

Analisis Variasi Temperatur Sintering dan Ukuran Agen Pengembang Dolomit terhadap Fabrikasi Paduan Logam Mg-Ca-Zn Berpori Tertutup dengan Proses Metalurgi Serbuk

Franciska P. Lestari¹, Brama A. Saputra², Aprilia Erryani¹, Inti Mulyati, Made Subekti Dwijaya, Ika Kartika¹

¹ Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Gedung 470, Kawasan PUSPIPTEK Serpong, Banten, Indonesia 15343

² Teknik Metalurgi, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Jl. Jendral Soedirman KM. 3, Cilegon, Banten, Indonesia, 42435

Abstrak

Paduan logam berpori berbasis magnesium sangat potensial dalam aplikasi prostesis biomedis. Kalsium, seng dan agen pengembang ditambahkan untuk melengkapi fungsi dan aplikasi paduan. Dalam studi ini, paduan logam berpori Mg-Ca-Zn dikembangkan dengan proses metalurgi serbuk menggunakan dolomit ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) sebagai agen pengembang untuk menghasilkan pori jenis tertutup. Variasi ukuran agen pengembang dan temperatur sintering dilakukan dengan tujuan untuk mencapai ukuran, persentasi dan kehomogenan pori yang terbentuk dalam paduan, dimana pori berfungsi untuk pertumbuhan tulang baru. Komposisi (%berat) paduan yang dikembangkan adalah 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10CaMg(CO_3)₂, dengan variasi temperatur sintering $T = 650, 675, \text{ dan } 700^\circ\text{C}$ dan waktu tahan 5 jam, sedangkan ukuran dolomit $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ divariasikan -30 #, -50 #, -80 #. Paduan hasil sintering diuji XRD (x-ray diffraction) untuk menganalisis fasa yang terbentuk. Ukuran dan kehomogenan pori hasil sintering diamati dengan SEM (scanning electron microscopy), dan persentasi pori yang terbentuk diukur dengan menggunakan metode Archimedes sesuai standar ASTM B311-93. Sifat mekanik dari paduan hasil sintering diuji dengan alat uji kompresi mengacu pada standar ASTM D-695-02. Analisis XRD (x-ray diffraction) dalam paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10CaMg(CO_3)₂ hasil sintering terbentuk fasa Mg sebagai matriks, MgO, CaCO_3 dan dolomit ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$). Persentasi porositas tertinggi diperoleh sebesar 32,60% dengan ukuran pori terbesar adalah $\leq 300 \mu\text{m}$ dan kekuatan tekan 143 MPa. Kondisi ini dihasilkan dalam paduan dengan ukuran partikel dolomit -30# dan temperatur sintering 700°C . Teknologi metalurgi serbuk dengan variasi temperatur sintering dan variasi ukuran agen pengembang dolomit berpengaruh signifikan terhadap ukuran, persentasi, dan kehomogenan pori serta sifat mekanik yang dihasilkan dalam paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn.

Kata kunci: logam berpori tertutup; biomaterial; paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn; agen pengembang dolomit ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$); metalurgi serbuk

Abstract

[Title: Sintering Temperature and Size Variation Analysis of Dolomite Development Agency to Closed Pores Mg-Ca-Zn Metal Alloy Fabrication by Powder Metallurgy Process] Magnesium-based porous metal alloys have great potential in biomedical prosthesis applications. Calcium, zinc, and a foaming agent are added to complement the function and application of the alloy. In this study, Mg-Ca-Zn porous metal alloy was developed by powder metallurgy process and using dolomite ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) as a foaming agent to produce a closed pore type. Various sizes of the foaming agent and the sintering temperatures are carried out to achieve the size and homogeneity of the pores formed in the alloy, where the pores function for new bone growth. The alloy's composition (wt%) was 84.5Mg-0.5Ca-5Zn-10CaMg(CO_3)₂, with different sintering temperatures $T = 650, 675, \text{ and } 700^\circ\text{C}$ and holding time of 5 hours, while the size of

