

PENGARUH UNSUR KE-EMPAT TERHADAP TRANSFORMASI FASA DAN EFEK INGAT BENTUK (SHAPE MEMORY EFFECT) PADUAN Ti-Ni-Cu

Efendi Mabruri¹⁾, Bambang Sriyono¹⁾, Bintang Adjiantoro¹⁾, D.N.Adnyana²⁾

¹⁾Pusat Penelitian Metalurgi-LIPI, Gd. 470 Kawasan Puspiptek Serpong,
Tangerang Selatan, 15314

²⁾Balai Besar Teknologi Kekuatan dan Struktur-BPPT, Kawasan Puspiptek Serpong,
Tangerang Selatan, 15314

E-mail : efendi_lipi@yahoo.com

Masuk tanggal : 13-02-2013, revisi tanggal : 07-03-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-03-2013

Intisari

PENGARUH UNSUR KE-EMPAT TERHADAP TRANSFORMASI FASA DAN EFEK INGAT BENTUK (SHAPE MEMORY EFFECT) PADUAN Ti-Ni-Cu. Di antara paduan ingat bentuk (*shape memory alloys*), Ti-Ni-Cu merupakan paduan yang paling menarik untuk aplikasi aktuator karena memiliki respon aktuasi yang cepat akibat histeresis suhu transformasinya yang sempit. Tulisan ini memaparkan pengaruh penambahan unsur ke empat (Fe, Sn, Cr, Nb, Co, Mo) pada paduan Ti-Ni-Cu terhadap transformasi fasa yang terjadi. Kemudian dibahas efek ingat bentuk (*Shape Memory Effect/SME*) pada paduan Ti-Ni-Cu dan Ti-Ni-Cu-Fe pada kondisi pengerjaan dingin dan kondisi anil. Hasil percobaan menunjukkan bahwa unsur ke empat dalam paduan Ti-Ni-Cu memodifikasi fasa dengan cara-cara yang berbeda, yaitu dengan menekan fasa B19'(TiNi) dan fasa B19'(TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) untuk Fe, Co, Nb; dengan memunculkan fasa presipitat untuk Sn, Cr; dan dengan menekan fasa B19' (TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) untuk Mo. Terkait kondisi paduan, ditunjukkan bahwa paduan dalam kondisi anil memiliki SME yang lebih besar dibandingkan pada paduan dalam kondisi pengerjaan dingin. Lebih jauh dapat diketahui paduan Ti-Ni-Cu-Fe memiliki SME yang lebih rendah dari pada paduan Ti-Ni-Cu. Pengamatan struktur mikro menunjukkan bahwa fasa martensit pada paduan Ti-Ni-Cu-Fe memiliki fraksi volume yang lebih kecil dan ukuran lath yang lebih besar dibandingkan pada paduan Ti-Ni-Cu.

Kata kunci : Paduan ingat bentuk, Unsur ke empat, Titanium-nikel-tembaga-besi, Transformasi fasa, Efek ingat bentuk

Abstract

THE INFLUENCE OF FOURTH ELEMENT ON PHASE TRANSFORMATION AND SHAPE MEMORY EFFECT (SME) OF Ti-Ni-Cu ALLOYS. Among the existing shape memory alloys, Ti-Ni-Cu is the most attractive alloy for actuator application because it shows quick actuation response due to its narrow transformation temperature hysteresis. This paper reports the effect of the fourth element Fe, Sn, Cr, Nb, Co, Mo on the phase transformation of Ti-Ni-Cu alloys. In addition, the shape memory effect (SME) of the Ti-Ni-Cu and Ti-Ni-Cu-Fe alloys in both cold worked and annealed conditions is discussed. The experimental results showed that the fourth element added into the Ti-Ni-Cu alloys modified the phases presented in the alloys by different ways, i.e. by depressing both B19'(NiTi) and B19'(TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) phases for Fe, Co, Nb; by revealing precipitate phases for Sn and Cr; and by depressing B19' (TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) phase for Mo. With respect to the alloys condition, it was showed that the SME exhibited by the annealed alloys was larger than that exhibited by the cold worked alloy. Furthermore, it was found that the SME of Ti-Ni-Cu-Fe alloy was lower than that of Ti-Ni-Cu alloy. Microstructure observation showed that the martensite phase of Ti-Ni-Cu-Fe alloy was characterized by lower volume fraction and larger lath size compared to those of the Ti-Ni-Cu alloy.

