



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**PENGARUH UNSUR Pb TERHADAP KAPASITAS PANAS  
DAN UKURAN KRISTALIT PADA PADUAN SOLDER Sn-Pb**

**TESIS**

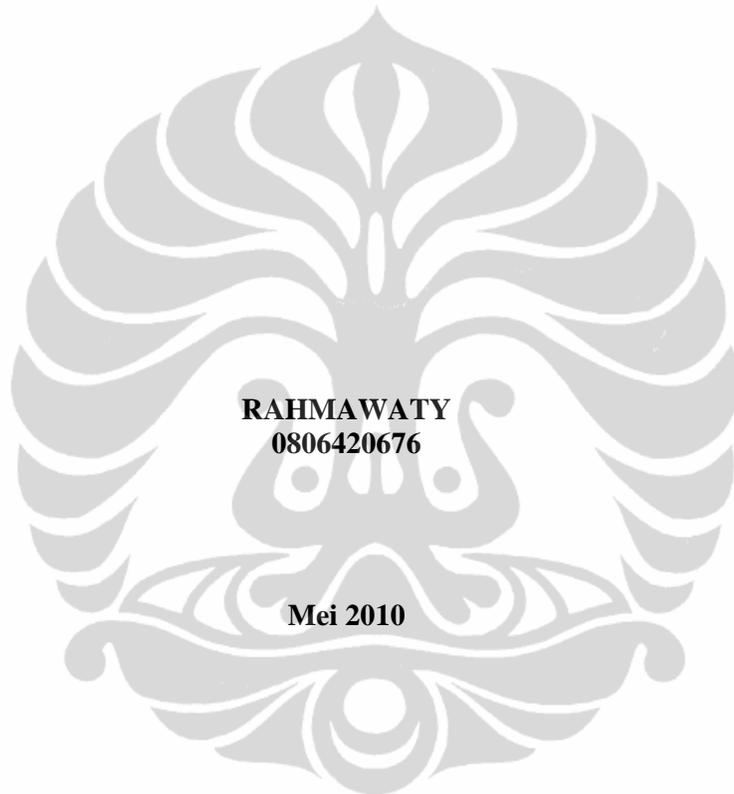
Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Magister Sains

**RAHMAWATY  
0806420676**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM STUDI ILMU MATERIAL  
SALEMBA  
2010**

## **HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS**

Tesis ini adalah hasil karya saya sendiri,  
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk  
telah saya nyatakan dengan benar.



**RAHMAWATY**  
**0806420676**

**Mei 2010**

## HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh

Nama : Rahmawaty  
NPM : 0806420676  
Program Studi : Ilmu Material  
Judul : Pengaruh Unsur Pb Terhadap Kapasitas Panas dan Ukuran Kristalit Pada Paduan Solder Sn-Pb

**Telah dipertahankan dihadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Magister Sains pada Program Studi Ilmu Material Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia**

### DEWAN PENGUJI

Ketua Program Studi : Dr. Bambang Soegijono ( )  
Pembimbing : Dr. Bambang Soegijono ( )  
Penguji I : Dr. Azwar Manaf M.Met ( )  
Penguji II : Dr. Budhy Kurniawan ( )  
Penguji III : Dr. Muhammad Hikam M.Sc ( )

Ditetapkan di : Jakarta

Tanggal : Mei 2010

## KATA PENGANTAR

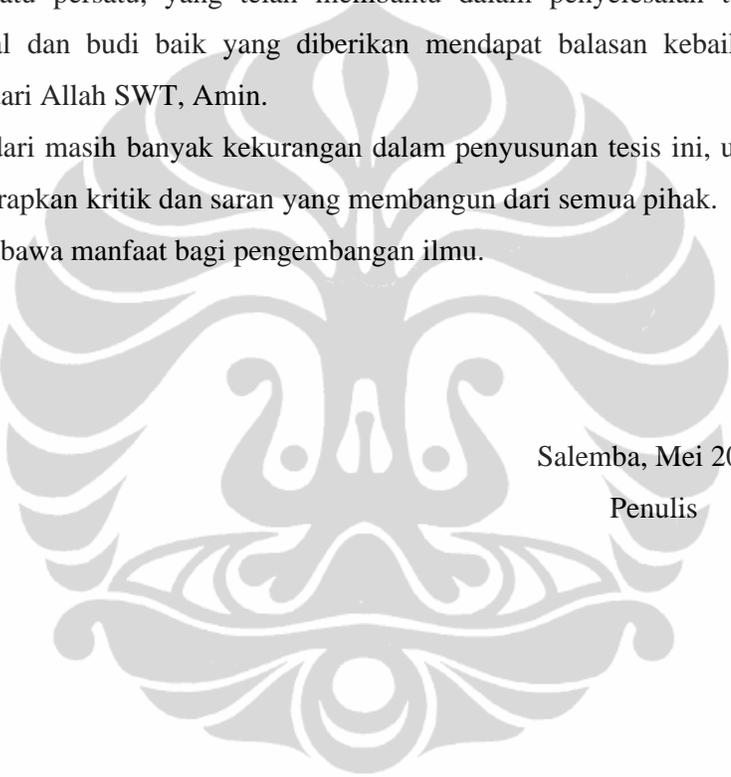
Puji syukur saya panjatkan kepada Allah SWT, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan tesis ini. Penulisan tesis ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Magister Sains Program Studi Ilmu Material pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia. Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan tesis ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan tesis ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Dr. Bambang Soegijono, selaku pembimbing dan selaku Ketua Program Studi Ilmu Material dengan penuh kesabaran memberikan inspirasi, motivasi, bimbingan dan semangat serta mengizinkan penggunaan fasilitas untuk menyelesaikan tesis ini.
2. Bapak Dr. Azwar Manaf yang memberikan inspirasi, bimbingan dan sebagai penguji sidang.
3. Bapak Dr. Muhammad Hikam M.Sc sebagai penguji sidang yang sudah memberikan masukan yang membangun.
4. Bapak Dr. Budhy Kurniawan sebagai penguji sidang yang sudah memberikan masukan yang membangun.
5. Bu Siti dan Staf Tata Usaha Program Studi Ilmu Material yang luar biasa membantu dalam segala hal administrasi.
6. Mama dan papa, yang selalu berdoa dan memberi motivasi yang tak kenal lelah.
7. Masku, Kurniawan, S,SiT, yang telah sabar menunggu dan terus mendoakan yang terbaik untuk dinda.
8. Saudara-saudaraku, Ahmad Suwarman, Kamalia, Yuli Ramadhani (alm), Kurniaty, keponakanku Muhammd Harits, dan keluarga besar atas doa dan dukungannya.
9. Teman-teman Ilmu Material seangkatan yang penuh keriang dan canda tawanya yang selalu memberikan warna tersendiri selama perkuliahan.

10. Sahabatku, Hesti Riniy, yang hampir empat tahun ini menjadi tempat yang paling nyaman untuk mencurahkan segala sesuatunya, teman-teman seperjuanganku, atas doa dan dukungannya, dan sahabat-sahabat lama ku, Furi Yusmiati, Siti Pebrianah, dan Iwak geng ( Lucky Yunita Syahma, Siti Mustawa, Kurniaty, Mis Muharti, Magdalena, Atina, Nasihatul Rahmi, Trudyanti Handayani), atas dukungan dan doanya.

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu persatu, yang telah membantu dalam penyelesaian tesis ini. Semoga amal dan budi baik yang diberikan mendapat balasan kebaikan dan keberkahan dari Allah SWT, Amin.

Saya menyadari masih banyak kekurangan dalam penyusunan tesis ini, untuk itu saya mengharap kritik dan saran yang membangun dari semua pihak. Semoga tesis ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.



Salemba, Mei 2010

Penulis

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA  
ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMISI**

---

---

Sebagai civitas akademik Universitas Indonesia, saya bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Rahmawaty  
NPM : 0806420676  
Program Studi : Ilmu Material  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Jenis Karya : Tesis

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul:

“Pengaruh Unsur Pb Terhadap Kapasitas Panas dan Ukuran Kristalit pada Paduan Solder Sn-Pb”

beserta perangkat yang ada (bila diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Jakarta  
Pada tanggal : Mei 2010

Yang menyatakan

( Rahmawaty )

## ABSTRAK

Nama : Rahmawaty  
Program Studi : Ilmu Material  
Judul : Pengaruh Unsur Pb terhadap Kapasitas Panas dan Ukuran Kristalit pada Paduan Solder Sn-Pb

Pb telah sejak lama digunakan sebagai campuran dalam paduan solder. Selain berfungsi untuk menurunkan suhu lebur pada paduan solder, logam Pb juga berperan penting untuk menekan pertumbuhan whisker pada paduan solder.

Pada penelitian ini telah dilakukan penentuan kapasitas panas sebagai fungsi temperatur  $C_p(T)$  dari paduan solder Sn-Pb dengan menggunakan kalorimeter DSC. Dengan penggunaan DSC, data terukur dikonversi langsung untuk menentukan  $C_p(T)$ . Titik lebur semakin menurun seiring dengan banyaknya logam Pb yang ditambahkan dalam paduan solder. Dari sampel yang mempunyai komposisi (wt%) Sn paling banyak, maka nilai  $C_p$  yang didapat secara eksperimen akan semakin kecil bila dibandingkan dengan hasil perhitungan  $C_p$  teoritis. Sampai pada sampel 5, terlihat nilai  $C_p$  lebih besar bila di bandingkan dengan nilai  $C_p$  hasil perhitungan teoritis. Dan pada komposisi 60Sn-40Pb, pada sampel 6, nilai  $C_p$  eksperimen turun kembali. Difraksi sinar-X (XRD) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) digunakan sebagai analisa fasa dan pengamatan pada struktur permukaan tiap variasi paduan solder. Analisa pola difraksi XRD menggunakan aplikasi GSAS. Diperoleh 2 fasa pada paduan solder yaitu, fasa Sn dan fasa Pb. Dari hasil *refine* GSAS, terlihat bahwa terdapat 2 fasa Sn dengan struktur yang berbeda, yaitu kubik dan tetragonal. Sedangkan untuk fasa Pb berstruktur kubik. Pada masing-masing fasa diamati pergeseran sudut difraksi dan perubahan ukuran kristalinitnya. Penambahan logam Pb pada paduan Solder Sn-Pb mengakibatkan sudut difraksi pada 6 variasi komposisi paduan solder Sn-Pb bergeser dan ukuran kristalnya mengalami perubahan. Perubahan ukuran kristalit yang diamati pada pada setiap fasa.

Kata kunci : DSC, kapasitas panas ( $C_p$ ), XRD, ukuran kristalit..

## ABSTRACT

Name : Rahmawaty  
Study Program : Material Science  
Title : Effect of Heat Capacity of Metal Pb and Crystallite Size on  
the Sn-Pb Solder Alloy

Pb metal has long been used as a mixture of solder alloy. Besides working to lower the melting temperature of solder alloys and has an important role to suppress whisker growth in solder alloys.

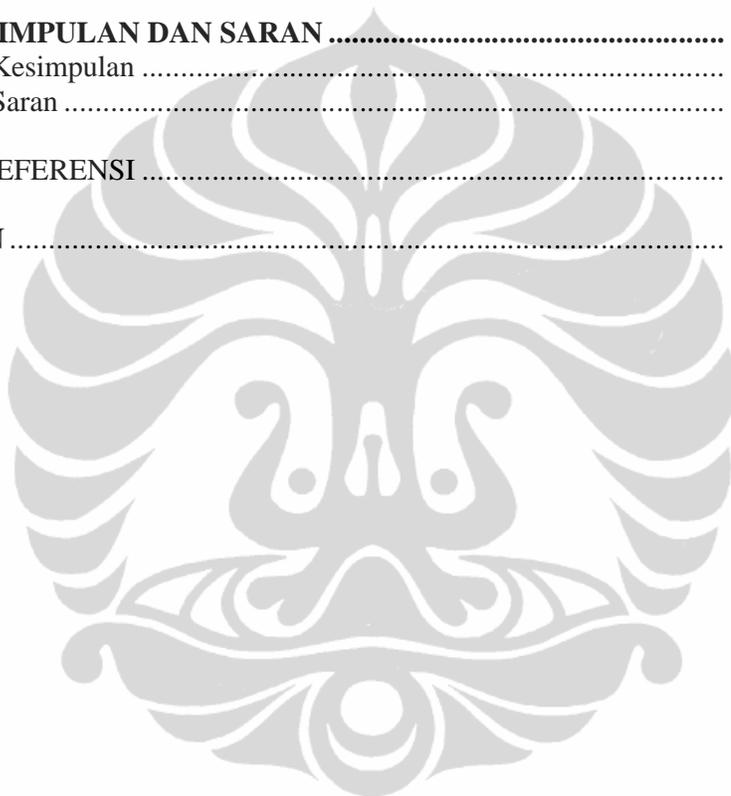
This study has been conducted to determine the heat capacity ( $C_p$ ) as a function of temperature ( $T$ ) of Sn-Pb solder alloy using DSC calorimeter. With the use of DSC, the measured data were converted directly to determine the  $C_p$  ( $T$ ). Melting point decreases as the amount of Pb metal is added in the solder alloy. X-ray diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscope (SEMs) were used as phase analysis and observations on the surface structure of each variation of the solder alloy. Analysis of XRD diffraction patterns using GSAS applications. Retrieved two fasa solder alloy that is, fasa Sn and Pb. In each of fasa has observed of the diffraction angle shift and the change in size cristalit. Addition of Pb in Sn-Pb solder alloys resulted in six variations of the diffraction angle compositions of Sn-Pb solder alloy and the size crystallite shift changes. The crystallite size changes were observed in eight areas showed no trend with increasing amont of Pb in the solder alloy.

Key words : DSC, heat capacity ( $C_p$ ), XRD, crystal size.

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
LEMBAR ORISINALITAS.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR .....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI.....	vi
ABSTRAK .....	vii
DAFTAR ISI .....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	xi
DAFTAR TABEL .....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
<b>I PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
I.1 Latar Belakang .....	1
I.2 Batasan Masalah.....	3
I.3 Tujuan Penelitian.....	3
I.4 Hipotesa .....	3
I.5 Batasan Penelitian .....	3
I.4 Sistematika Penulisan .....	4
<b>II TINJAUAN LITERATUR .....</b>	<b>5</b>
II.1 Paduan Sn-Pb .....	5
II.1.1 Struktur Mikro dan Diagram Fasa Sn-Pb .....	7
II.2 Karakteristik DSC pada Penentuan kapasita Panas (Cp).....	14
II.2.1 Peleburan.....	15
<b>III METODE PENELITIAN.....</b>	<b>19</b>
III.1 Diagram Alir Penelitian .....	19
III.2 Tempat Penelitian .....	20
III.3 Bahan dan Metode .....	20
III.3.1 Peparasi Sampel.....	20
III.4 Karakterisasi Sampel .....	20
III.5 Peralatan Uji Sampel.....	21
III.5.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	21
III.5.2 <i>X-Ray Fluoresence</i> (XRF).....	21
III.5.3 <i>Differential Scanning Calorimetry</i> (DSC).....	21
III.6 Ukuran Kristalit Logam .....	22
III.7 Kapasitas Panas (Cp) .....	23
III.7.1 Petunjuk Pengukuran Kapasitas Panas (Cp).....	25
III.8 <i>Differential Scanning Calorimetry</i> (DSC) .....	26
III.9 Simulasi Penentuan Koefisien a, b, c pada kapasitas Panas .	29
III.10 Validasi Menentukan Kapasitas Panas .....	29

<b>IV</b>	<b>HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>30</b>
	IV.1 Komposisi paduan Solder Sn-Pb.....	30
	IV.2 Fasa dan Ukuran Kristalit .....	31
	IV.2.1 Fasa .....	32
	IV.2.2 Ukuran Kristalit .....	32
	IV.3 Metode SEM untuk Melihat Perubahan Struktur Permukaan Sampel .....	37
	IV.4 Titik Lebur dan Kapasitas Panas (Cp).....	38
	IV.4.1 Titik Lebur.....	38
	IV.4.2 Kapasitas Panas (Cp) .....	40
<b>V</b>	<b>KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>44</b>
	V.1 Kesimpulan .....	44
	V.2 Saran .....	45
	DAFTAR REFERENSI .....	46
	LAMPIRAN .....	47



## DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1	Diagram Fasa Sn-Pb.....	8
Gambar II.2	Diagram Fasa Sn-Pb pada Komposisi 85Sn-15Pb.....	10
Gambar II.3	Mikrograf Optik Strukturmikro Paduan Solder 85Sn-15Pb	12
Gambar II.4	Mikrograf Optik Strukturmikro Paduan Solder 63Sn-37Pb	13
Gambar II.5	Diagram Fasa Sn-Pb pada Komposisi 63Sn-37Pb.....	14
Gambar II.6	Titik Lebur dari Beberapa Komposisi Paduan Solder pada Laju Pemanasan $3^{\circ}\text{min}^{-1}$ .....	16
Gambar II.7	Efek dari Laju Pemanasan pada Tempereatur Awal dan Akhir dari Puncak Peleburan pada Komposisi Paduan Solder Sn-Pb.....	17
Gambar II.8	Temperatur Akhir Peleburan pada Saat Laju Pemanasan = 0 paa Komposisi Paduan Solder yang Berbeda.....	18
Gambar III.1	Eksekusi Analisa kapasitas Panas antara Temparatur vs Waktu.....	25
Gambar III.2	Skema Uji Differential Scanning Calorimetry.....	27
Gambar III.3	Contoh Hasil Uji Differential Scanning Calorimetry.....	29
Gambar III.4	Instrumen Kalibrasi DSC untuk Menentukan Cp.....	28
Gambar IV.1	Kurva Gabungan Hasil Pengukuran XRD untuk Berbagai Komposisi Paduan Solder Sn-Pb.....	33
Gambar IV.2	Pola Difraksi Variasi Paduan Solder Sn-Pb.....	34
Gambar IV.3	Kurva Linearisasi Ukuran Kristalit Paduan Solder Sn-Pb untuk Fasa Sn (Tetragonal).....	36
Gambar IV.4	Kurva Linearisasi Ukuran Kristalit Paduan Solder Sn-Pb untuk Fasa Sn (Kubik).....	36
Gambar IV.5	Kurva Linearisasi Ukuran Kristalit Paduan Solder Sn-Pb untuk Fasa Pb.....	37
Gambar IV.6	Gambar Gabungan Hasil Pengukuran SEM Sampel Variasi Solder Sn-Pb.....	38
Gambar IV.7	Kurva Gabungan Perubahan Titik Lebur Hasil Pengukuran DSC Sampel Variasi Solder Sn-Pb.....	40
Gambar IV.8	Kurva Cp(T) antara Sampel 1 Paduan Solder Sn-Pb Eksperimen dan Teoritis.....	41
Gambar IV.9	Kurva Cp(T) antara Sampel 2 Paduan Solder Sn-Pb Eksperimen dan Teoritis.....	42
Gambar IV.10	Kurva Cp(T) antara Sampel 3 Paduan Solder Sn-Pb Eksperimen dan Teoritis.....	42
Gambar IV.11	Kurva Cp(T) antara Sampel 4 Paduan Solder Sn-Pb Eksperimen dan Teoritis.....	42
Gambar IV.12	Kurva Cp(T) antara Sampel 5 Paduan Solder Sn-Pb Eksperimen dan Teoritis.....	43
Gambar IV.13	Kurva Cp(T) antara Sampel 6 Paduan Solder Sn-Pb Eksperimen dan Teoritis.....	43

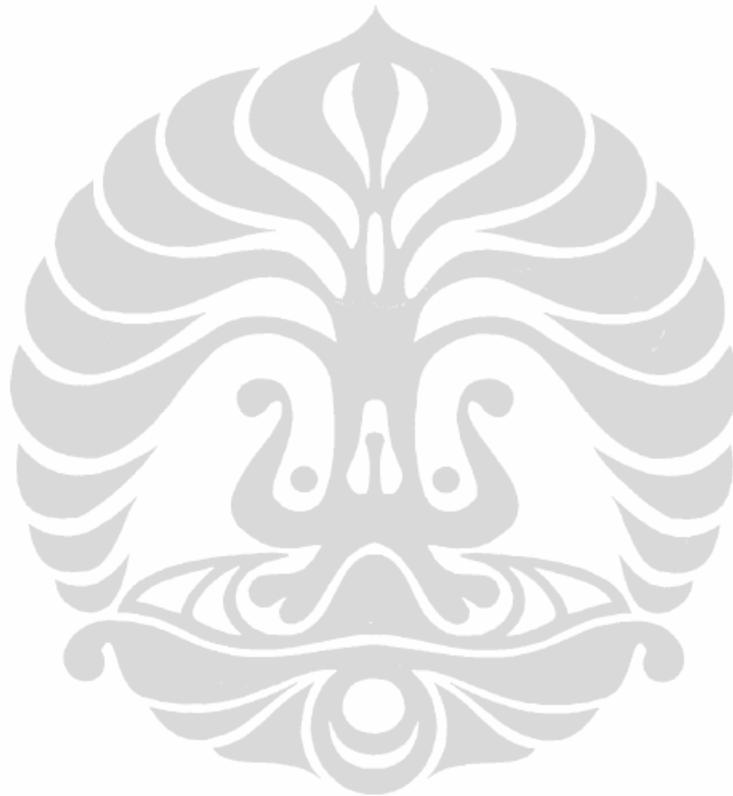
## DAFTAR TABEL

Tabel II.1	Persentase Paduan Solder Sn-Pb dan Temperatus Lelehnya	6
Tabel II.2	Diagram Fasa Sn-Pb.....	9
Tabel IV.1	Hasil Uji XRF Sampel paduan Solder Sn-Pb .....	32
Tabel IV.2	Hasil Pengukuran Ukuran Kristalit untuk 3 Fasa pada Paduan Solder Sn-Pb .....	37
Tabel IV.3	Hasil Pengukuran DSC pada Tiap Variasi Sampel Sn-Pb ..	41



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Hasil Uji XRF untuk Mengetahui Komposisi Sampel paduan Solder Sn-Pb .....	47
Lampiran 2	Keluaran Pencarian Puncak Aplikasi APD .....	53
Lampiran 3	Kurva Perubahan Ukuran Kristalit pada Variasi Sampel Solder Sn-Pb .....	61



# BAB I

## PENDAHULUAN

### I.1 Latar Belakang

Awal mula perpaduan antar timbal (Pb) dan timah (Sn) telah ada sejak ribuan tahun yang lalu. Sayangnya, bukti penggunaan Pb dan Sn sangat kurang dikarenakan 2 alasan. Pertama, elemen ini terdegradasi oleh korosi dalam jangka waktu yang tidak panjang pada saat bereaksi dengan air tanah dan tanah. Kedua, ada ketiadaan catatan tertulis bahwa Pb dan Sn digunakan, karena hal tersebut biasa dilakukan oleh para budak dan masyarakat kelas bawah. Hal ini disebabkan karena masyarakat kelas atas yang mempunyai kemampuan untuk membaca dan menulis tidak berminat dengan hal-hal tersebut (Paul Vianco,2004).

