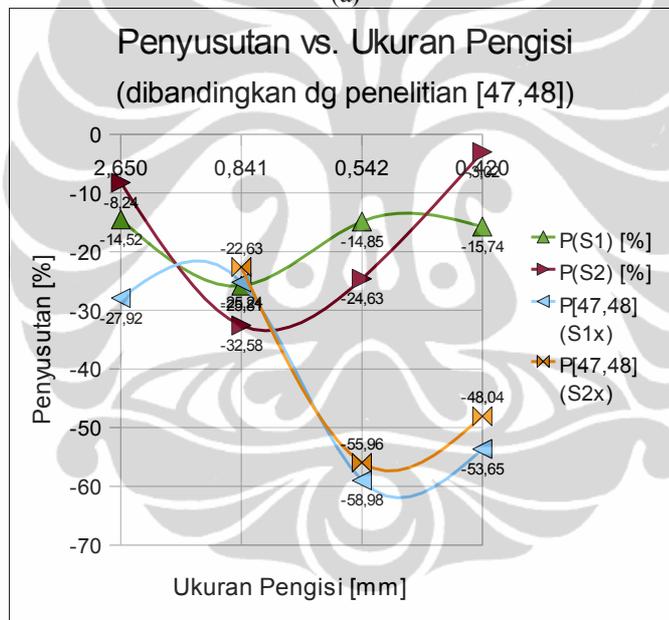
Menurut German ^[46], jenis gas yang digunakan sebagai atmosfer sinter serta lama waktu sinter berpengaruh terhadap penyusutan. Skema sinter S2 yang 850°C selama 60 menit menghasilkan penyusutan lebih besar dari S1, namun tidak berlaku untuk ukuran butir terbesar dan terkecil.

Sebagai pembanding untuk ukuran butir pengisi 2,65 mm, pada penelitian [44] dihasilkan penyusutan 27,92% dari temperatur sinter 850°C dengan waktu tahan 2 jam, namun menggunakan bahan serbuk Cu murni. Hasil ini membuktikan bahwa semakin lama waktu tahan penyusutan semakin bertambah.

Sedangkan untuk ukuran pengisi 841, 542, serta 420 μm sebagai pembanding adalah penelitian [43] dengan bahan serbuk Cu murni dan skenario sinter 850°C dan 900°C dengan waktu tahan 120 menit. Penelitian ini memperoleh hasil penyusutan ukuran sel rerata berturut-turut 25,24%, 58,98%, dan 53,65% untuk suhu sinter 850°C. Dan penyusutan 22,63%, 55,96%, dan 48,04% untuk suhu sinter 900°C.



(a)



(b)

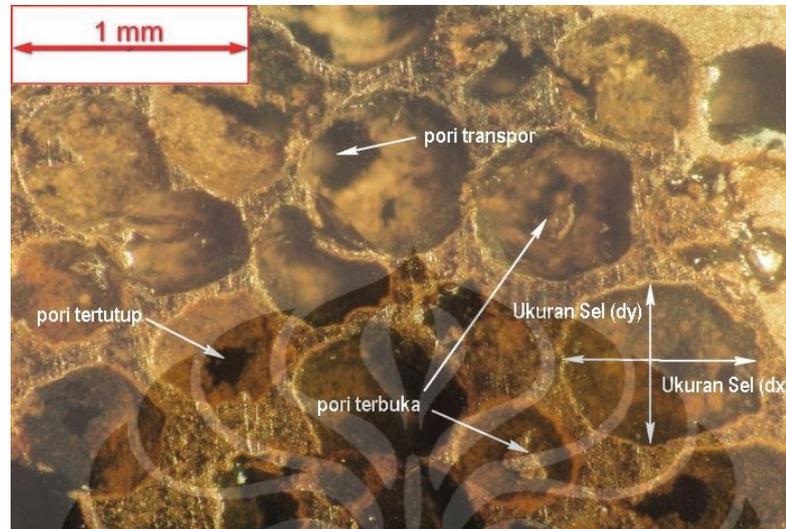
Gambar 4.9 Grafik penyusutan ukuran pengisi.
(a) Hasil penelitian ini. (b) Dibandingkan dengan penelitian lain.