Keywords : Shape memory alloys, The fourth element, Titanium-nickel-copper-iron, Phase transformation, Shape memory effect

PENDAHULUAN

Sampai saat ini aplikasi paduan ingat bentuk (*Shape Memory Alloys/SMA*) khususnya sistem Ti-Ni telah menyebar di berbagai bidang seperti peralatan rumah tangga, teknik sipil, otomotif, mikro elektro-mekanik (MEM), peralatan medis dan lain-lain^[1-3]. Efek ingat bentuk (*Shape Memory Effect/SME*) dari paduan ini dapat merecoveri regangan plastis sehingga dapat mengembalikan bentuk paduan yang terdeformasi plastis ke bentuk asalnya pada saat dipanaskan di atas suhu transformasi fasa. Transformasi fasa yang menyebabkan SME ini adalah transformasi termoelastik dari fasa martensit ke fasa austenit atau sebaliknya^[4-6]. Transformasi martensitik yang penting di dalam paduan Ti-Ni adalah $B2 \leftrightarrow B19'$ di mana fasa B2 adalah struktur kubik suhu tinggi sedangkan B19' adalah struktur monoklin suhu rendah.

Pada awalnya SMA digunakan untuk peralatan statik seperti *coupling* (penyambung) untuk sistem perpipaan dan konektor listrik. Kemudian para peneliti mulai memanfaatkan peralatan SMA untuk aplikasi dinamik, yaitu sebagai aktuator. Aktuator SMA merespon perubahan suhu dengan perubahan bentuk dengan kata lain dapat merubah energi panas menjadi energi mekanik. Aktuator SMA memberikan perubahan gerakan yang besar dengan ukuran yang relatif kecil sehingga menghasilkan output kerja yang tinggi.

Untuk penggunaan sebagai aktuator, lebar histeresis pada kurva suhu-regangan paduan diharapkan sekecil mungkin agar aktuator dapat memberikan respon yang cepat terhadap perubahan suhu sistem. Penambahan Cu ke dalam paduan biner Ti-Ni akan memperkecil lebar histeresis, sehingga Ti-Ni-Cu merupakan paduan yang cocok untuk aplikasi aktuator. Beberapa penelitian mengenai Ti-Ni dan Ti-Ni-Cu yang dilakukan oleh penulis sudah dipublikasikan terkait fabrikasi kawat skala laboratorium^[7], pengaruh rasio Ni/Ti^[8], fenomena efek ingat bentuk dua

arah^[9], pengaruh *solution treatment* dan *aging* terhadap transformasi fasa dan efek ingat bentuk (SME)^[10]. Pada tulisan ini akan dibahas pengaruh penambahan unsur ke empat X (X=Fe, Sn, Cr, Nb, Co, Mo) pada paduan Ti-Ni-Cu-X terhadap transformasi fasa yang terjadi. Kemudian lebih jauh dibahas efek ingat bentuk pada paduan Ti-Ni-Cu dan Ti-Ni-Cu-Fe pada kondisi pengerjaan dingin dan kondisi anil.

