

PENGARUH TEMPERATUR AGING TERHADAP TEMPERATUR TRANSFORMASI PADUAN Ti-50.7at.%Ni SHAPE MEMORY

Kurnia Hastuti^{1*)}, Esah Hamzah²⁾, Jasmi Hashim²⁾

¹⁾Program Studi Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Islam Riau, Pekanbaru

²⁾Faculty of Mechanical Engineering, Universiti Teknologi Malaysia

*) Email : kurnia@eng.uir.ac.id

ABSTRACT

The objective of this research is to determine effect of aging temperature on transformation temperatures of Ti-50.7at.% Ni alloy. Transformation temperatures are important issues for shape memory alloys due to superelasticity and shape memory behaviour only exist on the certain temperatures. Thus, the application of shape memory alloys was limited by transformation temperatures. In this research, material was heated up to 900°C for one hour followed by quenching in water to room temperature. Then the materials were aged at various temperatures, namely, 300°C, 400°C, 500°C and 600°C for five hours. Transformation temperatures were examined using Differential Scanning Calorimetry (DSC). Results of the research show that B19' martensite present in microstructures of as-received material although DSC graph indicates that A_f was lower than room temperature. This probably due to the presence of dislocations resulted from cold rolled during manufacturing process. Dislocations causes B19' martensite exist in the temperature higher that it should be. Aging at various temperatures, such as 300°C, 400°C, 500°C dan 600°C encourages phase transformation of Ti-50.7at.%Ni alloy occurs in two stages that are B2 austenite transforms into R phase, then transforms into B19' martensit.

Keyword : Ti-50.7at.%Ni, Shape Memory Alloy, Aging Temperature, Transformation Temperatures, DSC

ABSTRAK

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh temperatur aging terhadap temperatur transformasi paduan Ti-50.7at.%Ni. Temperatur transformasi menjadi sangat penting pada material paduan shape memory karena sifat superelastis dan shape memory hanya akan dihasilkan pada temperatur tertentu sehingga membatasi penggunaan material ini. Pada penelitian ini, material diberi perlakuan panas dengan cara solution treatment pada 900°C selama satu jam diikuti dengan pendinginan dalam air. Selanjutnya aging pada empat temperature yang berbeda yaitu 300°C, 400°C, 500°C dan 600°C. Temperatur transformasi diamati dengan menggunakan Differential Scanning Calorimetry (DSC). Hasil penelitian menunjukkan kehadiran B19' martensit dalam struktur mikro material as-received tidak dapat dijelaskan dengan hasil grafik DSC. Hal ini dimungkinkan karena masih adanya pengaruh rolling dingin pada saat proses pembuatan plat yang menyisakan kehadiran dislokasi di dalam material. Dislokasi ini menyebabkan martensit hadir pada temperature yang lebih tinggi dari seharusnya. Aging pada temperature yang bervariasi yaitu 300°C, 400°C, 500°C dan 600°C menyebabkan transformasi fasa dalam material Ti-50.7at.%Ni terjadi dalam dua tahap, yaitu B2 austenit bertransformasi menjadi fasa intermediate R, selanjutnya fasa ini akan bertransformasi menjadi B19' martensit.

Kata Kunci : Ti-50.7at.%Ni, Paduan Shape Memory, Temperatur Aging, Temperatur Transformasi, DSC

1. PENDAHULUAN

Diantara paduan Ti-Ni yang memiliki sifat shape memory, paduan dengan komposisi atom hampir sama (*near-equiatomic composition*) adalah paduan yang paling banyak digunakan karena memiliki kombinasi yang baik antara sifat shape memory dan superelastisitas serta sifat mekanis dan ketahanan korosi yang baik (Nishida & Wayman, 1987; He & Liu, 2011; Zhou et al., 2005). Khususnya untuk paduan Ti-Ni yang mengandung ≥ 50.6 at.% Ni, dikenal juga sebagai paduan kaya Ni (*Ni rich near-equiatomic composition*), sangat menarik untuk dikembangkan dalam berbagai aplikasi karena temperatur transisi

fasa dapat dikontrol dengan kandungan Ni (Michutta et al., 2006; Khalil-allafi et al., 2002; Dlouhy et al., 2003).

