

## Pencirian Titanium Berbusa yang Dihasilkan pada Suhu Pensinteran yang Berbeza Menggunakan Kaedah Buburan

(Characterisation of Titanium Foams Sintered at Different Temperatures

Prepared by the Slurry Method)

S. AHMAD, N. MUHAMAD\*, A. MUCHTAR, J. SAHARI, K.R. JAMALUDIN,  
M.H.I. IBRAHIM, N. H. MOHAMAD NOR & MURTADHAHADI

### ABSTRAK

*Kertas ini membentangkan hasil kajian terhadap sifat mekanikal dan fizikal titanium berbusa yang disinter pada suhu yang berbeza. Untuk kajian ini penghasilan titanium berbusa adalah menggunakan kaedah buburan dan menggunakan dua jenis titanium iaitu titanium tulen dan titanium aloi ( $Ti_6Al_4V$ ). Buburan titanium disediakan dengan mencampurkan serbuk titanium, polietilena glikol (PEG), metilselulosa dan air. Setelah buburan titanium disediakan, busa poliuretana (PU) direndamkan di dalam buburan tadi dan kemudiannya dikeringkan di dalam ketuhar. Langkah terakhir adalah proses pensinteran yang dilakukan di dalam relau vakum. Suhu pensinteran adalah  $1200^{\circ}C$ ,  $1250^{\circ}C$  dan  $1300^{\circ}C$ . Selepas sampel titanium berbusa diperolehi, ujian kekuatan mampatan dilakukan ke atasnya. Saiz liang dan sangga diukur dengan menggunakan mikroskop elektron imbasan (SEM). Saiz liang yang didapati adalah antara  $388\ \mu m$  hingga  $1.07\ mm$  dan saiz sangga adalah antara  $59.4\ \mu m$  to  $227\ \mu m$ . Nilai kekuatan tertinggi didapati untuk sampel yang telah disinter pada suhu  $1250^{\circ}C$  iaitu  $14.85\ MPa$  bagi titanium aloi. Hasil ujian ketumpatan pula adalah berbeza dengan ujian kekuatan mampatan iaitu titanium tulen memberikan ketumpatan yang paling tinggi iaitu  $1.25\ g/cm^3$  pada suhu  $1300^{\circ}C$  diikuti dengan peratusan keliangan sebanyak  $65.05\%$  untuk sampel yang sama. Secara keseluruhannya, suhu pensinteran  $1250^{\circ}C$  didapati paling sesuai untuk kedua-dua titanium tulen dan asli.*

*Kata kunci: Kekuatan mampatan; ketumpatan; keliangan; titanium aloi*

### ABSTRACT

*The mechanical and physical properties of titanium foam sintered at different temperatures are reported in this paper. In this work, the slurry method has been used for the production of titanium foams using pure titanium and titanium alloy ( $Ti_6Al_4V$ ). The titanium slurry was first prepared by mixing the titanium powder, polyethylene glycol (PEG), methylcellulose and water. Polyurethane (PU) foams, which acted as scaffolds were then impregnated in the slurry, followed by drying at room temperature. These were later sintered in a high temperature vacuum furnace at  $1200^{\circ}C$ ,  $1250^{\circ}C$  and  $1300^{\circ}C$ . The resultant titanium foams were characterised using Scanning Electron Microscopy (SEM) and the compressive strength test. The range of pore sizes obtained was between  $388\ \mu m$  to  $1.07\ mm$ , with a strut size in the range of  $59.4\ \mu m$  to  $227\ \mu m$ . The highest compressive strength obtained was  $14.85\ MPa$ . This was for the titanium alloy foam which had been sintered at  $1250^{\circ}C$ . The highest density ( $1.25\ g/cm^3$ ) obtained was for the pure titanium foams that were sintered at  $1300^{\circ}C$ . For these, the porosity was found to be  $65.05\%$ . In general however, the most suitable sintering temperature was found to be  $1250^{\circ}C$  for both the pure titanium and titanium alloy.*

*Keywords: Compressive strength; density; porosity; pure titanium; titanium alloy*

### PENGENALAN

Logam berbusa adalah suatu kelas bahan baru yang mempunyai potensi yang besar untuk digunakan dalam pelbagai kegunaan. Antara sifat logam berbusa adalah mempunyai struktur yang sangat ringan, digunakan sebagai bahan penyerap tenaga atau bunyi dan boleh digunakan untuk pengurusan haba (Ashby 2006). Disebabkan sifat-sifat yang jarang didapati pada bahan lain tetapi boleh didapati pada bahan berbusa ini, maka ramai penyelidik berusaha untuk mengkaji dan menghasilkan pelbagai jenis logam berbusa termasuklah aluminium berbusa, titanium

berbusa dan banyak lagi logam yang sedang dikaji (Banhart 2001).