PROSEDUR PERCOBAAN

Ingot kancing paduan Ti-Ni-Cu dan Ti-Ni-Cu-X dibuat di dalam tungku peleburan busur listrik vakum (*vacuum arc melting furnace*). Ingot paduan dibuat dengan melebur campuran dari logam-logam murninya (>99,9%) yang telah ditimbang sesuai komposisi paduan. Ingot dimasukkan ke dalam *ampoule* gelas silika dan dilakukan homogenisasi di dalam tungku *muffle* pada suhu 1000 °C selama 24 jam dan didinginkan di udara. Ingot kemudian dilakukan pengepresan panas untuk menyesuaikan ukuran ingot pada proses pengerolan panas. Proses pengerolan panas dilakukan beberapa kali sampai menghasilkan sampel berbentuk *rod*. Setelah itu dilakukan proses penarikan kawat (*wire drawing*) secara bertahap diselingi *intermediate annealing*. Pada kawat yang dihasilkan kemudian dilakukan lagi pemanasan anil pada suhu 900 °C selama 30 menit. Pada kawat yang telah mengalami pemanasan anil dilakukan karakterisasi dengan XRD (*x-ray diffraction*), uji kekerasan mikro dan pengujian efek ingat bentuk. Pengujian efek ingat bentuk dilakukan dengan metoda tekuk-panas dan SME dievaluasi dengan menghitung rasio perubahan bentuk (r) dan regangan rekoveri mutlak (ϵ_A). Prosedur percobaan dan perhitungan parameter SME telah diuraikan pada publikasi sebelumnya^[10]. Pengujian tekuk-panas terdiri dari proses penekukan kawat pada setengah lingkaran dari rod baja sehingga kawat terdeformasi plastis, proses pemanasan kawat yang terdeformasi

sampai merekoveri regangan dan merestorasi bentuknya serta terakhir poses pendinginan kawat sampai suhu kamar. Sudut-sudut posisi kawat pada setiap keadaan diukur dan rasio perubahan bentuk dan regangan rekoveri absolut dihitung berdasarkan rumus sebagai berikut:

$$\varepsilon_{A1/2} = r_{1/2}(t/d) \quad (1)$$

Di mana $r_1 = (\theta_D - \theta_M) / \theta_D$ untuk SME satu arah dan $r_2 = (\theta_M - \theta_A) / \theta_D$ untuk SME dua arah. θ_D , θ_A dan θ_M menyatakan masing-masing sudut posisi kawat pada keadaan deformasi, austenit (panas) dan martensit (dingin). Parameter t menyatakan diameter kawat dan d menyatakan diameter rod baja.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Fasa-Fasa Paduan Ti-Ni-Cu-X

Pengaruh penambahan unsur ke empat terhadap fasa yang terbentuk di dalam paduan Ti-Ni-Cu dalam kondisi anil pada suhu kamar dapat dievaluasi dari profil XRD yang ditampilkan pada Gambar 1. Paduan No. 2 juga ditampilkan di dalam gambar untuk tujuan perbandingan. Unsur-unsur X (Fe, Sn, Cr, Nb, Co, Mo) ditambahkan ke dalam paduan Ti-Ni-Cu sedemikian sehingga unsur X tersebut menggantikan Ni untuk membentuk paduan $Ni_{35}Ti_{50}Cu_{10}X_5$. Dapat diamati dari Gambar 6 bahwa unsur-unsur Fe, Nb dan Co menekan munculnya fasa B19'(NiTi) dan B19'(TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) di dalam masing-masing paduan Ti-Ni-Cu. Selain itu, unsur Fe memunculkan fasa B2, unsur Nb memunculkan fasa B2 dan fasa Ti₂Ni, dan unsur Co memunculkan fasa Ti_{0,4}Ni_{0,565}Cu_{0,035} dan fasa NiTi (tetragonal). Tidak munculnya fasa B19' pada suhu kamar di dalam paduan Ti-Ni-Cu yang mengandung masing-masing unsur Fe, Nb dan Co, akan menurunkan suhu transformasi B2-B19' di bawah suhu kamar. Pada sisi lain, unsur-unsur Sn dan