Sifat superelastis pada paduan *shape memory* hanya akan dihasilkan bila tegangan kritis yang diperlukan untuk slip dislokasi lebih tinggi dibanding tegangan yang diperlukan untuk mendorong pembentukan martensit. Karena itu, berbagai teknik untuk meningkatkan tegangan kritis untuk slip dislokasi akan sangat membantu bagi dihasilkannya sifat superelastis (Miyazaki et al., 1986; Mitwally & Farag, 2009).

Untuk paduan kaya Ni (paduan Ti-Ni dengan kandungan > 50.6 at.% Ni), superelastisitas dapat ditingkatkan dengan aging karena paduan ini akan membentuk presipitat selama aging (Liu & Galvin, 1997). Ada tiga jenis presipitat yang terbentuk selama aging yaitu Ti_3Ni_4 , Ti_2Ni_3 and $TiNi_3$ (Povoden-Karadeniz et al., 2013). Diantara ketiga jenis presipitat tersebut hanya Ti_3Ni_4 yang berpengaruh pada transformasi dan sifat mekanis paduan *shape memory* karena presipitat ini koheren dengan matriks. Karena itu aging dilakukan pada paduan Ti-Ni bertujuan untuk mendapatkan presipitat Ti_3Ni_4 (Mitwally & Farag, 2009). Parameter pada proses perlakuan panas yaitu temperatur dan waktu akan berkontribusi pada jumlah dan ukuran presipitat.

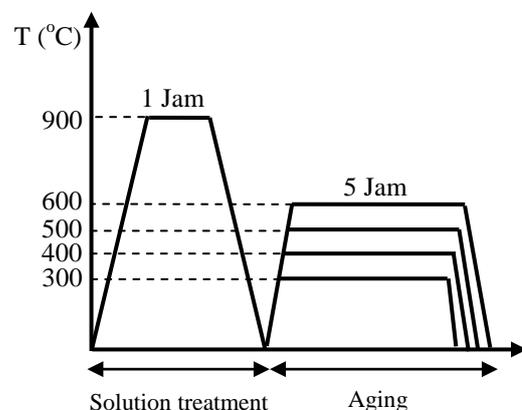
Presipitat Ti_3Ni_4 yang terbentuk selama aging berpengaruh pada transformasi fasa. Anil penuh dan quenching menyebabkan

fasa austenit B2 bertransformasi langsung menjadi martensit B19'. Sedangkan pada kondisi aging tertentu akan menghasilkan transformasi fasa yang melibatkan tiga fasa berbeda yaitu austenit B2, premartensitik R dan martensit B19' (Wang et al., 2014; Zhou et al., 2005; Jiang et al., 2009). Kehadiran presipitat Ti_3Ni_4 tidak memungkinkan B2 austenit berttransformasi langsung menjadi martensit B19' karena transformasi ini melibatkan deformasi kisi dalam jumlah yang besar.

Pada penelitian ini, aging dilakukan pada temperatur yang berbeda untuk mengetahui pengaruhnya pada temperatur transformasi fasa. Hal ini penting karena temperature transformasi akan mempengaruhi penggunaan paduan shape memory. Sifat superelastis dan *shape memory* hanya akan dihasilkan pada temperatur operasional yang tepat.

2. METODE PENELITIAN

Pada penelitian ini, paduan Ti-Ni dengan komposisi Ti-50.7at.%Ni dalam bentuk plat dengan tebal 2 mm dilakukan *solution treatment* pada $900^\circ C$ selama satu jam kemudian didinginkan cepat di dalam air hingga mencapai temperatur ruang. Temperatur ini dipilih untuk memastikan semua presipitat dan fasa dari material *as-received* bertransformasi menjadi fasa austenite. Kemudian material diaging pada temperatur yang bervariasi yaitu $300^\circ C$, $400^\circ C$, $500^\circ C$ and $600^\circ C$ selama lima jam. Skema proses perlakuan panas dapat dilihat pada Gambar 1.