Satu lagi keistimewaan logam berbusa adalah ia mempunyai kombinasi sifat yang boleh dipelbagai dalam sesuatu aplikasi. Sebagai contoh ia mempunyai sifat kekakuan yang baik dan juga penebat haba atau bunyi (Korner & Singer 2000). Di dalam kajian ini, logam yang akan digunakan untuk dijadikan logam berbusa adalah titanium tulen dan titanium aloi. Ini kerana titanium dan aloi-aloinya mempunyai sifat mekanikal yang begitu baik, ketumpatan yang rendah dan ketahanan kimia yang tinggi.

Titanium berbusa mempunyai potensi di dalam aplikasi aeroangkasa, industri perkapalan dan pengangkutan. Di dalam sektor bioperubatan, titanium berbusa digunakan sebagai implan (Murray & Dunand 2003).

Pelbagai teknik boleh digunakan untuk menghasilkan logam berbusa. Sesetengah teknik penghasilan direka khusus untuk menghasilkan ciri-ciri yang dikehendaki pada logam berbusa. Teknik penghasilan logam berbusa boleh dibahagikan kepada empat kelas utama. Iaitu penghasilan logam berbusa daripada keadaan cecair, penghasilan logam berbusa daripada keadaan pepejal, teknik elektro-enapan, teknik penganapan wap.

Setiap teknik ini hanya sesuai untuk sebilangan bahan sahaja dalam menghasilkan bahan berbusa. Julat ketumpatan relatif dan saiz zarah juga terhad (Ashby et al. 2000). Di dalam kajian ini, penghasilan logam berbusa menggunakan teknik penuangan menggunakan polimer berbusa atau disebut juga kaedah buburan. Teknik ini tergolong di dalam penghasilan logam berbusa daripada keadaan pepejal. Teknik ini dipilih kerana ia tidak rumit dan menghasilkan keliangan terbuka pada logam berbusa (Ashby et al. 2000).

#### BAHAN DAN KAEDAH

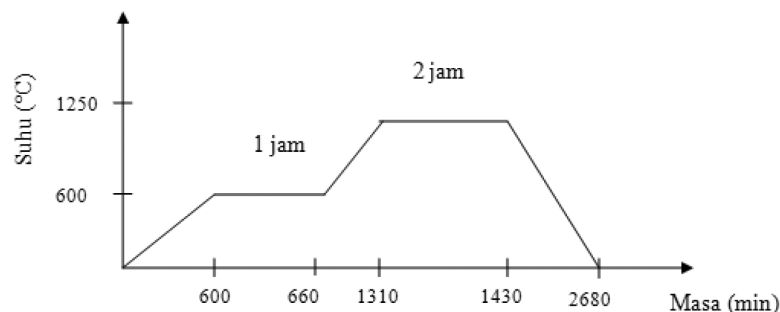
Dalam kajian ini, bahantara yang digunakan untuk memegang buburan titanium adalah poliuretana (PU) berbusa. Ia adalah sejenis bahan polimer yang akan terbakar sepenuhnya pada suhu 600°C (Ramay & Zhang 2003). PU berbusa dipilih kerana ia dapat menghasilkan keliangan terbuka (Ramay & Zhang 2003). Untuk penyediaan buburan titanium, bahan-bahan yang digunakan adalah air suling, metilselulosa (CMC), polietilena glikol (PEG), serbuk titanium tulen dan titanium aloi ( $Ti_6Al_4V$ ). Air suling (25%) dicampurkan dengan serbuk CMC (5%) dan PEG (5%) lalu diaduk selama satu jam. CMC dan PEG bertindak sebagai pengikat dalam kajian ini. Kemudian serbuk titanium dicampurkan ke dalam larutan tadi dan diaduk dengan menggunakan pengaduk magnet selama satu jam. Setelah buburan titanium dihasilkan, PU berbusa dicelupkan ke dalam buburan. Penekanan perlu dilakukan ke atas PU untuk membuang buburan yang berlebihan.