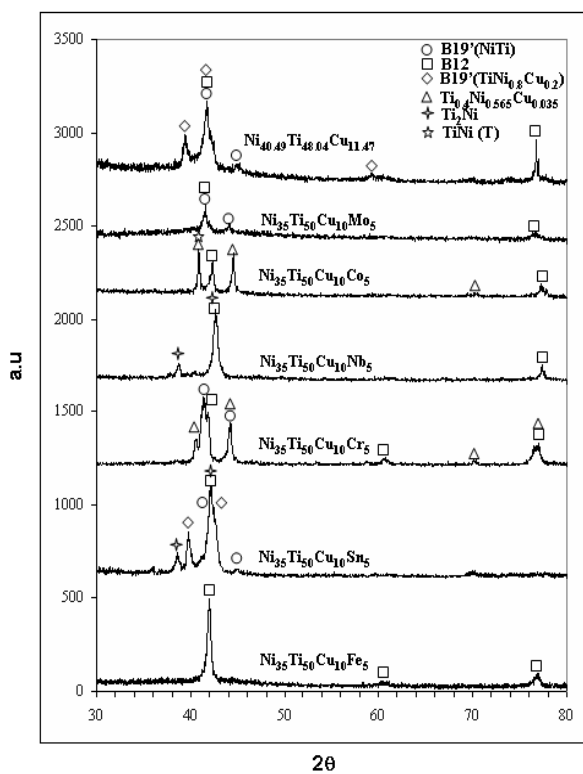
Cr cenderung untuk mempromosikan fasa presipitat sementara mempertahankan keberadaan fasa B2 dan B19' di dalam masing-masing paduan. Unsur Sn cenderung memunculkan fasa presipitat Ti₂Ni sedangkan unsur Cr cenderung memunculkan fasa presipitat Ti_{0,4}Ni_{0,565}Cu_{0,035}. Berkaitan dengan penambahan unsur Mo di dalam paduan Ti-Ni-Cu, fasa B2 dan fasa B19' diminimalisasikan di dalam paduan. Akhirnya, dapat disimpulkan bahwa unsur-unsur ke empat yang ditambahkan ke dalam paduan Ti-Ni-Cu memodifikasi fasa yang terdapat di dalam paduan pada suhu kamar dengan cara-cara yang berbeda, yaitu dengan menekan fasa B19'(TiNi) dan fasa B19'(TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) untuk X= Fe, Co, Nb, dengan memunculkan fasa presipitat untuk X= Sn, Cr, dan dengan menekan fasa B19' (TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) untuk X= Mo.

Paduan Ti-Ni-Cu-Fe

Pada bagian sebelumnya fenomena yang menarik ditunjukkan oleh penambahan 5% atom Fe yang menekan fasa martensit (B19') dan hanya memunculkan fasa austenit (B2) di dalam paduan Ni₃₅Ti₅₀Cu₁₀Fe₅ pada suhu kamar berdasarkan identifikasi fasa dengan uji XRD. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan 5% atom Fe dapat menekan transformasi fasa B2 \leftrightarrow B19' pada suhu kamar dan berarti pula dapat menurunkan suhu transformasi paduan TiNiCu sampai di bawah suhu kamar. Pada bagian ini difokuskan untuk menelaah lebih jauh pengaruh Fe terutama pada penambahan yang relatif rendah (0,5% atom) terkait dengan fasa yang terbentuk, struktur mikro, sifat mekanik dan efek ingat bentuk.

Hasil uji XRD suhu kamar untuk paduan Ti₅₀-Ni₄₀-Cu₁₀ dan Ti₅₀-Ni_{39,5}-Cu₁₀-Fe_{0,5} (% atom) ditunjukkan pada Gambar 2. Dari Gambar 2 dapat diamati bahwa puncak-puncak fasa austenit dan martensit pada paduan Ti₅₀-Ni_{39,5}-Cu₁₀-Fe_{0,5} mempunyai

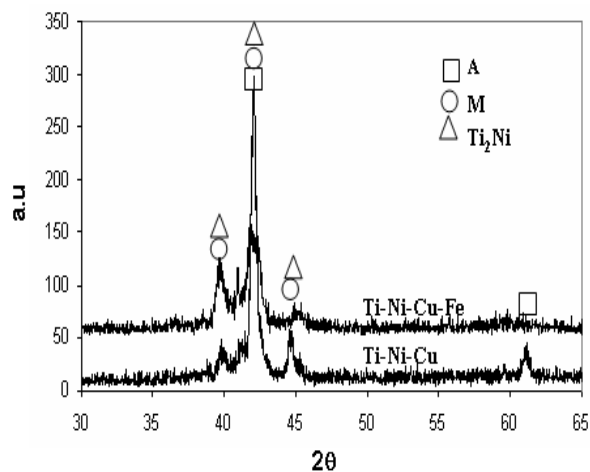
intensitas yang lebih rendah dibandingkan dengan paduan Ti₅₀-Ni₄₀-Cu₁₀ yang berarti penambahan 0,5% Fe menekan fasa austenit dan martensit, tetapi masih memunculkan campuran kedua fasa tersebut. Hal ini berbeda dengan paduan Ni₃₅-Ti₅₀-Cu₁₀-Fe₅ (mengandung 5% atom Fe) yang hanya memunculkan fasa austenit. Ini menunjukkan makin besar kandungan Fe di dalam paduan Ti-Ni-Cu-Fe, makin menekan transformasi fasa B2↔B19' dan makin menurunkan suhu transformasi fasa.