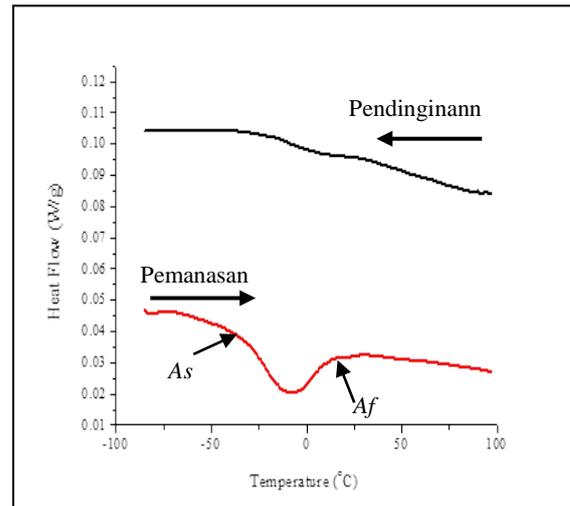
Gambar 1. Skema proses perlakuan panas.

Identifikasi fasa yang terbentuk dalam material baik sebelum maupun setelah mengalami perlakuan panas dilakukan dengan XRD dan FESEM. Spesimen sebelumnya dipotong dengan *Electric-discharged Machining* (EDM) menjadi spesimen-spesimen kecil dengan ukuran 10 mm x 10 mm. Proses persiapan pada material adalah dengan melakukan pengamplasan yang selain bertujuan untuk meratakan permukaan juga membersihkan permukaan specimen dari oksida yang terbentuk selama perlakuan panas. Setelah material bersih dan rata, langkah akhir untuk menghilangkan goresan adalah melalui proses poles dengan larutan koloidal silika. Agar struktur mikro material dapat diamati baik dibawah mikroskop optic ataupun FESEM maka material dietsa dengan zat kimia. Larutan etsa yang digunakan adalah campuran antara HF, HNO₃ dan H₂O dengan perbandingan 1 : 4 : 5.

Analisis dengan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC) dilakukan untuk menentukan temperatur transformasi paduan. Temperatur transformasi yaitu M_s , M_f , A_s and A_f penting diketahui karena sifat superelastisitas dan *shape memory* tergantung pada temperatur penggunaan paduan. Potongan kecil specimen dengan berat tidak lebih dari 15 mg dipotong dari specimen yang telah mengalami perlakuan panas. Spesimen diletakkan dalam wadah aluminium untuk dipanaskan dan didinginkan pada kecepatan 10°C/min dengan daerah pemanasan dan pendinginan antara -100°C hingga +100°C.

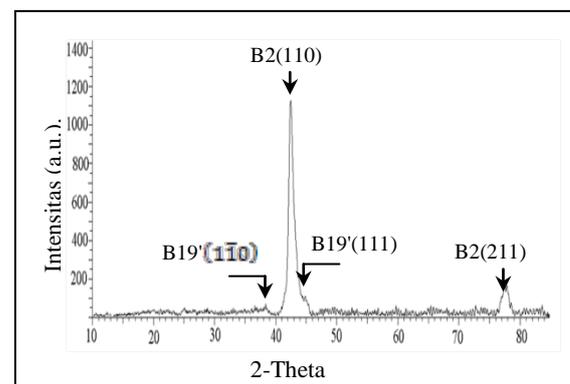
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Grafik pendinginan dan pemanasan hasil pengamatan dengan DSC pada material *as-received* ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Grafik hasil pengujian DSC material *as-received*.