^{*} Penulis Korespondensi.
E-mail: ikak001@lipi.go.id

dolomite $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ was varied from -30 #, -50 #, -80 #. In analyzing the phase formed in the sintered alloy, x-ray diffraction (XRD) was used. The sintered alloy's pore size and homogeneity were observed using Scanning electron microscopy (SEM). The percentage of pores formed was calculated using the Archimedes method following ASTM B311-93 standards. The mechanical properties of sintered alloys were tested using a compression testing machine following the ASTM D-695-02 standard. The XRD analysis (x-ray diffraction) of the sintered alloy 84.5Mg-0.5Ca-5Zn-10CaMg(CO₃)₂ was revealed the Mg phase as a matrix, MgO, CaCO₃, and dolomite (CaMg(CO₃)₂). The largest pore size was obtained at 300 m, and the compressive strength of 143 MPa, the highest percentage of porosity, was obtained at 32.60%. This condition is created in an alloy with a particle size of -30 # dolomite and a sintering temperature of 700 °C. Powder metallurgy technology with varying sintering temperatures and dolomite foaming agent sizes significantly impacted the size, percentage, and homogeneity of the pores and the mechanical properties of 84.5Mg-0.5Ca-5Zn alloy.

Keywords: closed cell metal porous; biomaterial; 84,5Mg-0,5Ca-5Zn alloy; foaming agent dolomite (CaMg(CO₃)₂); powder metallurgy

1. Pendahuluan

Logam berpori menjadi kelas material yang saat ini menjanjikan untuk dikembangkan di bidang industri dan ilmiah karena keunggulannya yang unik dengan kombinasi sifat mekanik seperti densitas lebih rendah, kapasitas penyerapan energi tinggi, kekakuan tinggi serta memiliki kapasitas meredam getaran yang tinggi. Material logam dengan struktur berpori di dalamnya merupakan gelembung gas yang terpisah dengan dinding logam yang tipis. Akibat dari struktur selular tersebut, akan dihasilkan kombinasi sifat-sifat yang unik (Kennedy, 2012). Paduan berpori merupakan kondisi yang diinginkan untuk aplikasi implan. Pori merupakan media untuk menyesuaikan sifat mekanik dari paduan dengan tulang melalui kontrol parameter proses selama *foaming* (Patel dkk., 2018).

Magnesium (Mg) banyak dikembangkan sekarang ini karena memiliki berbagai sifat luar biasa seperti kekuatan spesifik tinggi, kemampuan penyerapan guncangan tinggi, densitas yang rendah, kemampuan cor yang baik dan kemampuan yang baik untuk daur ulang menjadikannya pilihan yang disukai untuk aplikasi struktural (Lara-Rodriguez dkk., 2017). Selain itu, Mg memiliki sifat biodegradasi dan bioresorpsi yang baik sehingga menguntungkan bila digunakan untuk aplikasi biomedis sebagai tulang pengganti (Bose dkk., 2012). Magnesium dan paduannya juga memiliki karakteristik menguntungkan lainnya yaitu kemampuan untuk mendukung pertumbuhan tulang (osteokonduktivitas) dan pembentukan tulang baru oleh sel osteoblas dengan dihasilkannya neuronal calcitonin gene yang dirangsang produksinya oleh ion-ion Mg^{2+} melalui sel-sel syaraf (osteogenesis) (Kong dkk., 2018).

Paduan magnesium berpori dapat dibuat dengan beberapa metode, metode yang lebih unggul adalah teknik metalurgi serbuk. Kombinasi sifat-sifat unggul dan berbeda dari campuran serbuk-serbuk logam ini dapat disesuaikan dengan sifat yang ingin dicapai melalui pori yang dihasilkan (Li dkk., 2013). Pembuatan

logam berpori dengan metode metalurgi serbuk secara sistematis dilakukan dengan pencampuran serbuk logam paduan dengan zat yang mampu melepaskan gas atau agen pengembang (*foaming agent*) yang umumnya terurai melalui proses dekomposisi panas (*thermal decomposition*). Pada tahap *sintering*, terjadi dekomposisi dari agen pengembang yang membebaskan gas sehingga meninggalkan lubang dan pada proses inilah terbentuknya pori pada material (Teişanu dkk., 2015).

Ada dua jenis logam berpori yang dapat diproduksi yaitu tipe sel terbuka (*open cell*) atau tipe sel tertutup (*closed cell*). Namun, secara struktural sel tertutup merupakan tipe sangat penting karena lebih mampu menahan beban daripada tipe sel terbuka (García-Moreno, 2016).