Unsur yang pertama kali digunakan untuk digabungkan dengan Pb adalah tembaga (Cu) pada zaman Mesopotamia sekitar 3000 SM karena persediaannya banyak dan temperatur lelehnya rendah ( $327^{\circ}\text{C}$ ) yang kompatibel dengan kayu bakar. Timah dieksploitasi oleh bangsa Celtic dan Gaul di wilayah bagian Eropa Utara dimana deposit bijih timah banyak tersedia. Tak lama sebelum paduan Sn-Pb digunakan, mereka menggunakan paduan Cu untuk peralatan masak. Pada zaman romawi, yang kerajaannya diperluas ke Eropa Utara, mereka mempelajari Sn dan paduan Sn-Pb kemudian menggunakannya untuk menutup saluran air mereka (Paul Vianco,2004)

Tidak sampai revolusi industri pada abad ke-19, solder lunak (Sn-Pb) telah banyak digunakan dalam pembuatan alat-alat yang dalam penggunaannya berhubungan langsung dengan sinar matahari dan pada pembuatan perhiasan. Setelah itu paduan Sn-Pb digunakan diantaranya pada pipa saluran air, dan saluran gas, konstruksi alat-alat pemanas dan konstruksi metal (Paul Vianco,2004).

Material solder Sn-Pb telah banyak digunakan secara luas dalam industri elektronik sejak lama. Material solder Sn – Pb mempunyai keunggulan antara lain

**Universitas Indonesia**

harga yang murah, sifat-sifat soldering yang baik, melting temperatur yang sesuai, berpadu dengan sifat fisik, mekanik dan resistensi terhadap *fatigue* yang baik. Komposisi material solder di pasaran yang mengandung Pb adalah 63 Sn – 37 Pb dalam satuan persen berat (wt%). Komposisi persen berat Pb 37% dipilih karena pada komposisi itu menurut diagram fasa, Sn – Pb berada pada titik eutektik (Paul Vianco,2004).

Paduan solder Sn-Pb digunakan untuk menyolder alat-alat elektronik. Meningkatnya kekhawatiran terhadap dampak dari penggunaan Pb dari sisi kesehatan mendorong industri elektronik untuk mencari alternatif lain atau paling tidak mengurangi penggunaan Pb pada perakitan komponen elektronik. Produk elektronik tanpa penggunaan timbal di dalamnya dianggap sebagai produk hijau dan juga merupakan tren pasar untuk saat ini.

Sifat Pb yang toksik menjadi alasan yang kuat bagi Negara Uni Eropa untuk menerbitkan peraturan *Waste Electrical and Electronic Equipment (WEEE)* yang melarang penggunaan bahan solder Sn-Pb mulai tahun 2006. Akibatnya, material solder yang mengandung Pb dilarang digunakan pada pipa air, kaleng untuk makanan dan minuman, industri automobil. Industri elektronik pun berusaha mencari material solder bebas Pb sebagai pengganti material solder Sn-Pb yang selama ini digunakan. Karena sampah elektronik berpotensi besar dalam pencemaran tanah (Carol Handwarker, Ursula Kattner, Kill-Won Moon, 2007).

Sifat Pb yang baik berdampingan dengan Sn pada paduan solder, tentunya tidak mudah bisa digantikan oleh unsur lain sebagai pengganti Pb. Temperatur leleh yang rendah, yaitu pada 183°C dianggap sebagai suhu yang tepat sebagai solder dan proses pendinginan yang sangat cepat adalah alasannya mengapa Pb menjadi acuan unsur lain yang bisa berdampingan dengan Sn sebagai paduan solder (Carol Handwarker, et all, 2007).

Dalam penelitian ini, paduan solder Sn-Pb dibuat menjadi 6 variasi sampel dalam persen berat yang terdiri dari : 60/40 Sn/Pb, 63/37 Sn/Pb, 70/30 Sn/Pb, 80/20 Sn/Pb, 90/10 Sn/Pb, 95/5 Sn/Pb. Dari tiap variasi sampel yang ada, akan diamati perubahan kurva kapasitas panas yang diukur dengan menggunakan metode DSC, dengan metode XRD dari tiap variasi sampel dapat pula dilihat perubahan ukuran

**Universitas Indonesia**

kristalit, pergeseran sudut difraksi, dan perbedaan struktur permukaan tiap variasi sampel dilihat dengan menggunakan metode SEM.

## **I.2 Perumusan Masalah**

Bagaimanakah pengaruh unsur Pb dalam paduan solder Sn – Pb yang diamati dari perubahan titik lebur pada tiap variasi sampel, ukuran kristalit, dan struktur permukaan sampel.

## **I.3 Tujuan Penelitian**

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah :

1. Mengamati perubahan ukuran kristalit pada paduan Sn-Pb.
2. Mengamati perbedaan struktur permukaan pada tiap sampel uji, dimana masing-masing sampel mempunyai persen berat Pb yang berbeda.
3. Mengamati perubahan titik lebur pada tiap variasi sampel.

## **I.4 Hipotesa**

Penambahan Pb pada Sn akan mempengaruhi titik lebur dan perubahan struktur permukaan sampel. Variasi persen berat Pb yang di tambahkan pada sampel solder mengakibatkan adanya perbedaan pada hasil pengukuran XRD. Penambahan Pb mengakibatkan struktur kristalit mengalami perubahan ditiap sampel uji.

## **I.5 Batasan Penelitian**

Adapun batasan dalam penelitian ini adalah:

1. Hanya membahas tentang perubahan dari tiap variasi sampel paduan solder yang diamati pada perubahan titik lebur, stuktur permukaan sampel dan perubahan stuktur kristal.
2. Paduan Sn-Pb divariasikan menjadi beberapa macam fraksi berat masing-masing adalah 60Sn-40Pb, 63Sn-37Pb, 70Sn-30Pb, 80Sn-20Pb, 90Sn-10Pb, 95Sn-5Pb.

## 1.6 Sistematika Penulisan

Sistematika di dalam penulisan tesis ini adalah

### Bab 1 Pendahuluan

Dalam bab ini disampaikan latar belakang penelitian, perumusan masalah, tujuan penelitian, hipotesa, batasan penelitian, dan sistematika penulisan.

### Bab 2 Tinjauan Literatur

Dalam bab ini disampaikan mengenai sifat dari paduan solder Sn-Pb, metode XRD untuk pengukuran ukuran kristalit, dan pengukuran kapasitas panas dengan metode DSC.

### Bab 3 Metode Penelitian

Dalam bab ini dijelaskan alur penelitian, proses preparasi, karakterisasi sampel dan pengolahan data.

### Bab 4 Hasil dan Pembahasan

Dalam bab ini disampaikan hasil-hasil karakterisasi dan analisisnya serta pembahasannya.

### Bab 5 Kesimpulan dan Saran

Dalam bab ini disampaikan intisari dari seluruh kegiatan penelitian dan merupakan jawaban dari tujuan yang ingin dicapai.

## BAB II

### TINJAUAN LITERATUR

#### II.1. Paduan Sn-Pb

Menuju abad ke-20, di era elektronik dimana solder Sn-Pb yang paling berperan. Solder Sn-Pb pertama kali digunakan pada alat-alat telekomunikasi, hal ini dilakukan untuk mencegah terjadinya pengenduran pada sambungan alat tersebut, sehingga berakibat berkurang statisnya dalam transmisi dan penerimaan sinyal. Dalam prakteknya, paduan solder Sn-Pb yang digunakan adalah yang mempunyai titik leleh rendah dan persen beratnya mendekati eutektik, seperti 37Pb-63Sn (wt%), 50Pb-50Sn (wt%), dan 40Pb-60Pb (wt%). Penggunaan Sn-Pb dalam menyolder masih tetap sebagai metodologi utama dalam peralatan industri elektronik saat ini, seperti pada sistem bahan-bahan yang digunakan dalam perangkat elektronik dan komponennya (Paul Vianco, 2004)

Salah satu sifat dari Sn yang sangat berperan dalam paduan solder adalah karena rentang temperatur lebur yang rendah. Pada tabel II.1 ditampilkan daftar temperatur pada paduan solder Sn-Pb dalam persen berat. Terlihat bahwa setiap paduan solder mempunyai rentang temperatur lebur tertentu. Pada paduan solder 62%Sn / 38%Pb, paduan mencair pada temperatur tunggal. Hal ini diilustrasikan pada gambar II.1, yang lebih dikenal dengan diagram fasa, dimana cairan, plastik, dan daerah padat paduan solder Sn-Pb ditampilkan bersama pada kondisi eutektik. Komposisi paduan solder 62Sn-38Pb dikenal sebagai komposisi eutektik. Semua proses perakitan elektronik dengan beberapa pengecualian, menggunakan solder yang bertemperatur lebur eutektik. Hal terpenting penulis mengacu pada komposisi 63Sn-37Pb, tetapi studi terbaru yang ditulis oleh [Leonida], [Klein Wasink] telah mencatat komposisi eutektik dari 61,9 wt%Sn-38,1 wt%, tetapi untuk tujuan praktis, kebanyakan dalam sektor industri komposisi yang dipakai adalah 63wt%Sn-37wt%Pb (Mike Judd, et all, 1999)

Tabel II.1 Persentase Paduan Solder Sn-Pb dan Temperatur Lelehnya

<i>Alloy as percentages of tin and lead</i>	<i>Melting temperature (°C)</i>
100 lead	327
5 tin/95 lead	300
10 tin/90 lead	267
30 tin/70 lead	281
40 tin/60 lead	182 to 235
50 tin/50 lead	183 to 212
60 tin/40 lead	183 to 189
62 tin/38 lead	183
70 tin/30 lead	183 to 191
90 tin/10 lead	183 to 213
100 tin	232

Sumber : ASM Handbook Vol. 3

Timah adalah logam yang mahal dan penggunaan jumlah yang digunakan dalam solder membuat solder lebih murah hingga komposisi paduan solder dibuat 60wt%Sn-40wt%Pb digunakan dalam perakitan alat-alat elektronik. Hal ini mengakibatkan adanya rentang temperatur lebur pada paduan solder sekitar 6°C dari komposisi eutektik. Tetapi hal ini tidak akan mempengaruhi proses penyolderan secara signifikan. Walau bagaimanapun paduan eutektik yang sering digunakan dalam proses industri, karena hal tersebut akan menekan faktor kerusakan pada komponen elektronik (Jr W.D. Callister, 2003-2004)

Di pasaran dapat dijumpai solder dalam berbagai bentuk, antara lain :

1. Kawat : solder kawat tersedia dalam berbagai kombinasi dari logam dan dalam berbagai diameter mulai dari 0,2 sampai 1,5 mm. Solder kawat biasa digunakan dalam pematrian tangan.
2. Solder Bar : solder bar dalam bentuk batang ukuran 0,5-1 kg. Solder bar digunakan dalam pematrian gelombang.

3. Solder Preforms : seperti namanya, solder ini dalam bentuk dan ukuran yang bergantung kebutuhan pematerian (bundar, segitiga, persegi, dll)
4. Solder Paste : berbentuk pasta, digunakan dalam *reflow soldering* dan *hot air soldering*.
5. Solder Balls : solder dalam bentuk bola-bola kecil, biasanya dalam ukuran 18-30 MIL. Solder bola digunakan dalam BGA dari *Ball Grid Array* penyolderan.

### II.1.1. Struktur mikro dan Diagram Fasa Sn-Pb

Timah putih (atau  $\beta$ ), memiliki struktur kristal *body-centered tetragonal*, pada suhu kamar yaitu  $13,2^{\circ}\text{C}$  ( $55,8^{\circ}\text{F}$ ), mengalami perubahan dimana perubahan terjadi sangat lambat, namun pada suhu yang lebih rendah dari  $13,2^{\circ}\text{C}$  laju perubahan semakin cepat. Timah putih mengalami perubahan menjadi keabuan, volumenya naik (27 persen) dan itu menyebabkan terjadinya perubahan densitas (dari  $7,30 \text{ g/cm}^3 = 5,77 \text{ g/cm}^3$ ). Akibatnya, hasil dari ekspansi volume pada disintegrasi dari logam putih menjadi bubuk kasar berupa abu-abu allotrop. Untuk temperatur normal, tidak perlu khawatir tentang proses disintegrasi, karena sifat transformasi sangat lemah (Paul Vianco, 2004).

Pentingnya memahami sifat fisik material pada paduan Sn-Pb yang erat kaitannya dengan sifat strukturmikronya. Artinya, strukturmikro pada paduan Sn-Pb sangat menentukan sifat mekaniknya. Hubungan ini sangat penting karena :

1. Struktur mikro materi-materi ini sensitif terhadap laju pendinginan yang digunakan dalam proses perakitan.
2. Titik lebur benar-benar titik bukan suatu rentang.

Struktur dari solder Sn-Pb dapat digambarkan oleh diagram fasa sistem biner. Diagram fasa 2D memprediksi fasa sebagai fungsi temperatur dan komposisi material. Yang penting adalah diagram fasa menampilkan material pada kedudukan setimbangnya. Dimana kesetimbangan dapat dicapai ketika material

telah didinginkan, sehingga struktur material tidak lagi mengalami perubahan pada temperatur tertentu (Paul Vianco, 2004).

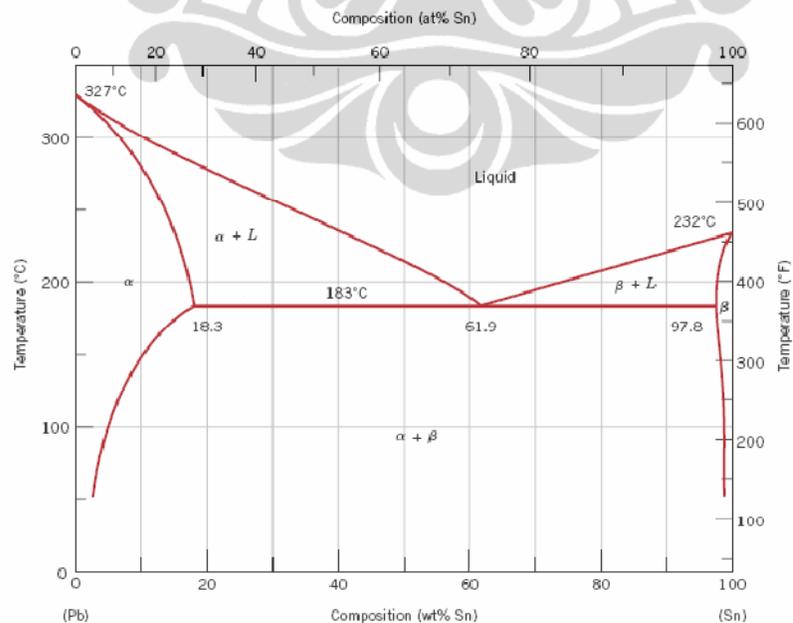
Sayangnya, kedudukan kesetimbangan struktur sering tidak terwujud pada solder Sn-Pb karena dalam proses manufaktur dan aplikasi yang memanfaatkan material ini. Pertama, hasil dari proses manufaktur dalam laju pendinginan berlangsung cepat, oleh karena itu struktur mikronya jauh dari kesetimbangan. Kedua, pada aplikasinya, temperatur lebur pada paduan Sn-Pb dekat dengan temperatur kamar (25°C), akibatnya adanya energi termal yang cukup untuk mendukung terjadinya proses difusi yang akan mengubah struktur mikro dari solder (Paul Vianco, 2004).

- **Diagram Fasa Sistem Biner pada Paduan Sn-Pb**

Pada gambar II.1, menunjukkan diagram fasa sistem biner dari paduan solder Sn-Pb. Terbelah berdasarkan atas jumlah persen berat Pb dan Sn. Perhitungan persen atom Sn dapat ditunjukkan dalam persamaan di bawah ini. Persen atom Pb = (100% - Sn%)

$$\text{Persen atom Sn} = [A / (57,3 + 0,427 A)] \times 100\%$$

Dimana A merupakan persen berat Sn. Pada gambar II.1 komposisi paduan logam dimulai dari 100% Pb dan menuju ke 100% Sn, dimana sumbu x sebagai fungsi temperatur(°C) (Paul Vianco, 2004).



**Gambar II.1 Diagram fasa Sn-Pb (Jr.W.D. Callister, 2003-2004)**

Universitas Indonesia

Sumber : Jr. W.D Callister, 2003-2004

**Tabel II.2 Diagram Fasa SnPb**

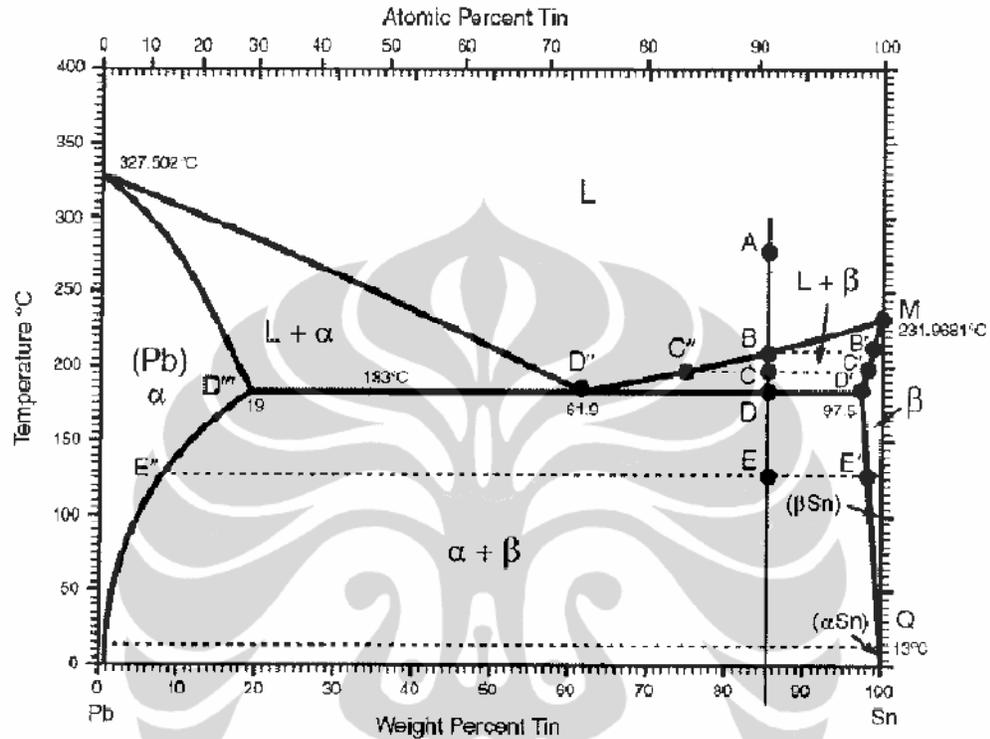
Phase	Composition, wt% Sn	Pearson symbol	Space group
(Pb)	0 to 18.3	<i>cF4</i>	<i>Fm<math>\bar{3}m</math></i>
( $\beta$ Sn)	97.8 to 100	<i>tI4</i>	<i>I4<math>_1</math>/amd</i>
( $\alpha$ Sn)	100	<i>cF8</i>	<i>Fd<math>\bar{3}m</math></i>
<b>High-pressure phases</b>			
$\epsilon$ (a)	52 to 74	<i>hP1</i>	<i>P6<math>_3</math>/mmm</i>
$\epsilon'$ (b)	52	<i>hP2</i>	<i>P6<math>_3</math>/mmc</i>
(a) From phase diagram calculated at 2500 MPa. (b) This phase was claimed for alloys at 350°C and 5500 MPa.			

Sumber : I. Karakaya dan W.T Thompson, 1988

### 1. 85Sn-15Pb

Pada diagram fasa di atas, sebuah garis ditarik mewakili komposisi hipereutektik, 85Sn-15Pb. Sebuah paduan solder hipereutektik memiliki konsentrasi Sn yang lebih banyak dari komposisi eutektik, 61,8 wt%. Fasa dimana dalam kondisi setimbang digambarkan sebagai fungsi dari penurunan suhu dimulai dalam fasa cair (L) pada titik A, pada suhu 275°C. Solder akan tetap bersifat cair hingga titik B. Pada titik B, paduan solder mulai memasuki tahap 2 fasa (L+ $\beta$ ) dimana L adalah fasa cair yang tersisa dan  $\beta$  fasa yang baru terbentuk, yaitu fasa padat yang kaya Sn yang disebut fasa padat proeutektik. Suhu pada titik B disebut sebagai suhu *likuidus*, yaitu pada suhu 210°C. Komposisi fasa padat proeutektik di

tunjukkan oleh titik B', yaitu pada paduan solder 98,5Sn-1,5Pb (Paul Vianco, 2004).



Gambar II.2 Diagram Fasa Sn-Pb Pada Komposisi 85Sn-15Pb

Sumber : Paul Vianco, 2004

Penurunan suhu selanjutnya menyebabkan 2 fenomena berlangsung. Pertama, adanya peningkatan jumlah fasa padat dan penurunan jumlah fasa cair. Paduan solder yang bersifat cair berkurang dan berubah menjadi pasta atau bubuk, karenanya ada perubahan komposisi masing-masing fasa cair dan fasa padat. Kedua, ada perubahan dalam komposisi masing-masing fasa cair dan fasa padat. Sebagai contoh kita memiliki paduan solder yang bergerak ke titik C pada suhu 195°C. komposisi yang baru terbentuk adalah fasa C' yang berupa fasa padat dan fasa cair, sedangkan pada C'' hanya tersisa fasa padat (Paul Vianco, 2004).

Sepanjang garis M-D', garis tersebut disebut sebagai garis *likuidus*. Garis C'-C'' menghubungkan fasa cair dan fasa padat. Telah dicatat bahwa dalam daerah 2 fasa, paduan solder terdiri dari fasa padat dan fasa cair. Pada suhu tertentu, fraksi berat fasa padat dan cair dapat ditentukan dengan membagi panjang C-C'' dengan total panjang garis dari C'-C''. Demikian juga fraksi berat fasa cair dihitung dengan membagi panjang C-C' oleh panjang C'-C'' (Paul Vianco, 2004).

a) Reaksi pada Suhu Eutektik

Suhu menurun hingga titik D pada suhu 183°C. paduan masih dalam 2 fasa, dengan fasa padat yang mempunyai komposisi di titik D' (97,5Sn-2,5Pb) dan fasa cair memiliki komposisi yang berhubungan dengan titik D'' yaitu pada suhu 62Sn-38Pb, atau lebih sering dikutip 63Sn-37Pb. Paduan berupa 65% fasa padat dan 35% fasa cair. Ketika suhu menurun sedikit dari 183°C, fasa cair yang tersisa membeku dan paduan solder memasuki fasa dua bidang ( $\alpha + \beta$ ). Pada komposisi fasa yang kaya Pb, ditunjukkan oleh titik D''' (81Sn-19Pb), dan komposisi fasa yang kaya Sn ditunjukkan oleh titik D' (97,5Sn-2,5Pb).  $\alpha$  dan  $\beta$  merupakan masing-masing fasa dalam larutan Pb dan Sn di bawah suhu 183°C, dimana fasa  $\alpha$  atau fasa yang kaya dengan Pb dan fasa  $\beta$  adalah fasa yang kaya dengan Sn (Paul Vianco, 2004).

b) Pendinginan Pada Suhu Eutektik

Pendinginan pada komposisi 85Sn-15Pb relatif kecil perubahannya pada fasa  $\alpha$  dan  $\beta$ . Pada titik E (125°C), komposisi dari fasa  $\alpha$  dan  $\beta$  sesuai dengan poin E'' dan E', masing-masing pada suhu ruang (25°C), diagram fasa menunjukkan bahwa fasa  $\alpha$  yaitu 1Sn-99Pb dan fasa  $\beta$  untuk 100Sn (Paul Vianco, 2004).