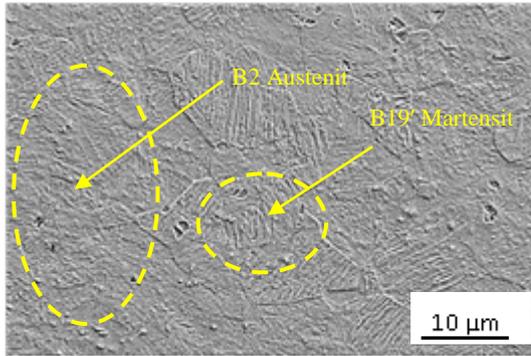
Pada grafik pendinginan, tidak terlihat adanya *peak* (gunung) sehingga temperatur awal dan temperatur akhir pembentukan martensit, M_s and M_f , tidak dapat ditentukan dari grafik tersebut. Sebaliknya, pada grafik pemanasan adanya satu *peak* menunjukkan bahwa temperatur awal dan akhir pembentukan austenit, A_s and A_f , masing-masing adalah -32.81°C and 11.78°C yang berarti berada di bawah temperatur ruang. Berdasarkan grafik ini disimpulkan bahwa fasa yang akan ditemukan pada material *as-received* adalah austenit saja karena temperatur ruang berada di atas temperatur A_f . Tetapi hasil pengamatan dengan XRD menunjukkan hal yang berbeda seperti terlihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Difraktogram material *as-received* Ti-50.7at.%Ni.

Selain austenit, fasa B19' martensit juga ditemukan pada material *as-received* seperti

juga diperlihatkan oleh foto struktur mikro pada Gambar 4.

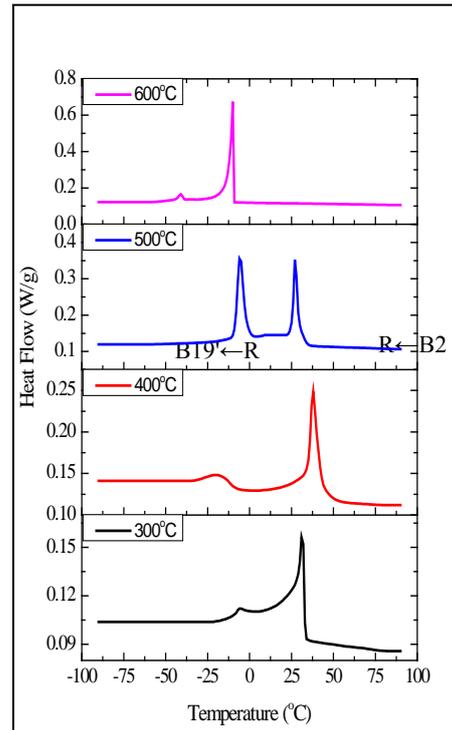


Gambar 4. Struktur mikro material as-received.

Kontradiksi hasil DSC dan XRD dapat dijelaskan seperti berikut ini. Material Ti-50.7at%Ni diterima dalam bentuk plat. Kemungkinan proses rolling dingin yang dilakukan oleh produsen masih menyisakan beberapa pengaruh diantaranya adalah kehadiran dislokasi yang belum sepenuhnya hilang dari struktur mikro material. Hal ini juga diperkuat dengan adanya pelebaran (*broadening*) *peak* pada grafik XRD. Menurut Cullity & Stock (2001), pelebaran *peak* ini dapat disebabkan karena adanya penghalusan kristal dan cacat akibat pengerjaan dingin. Adanya dislokasi ini menghalangi transformasi martensit menjadi austenit. Inilah yang menyebabkan martensit tetap ada dalam struktur mikro material pada temperatur yang lebih tinggi daripada temperatur seharusnya keberadaan martensit (Filip & Mazanec, 1995; Lin *et al.*, 1991; Lin & Wu, 1994).

Gambar 4 memperlihatkan bahwa struktur butir tidak elongated melainkan equi-axed. Ini berarti bahwa proses annealing telah dilakukan pada material as-received tetapi tidak menghilangkan seluruhnya pengaruh dari dislokasi pada material.

Grafik DSC pada specimen hasil aging pada temperatur yang bervariasi diperlihatkan pada Gambar 5 dan 6.