Hasil dua penelitian di atas ^[43,44] berbeda dengan hasil penelitian ini, bahkan bertolak belakang dengan hasil penelitian [43] (gambar 4.9(b)), namun tidak bertentangan dengan referensi [46].

Jenis Sel. Sebagian sampel memiliki permukaan yang tampak rapat, sehingga dapat dikatakan memiliki jenis sel tertutup. Sedangkan sebagian besar sampel memiliki jenis sel terbuka.

Jenis Pori. Berdasarkan kriteria dari referensi [17,49], semua jenis pori; pori

transpor, pori tertutup, dan pori terbuka terdapat hampir di semua sampel (gambar 4.10).



Gambar 4.10 Contoh hasil foto makro dengan perbesaran 32x pada sampel S1203.

5.2 Hasil Uji Struktur Mikro

Pengamatan dengan Mikroskop Optik (MO) pada perbesaran 100x kurang jelas untuk menampakkan *grain size* serta batas butir.



Gambar 4.11 Foto mikroskop perbesaran 500x pada sampel S1403_1 (hasil skema sinter S1): Fasa Cu berwarna lebih gelap kemerahan, fasa Zn berwarna lebih terang. Ukuran masing-masing fasa tampak lebih besar dibanding gambar 4.12.

Pada perbesaran 500x tampak cukup jelas fasa Cu dan Zn (gambar 4.11). Partikel awal Cu berbentuk *dendritic* menghasilkan fasa yang cenderung lebih panjang, dan tampak lebih gelap dari fasa Zn. Sedangkan partikel awal Zn yang *flake and rounded* membentuk fasa yang tampak lebih terang dan berkelompok.