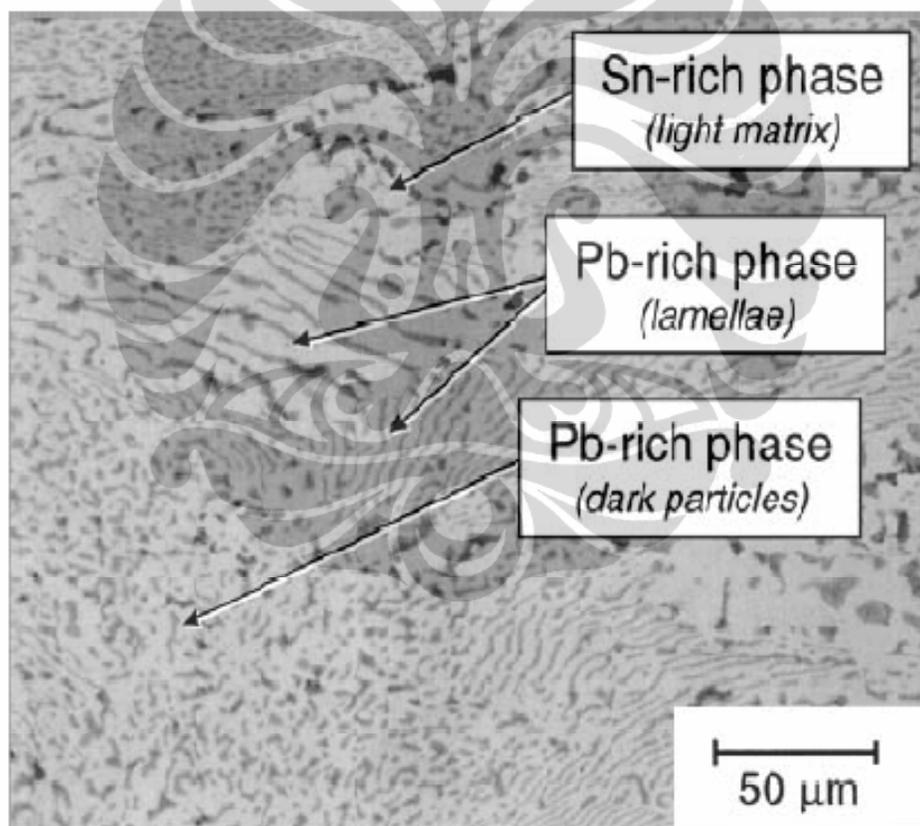
c) Mikrostruktur Bergantung Pada Suhu Pendinginan

Mikrograf optik dari paduan solder 85Sn-15Pb ditunjukkan pada gambar. Tingkat pendinginan yang sangat cepat tidak memungkinkan

Universitas Indonesia

atom Sn dan Pb menyusun kembali dalam fasa proeutektik padat. Paduan solder tetap sepenuhnya cair selama beberapa derajat di bawah suhu likuidus. Semakin cepat laju pendinginan, maka semakin besar pula perbedaan antara suhu likuidus dan solidifikasi, hal ini mengakibatkan semakin jauh pula deviasi mikrostruktur dari kondisi setimbang.

Mikrostruktur yang terbentuk dalam kondisi yang tidak setimbang di pertahankan setelah solidifikasi dikarenakan *solid-state*. Proses difusi tidak cukup cepat untuk mengatur ulang atom menjadi konfigurasi seperti pada kondisi setimbang (Paul Vianco, 2004).



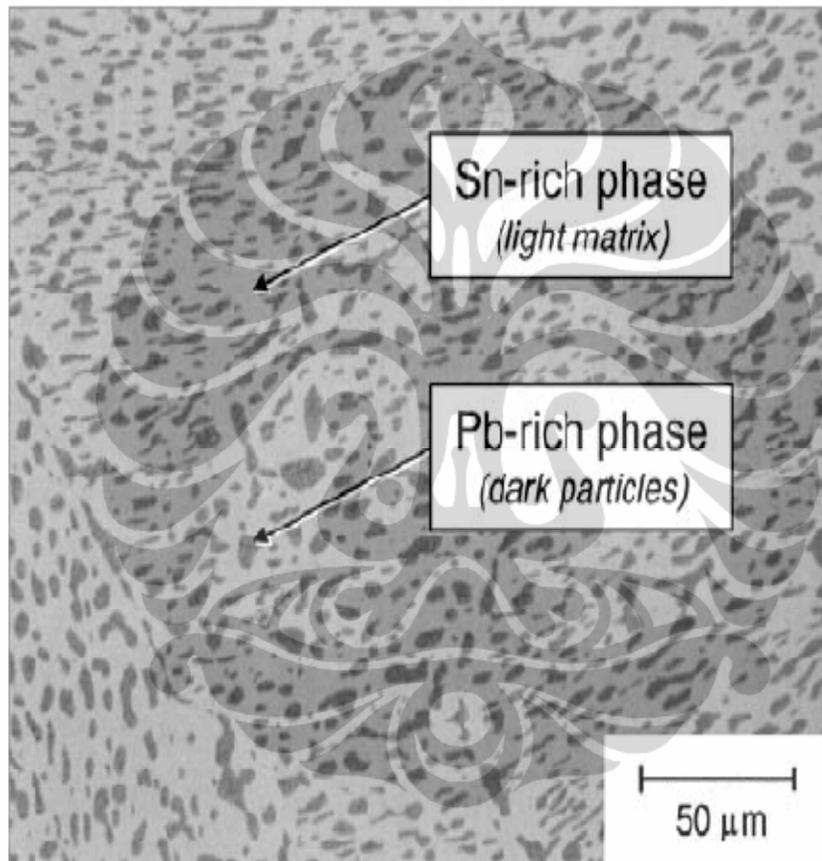
**Gambar II.3** Mikrograf Optik Struktur mikro Paduan Solder 85Sn-15Pb

Sumber : Paul Vianco, 2004

Karakteristik pada kondisi tidak setimbang adalah pada mikrostruktur paduan solder Sn-Pb yang tiga kali lebih besar. Pertama, komposisi

Universitas Indonesia

fasa tidak akurat. Kedua, jumlah fasa relatif. Ketiga, distribusi spasial tahanan dalam komposisi fasa tunggal, memungkinkan pada daerah yang kaya Sn dapat bertahan dalam fasa yang kaya Pb, dan hal ini menyebabkan kondisi menjadi jenuh. Akibatnya garis batas fasa antara daerah berfasa tunggal dengan daerah berfasa ganda ( $\alpha + \beta$ ) bergeser ke kanan (Paul Vianco, 2004).



**Gambarl II.4 Mikrograf Optik Strukturmikro Paduan Solder 63Sn-37Pb**

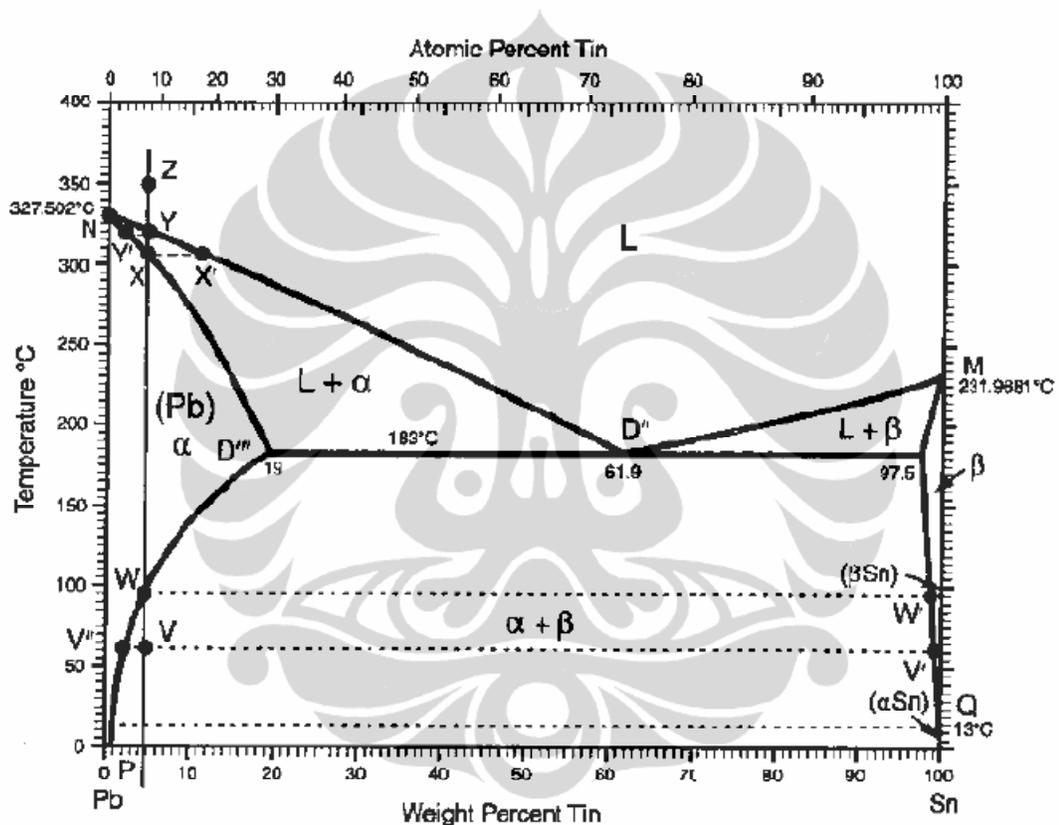
Sumber : Paul Vianco, 2004

## 2. Komposisi Eutektik (61,9Sn-68,1Pb)

Lebih umum komposisi eutektik diidentifikasi sebagai 63Sn-37Pb. Solidifikasi dari komposisi eutektik terjadi pada temperatur tunggal sebagai paduan dingin fasa cair (L) ke ( $\alpha + \beta$ ). Dua rentang (L +  $\alpha$ ) dan (L

+  $\beta$ ) adalah dua rentang yang dihindari selama solidifikasi (Paul Vianco, 2004).

Mikrostruktur dari Sn-Pb eutektik bergantung dari kuatnya komposisi pada laju pendinginan. Seperti pada gambar, lambatnya laju pendinginan mengakibatkan fasa partikel kaya Pb tersebar dalam fasa yang kaya Pb (Paul Vianco, 2004).



Gambarl II.5 Diagram Fasa Paduan Solder 63Sn-37Pb

Sumber : Paul Vianco, 2004

### 3. 5Sn-95Pb

Pada titik Z (350°C) paduan solder sepenuhnya cair. Pada suhu likuidus yang ditunjukkan oleh titik Y (315°C), pematatan mulai memasuki tahap 2 rentan pucat (L +  $\alpha$ ). Fasa padat memiliki komposisi oleh titik Y', 2.5Sn-

Universitas Indonesia

97.5Pb. paduan tetap berada pada ( $L + \alpha$ ) sampai temperatur di atas titik X ( $307^{\circ}\text{C}$ ). kemudian, fasa padat yang memiliki komposisi 8Sn-95Pb. Dan fasa cair memiliki komposisi 8Sn-92Pb. Ketika suhu menurun sampai di bawah  $307^{\circ}\text{C}$ , dimana paduan membeku sepenuhnya (Paul Vianco, 2004).

## II.2. Karakterisasi DSC pada Penentuan Kapasitas Panas ( $C_p$ )

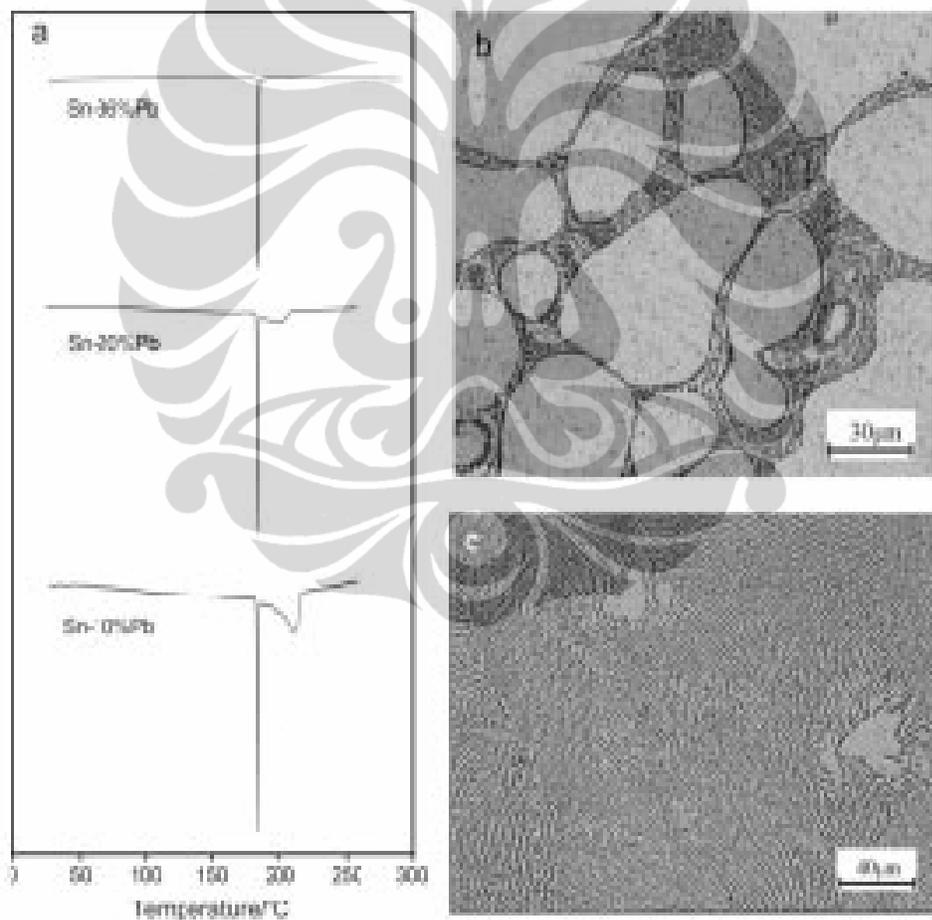
*Differential Scanning Calorimetry* (DSC) seringkali digunakan untuk menentukan karakteristik peleburan dan pergeseran logam campuran seperti suhu peleburan, entalpi peleburan dan menentukan suhu awal pada saat transformasi fasa. Yang terpenting adalah dalam perhitungan metalurgi dan prediksi dari kesetimbangan dari fasa yang baru membutuhkan pengetahuan yang lebih dalam kuantitas termodinamika seperti *Gibbs Free Energy* fasa dan elemen-elemen terkait sebagai fungsi dari temperatur (Pryds A.S.N, S. Linderoth, et all, 2001).

Logam campuran Sn-Pb secara luas digunakan sebagai bahan solder dalam industri elektronik dikarenakan temperatur leburnya yang rendah, khususnya pada komposisi eutektik. Pada penelitian kali ini, DSC digunakan untuk meneliti pelelehan dan pemadatan pada rangkaian logam campuran Sn-Pb (Pryds A.S.N, S. Linderoth, et all, 2001).

Teknik DSC digunakan untuk meneliti peleburan dan pemadatan pada logam campuran Sn-Pb ( $\text{Pb} < 40\%$  massa). Yang perlu diperhatikan adalah penetapan dari komposisi eutektik dan temperatur lebur paduan logam tersebut. Proses nukleasi zat padat menggunakan aturan penentuan untuk *undercooling* pada proses solidifikasi (Pryds A.S.N, S. Linderoth, et all, 2001).

### II.2.1. Peleburan

Temperatur lebur pada mulanya bergantung pada pemanasan yang telah diukur dengan logam campuran yang berbeda. Untuk komposisi non-eutektik, puncak leleh pada laju pemanasan yang lambat yang ditunjukkan dengan sebuah pemisahan pada dua puncak yang berbeda pada kedua tempat sampel yang berisi padatan Pb dalam Sn ( $\beta$ -Sn) dan paduan eutektik. Pada gambar II.6, a-c menunjukkan hasil peleburan dari pengukuran DSC untuk komposisi yang berbeda pada laju pemanasan  $3^\circ\text{C min}^{-1}$  (a) dan mikrostrukturnya (c). Mikrograf yang ditunjukkan pada gambar II.6 memberi gambaran kualitatif dan kuantitatif pada dua komposisi yang berbeda (10 dan 36%Pb) (Pryds A.S.N, S. Linderoth, et al, 2001).



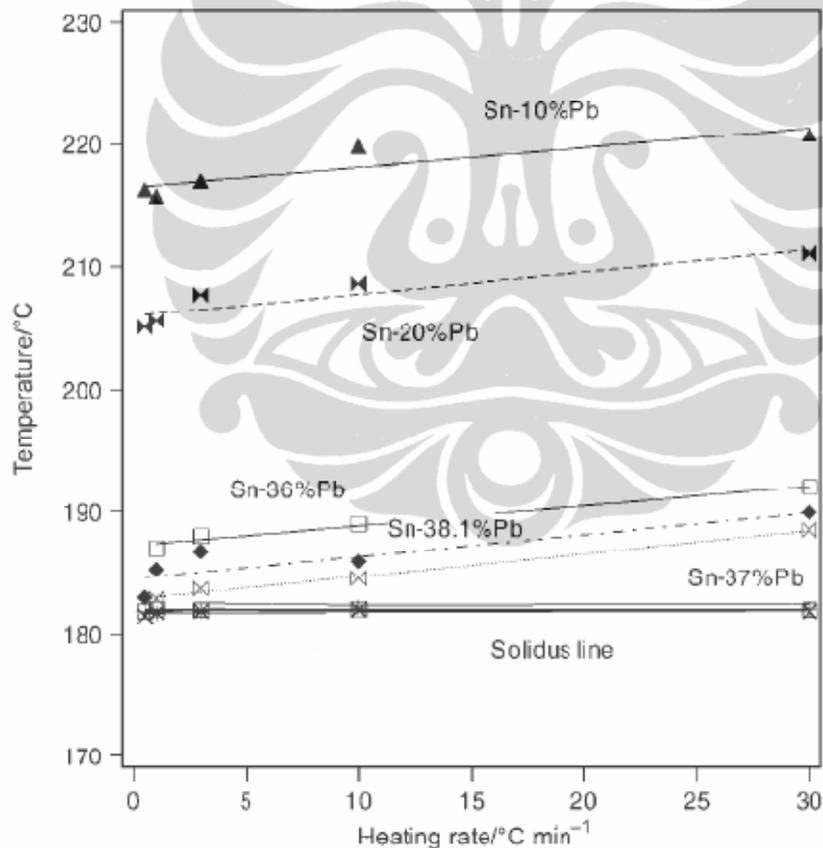
**Gambarl II.6 Titik Lebur dari Beberapa Komposisi Paduan Solder yang Berbeda pada Laju Pemanasan  $3^\circ \text{min}^{-1}$**

Sumber : Pryds A.S.N, S. Linderoth, et all, 2001.

Universitas Indonesia

Perhatikan gambar II.6 (b) dan (c), pecahan pada  $\beta$ -Sn lebih besar 10% daripada komposisi Pb 36%, dan ini juga yang digambarkan pada daerah puncak pada gambar (a) (Pryds A.S.N, S. Linderoth, P.Het all, 2001).

Gambar II.7 menunjukkan temperatur awal dan akhir pada proses peleburan untuk Sn-nPb ( $n = 10, 20, 36, 37, \text{ dan } 38,1$  %berat) sebagai fungsi dari laju pemanasan. Temperatur awal tetap pada setiap komposisi paduan dan laju pemanasan dimana temperatur akhir bergantung pada laju pemanasan dengan kemiringan nilai positif (slope) yang sama pada setiap paduan Sn-Pb. Garis linier yang baik sesuai dengan  $T_{mo} = (181,8 \pm 0,1) + (0,01 \pm 0,007)\beta$  pada temperatur awal ( $T_{mo}$ ), dimana  $\beta$  adalah nilai pemanasan ( $^{\circ}\text{C mm}^{-1}$ ) (Pryds A.S.N, S. Linderoth, et all, 2001).



**Gambar II.7 Efek dari Laju Pemanasan pada Temperatur Awal dan Akhir dari Puncak Peleburan pada Komposisi Paduan Solder Sn-Pb**

Sumber : Pryds A.S.N, S. Linderoth, et all, 2001.