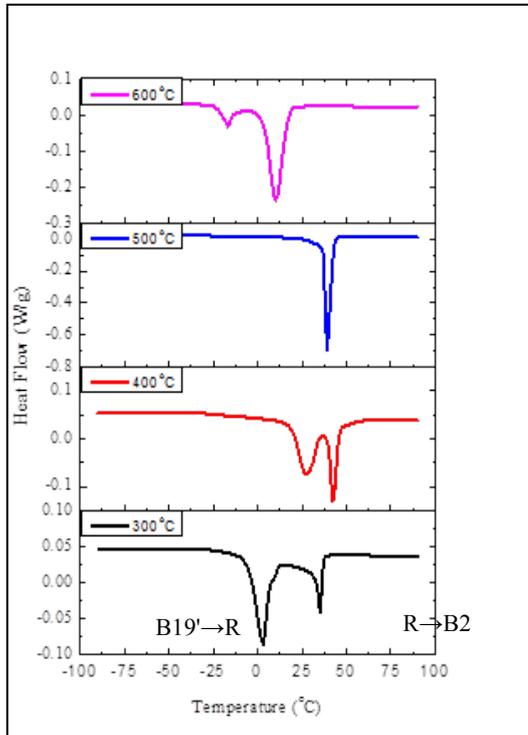


Gambar 5. Grafik DSC untuk pendinginan paduan Ti-50.7at.%Ni setelah aging pada temperatur 300°C, 400°C, 500°C and 600°C selama lima jam.

Gambar 5 menunjukkan bahwa ada dua *peak* yang terlihat pada grafik pendinginan untuk semua temperature *aging*. *Peak* yang pertama mewakili transformasi fasa dari B2 austenit menjadi fasa R, sedangkan *peak* kedua mewakili transformasi fasa R menjadi B19' martensit. Aging pada temperatur rendah (300°C) kedua *peak* terlihat *overlapping* dan tidak benar-benar terpisah sehingga temperature R_f sama dengan temperatur M_s . Meningkatnya temperatur aging menjadi 400°C, 500°C dan 600°C memisahkan kedua *peak* tersebut.

Pada grafik pemanasan, Gambar 6, aging pada 300°C, 400°C dan 600°C juga memperlihatkan adanya dua *peak* yang menunjukkan dua tahap transformasi yaitu B19' martensit mula-mula akan bertransformasi menjadi fasa R untuk selanjutnya bertransformasi menjadi fasa B2 austenit. Peningkatan temperatur aging dari 300°C menjadi 400°C berakibat pada semakin rapatnya kedua *peak* tersebut dan

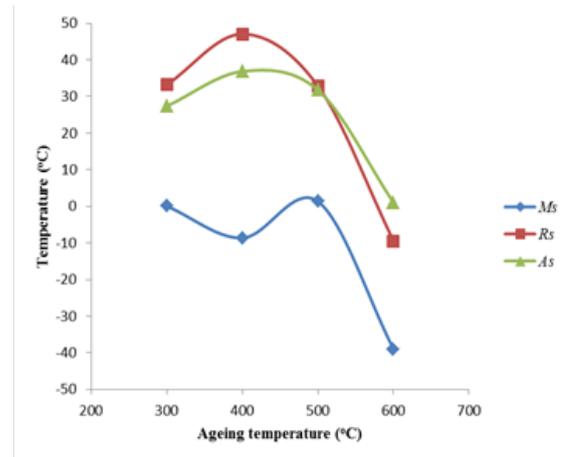
pada specimen aging pada 500°C hanya teramati satu peak saja yaitu transformasi B19' martensit langsung menjadi B2 austenit. Tetapi, aging pada 600°C kembali menghasilkan dua peak transformasi fasa.



Gambar 6. Grafik DSC untuk pemanasan paduan Ti-50.7at.%Ni setelah aging pada temperatur 300°C, 400°C, 500°C and 600°C selama lima jam.

Gambar 5 dan Gambar 6 juga menunjukkan bahwa untuk spesimen yang diaging pada temperatur 300°C, 400°C dan 500°C, temperatur ruang (22°C) berada pada daerah antara fasa R dan fasa B19' sehingga kedua fasa ini akan ditemukan secara bersama pada temperatur ruang. Sebaliknya pada specimen yang diaging pada 600°C, hanya austenite yang akan ditemukan dalam struktur mikro material karena temperatur ruang sudah berada di atas temperatur akhir pembentukan austenit, A_f .

Pengaruh temperature aging pada temperature transformasi material diilustrasikan pada Gambar 7.