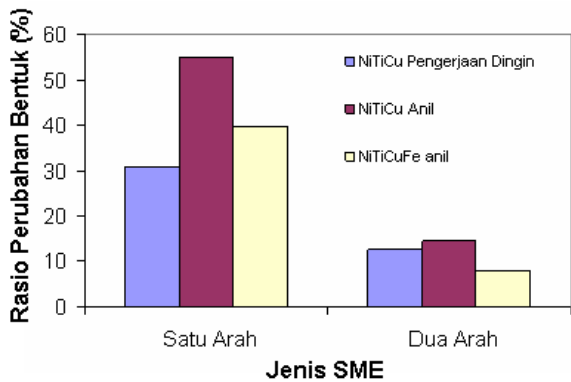
Gambar 1. Profil XRD untuk paduan Ti-Ni-Cu-X

Hasil karakterisasi efek ingat bentuk (SME) paduan N-Ti-Cu dan Ti-Ni-Cu-Fe ditampilkan pada Tabel 1. Penyajian harga r dan ϵ_A dalam bentuk diagram kolom masing-masing dapat dilihat pada Gambar 3 dan Gambar 4. Untuk paduan Ti-Ni-Cu dapat dilihat bahwa rasio perubahan bentuk r dan regangan rekoveri mutlak ϵ_A baik untuk SME satu arah maupun SME dua arah pada paduan yang dilakukan anil memiliki harga yang lebih besar dibandingkan pada paduan dalam kondisi pengerjaan dingin (*cold worked*). Karena

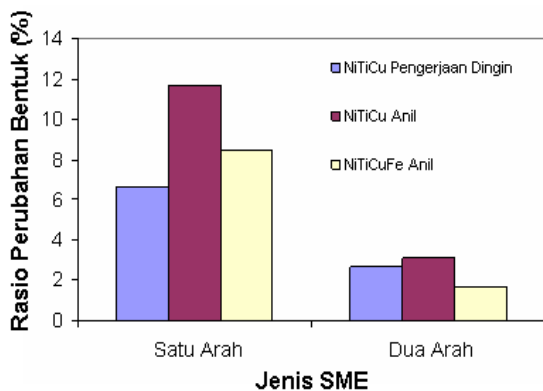
perbedaan antara keadaan pengerjaan dingin dan keadaan anil adalah pada jumlah regangan internal, dapat dikatakan disini bahwa regangan internal menurunkan SME paduan. Untuk paduan Ti-Ni-Cu-Fe, karakteristik SME tidak dapat dievaluasi pada paduan dalam kondisi pengerjaan dingin karena terjadi patah pada saat penekukan kawat pada uji tekuk-panas. Kegagalan patah pada saat penekukan terjadi pula pada paduan Ti-Ni-Cu-Fe dalam kondisi anil pada 400 °C dan 600 °C selama masing-masing 10 menit. Paduan Ti-Ni-Cu-Fe ini menunjukkan mampu-bentuk yang bagus selama penekukan setelah dianil pada suhu 800 °C selama 10 menit. Patahnya paduan Ti-Ni-Cu-Fe pada kondisi pengerjaan dingin dapat dijelaskan dengan alasan bahwa regangan internal yang terbentuk selama pengerjaan dingin (dalam hal ini penarikan kawat) menyebabkan kawat kehilangan keuletan (*ductility*) dan membuat paduan menjadi getas, sehingga kawat tidak dapat menahan lagi regangan besar selanjutnya pada proses uji tekuk. Akan tetapi, kegagalan patah tidak terjadi pada paduan Ti-Ni-Cu dalam kondisi pengerjaan dingin, meskipun SME yang ditunjukkan oleh paduan memiliki nilai yang jauh lebih rendah dibandingkan dengan paduan dalam kondisi anil.