Garis linier yang cocok dengan temperatur akhir pada puncak peleburan sebagai fungsi dari laju pemanasan yang mengikuti beberapa persamaan berikut :

$$\text{Sn-10 \%beratPb} \quad T_{me}=(216,5\pm 0,7)+(0,17\pm 0,05)\beta$$

$$\text{Sn-20 \%beratPb} \quad T_{me}=(206,0\pm 0,6)+(0,18\pm 0,05)\beta$$

$$\text{Sn-36 \%beratPb} \quad T_{me}=(187,2\pm 0,2)+(0,16\pm 0,01)\beta$$

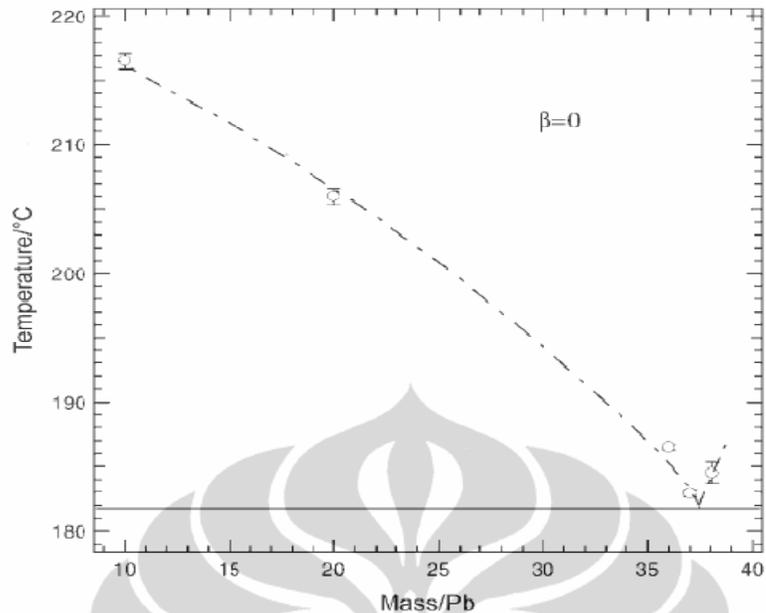
$$\text{Sn-37 \%beratPb} \quad T_{me}=(182,9\pm 0,3)+(0,19\pm 0,01)\beta$$

$$\text{Sn-38,1 \%beratPb} \quad T_{me}=(184,5\pm 0,8)+(0,18\pm 0,02)\beta$$

Pada gambar II.7 kemiringan garis sangat lambat, hal ini bergantung pada komposisi paduan logam dengan rata-rata  $0,18 \pm 0,07$ . Persamaan umum untuk temperatur akhir peleburan pada paduan logam Sn-nPb dengan pemanasan yang berbeda dapat dituliskan sebagai berikut :

$$= \text{ }^\circ + 0,18 \pm 0,07$$

Dimana  $\text{ }^\circ$  adalah temperatur akhir pada proses peleburan dalam kondisi setimbang, sebagai contoh titik likuidus pada paduan logam dari data ekstrapolating yang ditunjukkan pada gambar II.7 dari laju pemanasan yang berbeda sampai laju pemanasan nol. Pada gambar II.8, ditunjukkan akhir dari temperatur lebur pada saat laju pemanasan nol dari komposisi paduan yang berbeda (Pryds A.S.N, S. Linderoth, et all, 2001).



**Gambar II.8 Temperatur Akhir Peleburan pada Saat Laju Pemanasan = 0 pada Komposisi Paduan Solder yang Berbeda**

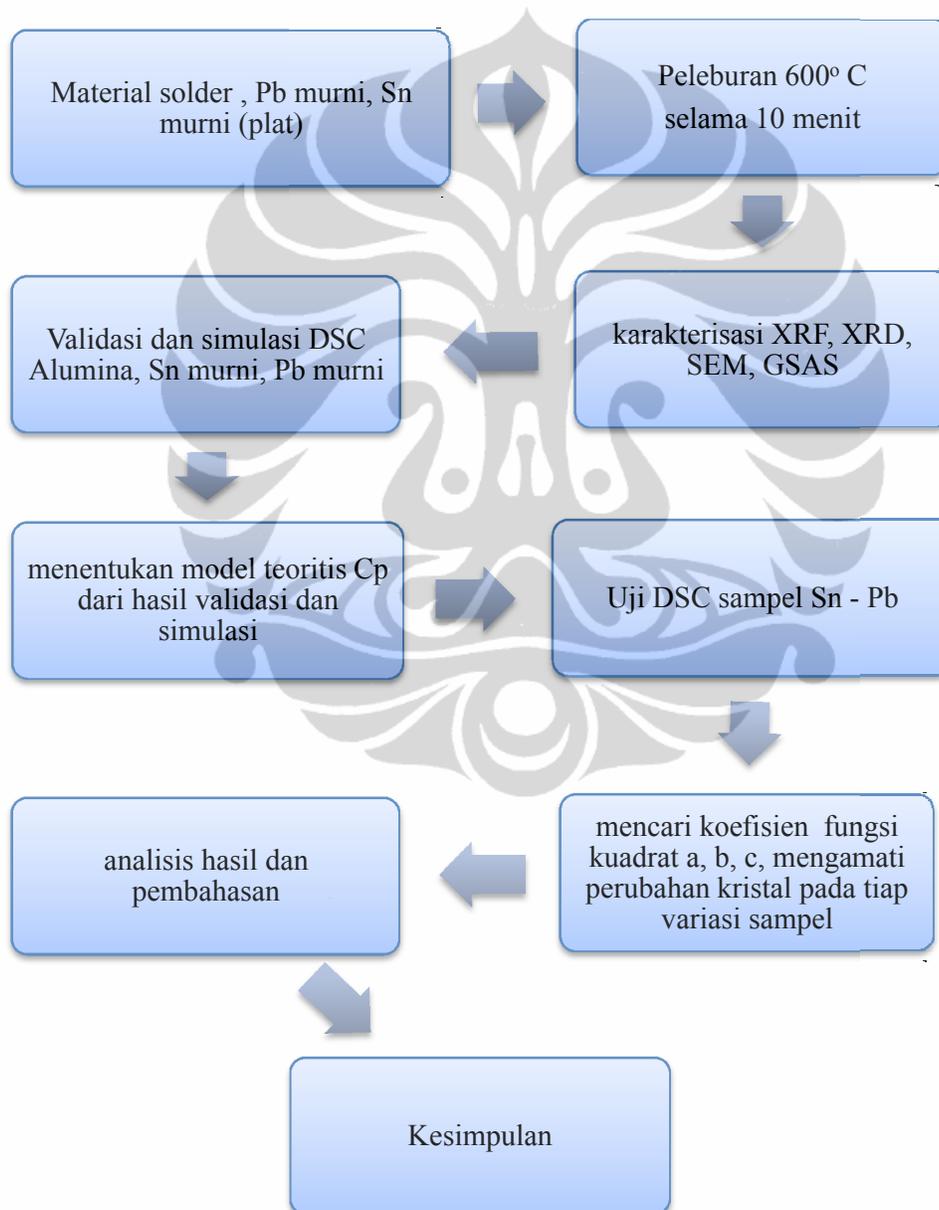
Sumber : Pryds A.S.N, S. Linderoth, et all, 2001.

Pada gambar II.8, hingga komposisi paduan logam sekitar Sn-37%berat Pb, garis likuidus ditandai oleh negatif slope relatif. Di atas suhu akhir pemanasan terlihat konsentrasi Pb pada paduan logam menurun, diindikasikan dari komposisi Sn-38,1%berat Pb. Dengan kata lain, komposisi eutektik dimana perubahan slope dari positif ke negatif dan temperatur eutektik selalu sekitar 181,8°C (Pryds A.S.N, S. Linderoth, et all, 2001).

### BAB III

#### METODE PENELITIAN

##### III.1 Diagram Alir Penelitian



### **III.2 Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan di laboratorium Fisika Material Universitas Indonesia, Salemba-Jakarta.

### **III.3 Bahan dan Metode**

Bahan yang digunakan untuk penelitian ini adalah Sn murni, Pb murni, dan paduan solder Sn-Pb dengan beberapa variasi fraksi berat masing-masing yaitu 60/40 Sn/Pb, 63/37 Sn/Pb, 70/30 Sn/Pb, 80/20 Sn/Pb, 90/10 Sn/Pb, 95/5 Sn/Pb.

#### **III.3.1 Preparasi Sampel**

Pada penelitian ini digunakan bahan atau material kawat solder, material Sn dan Pb yang mempunyai kemurnian 99,8 %. Keduanya kemudian dilebur pada suhu sekitar 600 °C selama 10 menit. Lalu dituang dan didiamkan sampai menjadi padatan.

### **III.4 Karakterisasi Sampel**

Karakterisasi untuk melihat senyawa yang terbentuk pada paduan logam SnPb menggunakan alat XRF dan XRD yang ditunjang dengan program GSAS.

Karakterisasi untuk mengetahui kapasitas panas yang terjadi pada sampel uji dilakukan uji DSC.

Karakterisasi untuk mengetahui perubahan ukuran struktur kristalit pada permukaan sampel dilakukan uji SEM.

### III.5 Peralatan Uji Sampel

#### III.5.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Alat uji XRD yang digunakan adalah menggunakan merk Philips PW 3710/40kv yang berlokasi di Salemba, dengan sumbernya adalah Co-K $\alpha$  dengan panjang gelombang ( $\lambda=1,78897 \text{ \AA}$ ) dengan selang waktu pengukuran selama 1 jam (60 menit). Spesifikasi pengukuran lebih jelasnya dapat terlihat sesuai dengan urutan yang ditampilkan pada output dari uji XRD, yaitu : tipe difraktometer adalah PW3710 Based, anode tube atau sumber anoda adalah Co, tegangan generator sebesar 40 kV, aliran generator sebesar 30 mA, alpha1 panjang gelombang sebesar 1.78896  $\text{\AA}$ , alpha2 panjang gelombang sebesar 1.79285  $\text{\AA}$ , mulai pengukuran adalah 20.00 [ $^{\circ}2\theta$ ] dan dengan pengukuran berakhir pada 99.980 [ $^{\circ}2\theta$ ].

#### III.5.2 X-Ray Fluorescence (XRF)

Alat uji XRF yang digunakan adalah merk JEOL Element Analyzer JSX-3211 yang berlokasi di Salemba-Jakarta. Untuk spesifikasi yang tercantum dalam uji XRF adalah dimana pada kondisi akuisisi : tegangan sebesar 30.0 kV, aliran gas mencapai 0.035 mA, waktu pengukuran 110.00 detik dan dalam kondisi vakum. Sementara standard pengukuran dalam bentuk analisa kuantitatif dan kualitatif.

#### III.5.3. Differential Scanning Calorimetry (DSC)

Prosedur pengamatan dengan menggunakan Differential Scanning Calorimetry (DSC-50) Shimadzu mengikuti kondidi proses : Mula-mula timbang krusibel sampel kosong dan krusibel yang diisi sampel standard maupun sampel yang akan diuji dengan massa yang sesuai, kemudian dilakukan penempatan krusibel alumina/aluminium di sebelah kiri dengan krusibel alumina/aluminium di sebelah kanan dalam keadaan keduanya kosong (tidak ada sampel)  $\longrightarrow$  sebagai Signal 1 (S1), dilanjutkan dengan krusibel alumina/aluminium dalam keadaan tidak ada sampel (kosong) berada di sebelah kiri dan krusibel alumina/aluminium diisi

Universitas Indonesia

dengan sampel alumina standar berada di sebelah kanan —————> Sebagai Signal 2 (S2), terakhir krusibel alumina/aluminium berada di sebelah kiri dan krusibel alumina/aluminium diisi sampel Sn/SnPb/Pb berada di sebelah kanan —————> Sebagai Signal 3 (S3).

Pada proses pengukuran ini alat-alat penunjang yang digunakan adalah udara sebagai atmosfer dengan kecepatan 20ml/menit, sementara digunakan siklus air sebagai pendingin. Kecepatan pemanasan  $10^{\circ}\text{C}/\text{menit}$  dengan temperatur awal adalah  $30^{\circ}\text{C}$  dan temperatur maksimum  $480^{\circ}\text{C}$ . Untuk mendeteksi temperatur  $T$  dan perbedaan temperatur  $\Delta T$  di tempatkan termokopel tipe Dumbbell (Pt-Pt.10% Rhodium), setelah itu dilakukan analisa terhadap hasil pengukuran dengan TA-50 WSI.

### III.6 Ukuran Kristalit Logam

Teknik X-ray difraksi adalah salah satu metode terbaik untuk mempelajari polymorphism pada logam. Satu-satunya informasi adalah jarak interplanar dihitung dari sudut dimana garis difraksi muncul, ini jelas menentukan bentuk polimorfik logam. Namun, dibidang lain kristalografi pola x-ray juga digunakan untuk menentukan ukuran kristalit dari perluasan difraksi setengah garis di garis intensitas maksimum. Untuk mengetahui maksud dari lebar garis difraksi pada logam dan hubungannya dengan teknik lain yang banyak digunakan untuk menentukan ukuran Kristal (B.D Cullity, 1978)

Pada tahun 1918, Bragg mengembangkan persamaan untuk menghitung ukuran kristal dari perluasan garis difraksi di setengah garis intensitas maksimum, hanya dengan menggunakan prinsip-prinsip biasa difraksi optik dan bermula dari persamaan berikut :

Besarnya ukuran Kristalit pada sampel yang digunakan dalam penelitian ini dihitung dengan formula Debye - Scherrer (Cullity, 1978).

$$L_{hkl} = \frac{k\lambda}{4\sin^2\theta} \quad (III.1)$$

dimana  $B$  adalah FWHM (Full Width Half Maximum),  $\lambda$  adalah panjang gelombang dari sumber X-ray yang digunakan,  $\theta$  adalah sudut *Bragg*,  $L$  adalah *crystallite size* rata-rata dan  $k$  adalah konstanta (biasanya  $\approx 0.9$ ). Dikarenakan nilai pelebaran  $B$  (broadening) dipengaruhi juga oleh *lattice strain* yang direpresentasikan oleh persamaan,

$$B_{strain} = \eta \tan \theta \quad (III.2)$$

dengan  $\eta$  adalah *strain* didalam material. Sehingga untuk nilai pelebaran dari puncak difraksi  $B_r$  (setelah dikurangi efek pelebaran instrumentasi) menjadi,

$$B_r \cos \theta = \frac{k\lambda}{L} + \eta \sin \theta \quad B_r = B_{crystallite} + B_{strain} \quad (III.3)$$

Maka dari persamaan (4.2) dan (4.3) maka didapatkan,

$$B_r = \frac{k\lambda}{L \cos \theta} + \eta \tan \theta \quad (III.4)$$

membagi persamaan (4.4) dengan  $\cos \theta$  maka persamaannya menjadi,

$$B_r \cos \theta = \frac{k\lambda}{L} + \eta \sin \theta \quad (III.5)$$

Dengan memplot  $B_r \cos \theta$  terhadap  $\sin \theta$  maka akan didapatkan suatu persamaan linear yaitu nilai garis singgung maka akan didapatkan nilai untuk  $\frac{k\lambda}{L}$  yang digunakan untuk mencari nilai *crystallite size*. Dalam penelitian ini digunakan panjang gelombang 1,7889 nm.

### III.7 Kapasitas Panas (Cp)

Kapasitas panas adalah besaran fisis yang merupakan besaran panas yang diperlukan untuk menentukan temperatur material 1°C untuk setiap gramnya, antara lain :

$$= \dots \dots \dots \text{ } ^\circ\text{C} \quad (\text{III.6})$$

dimana :        Q = Energi panas yang diserap  
                   m = massa sampel.....(gr)  
                   t = waktu pemanasan....(s)

Kapasitas panas merupakan suatu sifat material yang penting terutama kaitannya dalam proses yang melibatkan pemanasan seperti proses peleburan. Dengan mengetahui kapasitas panas material dapat dihitung besarnya panas yang perlu disuplai. Tentu saja dalam proses-proses industri, Cp material berperan dalam menentukan *heat balance* disamping *mass balance*, agar dalam penggunaan energi panas dengan demikian biaya prosesnya menjadi optimal.

Penentuan kapasitas panas material dapat dilakukan dengan teknik kalorimeter seperti *Differential Thermal Analysis* (DTA) dan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC). Namun umumnya kapasitas panas material tidak konstan, tetapi suatu nilai yang berubah dengan temperatur. Secara empirik mengikuti persamaan III.3.

$$Cp(T) = a + b T + c T^2 \quad (\text{III.7})$$

dimana :        a, b, c adalah konstanta tergantung jenis material

Penggunaan kalorimeter untuk perubahan kapasitas panas melibatkan konsekuensi dari perpindahan panas. Perbedaan essential antara DTA dan DSC ada pada besaran terukur. Namun keduanya mengukur besaran dari material yang dipanaskan dengan laju pemanasan tertentu. DSC mengukur perubahan energi

yang terjadi pada sampel dengan laju pemanasan yang tetap sedangkan DTA mengukur perbedaan temperatur yang terjadi antara sampel dan material referensi sebagai akibat pemanasan pada laju tetap. Oleh karena pengukuran kapasitas panas tidak dapat dilakukan secara langsung tetapi melalui proses manipulasi data, maka perlu mengetahui faktor-faktor instrumen yang mempengaruhi nilai kapasitas panas terukur.

*Differential Scanning Calorimetry* (DSC) adalah teknik yang menjelaskan tentang variasi *heat flow* yang masuk maupun yang keluar dari sampel, dimana temperatur merupakan pengontrol aliran atmosfer. Perbedaan *heat flow* untuk referensi dan sampel dijabarkan melalui fungsi temperatur atau waktu, sementara sampel sebagai subyek pengontrol temperatur.

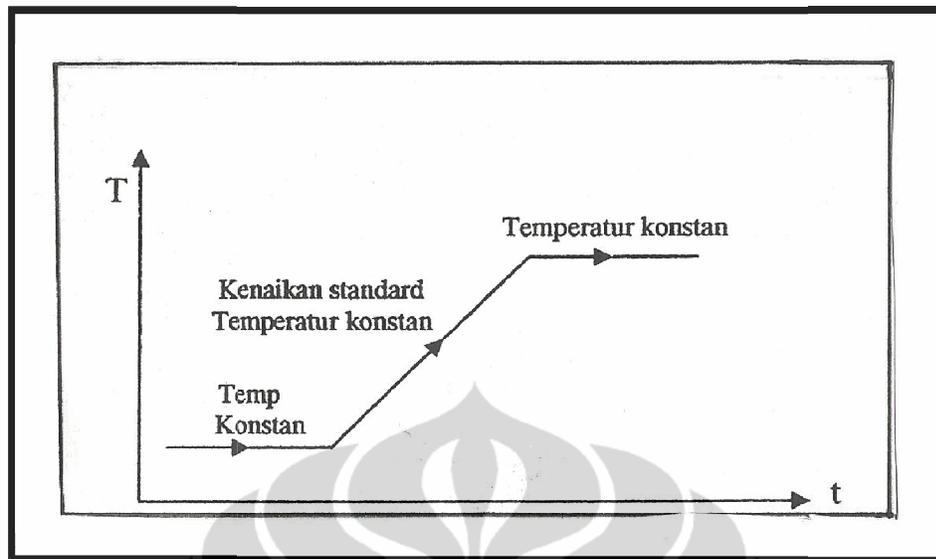
Pada hukum 1 termodinamika, hukum konservatif energi yang sederhana dinyatakan dengan hubungan energi dan panas. Dari kapasitas panas ini dapat diturunkan perubahan entalpi yang memenuhi persamaan III.4.

$$\Delta H = \int m C_p(T) dT \quad (\text{III.8})$$

### III.7.1 Petunjuk Pengukuran Kapasitas Panas

Pengukuran kapasitas panas yang dilakukan dalam penelitian ini adalah dengan menggunakan alat uji DSC Shimadzu-50.

ada gambar III.1 menjelaskan tentang eksekusi analisa kapasitas panas yang dikehendaki melalui temperatur program. Pada saat temperatur mengalami kenaikan dengan temperatur standar, sistem temperatur dalam kondisi stabil.



Gambar III.1 Eksekusi Analisa Kapasitas Panas Antara Temperatur vs Waktu

Pengukuran aktual dari kapasitas panas ini mengikuti 3 konfigurasi di bawah kondisi temperatur yang sama, yaitu :<sup>[6]</sup>

1. Pengukuran pertama kruisibel kiri dan kanan dalam keadaan kosong.
2. Kruisibel sampel sebelah kiri dalam keadaan tanpa ini sampel atau kosong + kruisibel diisi material referensi, dalam hal ini material referensi yang digunakan dengan  $m_0$  [g].
3. Kruisibel sampel sebelah kiri juga dalam keadaan kosong + sampel yang belum diketahui kapasitas panasnya atau sampel yang akan diuji dalam penelitian ini, untuk massa dinotasikan sebagai  $m$  [g].

Tempat kruisibel sampel dan kruisibel sampel itu sendiri dinotasikan dengan  $C_0$  dan  $C$ , sementara material referensi sampel yang ini diuji dinotasikan dengan  $C_0$  dan  $C$ , maka dari 3 konfigurasi pengukuran di atas dapat ditulis dengan persamaan III.5a sampai dengan III.5c.

(III.9a)

(III.9b)

(III.9c)

Universitas Indonesia

dimana :  $\Delta T$ ,  $\Delta H$  adalah pengukuran signal DSC dalam kondisi stabil.

Dari ketiga persamaan tersebut, dapat ditemukan formula untuk menghitung kapasitas panas spesifik yaitu dapat dilihat pada persamaan III.9.

$$C_p = \frac{\Delta H}{\Delta T} \quad (III.10)$$

dimana :

$m_0$  = massa awal dari  $S_2$  (signal 2), sampel standard/referensi

$m$  = massa sampel dari  $S_3$  (signal 3), sampel uji

$S_1, S_2, S_3$  = signal 1, signal 2, signal 3

Sementara untuk menentukan fraksi mol dari sampel, mengikuti metode yang diusulkan oleh M.A Bouhifd, dan kawan-kawan, menjadi persamaan :

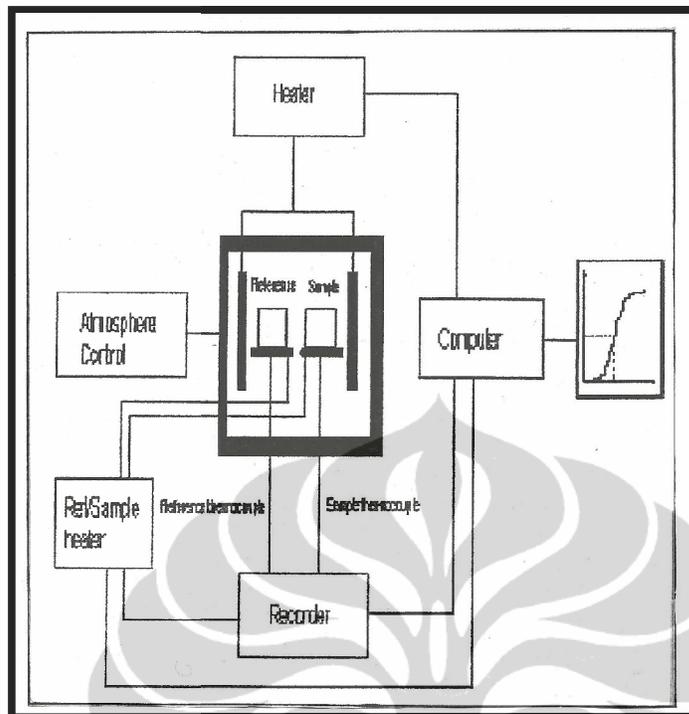
$$X = X_1 + X_2 + X_3 \quad (III.11)$$

### III.8 Differential Scanning Calorimetry (DSC)

Differential Scanning Calorimetry adalah teknik penentuan variasi keluar dan masuknya aliran panas sampel dimana atmosfer sebagai scanning temperatur. Perubahan panas terjadi disaat transformasi pada pemanasan dan pendinginan yang diberikan pada material, banyaknya panas yang terjadi ditentukan oleh transformasi temperatur pada alat DSC.

Teori DSC adalah aliran panas yang terjadi ke atau dari sampel pada referensi dan sampel yang dimonitor sebagai fungsi temperatur atau waktu, sementara panas yang dihasilkan pada sampel adalah dikontrol oleh temperatur program.