Gambar 7. Pengaruh aging pada temperature transformasi paduan Ti-50.7at.%Ni setelah aging

Pada awalnya, M_s , R_s and A_s meningkat dengan meningkatnya temperatur aging hingga 400°C dan 500°C. Tetapi ketika temperatur aging ditingkatkan hingga 600°C, temperatur transformasi akan menurun. Aging yang dilakukan pada temperatur intermediate mendorong pembentukan presipitat Ti_3Ni_4 . Dengan meningkatnya jumlah presipitat ini menyebabkan semakin mudah terbentuknya fasa R. Ini ditunjukkan dengan peningkatan temperatur R_s . Lebih jauh, peningkatan temperatur aging menyebabkan kelarutan Ni di dalam matrix berkurang. Kondisi ini menyebabkan pembentukan presipitat Ti_3Ni_4 menjadi terhambat karena rendahnya kandungan Ni. Akibatnya fasa R sulit terbentuk sehingga temperature R_s menurun drastis. Hal yang sama juga teramati untuk temperatur M_s . Karena kandungan Ni berkurang akibat pembentukan Ti_3Ni_4 pada temperatur intermediate, transformasi martensit terjadi pada temperatur yang lebih tinggi. Sebaliknya, karena jumlah Ti_3Ni_4 yang terbentuk pada temperatur tinggi kurang dibanding temperatur rendah, matriks yang kaya akan Ni akan menyebabkan temperature M_s menurun.

4. KESIMPULAN

Pengaruh temperature aging pada transformasi fasa paduan Ti-50.7at.%Ni telah diteliti. Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa :

1. Aging pada temperature 300°C, 400°C, 500°C dan 600°C menyebabkan

- transformasi fasa dalam paduan Ti-50.7at%Ni terjadi dua tahap yaitu B2 austenit menjadi fasa R dan selanjutnya fasa R menjadi B19' martensit.
2. Aging pada temperature rendah dan intermediate (300°C-500°C) menghasilkan fasa R yang merupakan fasa premartensit dalam struktur mikro.
 3. Aging pada 600°C menurunkan temperature A_f hingga di bawah temperatur ruang sehingga B2 austenit ditemukan sebagai satu-satunya fasa stabil pada temperatur ruang.

REFERENSI

- [1]. A. Dlouhy, J. Khalil-Allafi and G. Eggeler, Philosophical Magazine . 83 (2003) 339–363.
- [2]. E. Povoden-Karadeniz, D.C. Cirstea, P. Lang , T. Wojcik and E. Kozeschnik, ALPHAD: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry 41. (2013) 128–139
- [3]. J. Khalil Allafi, X. Ren and G. Eggeler, Acta Materialia. 50 (2002) 793–803.
- [4]. J. Michutta, Ch. Somsen, A. Yawny, A. Dlouhy and G. Eggeler, Acta Materilia. 54 (2006) 3525-3546.
- [5]. M.E. Mitwally and M. Farag, Materials Science and Engineering A. 519 (2009) 155–166.
- [6]. M. Nishida and C.M. Wayman, Metallurgical Transaction A. 18 (1987) 785-799.
- [7]. P. Filtp and K. Mazanec, ScriptaMetallurgica et Materialia. 32 (1995) 1375-1380.
- [8]. S. Miyazaki, T. Imai, Y. Igo, and K. Otsuka, Metallurgical Transaction A. 17A (1986) 115-120.
- [9]. X. Wang, K. Li, D. Schryvers, B. Verlindena and J. V. Humbeecka, Scripta Materialia 72–73. (2014) 21–24.
- [10]. Y. Liu and S. P. Calvin, Acta Materialia 45. (1997) 4431-4439.
- [11]. Y. Zheng, F. Jiang, L. Li, H. Yang, Y. Liu, Acta Materialia 56. (2008) 736–745.
- [12]. Y. Zhou, J. Zhang, G. Fan, X. Ding, J. Sun, X. Ren and K. Otsuka, Acta Materialia. 53 (2005) 5365-5377.
- [13]. Z. He and M. Liu, Materials Science and Engineering A. 528 (2011) 6993-6997.
- [14]. H. C. Lin and S. K. Wu, Acta Metallurgica et Materialia. 42 (1994) 1623-1630