Aghion dan Perez (2014) telah menghasilkan Mg berpori menggunakan NaCl sebagai agen pengembang. Selain itu, Čapek & Vojtěch (2014) juga telah berhasil menghasilkan Mg berpori menggunakan amonium bikarbonat sebagai agen pengembang. Wen dkk. (2004) telah menghasilkan busa Mg menggunakan karbamid sebagai agen pengembang.

Dalam perjalanan penelitian ini, logam berpori Mg-Ca-Zn dengan sel tertutup telah berhasil dibuat secara metalurgi serbuk dengan agen pengembang titanium hidrida (TiH₂) (Pramuji dkk., 2015), CaCO₃ (Erryani dkk., 2017) dan penggunaan carbamide (CO(NH₂)₂) sebagai *space holder* untuk menghasilkan pori yang homogen (Annur dkk., 2018), akan tetapi tingkat kehomogenan dari pori yang terbentuk belum optimal.

Penggunaan dolomit sebagai agen pengembang untuk pembuatan paduan berpori Mg-Ca-Zn secara metalurgi serbuk untuk aplikasi biomaterial belum banyak dikembangkan. Pada penelitian yang dilakukan oleh Karthikeyen, penggunaan dolomit sebanyak 10% menghasilkan persen porositas sebesar 52% pada paduan Al₁₅Ni (Karthikeyen, 2017). Dolomit

(CaMg(CO₃)₂) adalah karbonat yang setelah terdekomposisi dapat melepaskan gas karbon dioksida (CO₂). Dolomit memiliki komposisi 22% MgO, 30% CaO dan 48% CO₂. Ion logam lainnya yg terkandung dalam dolomit adalah Mn, Pb, Zn, Co, Ni dan Sr (Hossain dkk., 2011). Dolomit digunakan dalam berbagai industri termasuk produksi beton, semen, kaca, kertas, dan pupuk, serta dalam industri metalurgi dan farmasi (Makó, 2007). Penggunaan dolomit sebagai agen pengembang menawarkan biaya yang jauh lebih murah daripada hidrida serta temperatur stabilisasi yang lebih tepat. Hasil dekomposisi kimia dari dolomit seperti CaO dan MgO dapat memberikan stabilitas pori pada tahap akhir (Ramirez., 2016). Pada produksi Al berpori, dolomit adalah agen pengembang yang paling cocok karena biayanya yang rendah dan stabilitasnya yang baik (Koizumi dkk., 2011). Namun, reaksi CaCO₃ dengan Mg melepaskan CO yang sangat besar berbahaya, sedangkan dolomit melepaskan gas CO₂, yang tidak berbahaya dibandingkan dengan CO (Yang dkk., 2008).

Pada penelitian kali ini, logam berpori paduan Mg-Zn-Ca akan dibuat dengan menambahkan dolomit (CaMg(CO₃)₂) sebagai agen pengembang menggunakan teknologi metalurgi serbuk. Pengaruh variasi ukuran dolomit dan temperatur sintering terhadap persentasi dan kehomogenan pori yang terbentuk dalam paduan akan dipelajari. Penggunaan agen pengembang dolomit diharapkan dapat menghasilkan persentasi porositas dan kehomogenan pori yang lebih optimal.

2. Bahan dan Metode

Penelitian ini menggunakan serbuk Mg murni (99%), Ca murni berbentuk *granule* (>98%), serbuk Zn (>98%, ukuran partikel: ± 63 µm) dari Merck. Agen pengembang (*foaming agent*) digunakan dolomit (CaMg(CO₃)₂) diperoleh dari hasil ekstraksi di Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI, divariasikan pada 3 ukuran yaitu -30#, -50#, dan -80#. Proses pencampuran (*mixing*) serbuk logam dilakukan untuk mendapatkan komposisi (% berat) 84,5 Mg; 0,5 Ca; 5 Zn dan 10dolomit menggunakan alat *shaker mill* hasil konstruksi internal selama 60 menit.

Pengujian *Differential Thermal Analysis-Thermogravimetric Analysis (DTA-TGA)* dilakukan pada serbuk dolomit murni dan paduan Mg-5Ca-0,5Zn-dolomit dengan alat *Simultaneous Thermal Analysis (STA)* Perkin Elmer 6000 dengan rentang pemanasan hingga 800°C dan kecepatan pemanasan 10°/menit. Pengujian ini dilakukan sebagai acuan untuk menentukan temperatur *sintering* dari paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit.