Gambar 2. Pola XRD untuk paduan Ti₅₀-Ni₄₀-Cu₁₀ dan Ti₅₀-Ni_{39,5}-Cu₁₀-Fe_{0,5} (% atom)



Gambar 3. Rasio perubahan bentuk r satu arah dan dua arah untuk paduan $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$ dan $Ti_{50}Ni_{39,5}Cu_{10}Fe_{0,5}$ (% atom) diukur dari uji tekuk-panas



Gambar 4. Regangan rekoveri mutlak ϵ_A satu arah dan dua arah untuk paduan $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$ dan $Ti_{50}Ni_{39,5}Cu_{10}Fe_{0,5}$ (% atom) diukur dari uji tekuk-panas

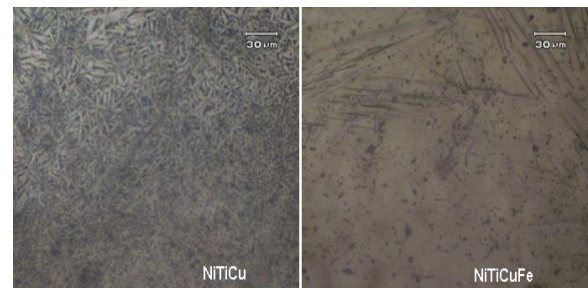
Tabel 1. Karakteristik SME $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$ dan $Ti_{50}Ni_{39,5}Cu_{10}Fe_{0,5}$ (% atom) diukur dari uji tekuk-panas

No.	Sampel	Rasio (r) Satu Arah (%)	Rasio (r) Dua Arah (%)	Regangan Rekoveri Mutlak (ϵ_A) Satu Arah (%)	Regangan Rekoveri Mutlak (ϵ_A) Dua Arah (%)
1.	Ti-Ni-Cu (Pengerjaan Dingin)	30,93	12,59	6,60	2,68
2.	Ti-Ni-Cu (Anil)	54,84	14,52	11,70	3,10
3.	Ti-Ni-Cu-Fe (Pengerjaan Dingin)	Patah			
4.	Ti-Ni-Cu-Fe (Anil)	39,86	7,97	8,50	1,70

Dari Tabel 1 dapat dilihat pula bahwa parameter SME satu arah memiliki nilai yang jauh lebih besar dari parameter SME dua arah untuk semua jenis dan kondisi paduan. Perbedaan nilai ini disebabkan

karena penggerak SME dua arah adalah reorientasi varian martensit yang terorientasi preferensial yang terbentuk oleh adanya medan tegangan sisa akibat proses termomekanik^[11]. Sedangkan pada SME satu arah, penggeraknya adalah reorientasi *de-twinned* martensit yang terbentuk oleh deformasi plastis yang memiliki energi regangan yang lebih besar.

Berkaitan dengan pengaruh penambahan unsur Fe terhadap SME paduan Ti-Ni-Cu, dapat dilihat bahwa paduan yang mengandung Fe dalam kondisi anil menunjukkan nilai rasio perubahan bentuk r dan regangan rekoveri mutlak ϵ_A lebih rendah dari pada nilai r dan ϵ_A untuk paduan yang tidak mengandung Fe. Ini menunjukkan bahwa Fe menurunkan SME paduan Ti-Ni-Cu. Rendahnya SME pada paduan yang mengandung Fe berhubungan dengan rendahnya fraksi fasa martensit (B19') pada suhu kamar.



Gambar 5. Struktur mikro paduan $Ti_{50}Ni_{40}Cu_{10}$ dan $Ti_{50}Ni_{39,5}Cu_{10}Fe_{0,5}$ (% atom)

Gambar 5 menyajikan struktur mikro paduan Ti-Ni-Cu dan Ti-Ni-Cu-Fe dalam kondisi anil. Fasa martensit berbentuk seperti jarum yang terlihat pada kedua paduan Ti-Ni-Cu daripada paduan Ti-Ni-Cu-Fe. Secara kualitatif terlihat bahwa fasa martensit pada paduan Ti-Ni-Cu-Fe memiliki fraksi volume yang lebih kecil dibandingkan pada paduan Ti-Ni-Cu. Ini konsisten dengan pengaruh Fe yang menekan fasa martensitik B19'di dalam paduan Ti-Ni-Cu. Selain itu dapat diamati pula bahwa martensit pada paduan Ti-Ni-Cu-Fe memiliki ukuran *lath* yang lebih besar dibandingkan pada paduan Ti-Ni-Cu.