Skematik dari DSC dapat dilihat pada Gambar III.2.

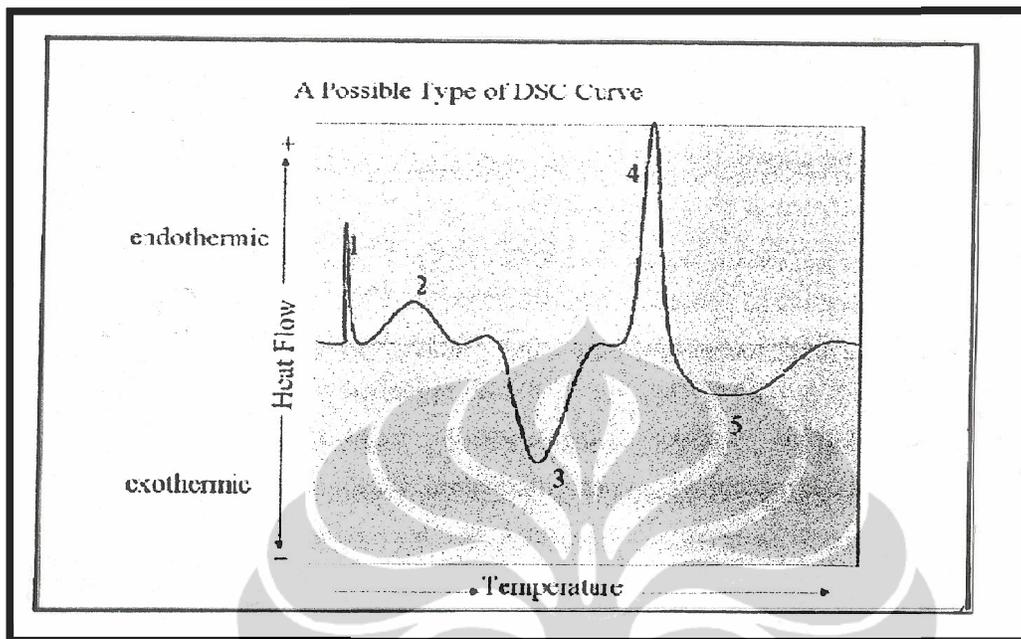


Gambar III.2 Skema Uji *Differential Scanning Calorimetry* (DSC).

Pada alat DSC, temperatur yang dikontrol sebagai energi listrik pada referensi dan sampel yang disimpan pada temperatur yang sama. Daerah puncak yang ditampilkan langsung membentuk panas yang dikonsumsi atau diproduksi oleh sampel. Alat ini pada praktiknya dapat digunakan sebagai :

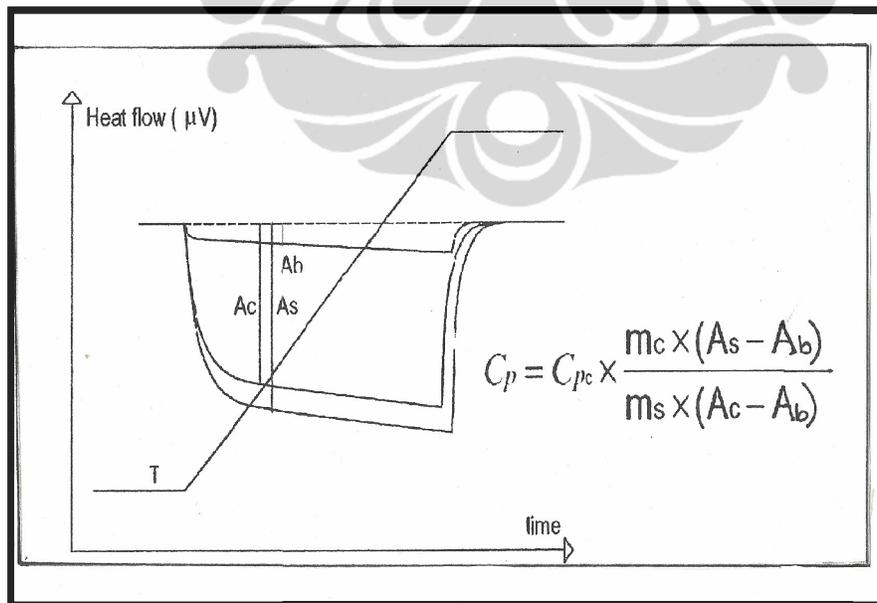
- Determinasi yang penting untuk temperatur transmisi.
- Panas yang dideterminasi pada campuran fasa Kristal dan derajat kristalisasi.
- Mempelajari kinetik Kristal.
- Determinasi kapasitas panas.
- Determinasi bentuk panas.
- Sampel murni.

Berikut contoh tipe dari kurva DSC, yang ditampilkan dalam Gambar III.3



Gambar III.3 Contoh Hasil Uji Differential Scanning Calorimetry (DSC)

Sementara untuk mencari penentuan kapasitas panas mengikuti instrumen standard kalibrasi dari DSC, tercantum dalam Gambar III.4.



Gambar III.4 Instrumen kalibrasi DSC untuk Menentukan Cp

### **III.9 Simulasi Penentuan Koefisien a, b, c, Pada Kapasitas Panas**

Simulasi penentuan nilai  $C_p$  dan koefisien a, b, c didapatkan dengan menggunakan program kerja EXCEL. Persamaan yang didapatkan dianggap merupakan persamaan regresi linier, sehingga penentuan  $C_p$  ini dilakukan dengan Metode Regresi Linier dalam EXCEL. Hasil perhitungan koefisien a, b, c, dengan menggunakan EXCEL, dimana sampel contoh simulasi menggunakan sampel standard alumina dengan massa sampel yang berbeda dapat dilihat di BAB IV dan Lampiran.

### **III.10 Validasi Menentukan Kapasitas panas**

Penentuan kapasitas panas ini dilakukan dengan menggunakan alat uji DSC. Dimana validasi ini digunakan untuk menentukan model teoritis kapasitas panas dari tiap variasi sampel solder SnPb. Hasil uji dan pembahasan dapat dilihat pada BAB IV.

## BAB IV

### ANALISA HASIL DAN PEMBAHASAN

#### IV.1 Komposisi Paduan Solder Sn-Pb

Metode yang digunakan dalam pembuatan sampel pada penelitian ini yaitu, sampel dibuat dengan mencampurkan paduan solder yang ada dipasaran (komersil) dengan Sn murni (plat) dan Pb murni (bubuk) dengan cara dilebur bersamaan sampai keduanya meleleh (sekitar hampir 600°C) dalam beberapa menit. Proses peleburan dilakukan dalam tabung reaksi yang kedap udara. Hal ini dilakukan untuk menghindari terjadinya oksidasi pada saat peleburan. Pada awal penelitian ini dibuat 6 variasi sampel yaitu 95Sn-5Pb, 90Sn-10Pb, 80Sn-20Pb, 70Sn-30Pb, 63Sn-37Pb, dan 60Sn-40Pb (solder komersil), masing-masing sampel bermassa  $m = 3$  gr.

**Tabel IV.1 Hasil Uji Sampel Paduan Solder Sn-Pb**

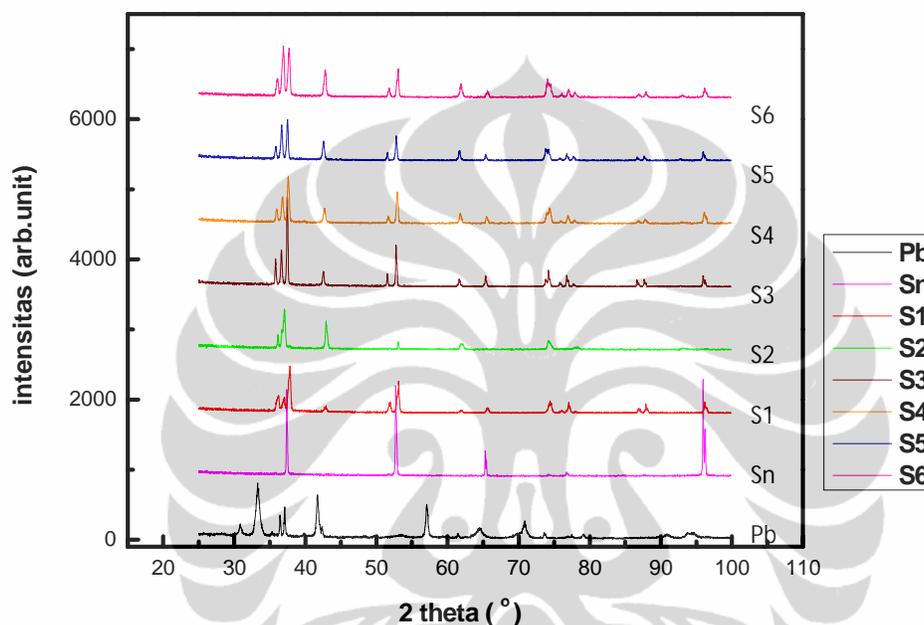
Sampel	Atom/Chem.		Wt (XRF)	Wt (XRD)
	Formula		(%)	(%)
1	50	Sn	95,44	97,3336
	82	Pb	4,56	2,67
2	50	Sn	90,49	94,31
	82	Pb	9,51	5,68
3	50	Sn	79,36	87,03
	82	Pb	20,64	12,96
4	50	Sn	65,58	76,89
	82	Pb	34,42	23,11
5	50	Sn	76,41	84,96
	82	Pb	23,59	15,03
6	50	Sn	60,8	73,03
	82	Pb	39,2	26,97

Dari tabel di atas, terlihat bahwa adanya perbedaan komposisi paduan solder pada hasil uji XRD dan XRF dengan komposisi paduan solder sebelum dan setelah proses peleburan.

**Universitas Indonesia**

## IV.2 Fasa dan Ukuran Kristalit

Pada penelitian ini, difraksi sinar-X digunakan untuk mengamati perubahan ukuran kristalit dan fasa-fasa yang terdapat pada sampel uji, pada gambar IV.1 dapat dilihat hasil dari pengukuran keenam sampel variasi solder SnPb.



**Gambar IV.1 Kurva Gabungan Hasil Pengukuran XRD untuk Berbagai Komposisi Paduan Solder**

Dari hasil XRD di atas, pada masing-masing variasi paduan solder Sn-Pb terlihat bahwa adanya perubahan pada intensitas di tiap puncak difraksi, selain itu pada tiap puncak difraksi pun mengalami pergeseran walaupun pergeseran yang tampak pada tiap variasi sampel tidak begitu besar.

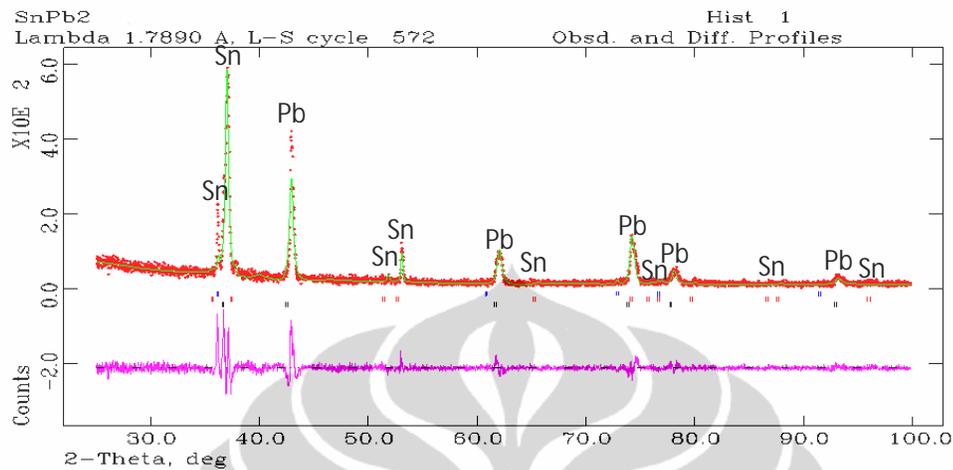
Pada Sampel Pb murni terdapat banyak puncak difraksi, tetapi ketika Pb murni dipadukan dengan Sn murni pada paduan solder Sn-Pb tidak banyak puncak dari unsur Pb yang muncul. Sedangkan untuk unsur Sn, ketika dipadukan dalam paduan solder Sn-Pb terlihat adanya penurunan intensitas pada beberapa sudut difraksi, hal ini terlihat jelas pada sudut 2 theta :  $37,3^\circ$ ,  $52,6^\circ$ ,  $95,9^\circ$ .

Dari semua perubahan di atas, komposisi (wt%) dari unsur Sn dan Pb pada tiap variasi paduan solder lah yang membuat perubahan tersebut terjadi.

**Universitas Indonesia**

### IV.2.1 Fasa

Berikut hasil dari pengukuran GSAS :



**Gambar IV.2 Pola Difraksi Variasi Paduan Solder Sn-Pb**

Dari hasil GSAS di atas diketahui bahwa pada komposisi paduan solder Sn-Pb yang telah dibuat, hanya ada 2 fasa yaitu fasa Sn dan Fasa Pb sedangkan Fasa Sn-Pb tidak tampak. Pada hasil *refine* tersebut diketahui pula bahwa terdapat 2 fasa Sn, yaitu fasa Sn berstruktur tetragonal dan fasa Sn yang berstruktur kubik. Sedangkan untuk fasa Pb hanya berstruktur kubik.

Berikut wt% yang didapatkan dari hasil refine GSAS untuk ketiga fasa yang terdapat pada paduan solder Sn-Pb.

```

Atom parameters for phase no. 3
frac      x      y      z      100*Uiso  100*U11  100*U22  100*U33  100*U12  100*U13  100*U23
Calculated unit cell formula weight: 1899.040, density: 25.229gm/cm**3

Phase/element fractions for phase no. 1

Hist Elem:      1 1 FXC
Fraction :      0.119532
Sigmas :      0.103175E-02
Shift/esd:      0.00
Wt. Frac.:      0.65543E-01
Sigmas :      0.528654E-03

Phase/element fractions for phase no. 2

Hist Elem:      1 1 FXC
Fraction :      0.747684E-01
Sigmas :      0.355821E-02
Shift/esd:      0.00
Wt. Frac.:      0.46969E-01
Sigmas :      0.213025E-02

Phase/element fractions for phase no. 3

Hist Elem:      1 1 FXC
Fraction :      0.706384
Sigmas :      0.705436E-01
Shift/esd:      0.00
Wt. Frac.:      0.88749
Sigmas :      0.997187E-02
Phase/element fraction sum(shift/error)**2 :      0.00

CPU times for matrix build      0.05 sec; matrix inversion      0.00 sec
Final variable sum((shift/esd)**2) for cycle 573:      0.00 Time:      0,05 sec

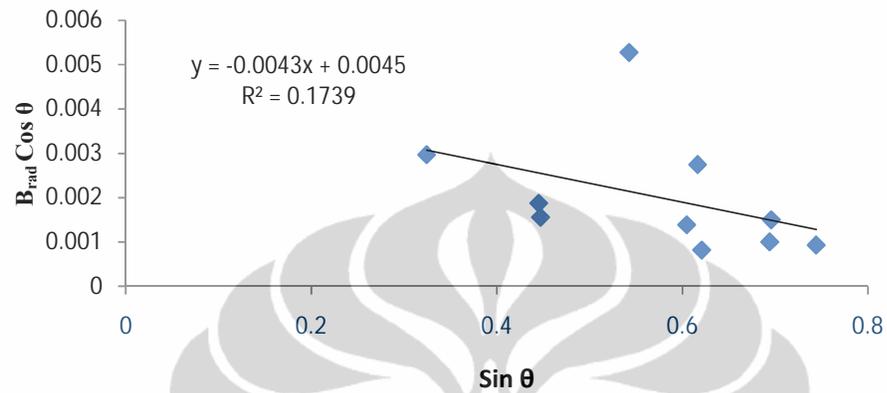
Convergence was achieved

```

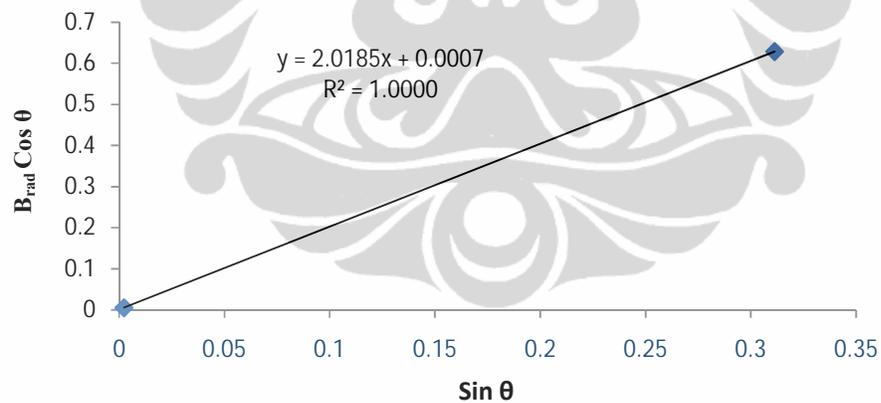
#### IV.2.2. Ukuran Kristalit

Variasi komposisi (wt%) pada keenam sampel paduan solder tentunya berpengaruh pada pola difraksi hasil dari karakterisasi XRDnya. Tak terkecuali pada ukuran kristalit paduan tersebut. Pada penelitian kali ini perubahan ukuran kristalit dihitung dengan menggunakan persamaan (III.5).

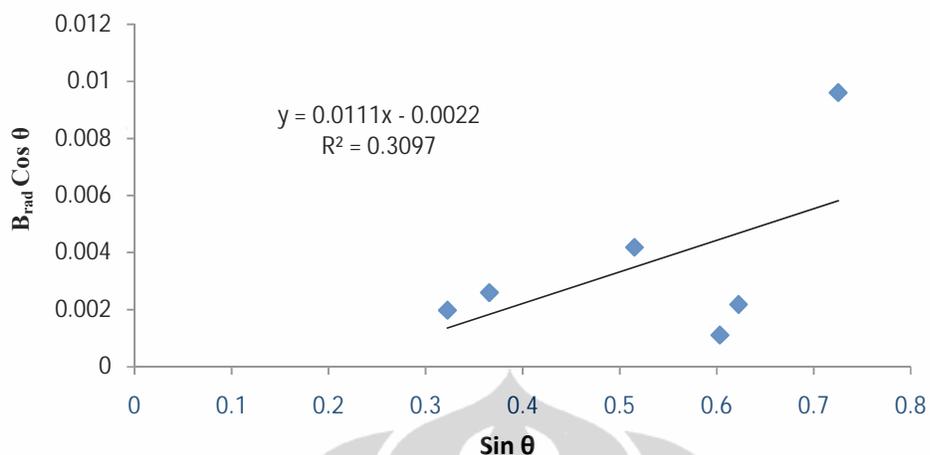
Ukuran kristalit pada setiap variasi solder, dihitung berdasarkan fasa yang terdapat pada sampel solder itu sendiri. Pada paduan solder Sn-Pb, dari hasil refine GSAS, terdapat 3 fasa yang terbentuk. Dari ketiga fasa tersebut, setelah dilakukan linearisasi, maka didapatkan hasil seperti yang ditunjukkan pada Gambar IV.3, Gambar IV.4, dan Gambar IV.5 dibawah ini.



**Gambar IV.3 Kurva Linearisasi Ukuran Kristalit Paduan Solder Sn-Pb untuk Fasa Sn (Tetragonal)**



**Gambar IV.4 Kurva Linearisasi Ukuran Kristalit Paduan Solder Sn-Pb untuk Fasa Sn (Kubik)**



**Gambar IV.5 Kurva Linearisasi Ukuran Kristalit Paduan Solder untuk Fasa Pb**

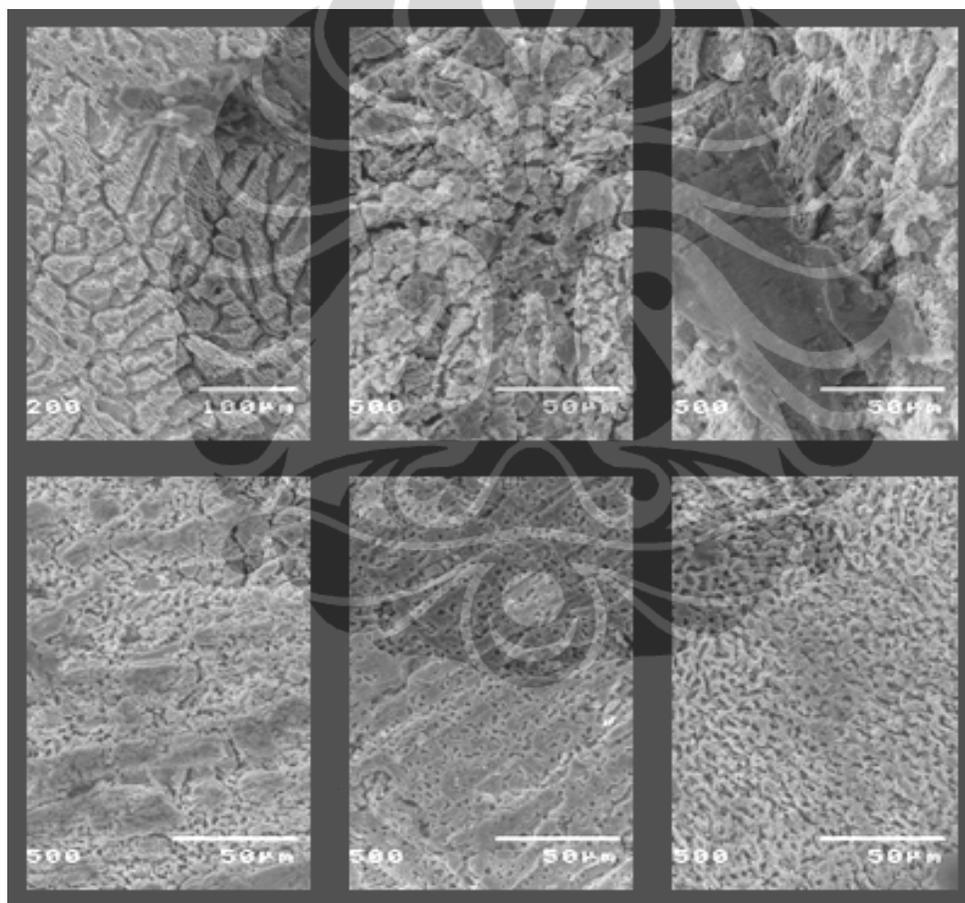
Dari hasil linearisasi di atas didapatlah persamaan  $y = bx + c$ , dimana  $b$  merupakan *strain* dan  $c$  adalah ukuran kristalnya. Ukuran kristalit pada setiap paduan solder Sn-Pb itu sendiri ditampilkan pada table IV.2 di bawah ini.