Sampel yang telah dihasilkan perlu dikeringkan pada suhu 25°C di dalam ketuhar selama satu hari. Kemudian

sampel disinter di dalam relau vakum untuk memastikan sampel tidak teroksida. Suhu pensinteran yang digunakan adalah 1200°C, 1250°C dan 1300°C. Masa enapan adalah selama satu jam untuk menyingkirkan PU berbusa dan dua jam untuk proses pensinteran. Kitaran pemanasan untuk penyingkiran PU berbusa dan proses pensinteran ditunjukkan dalam Rajah 1.

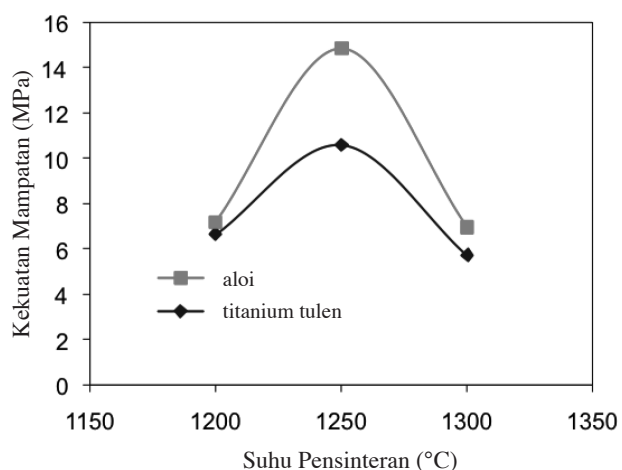
#### HASIL DAN PERBINCANGAN

Ujian kekuatan mampatan dilakukan untuk menguji sifat mekanikal sampel titanium berbusa yang dihasilkan. Ujian ini dilakukan dengan menggunakan alat ujian tegangan (Instron 5567/P4716). Pada permulaan ujian ini, permukaan atas sampel mestilah rata untuk memastikan keputusan yang didapati adalah tekal. Ujian mampatan ini dilakukan mengikut piawaian *American Standard Test Method C773-74* (ASTM 1996). Rajah 2 menunjukkan graf kekuatan mampatan bagi kedua-dua jenis titanium. Secara keseluruhannya didapati kekuatan mampatan meningkat secara berkadar dengan suhu pensinteran. Bagi titanium tulen, peningkatan kekuatan adalah menghampiri 50% apabila suhu pensinteran dinaikkan sebanyak 50°C. Bagi titanium aloi pula, peningkatan sebanyak 100% iaitu 7.6 MPa apabila suhu dinaikkan pada kadar yang sama. Kekuatan mampatan bagi titanium aloi adalah lebih tinggi disebabkan oleh kehadiran fasa cecair semasa proses pensinteran. Fasa cecair terhasil daripada aluminium yang terdapat dalam titanium aloi. Aluminium mempunyai takat lebur yang rendah iaitu 660°C, maka pada suhu 1250°C semua aluminium telah melebur dan menyelaputi partikel titanium (Callister 2007). Ini menyebabkan penumpatan dan struktur partikel menjadi lebih besar (German 1996). Ini dapat dibuktikan di dalam Rajah 10, yang mana saiz partikel adalah lebih besar dan hanya terdapat sedikit mikro liang di dalam sampel. Bagi titanium tulen pula, proses pensinteran adalah menghampiri tahap pertengahan iaitu memasuki fasa cecair. Menurut German (1996), jika suhu pensinteran yang digunakan melebihi 70% suhu produk yang disinter maka ia telah memasuki fasa cecair. Bagi sampel ini, suhu yang digunakan adalah melebihi 70% suhu titanium. Bagi tahap ini hanya sedikit berlakunya penumpatan dan pembesaran saiz ira. Disebabkan ini nilai kekuatan mampatan bagi titanium tulen adalah lebih rendah