Serbuk paduan hasil *mixing* dengan berat 1 gram dimasukkan ke dalam cetakan dan dikompaksi menggunakan mesin kompresi merk BMI *Simon*

Machinery MFG dengan beban maksimal 100 ton. Penekanan serbuk paduan dalam cetakan dilakukan pada temperatur kamar dengan beban berturut-turut 100 Psi selama 2 menit, dan 200 Psi selama 3 menit. Hasil proses kompaksi berupa *green compact* dengan diameter 10 mm dan tinggi 10 mm.

Proses *sintering* dilakukan pada *green compact* dengan variasi temperatur 650, 675 dan 700°C dalam *vacuum tube furnace* dengan atmosfer argon dengan waktu tahan 5 jam untuk setiap temperatur yang diberikan. *Vacuum tube furnace* yang digunakan merupakan *furnace* hasil konstruksi internal dengan temperatur maksimum proses 1000°C.

Pengujian XRD (*x-ray diffraction*) menggunakan alat SMART LAB RIGAKU, radiasi Cu K α dengan parameter operasi 15 mA dan 40 kV. Analisis hasil uji XRD menggunakan bantuan perangkat lunak *Highscore plus*.

Pengujian porositas menggunakan metode Archimedes sesuai standar ASTM B311-93 dimana densitas sampel dihitung dengan menggunakan Persamaan 1.

$$\rho_b = \frac{m_1}{m_3 - m_2} \times \rho_{air} \quad (1)$$

Dimana ρ_b adalah densiti secara teoritis (gr/cm³), m_1 merupakan berat kering sampel (gram), m_2 adalah berat sampel dalam air (gram), m_3 adalah berat basah sampel (gram), dan ρ_{air} adalah densiti air (gr/cm³).

Untuk menghasilkan porositas, maka setelah diperoleh densitas, digunakan Persamaan 2.

$$\mu = 1 - \frac{\rho_t}{\rho_b} \times 100\% \quad (2)$$

Dimana μ adalah porositas, ρ_b merupakan densiti basah (gr/cm³), dan ρ_t adalah densiti kering (gr/cm³).

Pengujian kekuatan tekan dilakukan dengan menggunakan *universal testing machine* (Shimadzu AGS-10 KN) pada temperatur ruang dengan laju kompresi 1,33 mm/menit. Spesimen uji berbentuk silinder dengan diameter 10 mm dan tinggi 10 mm. Pengujian tekan mengikuti standar ASTM D-695-02.

Untuk melihat jenis pori, kehomogenan pori dan ukuran pori yang terbentuk dilakukan observasi dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS)* merk JEOL type JSM 6390 A. Area yang diamati adalah di bagian permukaan dari sampel paduan. Persiapan sampel dilakukan dengan meratakan permukaan sampel dengan kertas ampelas *grid* 1000. Sampel paduan magnesium untuk observasi pori tidak perlu dilakukan *polishing* dan *etsa*.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Hasil Analisis DTA/TGA

Gambar 1 adalah hasil DTA/TGA (*differential thermal analysis-thermogravimetric analysis*) pada serbuk dolomit ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) murni. Berdasarkan grafik perubahan panas (DTA) pada Gambar 1, reaksi endoterm terjadi pada temperatur 610°C hingga 760°C. Kondisi ini disertai dengan penurunan massa yang cukup signifikan pada grafik TGA. Proses dekomposisi $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ini termasuk satu langkah proses dekomposisi (*single step decomposition*), karena dolomit hanya berdisosiasi satu kali menjadi senyawa magnesium karbonat yang selanjutnya terdekomposisi menjadi MgO dan CO_2 .

Mekanisme reaksi pada Persamaan 3 dan 4 merupakan representasi dari disosiasi primer menjadi individu karbonat lalu diikuti dekomposisi langsung menjadi magnesium (Jablonski, 2015).