**Tabel IV.2 Hasil Pengukuran Ukuran Kristalit Untuk 3 Fasa Pada Padan Solder Sn-Pb**

Fasa	Struktur Kristal	hkl	Ukuran Kristalit (Å)					
			Sampel 1	Sampel 2	Sampel 3	Sampel 4	Sampel 5	Sampel 6
Sn	Tetragonal	101						
		220						
		211						
		301						
		112	357.78	2300.014	536.67	731.82	402.5	503.13
		321						
		400						
		420						
		411						
		312						
Sn	Kubik	111	2300.014	1073.34	555.18	328.57	484.77	947.06
		222						
Pb	Kubik	111						
		200						
		220	731.82	766.67	700.0043	503.13	2683.35	2683.35
		311						
		222						
		400						

Dari hasil perhitungan ukuran kristalit di atas, terlihat bahwa penambahan Pb pada paduan solder menyebabkan ukuran kristalit pada fasa Pb bertambah besar. Lain halnya dengan fasa Sn, untuk Sn yang berstruktur kubik bertambahnya Pb dalam paduan solder Sn-Pb justru membuat ukuran kristalit pada fasa tersebut cenderung mengalami penurunan (semakin kecil). Berbeda lagi dengan fasa Sn berstruktur tetragonal, dari perhitungan di atas terlihat tidak ada kecenderungan.

#### IV.3 Metode SEM Untuk Melihat Perubahan Permukaan Sampel



**Gambar IV.6** Gambar Gabungan Hasil Pengukuran SEM Sampel Variasi Solder Sn-Pb

Karakterisasi paduan solder dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dilakukan dengan cara mengetsa sampel terlebih dahulu dengan larutan asam selama beberapa menit, pada saat pengukuran pembesaran dilakukan

**Universitas Indonesia**

sebanyak 500 kali. Pada hasil SEM di atas terlihat bahwa terdapat homogenitas pada beberapa daerah. Pada bagian yang kehitaman menunjukkan bahwa daerah tersebut kaya akan Pb, terlihat jelas pada sampel 3 adanya Pb yang menggumpal di daerah tertentu.

Secara keseluruhan permukaan sampel terlihat bahwa semakin banyak Pb yang dicampurkan maka struktur permukaan sampel semakin rapat.

#### **IV.4 Titik Lebur dan Kapasitas Panas**

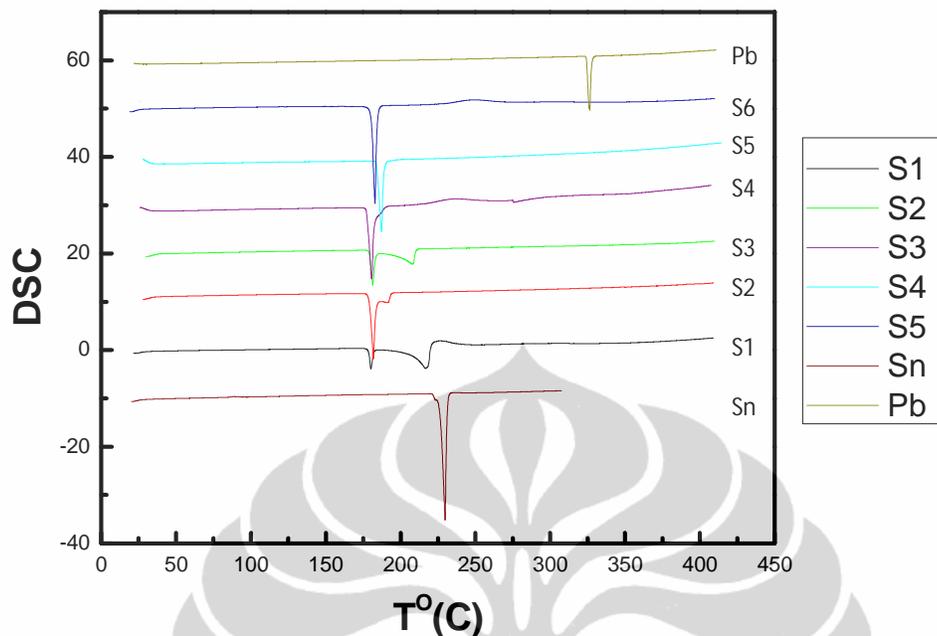
Dalam sebuah penelitian, metode DSC seringkali digunakan untuk menentukan karakteristik pelelehan pengerasan logam campuran seperti suhu pelelehan, entalpi peleburan, dan suhu awal pada transformasi fasa.

Pada penelitian kali ini, metode DSC digunakan untuk mengamati perubahan titik lebur dan menentukan nilai a, b, dan c eksperimen yang dibutuhkan untuk menentukan kapasitas panas ( $C_p$ ) dari tiap variasi sampel yang telah dibuat sebelumnya.

##### **IV.4.1 Titik Lebur**

Pada gambar IV.7, dapat dilihat perubahan titik lebur pada tiap variasi komposisi paduan solder Sn-Pb.

Dari kurva hasil pengukuran dengan DSC di atas, dapat dilihat perubahan titik lebur pada tiap sampel. Pada saat terjadinya proses endotermik, ketika suhu meningkat dan pada akhirnya mencapai suhu lelehnya, pada tiap sampel terdapat perbedaan, semakin banyak Sn yang ditambahkan semakin cepat pula maka titik leburnya semakin kecil. Selain itu dapat dilihat pula lembah yang terbentuk yang menandai proses endotermik, tidak sedalam pada sampel lainnya



**Gambar IV.7 Kurva Gabungan Perubahan Titik Leleh Hasil Pengukuran DSC Sampel Variasi Solder Sn-Pb**

Ada perbedaan yang lainnya yang terlihat pada gambar IV.8, pada komposisi paduan solder yang eutektik, proses endotermik tidak diikuti dengan proses eksotermik yaitu proses pengkristalan ataupun proses endotermik lainnya seperti pada sampel yang lain. Hal ini disebabkan karena unsur tertentu yang secara tersendiri berubah dalam bentuk kristal. Terlihat jelas pada sampel 1-3, bahwa ada 2 kali proses pelelehan yang ditandai dengan terbentuknya lembah yang menandai proses endotermik. Hal ini disebabkan karena adanya 2 fasa yang temperatur lelehnya berbeda.

Perubahan titik lebur pada enam variasi komposisi paduan solder tidak lepas dari pengaruh logam Pb yang ditambahkan pada paduan solder tersebut. Dapat dilihat pada gambar IV.8, semakin banyak logam Pb yang ditambahkan maka semakin kecil pula titik lebur paduan solder tersebut, sehingga semakin cepat pula paduan solder tersebut mencair. Logam Pb pada paduan solder berperan untuk menurunkan titik lebur paduan solder, tetapi harus diperhatikan juga, semakin banyak logam Pb yang ditambahkan jelas itu berdampak tidak baik terhadap penggunaan solder pada perangkat elektronik yang dapat mengakibatkan ketika

**Universitas Indonesia**

perangkat tersebut dipanaskan terlalu lama, dapat mengakibatkan terjadinya arus pendek pada perangkat tersebut.

Untuk lebih jelasnya, kurva di atas diperjelas lagi oleh tabel IV.4 berikut ini.

**Tabel IV.3 Hasil Pengukuran DSC Pada Tiap variasi Sampel**

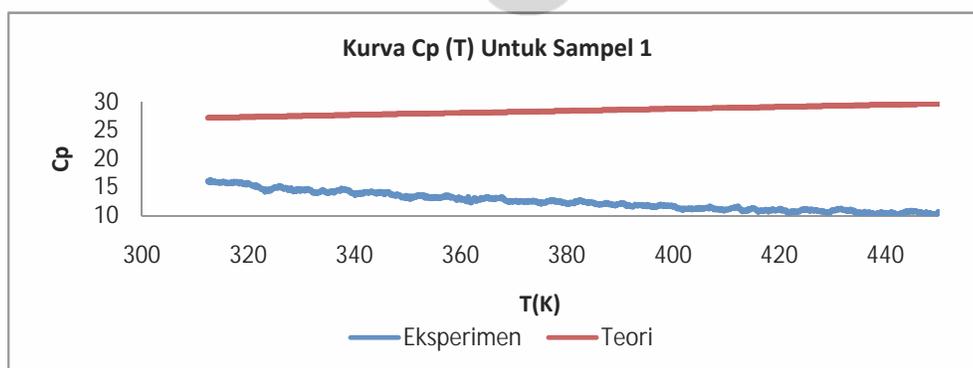
	Sn Plat	Sampel 1		Sampel 2		Sampel 3		Sampel 4	Sampel 5	Sampel 6	Pb Murni
		Peak 1	Peak 2	Peak 1	Peak 2	Peak 1	Peak 2				
Peak (°C)	227,19	176,4	212,37	178,83	188,89	178,68	204,73	141,59	106,74	177,69	325,13
Onset (°C)	224,74	174,91	200,58	177,06	185,26	176,87	193,25	138,15	101,28	175,96	322,87
Endset (°C)	229	179,4	216,86	180,5	190,93	180,71	205,95	146	109,39	180,07	325,5
Heat (ΔH) (J/g)	-94,32	-10,73	-80,51	-45,88	-6,01	-24,1	-39,77	-60,35	-62,22	-66,02	-33,74

#### IV.4.2 Kapasitas Panas (Cp)

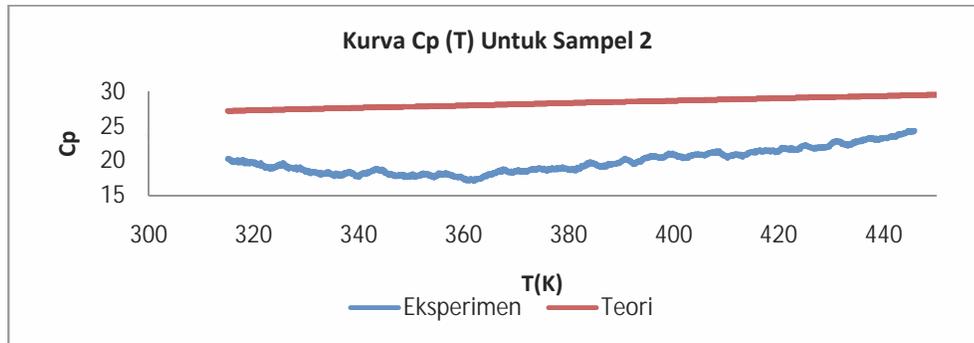
Pada karakterisasi DSC, suhu pada saat dilakukan pengujian yaitu antara 31 °C – 400 °C dengan kecepatan 5°C per menit. Penentuan kapasitas panas(Cp) paduan solder Sn –Pb sebagai fungsi temperatur menggunakan persamaan III.3 :

$$C_p(T) = a + b T + c T^{-2} \quad \text{J/mol. K}$$

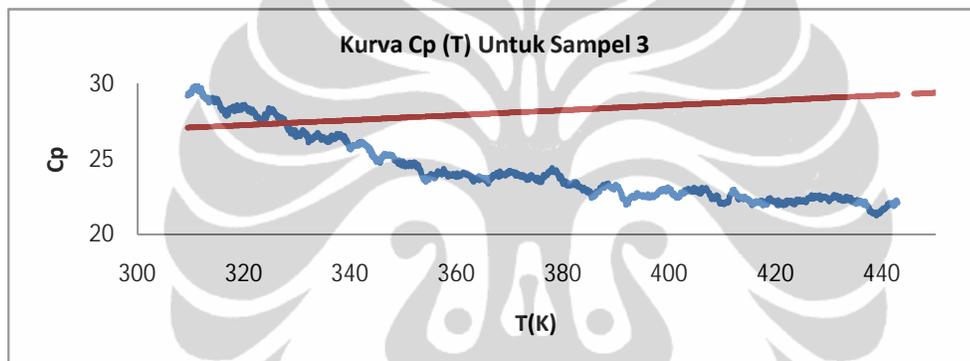
Dimana a, b dan c adalah konstanta yang tergantung pada jenis material.



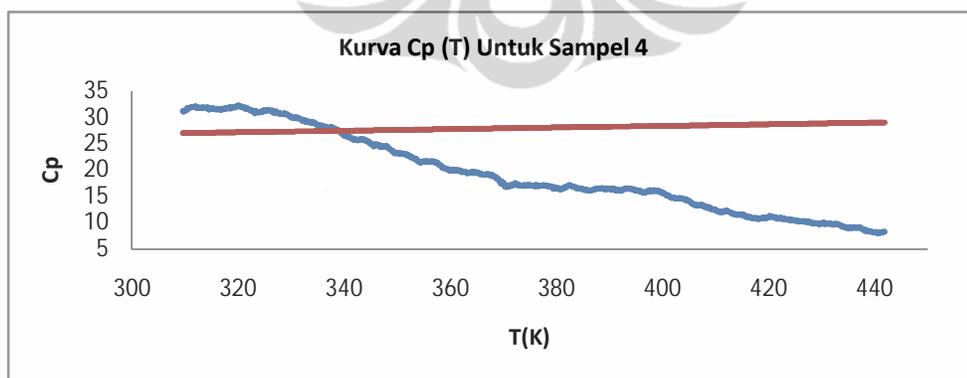
**Gambar IV.8 Kurva Cp(T) Antara Sampel 1 Paduan Solder Sn-Pb Eksperimen dengan teori**



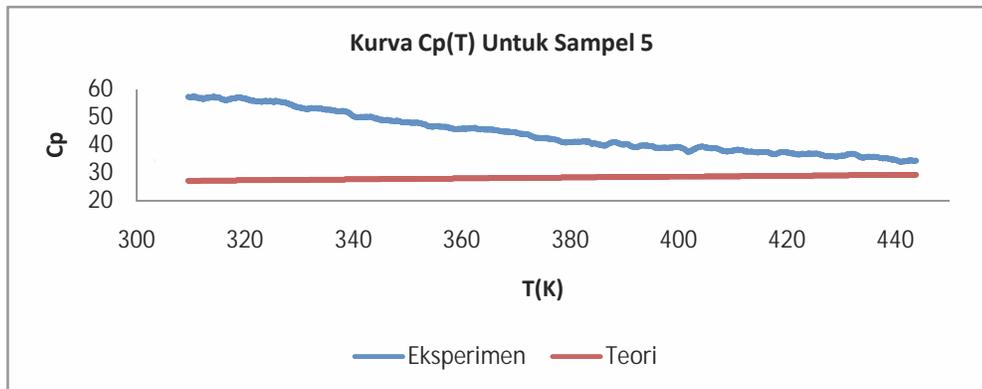
**Gambar IV.9 Kurva Cp(T) Antara Sampel 2 Paduan Solder Sn-Pb Eksperimen dengan teori**



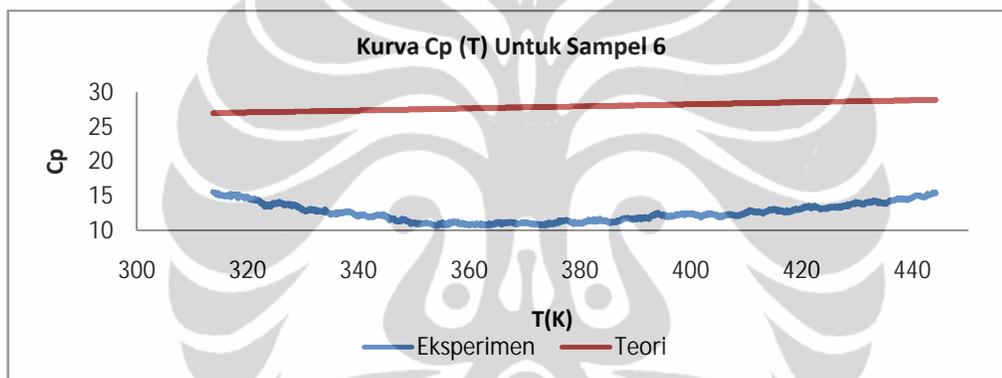
**Gambar IV.10 Kurva Cp(T) Antara Sampel 3 Paduan Solder Sn-Pb Eksperimen dengan Teori**



**Gambar IV.11 Kurva Cp(T) Antara Sampel 4 Paduan Solder Sn-Pb Eksperimen dengan Teori**



**Gambar IV.12 Kurva Cp(T) Antara Sampel 5 Paduan Solder Sn-Pb Eksperimen dengan Teori**



**Gambar IV.13 Kurva Cp(T) Antara Sampel 6 Paduan Solder Sn-Pb Eksperimen dengan Teori**

Dari 6 kurva yang ditampilkan pada Gambar IV.9-14, terlihat bahwa dari sampel yang mempunyai komposisi Sn lebih sedikit, maka nilai Cp yang didapat secara eksperimen akan semakin kecil bila dibandingkan dengan hasil perhitungan Cp teoritis. Sampai pada sampel 5, terlihat nilai Cp lebih besar bila di bandingkan dengan nilai Cp hasil perhitungan teoritis.,Ddan pada komposisi 60Sn-40Pb, pada sampel 6, nilai Cp eksperimen turun kembali.

## BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

### V.1. Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, berikut ini beberapa kesimpulan yang dapat ditarik:

1. Dari karakterisasi XRD, Dari hasil perhitungan ukuran kristalit pada BAB IV, terlihat bahwa penambahan Pb pada paduan solder menyebabkan ukuran kristalit pada fasa Pb bertambah besar. Lain halnya dengan frasa Sn, untuk Sn yang berstruktur kubik bertambahnya Pb dalam paduan solder Sn-Pb justru membuat ukuran kristalit pada fasa tersebut cenderung mengalami penurunan ( semakin kecil). Berbeda lagi dengan fasa Sn berstruktur tetragonal, dari perhitungan di atas terlihat tidak ada kecenderungan.
2. Tidak hanya pada ukuran kristalit dari tiap paduan solder Sn-Pb yang mengalami perubahan tetapi pengamatan dengan menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM) dapat dilihat perubahan dari tiap variasi komposisi paduan solde Sn-Pb. Dari hasil SEM, dapat dilihat bahwa semakin medekati komposisi eutektik maka butiran-butiran dari paduan solder semakin kecil dan atau semakin halus.
3. Dari karakterisasi DSC, dapat dilihat perubahan dari titik lebur tiap sampel paduan solder. Pada sampel 1, 2, dan 3 dapat dilihat adanya 2 titik lebur yang artinya proses peleburan terjadi 2 kali, hal ini disebabkan karena adanya 2 fasa yang berbeda titik leburnya sehingga terdapat 2 endotermik pada sampel tersebut. Tidak hanya itu, pada ke3 sampel tersebut endotermik yang terbentuk pun sangat kecil bila di bandingkan dengan sampel lainnya. Dari sampel yang mempunyai komposisi (wt%) Sn paling banyak, maka nilai  $C_p$  yang didapat secara eksperimen akan semakin kecil bila dibandingkan dengan hasil perhitungan  $C_p$  teoritis. Sampai pada sampel 5, terlihat nilai  $C_p$  lebih besar bila di bandingkan dengan nilai  $C_p$  hasil perhitungan teoritis. Dan pada komposisi 60Sn-40Pb, pada sampel 6, nilai  $C_p$  eksperimen turun kembali.

## V.2. Saran

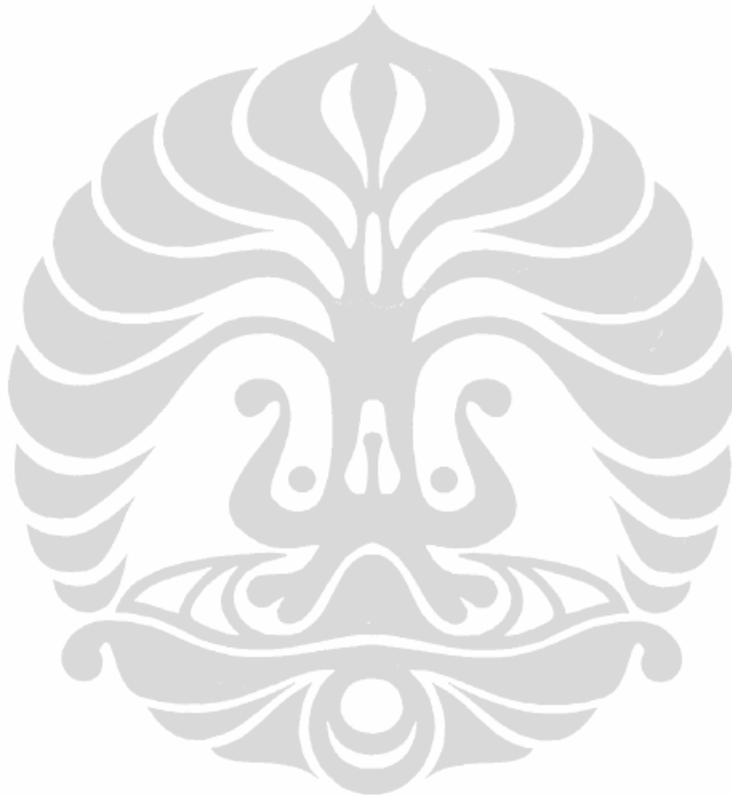
Untuk penelitian selanjutnya, komposisi sampel dapat lebih divariasikan lagi dengan rentang dari 0%Sn-100%Pb sampai dengan 100%Sn-0%Pb sehingga pengamatan terhadap karakterisasi dari paduan loga Sn-Pb lebih jelas.



## DAFTAR REFERENSI

- ASM Handbook Committee. (1992). *ASM Handbook Volume 3: Alloys Phase Diagrams*. USA: ASM International.
- Carol Handwerker, Ursula Kattner, Kil-Won Moon. (2007). *Lead-Free Solder : Fundamental Properties of Pb-Free Solder*, 32-34.
- Cullity. B. D. (1978). *Element of X-Ray Diffraction*, second edition, 99-102, 281-285, Departement of Metallurgical Engineering and Material Science University of Notre Dame. USA : Addison-Wesley Publishing Company, inc.
- Hikam, Muhammad. (2007). *Catatan Kuliah Kristalografi dan Teknik Difraksi Program Studi Ilmu Material* Departemen Fisika FMIPA. Jakarta : Universitas Indonesia.
- Instruction Manual, Specific Heat Capacities Program for Differential Scanning Calorimeter DSC-50. (1990). *Analytical Instruments Division*. Japan: Shimadzu Corporation.
- Mike Judd, Keith Brindly. (1999). *Soldering in Electronics Assembly Second Edition*, 51-52.
- P. J. Haines, M. Reading, F. W. Wilburn. (1998). *Differential Thermal Analysis and Differential Scanning Analysis. Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry Vol 1*, 279-333.
- Pedersen, A. S. N, Pryds, S. Linderoth, P. H. Larsen, dan J. Kjoller. (2001). *The Determination of Dynamic and Equilibrium Solid/Liquid Transformation Data for Sn-Pb Using DSC*. *Journal Of Thermal Analysis and Calorimetry*, vol 64, 887-894.
- Ragone. V. David. (1995). *Thermodynamics of Material Vol. I & II*, hal. 14, *Massachussets Institute of Technology*. Canada: John Wiley & Sons.
- T, Paul Vianco. *The Metallurgical Aspects, Properties, and Applications of Solders from The Lead-Tin System*. *Handbook of Lead Technology for Microelectric Assemblies*, 168-179.
- W.D Callister, Jr. (2003-2004). *Material Science and Engineering an Introduction, sixth edition*, hal. 656-657. Departement of Metallurgical Engineering The University of Utah. Canada : John Wiley & Sons, Inc.