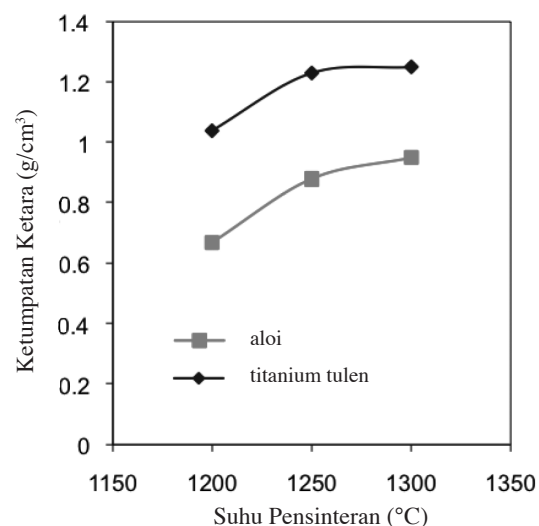
RAJAH 1. Kitaran Masa bagi Proses Penyingkiran PU dan Pensinteran

berbanding titanium aloi. Kekuatan mampatan bagi sampel titanium aloi dan titanium tulen yang telah disinter pada suhu 1250°C adalah memenuhi kriteria bagi aplikasi plat dwikutub sel bahan api membran polimer elektrolit iaitu melebihi 10 MPa (Larminie & Dicks 2003). Apabila suhu pensinteran dinaikkan ke suhu 1300°C, keadaan sebaliknya pula berlaku iaitu kedua-dua kekuatan mampatan bagi titanium berbasa telah turun secara mendadak. Ini disebabkan berlakunya pembesaran mikrostruktur bagi partikel-partikel titanium dan mengakibatkan saiz sangga dan saiz liang akan menyecil. Disebabkan ini kekuatan mampatan akan menurun. Melalui kajian terdahulu yang dilakukan oleh Li et al. (2002), saiz liang dan sangga akan mempengaruhi sifat kekuatan mampatan bagi setiap sampel iaitu semakin besar saiz sangga maka akan semakin tinggi nilai kekuatan mampatan. Ini dapat dilihat pada sampel titanium tulen yang mana saiz sangga adalah di antara 59  $\mu\text{m}$  hingga 100  $\mu\text{m}$  manakala untuk titanium aloi saiz sangga adalah di antara 100  $\mu\text{m}$  hingga 300  $\mu\text{m}$ . Maka kajian ini adalah memenuhi kajian yang terdahulu.



RAJAH 2. Graf kekuatan mampatan terhadap suhu pensinteran bagi titanium tulen dan aloi

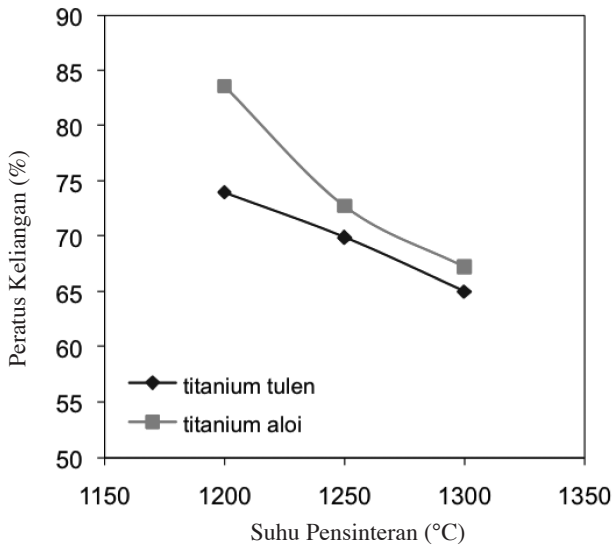
Kesan daripada penempatan partikel bagi titanium aloi, maka nilai ketumpatan ketara juga akan meningkat tetapi sebaliknya berlaku pada peratus keliangan. Melalui Rajah 3, dapat dilihat nilai ketumpatan ketara adalah meningkat secara berkadar bagi kedua-dua titanium. Tetapi nilai ketumpatan yang paling tinggi adalah pada sampel titanium tulen yang disinter pada suhu 1300°C iaitu 1.25  $\text{g}/\text{cm}^3$ . Nilai ketumpatan bagi titanium aloi lebih rendah daripada titanium tulen kerana nilai ketumpatan teori bagi titanium tulen adalah lebih tinggi daripada titanium aloi iaitu 4.5  $\text{g}/\text{cm}^3$  manakala titanium aloi adalah 3.83  $\text{g}/\text{cm}^3$  (German 1996). Peningkatan nilai ketumpatan ketara adalah disebabkan oleh pembesaran saiz partikel apabila suhu meningkat (Ji et al. 2001). Kesan daripada pembesaran saiz partikel ini mengakibatkan liang-liang antara partikel akan terhapus dan menyebabkan peratus keliangan akan berkurang.