3.2 Hasil Analisis XRD

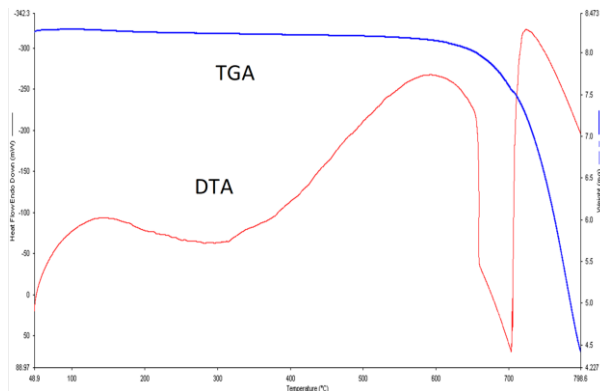
Gambar 3(a)-3(c) menunjukkan hasil difraksi dari paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10. Dolomit pada temperatur *sintering* 650, 675, dan 700°C dengan waktu tahan 5 jam dengan variasi ukuran serbuk agen pengembang dolomit -30#, -50#, -80#. Pada grafik dalam Gambar 3(a)-3(c) dengan rentang $2\theta = 20^\circ-80^\circ$, terlihat fasa yang terbentuk adalah fasa Mg, MgO, CaCO_3 dan dolomit ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$). Analisis hasil difraksi dalam paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit menunjukkan fasa Mg sebagai matriks dengan tinggi puncak intensitas yang berbeda pada berbagai ukuran serbuk agen pengembang dolomit (Gambar 3a-3c). Pada ukuran serbuk dolomit -30#, persentasi fasa Mg yang terbentuk lebih signifikan

pada temperatur 675°C yaitu 69% (Gambar 3a). Persentasi fasa Mg yang dihasilkan dalam paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit dengan ukuran serbuk dolomit -50# adalah sebesar 76% pada temperatur 675°C (Gambar 3b), sedangkan pada ukuran serbuk dolomit -80#, persentasi fasa Mg lebih signifikan diperoleh pada temperatur 650°C dengan persentasi sebesar 71% (Gambar 3c).

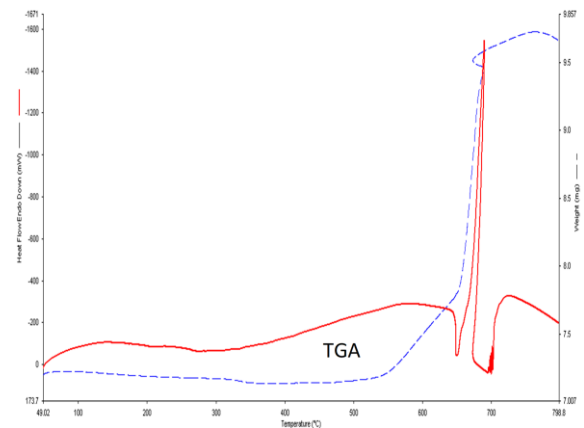
Fasa MgO dalam paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit terbentuk karena dekomposisi senyawa dolomit (Ramirez, 2016). Fasa MgO dihasilkan dalam paduan hasil *sintering* pada $2\theta = 42,9^\circ$ dan $62,35^\circ$, hal ini sesuai dengan yang ditemukan oleh N. Kartthikeyen (Karthikeyen, 2017). Persentasi fasa MgO terbesar dalam paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10 Dolomit konsisten dihasilkan pada temperatur *sintering* 675°C, dimana berturut-turut dihasilkan fasa MgO sebanyak 23%, 15% dan 27% pada ukuran agen pengembang -30#, -50# dan -80# (Gambar 3b).

Fasa CaCO_3 secara signifikan diperoleh pada paduan dengan ukuran serbuk dolomit -80# pada temperatur *sintering* 700°C yaitu sebesar 21% (Gambar 3c). Fasa CaCO_3 ditemukan dalam paduan hasil sinter juga karena dekomposisi agen pengembang dolomit (Ramirez, 2016).