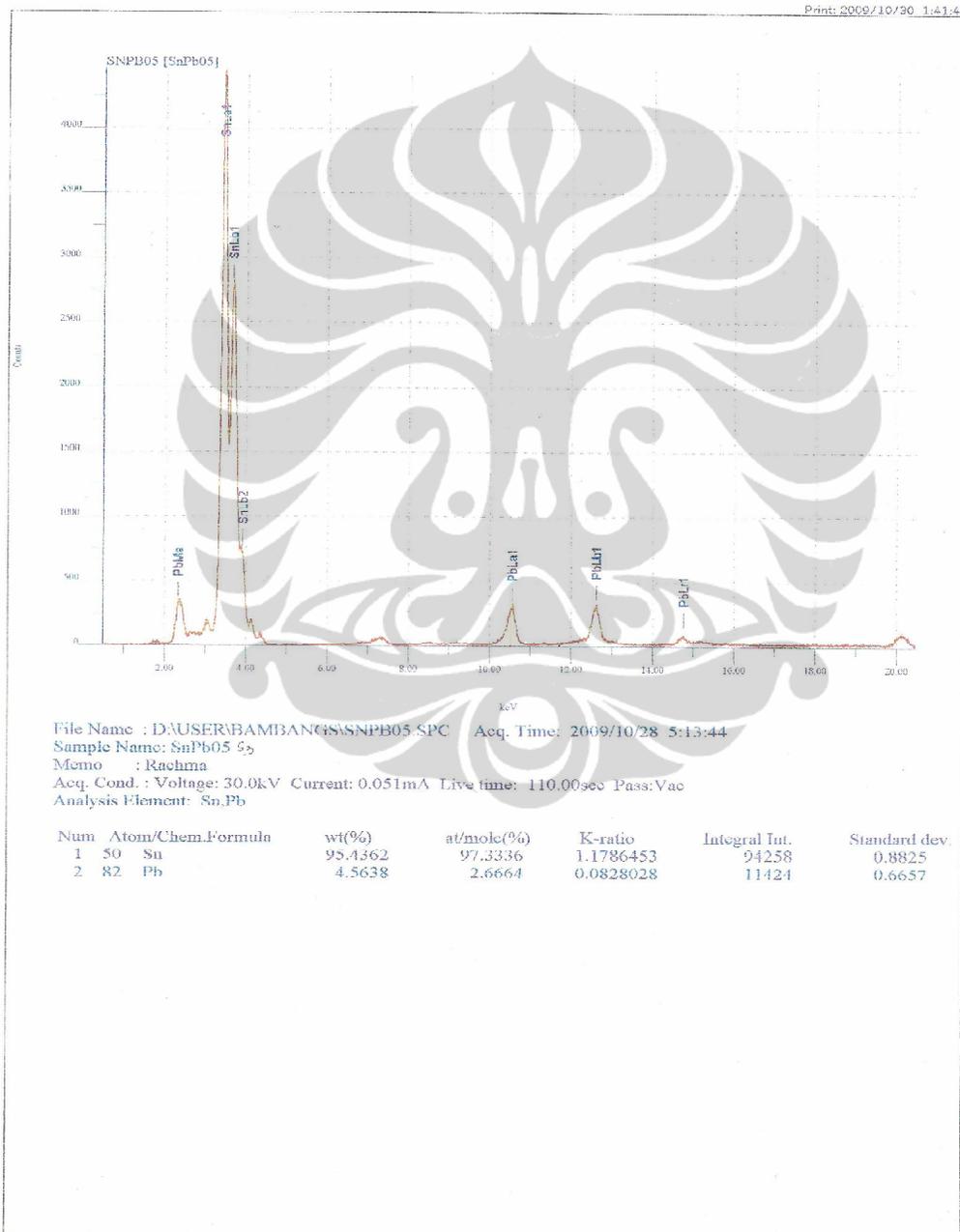
Yulistianti. (2006). *Penentuan kapasitas Panas Iron Ore Mengandung Ilmenite*. Tesis. Program Pasca Sarjana. Program Studi Ilmu Material. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Jakarta: Universitas Indonesia.



## LAMPIRAN

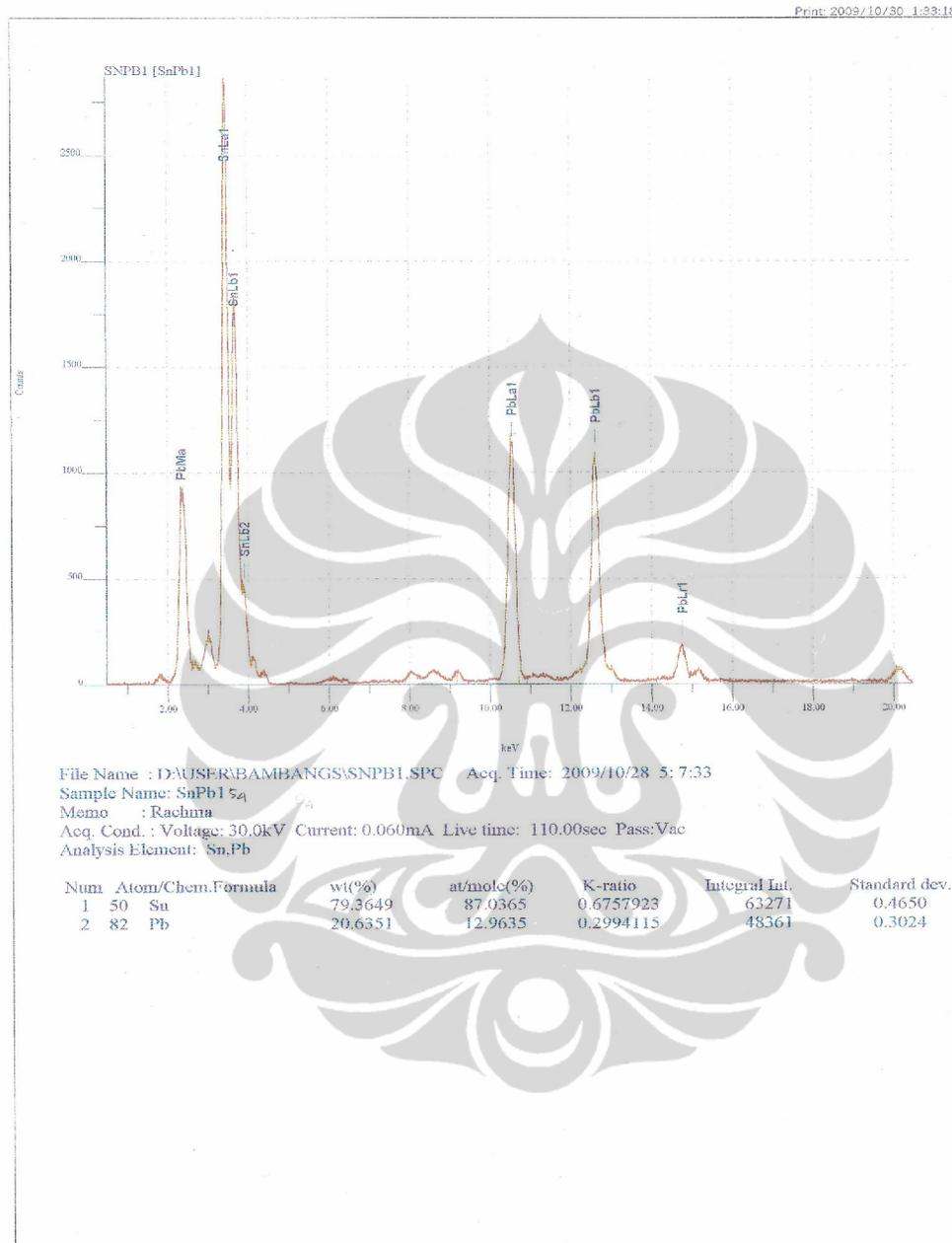
Lampiran 1 : Hasil Uji XRF untuk Mengetahui Komposisi Sampel Paduan Solder Sn-Pb

Sampel 1 : (5,44Sn-4,5Pb)

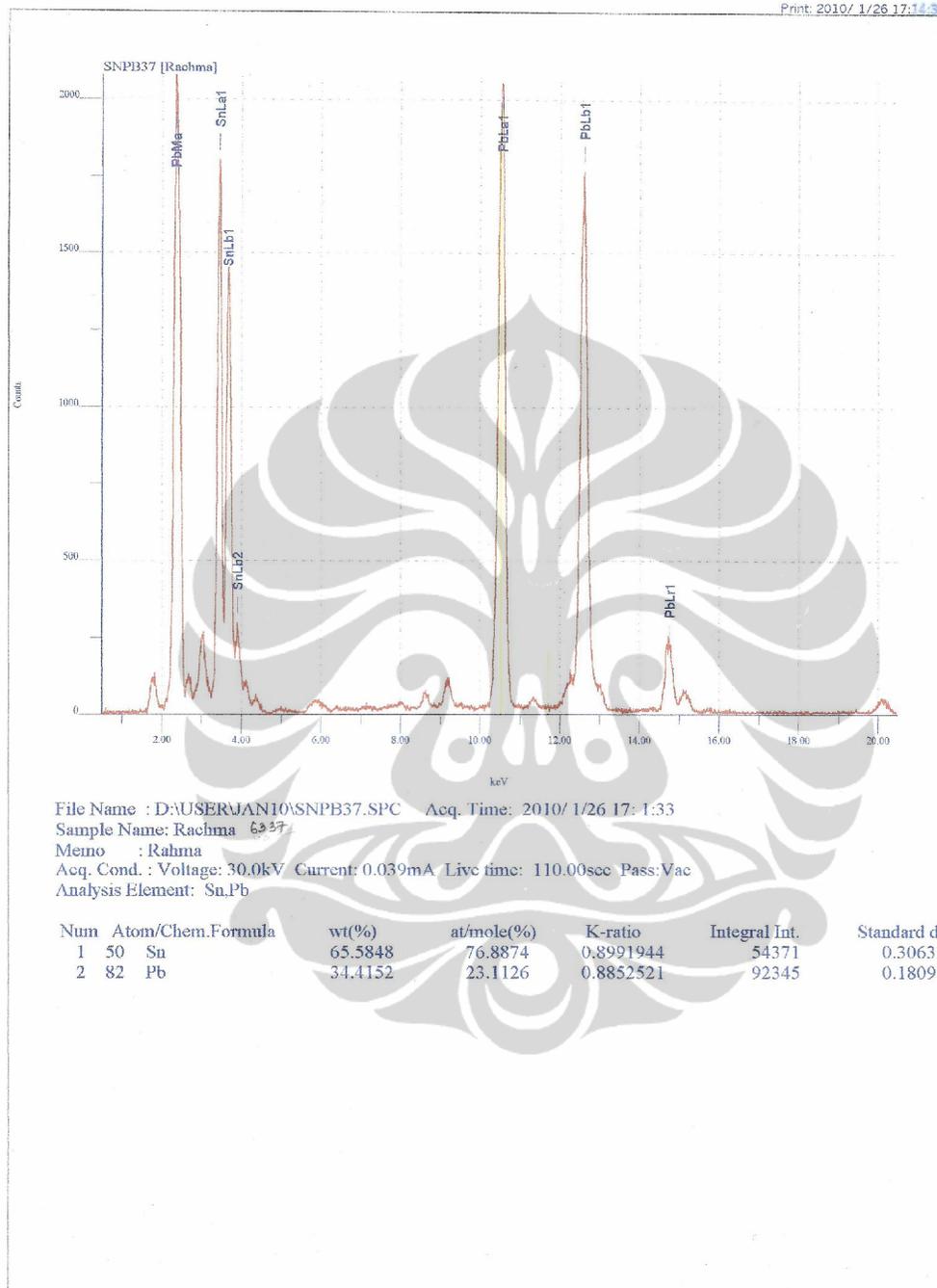




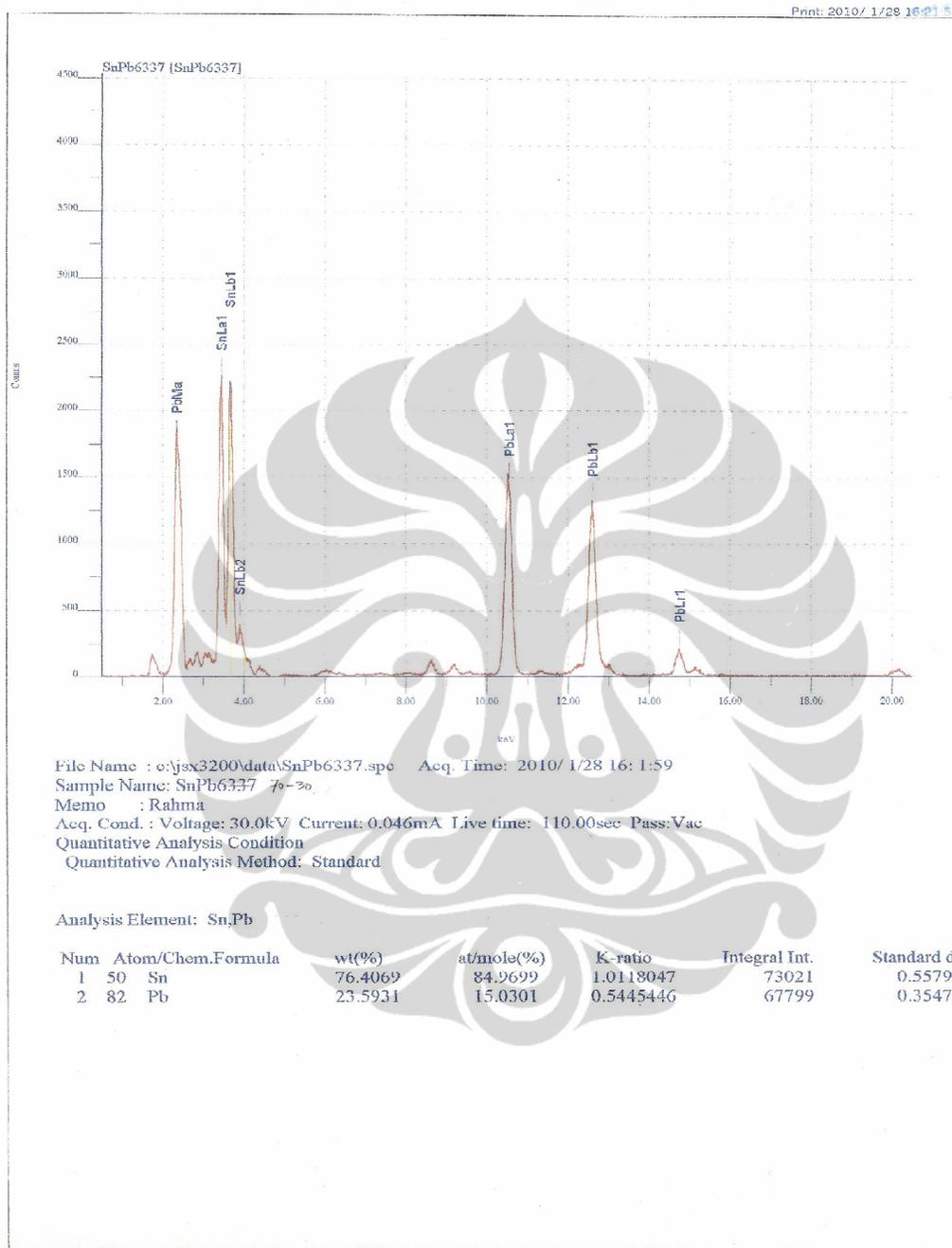
## Sampel 3 : 79,36Sn-20,64Pb



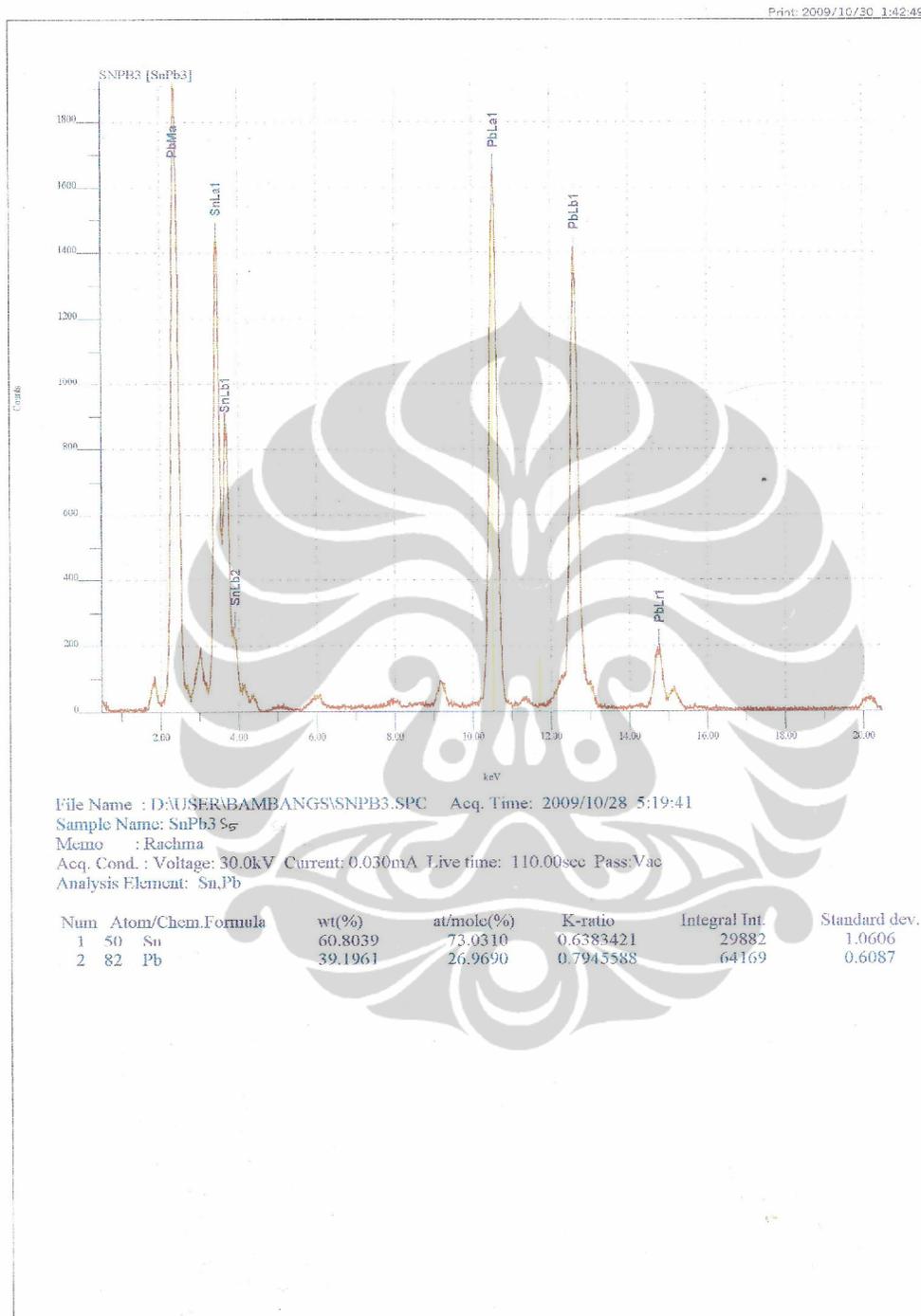
## Sampel 4 : 76,41Sn-23,59Pb



Sampel 5 :65,58Sn-34,42Pb



## Sampel 6 : 60,8Sn-39,2Pb



Lampiran 2 : **Keluaran Pencarian Puncak Aplikasi APD dan Perhitungan Ukuran Kristalit**

**Keluaran APD Untuk Sampel Sn**

<b>Angle</b>	<b>FWHM</b>	<b>Peak int</b>	<b>Back. int</b>	<b>Rel. int</b>	<b>Signif.</b>
<b>[2<math>\theta</math>]</b>	<b>[2<math>\theta</math>]</b>	<b>[counts]</b>	<b>[counts]</b>	<b>[%]</b>	
<b>25.28</b>	0.48	10	59	0.7	1.27
<b>35.75</b>	0.48	12	37	0.8	1.01
<b>37.385</b>	0.18	1183	36	85.5	28.72
<b>52.69</b>	0.12	1246	21	90	10.5
<b>52.85</b>	0.06	562	20	40.6	1.79
<b>65.31</b>	0.08	357	13	25.8	2.82
<b>65.465</b>	0.08	222	13	16	2.22
<b>74.235</b>	0.1	21	12	1.5	0.77
<b>76.76</b>	0.1	38	12	2.8	0.9
<b>84.6</b>	0.4	6	12	0.5	0.84
<b>87.62</b>	0.12	15	12	1.1	0.83
<b>95.955</b>	0.12	1384	18	100	15.51
<b>96.23</b>	0.1	671	18	48.5	6.15

### Keluaran APD Untuk Sampel Pb

Angle	FWHM	Peak int	Back. int	Rel. int	Signif.
[2 $\theta$ ]	[2 $\theta$ ]	[counts]	[counts]	[%]	
25.735	0.24	61	32	8.5	0.82
28.48	0.48	50	32	7	1.02
30.805	0.24	169	32	23.5	3.5
33.265	0.06	718	32	100	0.99
35.3	0.12	81	32	11.3	1.64
36.415	0.1	317	32	44.1	3
37.1	0.2	437	32	60.8	13.84
39.855	0.32	49	32	6.8	1.7
41.685	0.18	581	32	80.9	6.77
42.35	0.16	128	32	17.8	2.03
43.7	0.14	14	32	1.9	0.75
48.32	0.4	11	34	1.5	1.14
49.65	0.48	15	32	2.1	1.9
53.555	0.96	20	37	2.8	2.58
57.06	0.14	475	32	66.2	3.38
57.22	0.1	324	32	45.1	1
59.325	0.24	16	31	2.2	1.12
61.43	0.16	52	30	7.2	1.74
64.64	0.72	119	34	16.5	10.65
70.855	0.24	196	44	27.3	2.94
73.62	0.1	71	26	9.8	1
77.46	0.06	48	25	6.6	1.01
79.04	0.2	50	22	7	1.75
90.865	0.32	38	30	5.4	0.95
93.645	0.32	59	30	8.3	1.08
94.605	0.32	56	32	7.8	0.93