RAJAH 3. Kesan suhu pensinteran terhadap ketumpatan ketara titanium tulen dan aloi

Semasa proses pensinteran berlaku, interaksi di antara liang-liang dan sempadan ira akan berlaku. Apabila suhu meningkat, kadar gerakan sempadan ira juga akan meningkat. Liang-liang yang berada di sempadan ira akan bergerak seiring dengan kenaikan suhu tetapi pergerakan sempadan ira adalah lebih cepat daripada liang-liang ini. Ini mengakibatkan penempatan saiz partikel berlaku dan liang-liang ini tertutup. Walau bagaimanapun, masih terdapat liang-liang terpercil yang sukar untuk disingkirkan kerana ia berada jauh daripada sempadan ira dan proses ini berlaku dalam keadaan yang perlahan. Apabila dua sempadan ira telah bergabung, ia akan menyebabkan jarak resapan untuk liang-liang terpercil akan semakin menjauh dan ini akan mengakibatkan penurunan penempatan partikel (Ji et al. 2001). Ini berlaku pada sampel yang disinter pada suhu 1300°C, penempatan partikel akan perlahan disebabkan oleh liang-liang terpercil ini. Disebabkan proses ini, kadar perubahan bagi nilai ketumpatan ketara untuk titanium tulen dan aloi adalah lebih kurang sama bagi suhu 1200°C dan 1250°C tetapi menurun bagi kadar perubahan bagi suhu 1300°C. Kadar perubahan bagi kedua-dua bahan ini adalah 0.34 bagi suhu 1200°C diikuti 0.32 untuk 1250°C dan 0.3 untuk 1300°C.

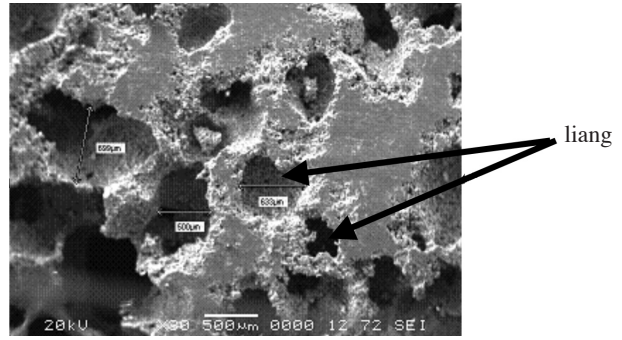
Rajah 4 menunjukkan peratus keliangan bagi kedua-dua titanium dan ia berkadar songsang dengan suhu pensinteran. Keputusan kajian ini selari dengan hasil kajian penyelidikan terdahulu (Ramay & Zhang 2003; Li et al. 2005; Li et al. 2003). Kadar perubahan bagi peratus keliangan untuk titanium tulen dan aloi selepas disinter adalah 9.59 bagi suhu 1200°C diikuti 2.81 untuk 1250°C dan 2.2 untuk 1300°C. Terdapat perbezaan yang ketara bagi perubahan suhu pensinteran 1200°C dan 1250°C, ini kerana proses penyingkiran liang-liang dan penempatan partikel adalah sangat cepat disebabkan liang-liang yang banyak berbanding dengan suhu 1300°C. Pada suhu 1300°C, proses penyingkiran liang-liang yang terpercil sahaja yang berlaku. Proses pensinteran fasa cecair juga telah berlaku