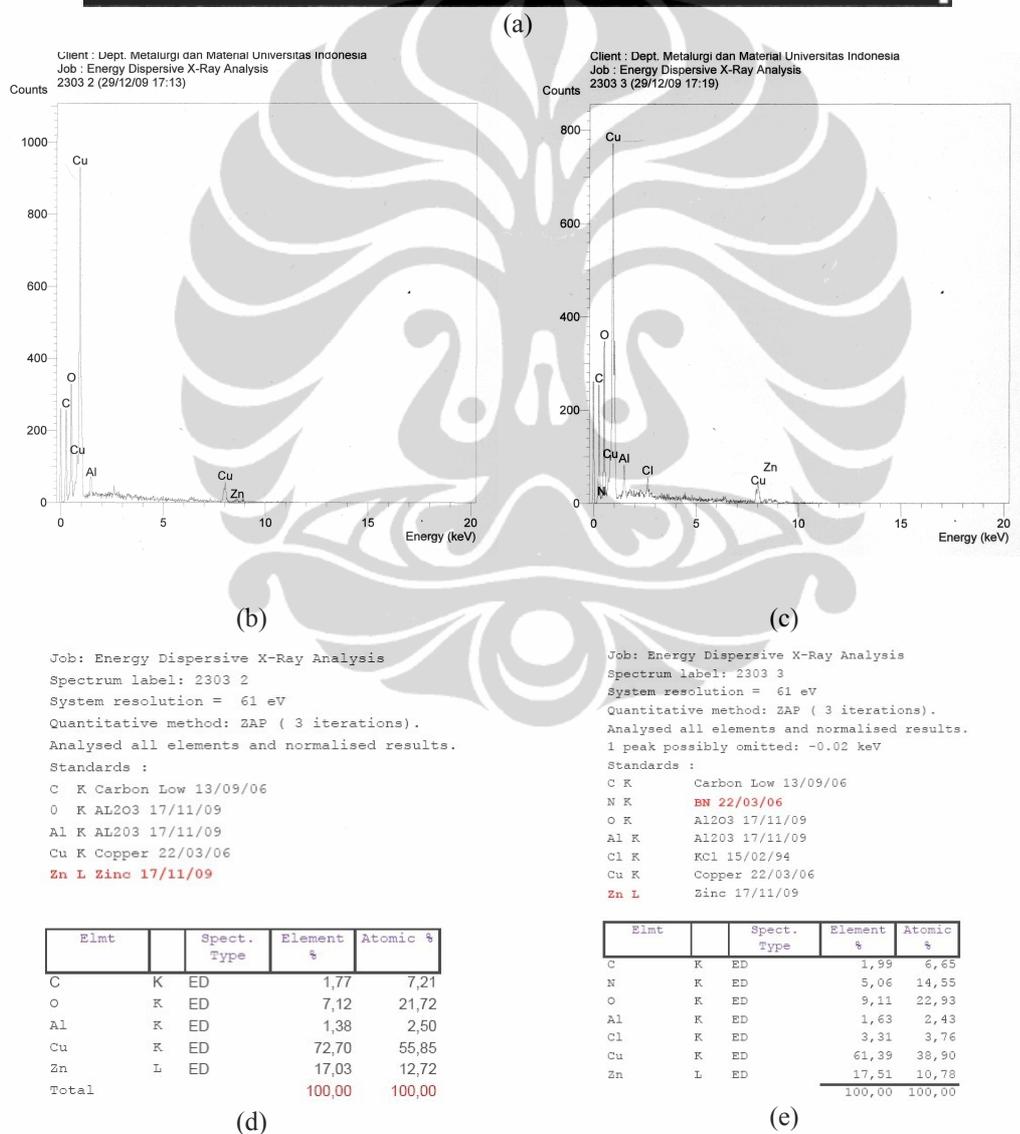
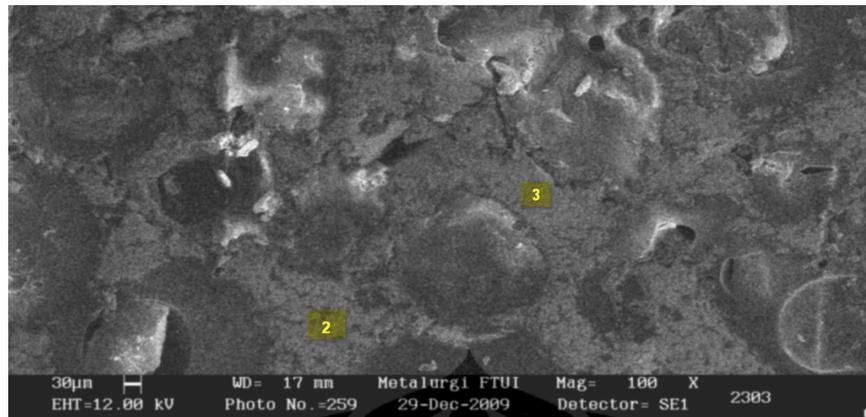
Gambar 4.12 Foto perbesaran 500x pada sampel S2402_1 (hasil skema sinter S2): Fasa Cu dan Zn tampak lebih berbaur di sini dan berukuran lebih kecil.

Hasil pengamatan struktur mikro dari skema sinter S2 (gambar 4.12) juga menunjukkan terbentuknya fasa paduan Cu-Zn.

Dari hasil penampakan 2 sampel ini, dapat disimpulkan bahwa kedua skema sinter sudah cukup baik untuk menghasilkan paduan. Namun skema sinter S2 fasa paduan sedikit lebih merata ditinjau dari sebaran dan ukuran setiap fasa Cu dan Zn.