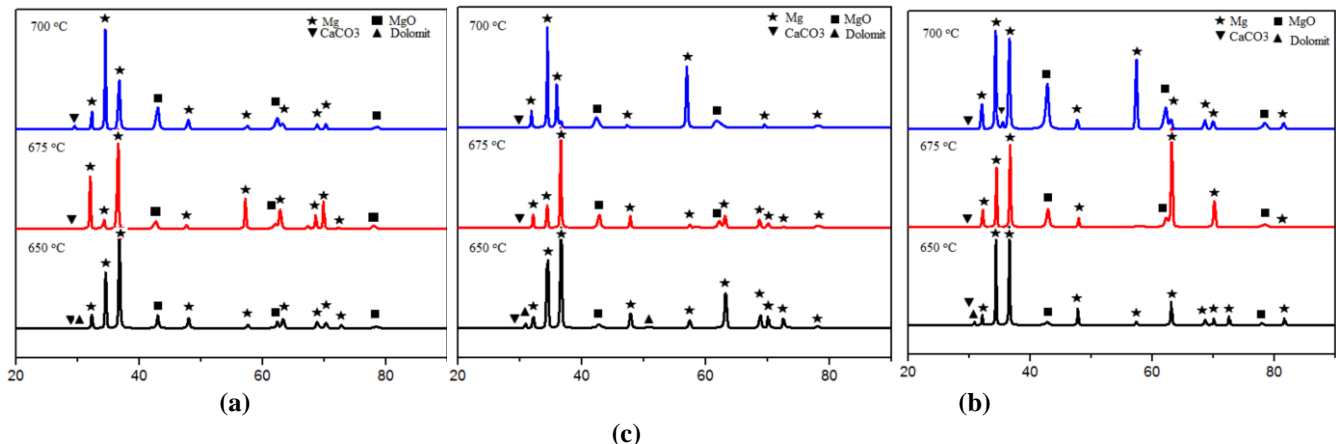
Dari analisis fasa hasil uji difraksi, agen pengembang dolomit masih banyak tersisa dalam paduan dengan ukuran serbuk dolomit -50# pada temperatur *sintering* paling rendah yaitu 650°C (Gambar 3b). Hal ini membuktikan bahwa proses dekomposisi dari agen pengembang dolomit dalam paduan belum sempurna pada temperatur 650°C dibandingkan temperatur *sintering* yang lebih tinggi. Pada temperatur 675°C dan 700°C dimungkinkan agen pengembang dolomit telah terdekomposisi menjadi CaCO_3 , MgO dan CO_2 (Karthikeyen, 2017).



Gambar 1. Grafik DTA-TGA pengembang dolomit



Gambar 2. Grafik hasil uji DTA-TGA campuran serbuk Mg-Zn-Ca dengan agen pengembang dolomit



Gambar 3. Grafik hasil XRD paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit dengan variasi temperatur dan waktu tahan *sintering* 5 jam dengan ukuran serbuk dolomit; (a) -30#; (b) -50#; dan (c) -80#

3.3 Struktur Mikro Hasil *Sintering*

Gambar 4 merupakan foto hasil pengamatan dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dalam paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit hasil proses metalurgi serbuk pada temperatur *sintering* 650°C selama 5 jam dengan variasi ukuran serbuk dolomit -30#, -50# dan -80#.

Pada Gambar 4a teramati pori yang terbentuk dalam paduan dengan penggunaan serbuk dolomit berukuran -30# memiliki ukuran dan distribusi pori yang kurang homogen. Ukuran pori berkisar $\geq 100 \mu\text{m}$. Pada penambahan serbuk dolomit ukuran -50#, pori yang terbentuk lebih meningkat dengan ukuran bervariasi, namun pembentukan pori belum terdistribusi merata. Ukuran pori berkisar ≤ 100 atau bahkan teramati beberapa pori memiliki ukuran $250 \mu\text{m}$ (Gambar 4b). Penambahan serbuk dolomit berukuran -80# dengan temperatur *sintering* 650 °C menghasilkan pori dengan ukuran lebih $\leq 100 \mu\text{m}$ (Gambar 4c).

Gambar 5 merupakan foto hasil SEM pada paduan Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit pada temperatur *sintering* 675°C dengan variasi ukuran partikel agen pengembang dolomit. Pada penggunaan agen pengembang dolomit -30# teramati pori yang terbentuk pada beberapa area di tengah permukaan paduan memiliki interkoneksi dan membentuk pori dengan ukuran lebih besar berkisar $\geq 250 \mu\text{m}$ (Gambar 5a). Akan tetapi pada temperatur *sintering* yang sama yaitu 675°C dan ukuran serbuk agen pengembang yang lebih besar yaitu -50#, pori yang terbentuk lebih meningkat dibandingkan dengan penambahan agen pengembang dolomit dengan ukuran serbuk -30# (Gambar 5a) dan -80# (Gambar 5c). Ukuran pori rata-rata pada temperatur *sintering* 675°C dan ukuran serbuk agen pengembang -50# adalah $230\mu\text{m}$ (Gambar 5b). Pada Gambar 5(c) dengan penambahan agen pengembang dolomit berukuran -80# teramati pori yang terbentuk memiliki

ukuran hingga $180 \mu\text{m}$ dan jumlah pori yang terbentuk lebih sedikit.