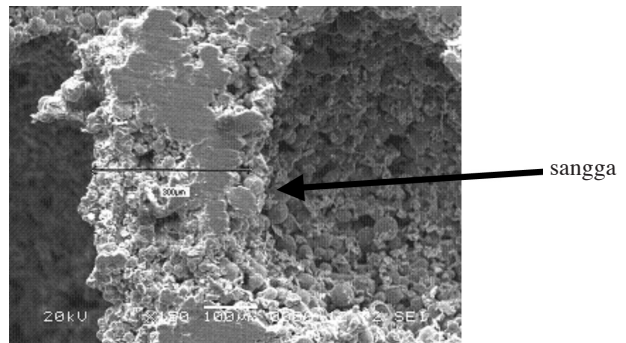
RAJAH 4. Kesan suhu pensinteran terhadap peratus keliangan titanium tulen dan aloi

pada sampel titanium aloi. Fasa cecair telah memenuhi mikro liang dan menyebabkan peratus keliangan menurun secara mendadak. Sebaliknya pula berlaku pada sampel titanium tulen kerana hanya penumpatan dan pembesaran saiz ira sahaja yang berlaku maka masih banyak mikro liang yang terdapat pada sampel. Ini dapat dilihat dalam Rajah 7.

Melalui gambarajah mikroskop elektron imbasan (SEM) dengan pembesaran yang berbeza iaitu 30X, 150X dan 300X, maka didapati saiz liang, sangga dan juga mikro liang dapat dikaji. Ini ditunjukkan dalam Rajah 5 hingga 7 bagi titanium tulen dan Rajah 8 hingga 10 bagi titanium aloi. Sebelum ujian SEM dijalankan, sampel yang telah disinter dipotong dengan menggunakan pemotong intan. Ini untuk memastikan sangga dan mikroliang dapat dilihat dengan lebih jelas. Saiz liang juga akan mempengaruhi peratus keliangan dan nilai ketumpatan