6. Hasil Uji Komposisi Kimia (EDX)

Pengujian EDX bertujuan mengamati unsur-unsur yang terdapat pada suatu area amatan. Pada daerah amatan 2 dan 3 (lihat gambar 4.13) dari contoh sampel S2303, unsur Zn yang seharusnya ada di semua sampel, ternyata hanya terdeteksi bila detektor Zn diinstal ke program EDX. Pada 2 uji yang sudah menggunakan detektor Zn, Zn terbentuk di kulit L. Hal ini menunjukkan bahwa Zn berdifusi ke dalam Cu.



Gambar 4.13 Contoh hasil EDX di 2 titik pengamatan. (a) Titik tinjauan. (b) dan (c) Grafik unsur titik tinjauan. (d) dan (e) Tabel komposisi.

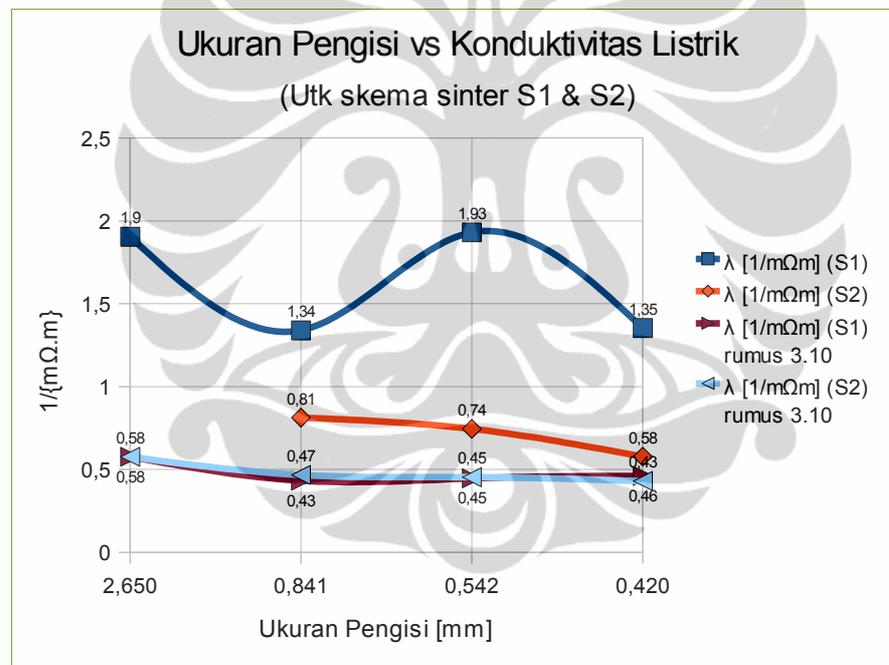
Hasil uji EDX juga mendeteksi unsur Al dan O. Hal ini agak mengherankan mengingat Al tidak terdapat pada bahan baku logam busa ini. Unsur Al

kemungkinan berasal dari Al_2O_3 , padahal alumina tersebut hanya digunakan untuk pemolesan sampel yang dimounting.

Unsur dari bahan pengisi K_2CO_3 yang semula diprediksi akan hadir di paduan akibat titik leburnya terlampaui oleh skema sinter, ternyata tidak hadir di pengujian ini, terutama unsur Kalium (K).

7. Hasil Uji Konduktivitas Listrik

Pengukuran tahanan listrik menggunakan mili-Ohm-meter, selanjutnya diolah dengan rumus 3.9 menghasilkan grafik gambar 4.14. Hasil pengujian dibandingkan dengan hasil perhitungan sesuai rumus 3.10 dari referensi [38].



Gambar 4.14 Hasil pengujian konduktivitas listrik.

Konduktivitas listrik hasil percobaan jauh lebih besar dari hasil perhitungan rumus 3.10. Namun bila dibandingkan perolehan konduktivitas listrik dari tabel 2.1 untuk C23000 berwujud solid, nilai hasil percobaan ini jauh lebih kecil. Oleh karena itu perlu telaah lebih lanjut sebagaimana penelitian [50,51].