Hasil foto SEM pada area tengah permukaan dari paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit dengan temperatur *sintering* 700°C dan variasi ukuran serbuk agen pengembang dolomit -30#, -50# dan -80# ditunjukkan pada Gambar 6a-6c. Pada temperatur *sintering* 700°C dan ukuran dolomit -30# teramati pori yang dihasilkan memiliki ukuran $\leq 300\mu\text{m}$ dan pori tersebar cukup homogen di tengah permukaan paduan (Gambar 6a). Pada penggunaan ukuran serbuk dolomit -50# teramati ukuran serbuk di bawah $200 \mu\text{m}$ (Gambar 6b), dan pada ukuran serbuk -80# ukuran serbuk bervariasi dengan tingkat kehomogenan lebih rendah dibanding ukuran agen pengembang dolomit terkecil (Gambar 6c).

Hasil pengamatan struktur pori dalam paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit menunjukkan bahwa agen pengembang dolomit mampu menghasilkan struktur pori tertutup (*closed cell*) dalam paduan (Gambar 4-6). Gelembung gas yang terbentuk saat proses dekomposisi akan menyisakan ruang kosong yang nantinya ada menjadi pori dalam paduan (Xia dkk., 2013).

Dari pengamatan struktur dalam paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit pada temperatur *sintering* 650°C agen pengembang dolomit belum terdekomposisi sempurna. Seiring dengan meningkatnya temperatur *sintering*, pori yang terbentuk semakin meningkat disertai peningkatan ukuran pori. Pori yang memiliki ukuran besar dihasilkan karena interkoneksi dari beberapa pori yang terbentuk. Sedangkan ukuran pori yang lebih kecil ditemukan pada temperatur *sintering* paling tinggi yaitu 700°C adalah mikropori. Zhuang dkk. (2008), menyatakan bahwa kenaikan temperatur *sintering* akan membentuk mikropori karena adanya penyusutan volume Mg selama proses *sintering* tersebut.

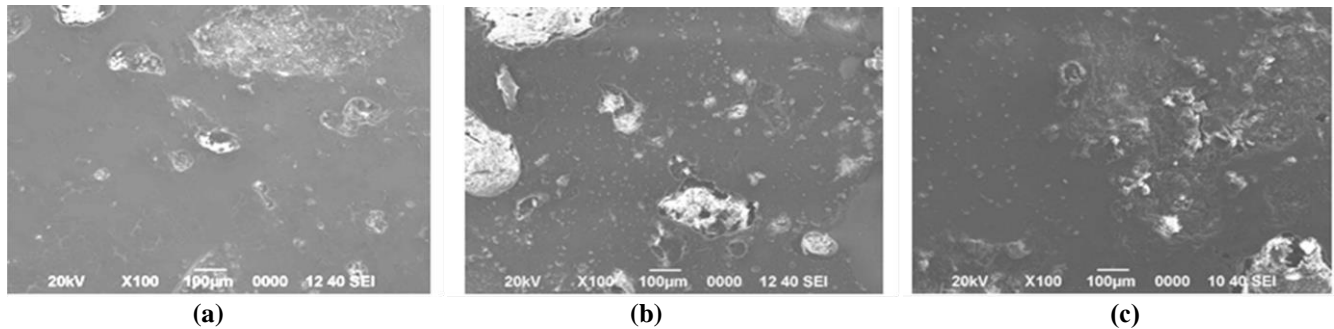
Pada dasarnya, proses metalurgi serbuk untuk membuat paduan Mg relatif sulit akibat pembentukan lapisan oksida di permukaan (Wolff dkk., 2011).