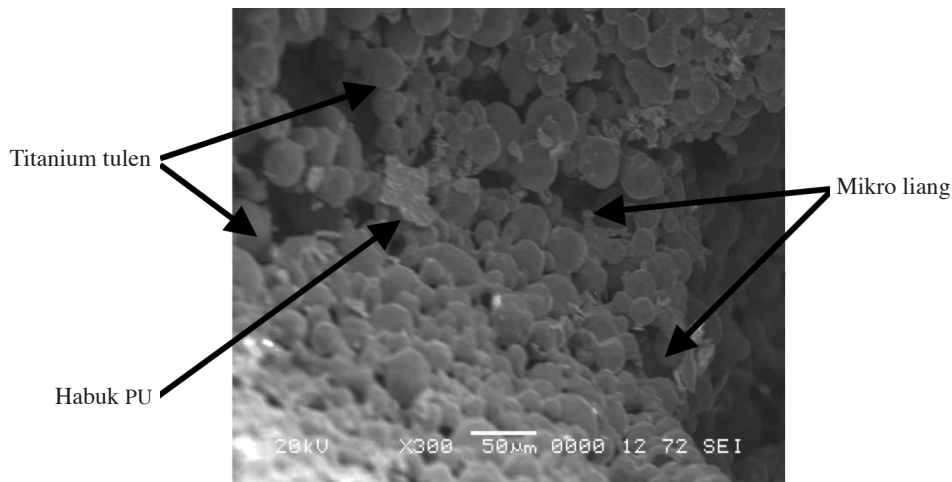


RAJAH 5. Gambarajah SEM liang-liang untuk sampel titanium tulen

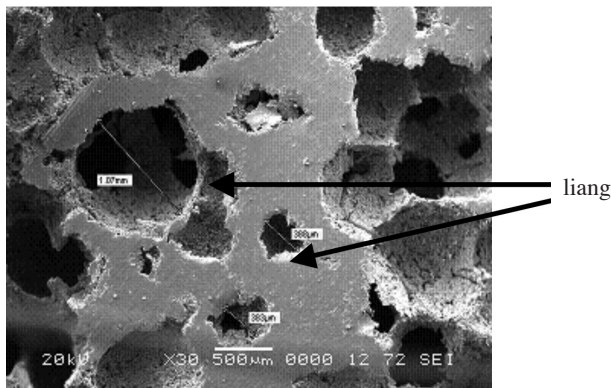


RAJAH 6. Gambarajah SEM sangga untuk sampel titanium tulen

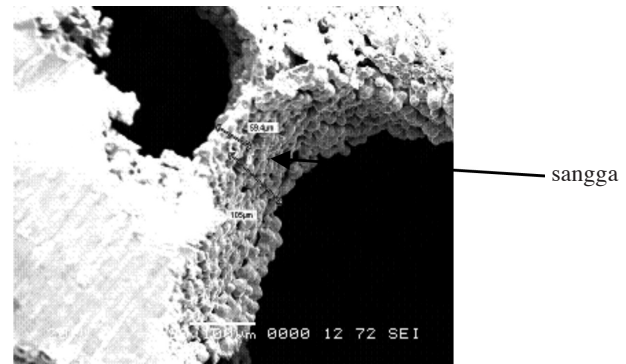
ketara bagi kedua-dua sampel ini. Saiz liang bagi titanium tulen adalah di antara 500 µm hingga 700 µm manakala untuk titanium aloi saiz liang adalah di antara 1.07 mm hingga 500 µm. Daripada Rajah 7 dan 10 dapat dilihat terdapat habuk PU yang terlekat pada partikel titanium. Ini selari dengan kajian yang telah dibuat oleh Jee et al. (2000), yang telah mengkaji kesan PU terhadap hidroksiapatit dengan menggunakan kaedah yang sama seperti dalam kajian ini. Secara amnya habuk PU tidak dapat dikeluarkan kerana relau yang digunakan adalah



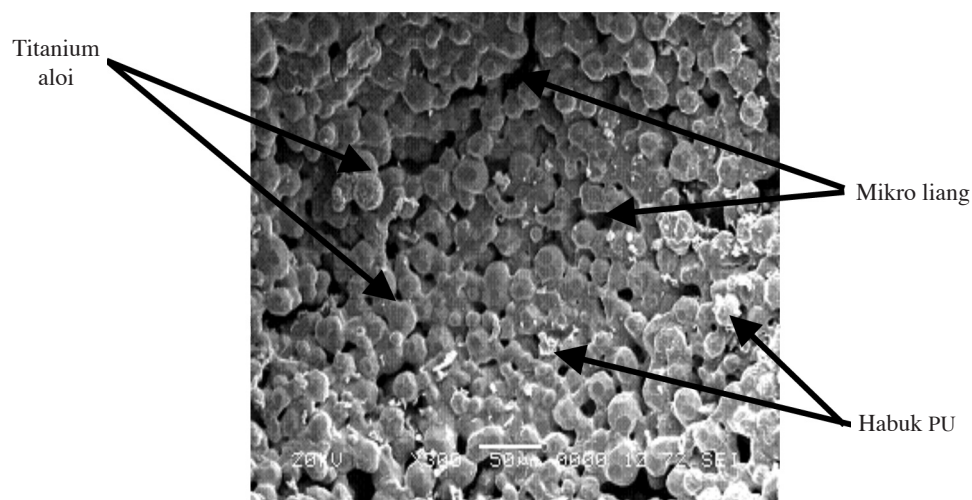
RAJAH 7. Gambarajah SEM mikro liang untuk sampel titanium tulen



RAJAH 8. Gambarajah SEM liang-liang untuk sampel titanium aloi



RAJAH 9. Gambarajah SEM sangga untuk sampel titanium aloi



RAJAH 10. Gambarajah SEM mikro liang untuk sampel titanium aloi

relau vakum. Relau vakum tidak dapat mengeluarkan habuk PU disebabkan tiada udara di dalamnya. Untuk menyelesaikan masalah ini, pengaliran gas argon atau nitrogen boleh dilakukan semasa proses pensinteran seperti yang dilakukan oleh Amaranan et al. (2008).