### Keluaran APD Untuk Sampel 1

Angle	FWHM	Peak int	Back. int	Rel. int	Signif.
[2 $\theta$ ]	[2 $\theta$ ]	[counts]	[counts]	[%]	
<b>35.925</b>	0.2	121	42	19.4	1.21
<b>36.27</b>	0.14	182	41	29.2	2.4
<b>37.01</b>	0.24	169	41	27	3.91
<b>37.635</b>	0.12	420	40	67.2	1.14
<b>37.855</b>	0.18	625	40	100	7.84
<b>42.905</b>	0.16	69	29	11	1.13
<b>51.95</b>	0.2	137	20	21.9	3.3
<b>52.87</b>	0.12	204	19	32.7	1.52
<b>53.125</b>	0.1	433	19	69.2	2.06
<b>62.045</b>	0.28	28	14	4.5	1.74
<b>65.705</b>	0.36	55	14	8.8	6.72
<b>74.235</b>	0.08	106	14	17	0.78
<b>74.405</b>	0.1	164	14	26.2	1.26
<b>76.11</b>	0.2	25	14	4	0.76
<b>76.74</b>	0.06	42	14	6.8	0.75
<b>77.02</b>	0.16	117	14	18.7	2.09
<b>77.955</b>	0.4	10	14	1.5	0.88
<b>86.85</b>	0.12	52	13	8.3	2.6
<b>87.905</b>	0.08	110	12	17.6	0.96
<b>88.18</b>	0.12	52	12	8.3	1.08
<b>92.995</b>	0.8	4	10	0.7	1.14
<b>96.185</b>	0.08	156	12	25	0.94

### Keluaran APD Untuk Sampel 2

Angle	FWHM	Peak int	Back. int	Rel. int	Signif.
[2 $\theta$ ]	[2 $\theta$ ]	[counts]	[counts]	[%]	
<b>36.125</b>	0.12	164	42	31.8	3.18
<b>36.675</b>	0.06	253	41	49.1	0.89
<b>36.995</b>	0.1	515	40	100	0.93
<b>37.16</b>	0.12	420	40	81.6	1.99
<b>37.845</b>	0.24	29	38	5.7	1.86
<b>42.855</b>	0.12	369	29	71.5	3.22
<b>51.875</b>	0.24	12	20	2.2	0.84
<b>52.99</b>	0.08	88	19	17.1	1.11
<b>53.15</b>	0.1	71	19	13.7	0.82
<b>62.225</b>	0.12	66	15	12.7	0.98
<b>74.13</b>	0.16	119	14	23.1	1.4
<b>76.12</b>	0.4	6	14	1.2	0.88
<b>78.02</b>	0.14	31	14	6.1	1.01
<b>78.345</b>	0.24	29	14	5.7	0.81
<b>93.075</b>	0.48	18	12	3.6	2.28

### Keluaran APD Untuk Sampel 3

Angle	FWHM	Peak int	Back. int	Rel. int	Signif.
[2 $\theta$ ]	[2 $\theta$ ]	[counts]	[counts]	[%]	
25.325	0.64	14	66	1.1	1.45
35.81	0.14	353	44	28.2	5.27
36.6	0.2	488	42	39	14.91
37.48	0.16	1253	41	100	17.58
42.545	0.12	182	30	14.5	2.41
51.51	0.14	144	20	11.5	3.39
52.74	0.1	586	20	46.7	4.28
61.595	0.12	100	15	8	1.82
65.36	0.12	130	14	10.4	2.75
73.785	0.06	81	14	6.5	0.81
74.215	0.12	199	14	15.9	3.1
75.765	0.1	58	14	4.6	1.59
75.995	0.08	32	14	2.6	1.01
76.765	0.1	156	14	12.5	2.56
76.98	0.08	71	14	5.6	0.77
77.715	0.14	34	14	2.7	1.37
86.65	0.12	94	13	7.5	2.91
86.925	0.08	48	13	3.8	1.65
87.635	0.1	100	13	8	1.7
87.925	0.08	45	13	3.6	2.24
92.72	0.32	10	12	0.8	1.02
95.955	0.16	149	12	11.9	4.29

#### Keluaran APD Untuk Sampel 4

Angle	FWHM	Peak int	Back. int	Rel. int	Signif.
[2 $\theta$ ]	[2 $\theta$ ]	[counts]	[counts]	[%]	
35.975	0.24	174	36	27.4	6.92
36.72	0.12	346	36	54.5	1.95
37.565	0.18	635	34	100	8.12
37.735	0.08	404	34	63.6	0.98
39.83	0.24	18	29	2.9	1.42
42.685	0.28	193	27	30.4	8.1
51.67	0.12	86	19	13.6	1.38
52.91	0.14	449	18	70.8	4
61.73	0.1	119	16	18.7	0.81
65.455	0.06	104	15	16.4	0.8
73.95	0.24	132	18	20.8	2.15
74.345	0.28	207	18	32.7	5.44
75.845	0.16	27	18	4.3	0.76
76.905	0.12	106	17	16.7	1.72
77.825	0.24	37	16	5.9	1.57
81.15	0.24	5	14	0.8	1.09
86.835	0.32	27	15	4.3	1.82
87.74	0.2	52	15	8.2	1.78
92.91	0.2	12	14	1.9	0.84
96.135	0.12	156	14	24.6	1.51
96.41	0.12	81	14	12.8	1.89

### Keluaran APD Untuk Sampel 5

Angle	FWHM	Peak int	Back. int	Rel. int	Signif.	Ukuran Kristalit
[2 $\theta$ ]	[2 $\theta$ ]	[counts]	[counts]	[%]		(nm)
35.86	0.2	156	40	29.5	4.42	7.659086
36.675	0.22	488	38	92.3	14.56	6.946606
37.48	0.18	529	37	100	11.17	8.470318
42.53	0.12	250	28	47.2	1.86	12.50324
51.54	0.12	108	17	20.4	2.13	12.08241
52.775	0.14	342	17	64.7	3.65	10.30186
58.075	0.96	4	14	0.7	1.04	1.466287
61.66	0.14	128	14	24.1	1.5	9.875016
65.37	0.2	76	14	14.3	2.99	6.775342
73.78	0.08	164	14	31	0.81	16.09586
74.21	0.12	151	14	28.6	3.1	10.70028
75.78	0.12	27	14	5.1	0.99	10.58838
76.765	0.1	81	14	15.3	1.02	12.6206
77.67	0.12	49	14	9.3	1.43	10.45105
86.71	0.1	46	12	8.7	1.22	11.70661
87.64	0.16	53	12	10.1	1.72	7.260326
92.735	0.4	16	14	3	1.49	2.777389
95.975	0.12	112	14	21.2	1.99	8.979733
96.205	0.08	64	14	12.1	0.82	13.43956

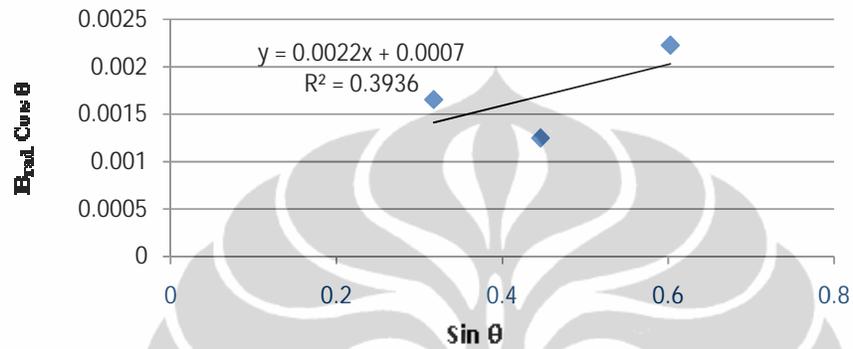
### Keluaran APD Untuk Sampel 6

Angle	FWHM	Peak int	Back. int	Rel. int	Signif.	Ukuran Kristalit
[2 $\theta$ ]	[2 $\theta$ ]	[counts]	[counts]	[%]		(nm)
<b>36.16</b>	0.1	216	40	30.5	1.17	15.30514
<b>36.89</b>	0.08	708	40	100	1.14	19.09125
<b>37</b>	0.08	511	40	72.2	1.06	19.08513
<b>37.735</b>	0.1	595	40	84.1	1.31	15.23502
<b>37.795</b>	0.1	506	40	71.5	0.8	15.2323
<b>42.845</b>	0.36	313	32	44.3	16.83	4.163273
<b>51.825</b>	0.08	121	21	17.1	1.05	18.10179
<b>53.085</b>	0.1	324	20	45.8	1.48	14.4032
<b>61.91</b>	0.24	177	18	25	4.73	5.752912
<b>65.635</b>	0.06	90	17	12.8	0.85	22.5509
<b>74.085</b>	0.28	231	19	32.7	5.01	4.589615
<b>74.5</b>	0.1	182	19	25.8	1.18	12.81571
<b>76.075</b>	0.12	40	19	5.6	1.11	10.56713
<b>77.075</b>	0.32	79	18	11.2	6.37	3.935471
<b>77.95</b>	0.24	64	18	9	2.4	5.215228
<b>86.96</b>	0.28	35	15	4.9	1.9	4.17231
<b>87.935</b>	0.12	56	15	7.9	1.39	9.656487
<b>92.95</b>	0.2	23	15	3.3	0.9	5.543836
<b>96.165</b>	0.24	104	15	14.7	3.59	4.481596

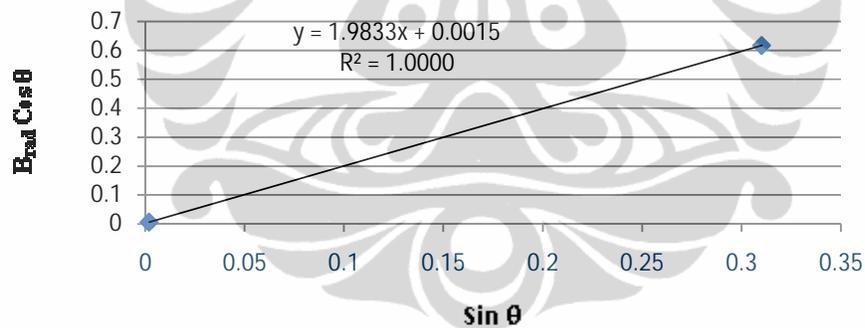
Lampiran 3 : Kurva Perubahan Ukuran Kristalit pada Masing-masing Variasi Sampel Solder Sn-Pb

Paerubahan Ukuran Kristali untuk Sampel 2

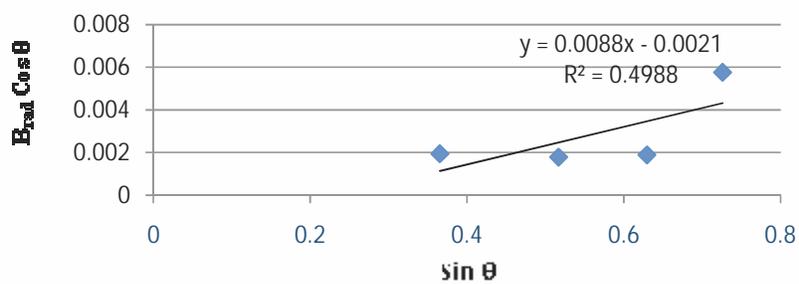
Sn Tetragonal



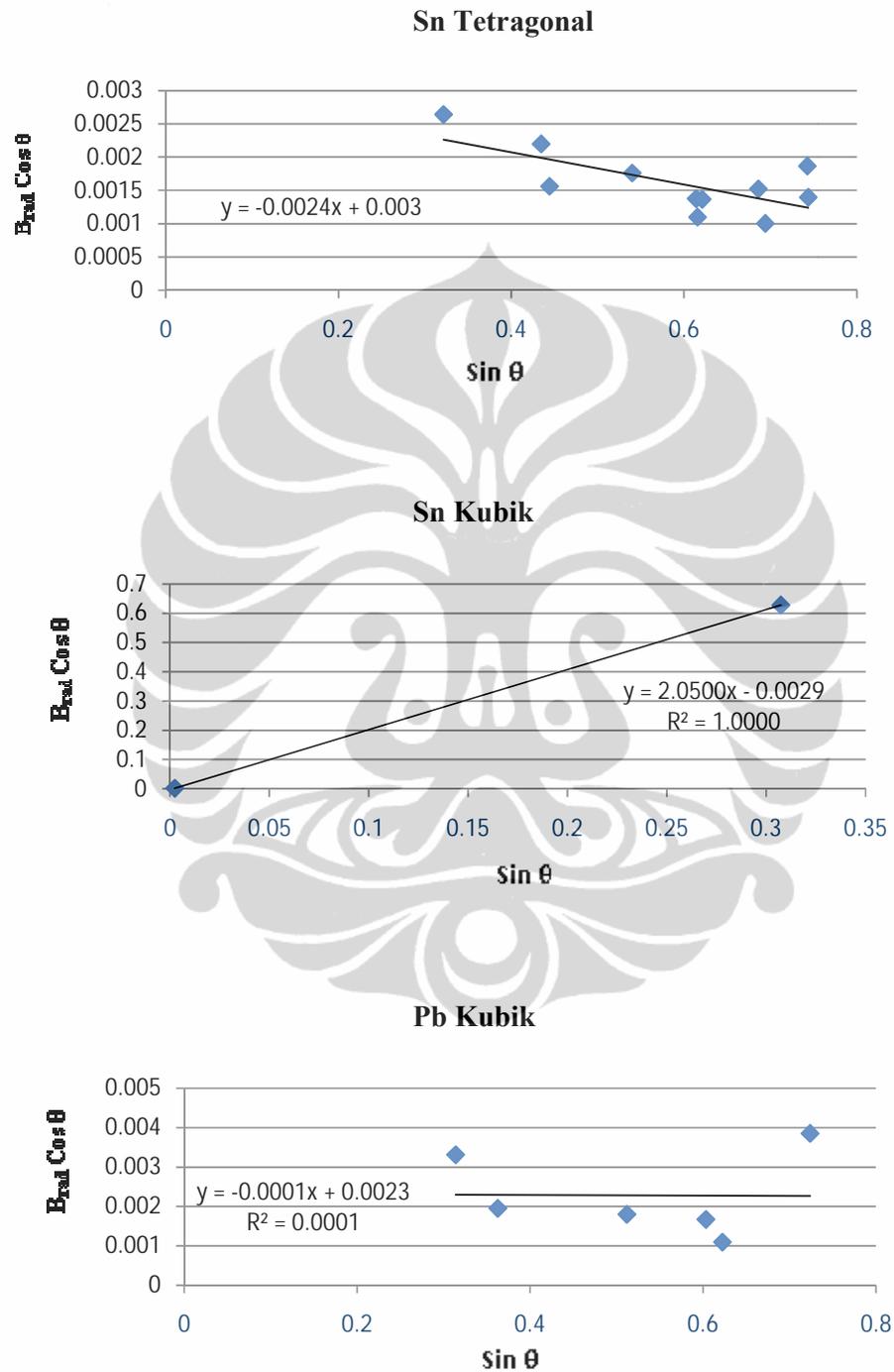
Sn Kubik



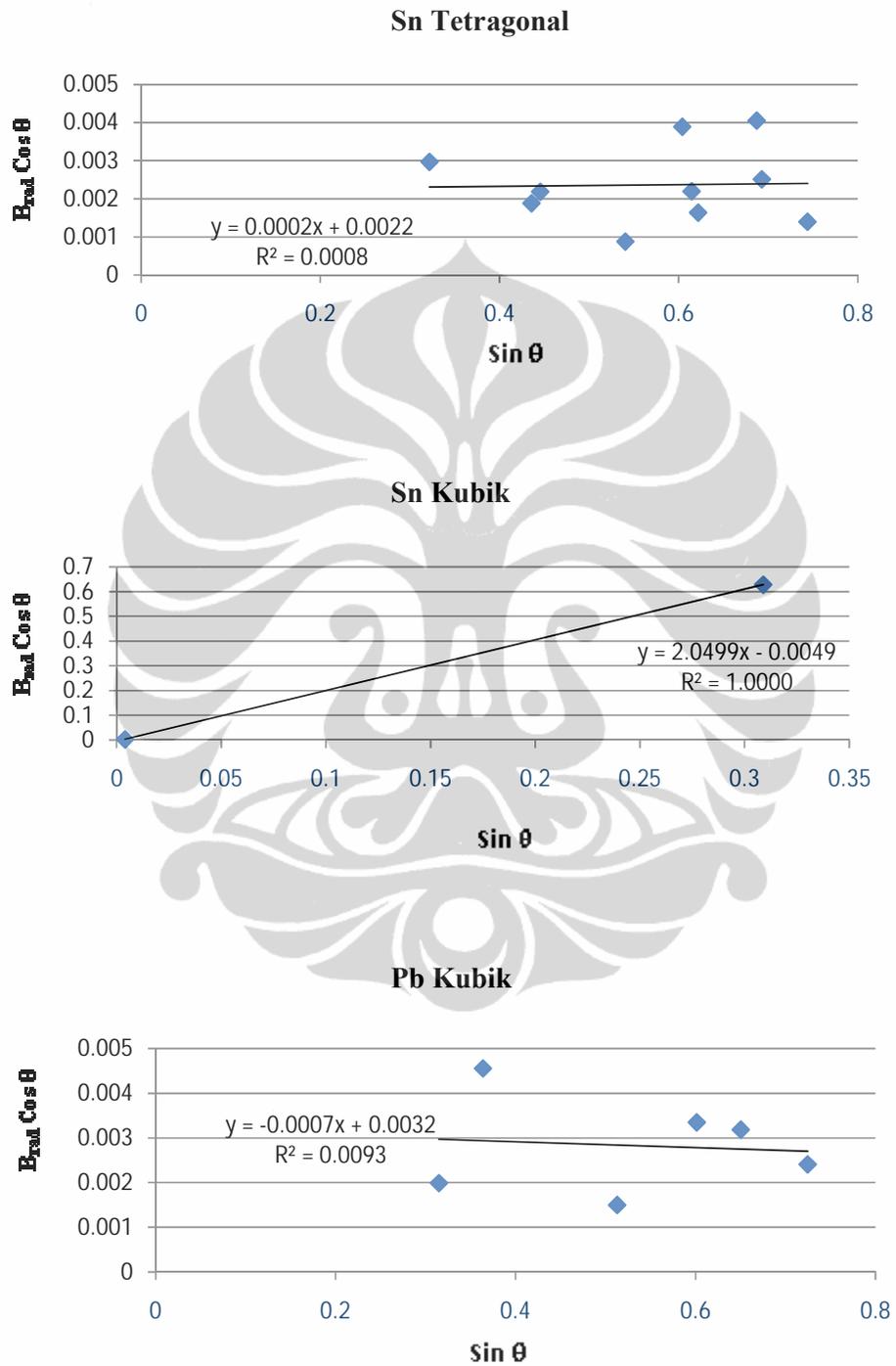
Pb Kubik



### Perubahan Ukuran Kristalit Untuk Sampel 3

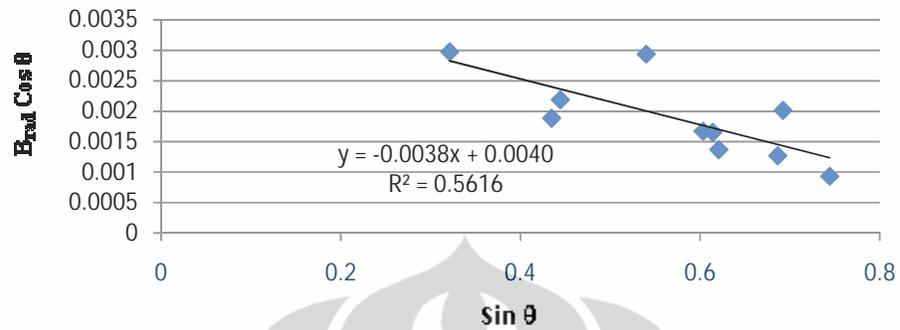


## Perubahan Ukuran Kristalit untuk Sampel 4

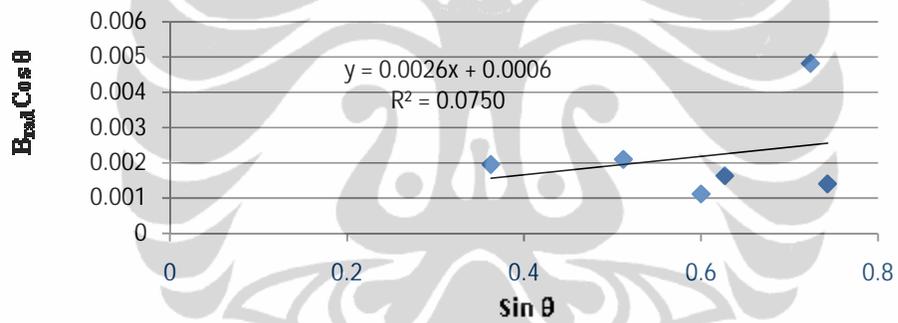


## Perubahan Ukuran Kristalit untuk Sampel 5

### Sn Tetragonal

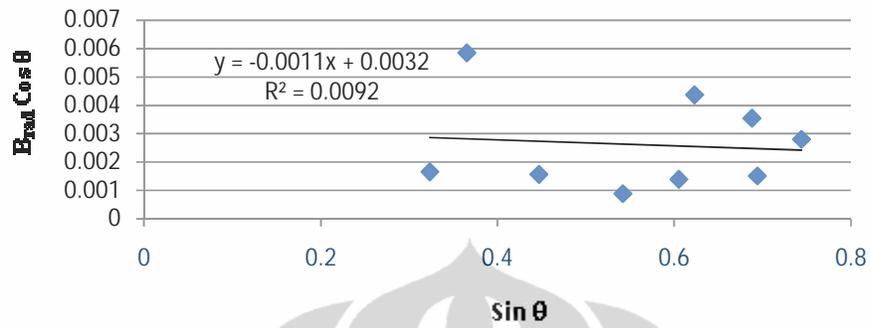


### Sn Kubik

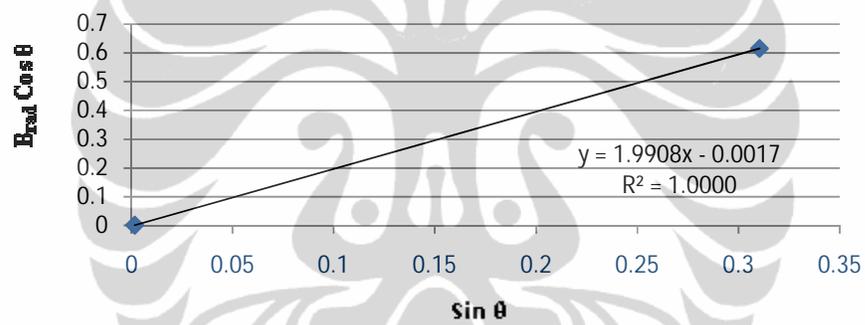


## Perubahan Ukuran Kristalit untuk Sampel 6

### Sn Tetragonal



### Sn Kubik



### Pb Kubik