KESIMPULAN

Penambahan unsur keempat ke dalam paduan Ti-Ni-Cu memodifikasi fasa yang terdapat di dalam paduan pada suhu kamar dengan cara-cara yang berbeda, yaitu dengan menekan fasa B19'(TiNi) dan fasa B19'(TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) untuk unsur-unsur Fe, Co, Nb; dengan memunculkan fasa presipitat untuk unsur-unsur Sn, Cr, dan dengan menekan fasa B19' (TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) unsur Mo. Terkait kondisi paduan, ditunjukkan bahwa paduan dalam kondisi anil memiliki harga efek ingat bentuk yang lebih besar dibandingkan pada paduan dalam kondisi pengerjaan dingin. Paduan yang mengandung Fe menunjukkan nilai rasio perubahan bentuk r dan regangan rekoverti mutlak ϵ_A lebih rendah dari pada nilai r dan ϵ_A untuk paduan yang tidak mengandung Fe. Ini menunjukkan bahwa Fe menurunkan SME paduan Ti-Ni-Cu. Pengamatan struktur mikro menunjukkan bahwa fasa martensit pada paduan Ti-Ni-Cu-Fe memiliki fraksi volume yang lebih kecil dan ukuran $lath$ yang lebih besar dibandingkan pada paduan Ti-Ni-Cu.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia yang telah membiayai penelitian ini melalui Program Kompetitif Material Maju dan Nano Teknologi.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] J.V. Humbeeck. 1999. *Mater. Sci. Eng: A* 273–275, 134–148.
- [2] K. Otsuka, T. Kakeshita. 2002. *Mater. Res. Soc:* 27, 91–100.
- [3] E.P. Ryklina, I.Y. Khmelevskaya, S.D. Prokoshkin, R.V. Ipatkin, V.Y. Turilina, K.E. Inaekyan. 2004. *Mater. Sci. Eng: A* 378, 519–522.
- [4] B.C.Chang, J.A. Shaw, M.A.Iadicola. 2006. *Continuum Mech. Thermodyn:* 18, 83-118.
- [5] M. Mertmann and G. Vergani. 2008. *Eur. Phys. J. Special Topics:* 158, 221–230.
- [6] Ming H. Wu. 2001. *Proceeding of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies.* Kunming, China: 285-292
- [7] E.Mabruri, B.Sriyono, B.Adjiantoro, D.N.Adnyana. 2010. *Prosiding Seminar Material Metalurgi.* Serpong, Indonesia.
- [8] E.Mabruri, B.Sriyono, B.Adjiantoro, D.N.Adnyana. 2011. *Proceeding of The 12th International Conference on QiR (Quality in Research):* Bali.
- [9] E.Mabruri, B.Sriyono, B.Adjiantoro, D.N.Adnyana. 2011. *Prosiding Seminar Nasional TEKNOIN.* Teknik Mesin, Yogyakarta: E41-E44.
- [10] E.Mabruri, B.Sriyono, B.Adjiantoro, D.N.Adnyana. 2012. *METALURGI:* Vol.27, No.2, Agustus .
- [11] C.Y.Chang, D. Vokoun, C.T,Hu. 2001. *Met. Mat. Trans. A:* 32A, 1629-1634.

RIWAYAT PENULIS

Efendi Mabruri, Lulus Sarjana Teknik Pertambangan ITB tahun 1995, Master Teknik Material ITB tahun 2002 dan Doctor of Engineering bidang Materials Science and Engineering Nagoya University, Jepang tahun 2008. Bekerja sebagai peneliti sejak tahun 1996 dan sekarang sebagai Kepala Bidang Konservasi Bahan di Pusat Penelitian Metalurgi LIPI.