#### KESIMPULAN

Secara keseluruhannya proses pensinteran yang dijalankan adalah sesuai untuk menghasilkan titanium berbuis dan suhu pensinteran yang sesuai adalah 1250°C bagi kedua-dua jenis titanium. Saiz liang yang didapati adalah 500 µm hingga 1.07 mm dan saiz sangga adalah 59 µm hingga 300 µm bagi kedua-dua jenis titanium. Nilai ketumpatan ketara dan peratus keliangan juga selari dengan hasil kajian terdahulu bagi kedua-dua sampel ini. Begitu juga dengan nilai kekuatan mampatan perlu ditingkatkan lagi dengan cara menambahkan titanium di dalam komposisi bahan bujukan. Ketumpatan dan keliangan amat mempengaruhi nilai kekuatan mampatan dalam kajian ini.

#### RUJUKAN

- Amaranan, S., Songsiri, K. & Mononukul, A. 2008. Unconventional fabrication of stainless steel 316L metal foam by conventional ceramics route. *Conf. Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials*.
- American Standard Test Method (ASTM 1996), Standard test method for compressive (crushing) strength of fired whiteware materials berkod C773-74.
- Ashby, M.F. t.th. An introduction to metal foams. NPL: Metal Foams. [http://www.npl.co.uk/materials/metal\\_foams/introduction.html](http://www.npl.co.uk/materials/metal_foams/introduction.html) [11 Ogos 2006].
- Ashby, M.F., Evans, A., Fleck, N.A., Gibson, L.J., Hutchison, J.W. & Wadley, H.N.G. 2000. *Metal Foams – A Design Guide*. New York: Butterworth-Heinemann.
- Banhart, J. 2001. Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams. *Progress in Materials Science* 46: 559-632.
- Callister, W.D. 2007. *Materials Science and Engineering An Introduction*. Ed. ke-6. New York: John Wiley & Son. Inc.
- German, R.M. 1996. *Sintering Theory and Practice*. Edisi pertama. Canada: John Wiley & Son. Inc.
- Jee, C.S.Y., Ozguven, N., Guo, Z.X. & Evans, J.R.G. 2000. Preparation of high porosity metal foams. *Metallurgical and materials Transactions B* 31B: 1345-1352.

- Ji, C.H., Loh, N.H., Khor, K.A. & Tor, S.B. 2001. Sintering study of 316L stainless steel Metal Injection Molding parts using Taguchi method: final density. *Materials Science and Engineering A* 311: 74-82.
- Korner, C. & Singer, R.F. 2000. Processing of intermetallic foam by combustion reaction *Advanced Engineering Materials* 2(4): 159-165.
- Larminie, J. & Dicks, A. 2003. *Fuel Cell Systems Explained*. Ed. ke-2. London: John Wiley & Sons. Inc.
- Li, C.F., Zhu, Z.G. & Liu, T. 2005. Microhardness of pore walls in porous titanium prepared with novel powder metallurgy. *Journal of Powder Metallurgy* 48(3): 237-240.
- Li, J.P., Li, S.H., Groot, K.de & Layrolle, P. 2002. Preparation and characterization of porous titanium. *Key Engineering Materials* 218-220: 51-54.
- Li, J.P., Li, S.H., Groot, K.de & Layrolle, P. 2003. Improvement of porous titanium with thicker struts. *Key Engineering Materials* 240-242: 547-555.
- Murray, N.G.D., Schuh, C.A & Dunand, D.C. 2003. Solid-state foaming of titanium by hydrogen-induced internal-stress superplasticity. *Scripta Materialia* 49: 879-883.
- Ramay, H.R. & Zhang, M. 2003. Preparation of porous hydroxyapatite scaffolds by combination of the gel-casting and polymer sponge methods. *Journal of Biomaterials* 24: 3293-3302.
- S. Ahmad  
Fakulti Kejuruteraan Mekanikal dan Pembuatan  
Universiti Tun Hussein Onn Malaysia  
Batu Pahat, Johor, Malaysia
- N. Muhamad\*, A. Mughtar, J. Sahari, K.R Jamaludin,  
M.H.I. Ibrahim, N.H. Mohamad Nor & Murtadhahadi  
Fakulti Kejuruteraan dan Alam Bina  
Universiti Kebangsaan Malaysia  
43600 Bangi, Selangor D.E.  
Malaysia
- \*Pengarang untuk surat-menyurat; email: hamidi@eng.ukm.my
- Diserahkan: 20 November 2008  
Diterima: 6 Julai 2009