3.4 Analisis Porositas vs Ukuran Butir Dolomit

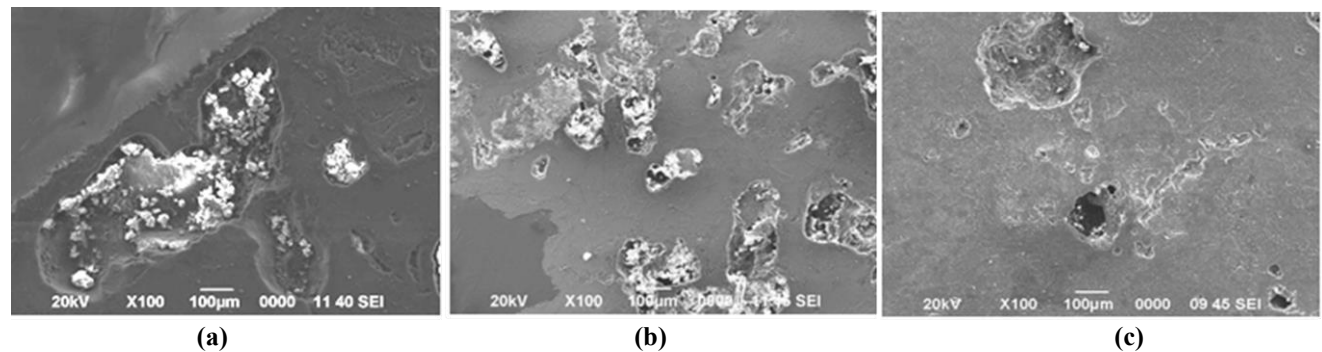
Kekuatan dari paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit dapat digambarkan dari hasil uji porositas. Nilai porositas dalam paduan dihasilkan dari perhitungan dengan metoda Archimedes sesuai standar ASTM B311-93. Perbedaan densitas paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit dalam keadaan di udara dan

dalam air merupakan parameter untuk menentukan porositas yang dihasilkan dalam paduan.

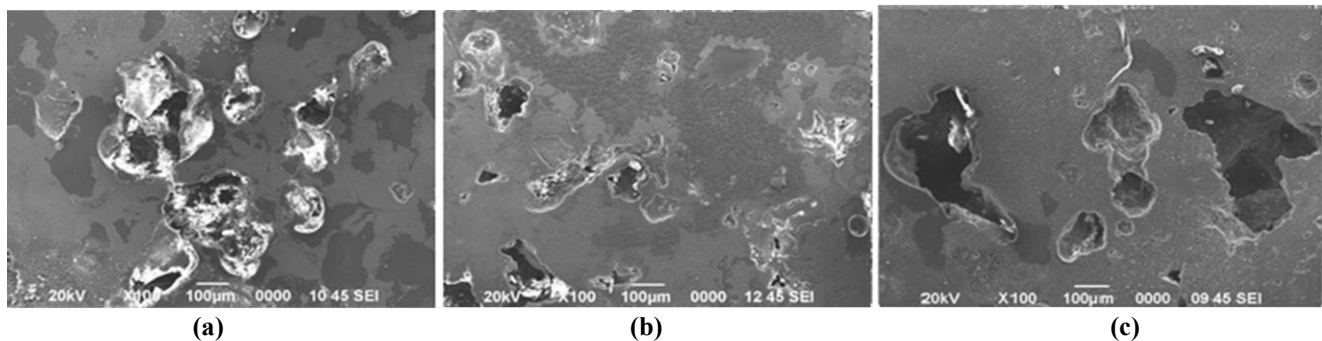
Gambar 4 menunjukkan persentasi porositas yang terbentuk dalam paduan setelah proses *sintering* pada temperatur 650, 675 dan 700°C selama 5 jam pada berbagai ukuran serbuk agen pengembang dolomit. Pada Gambar 4 terlihat bahwa persentasi porositas yang terbentuk dalam paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit menurun seiring dengan meningkatnya temperatur *sintering* dan bertambahnya ukuran serbuk dolomit dalam paduan. Akan tetapi persentasi porositas yang



Gambar 4. Foto hasil SEM paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit pada $T_{sintering}$ 650°C selama 5 jam dengan ukuran serbuk dolomit ; (a) -30# ; (b) -50# dan (c) -80#



Gambar 5. Foto hasil SEM paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit pada $T_{sintering}$ 675°C selama 5 jam dengan ukuran serbuk dolomit ; (a) -30# ; (b) -50# dan (c) -80#



Gambar 6. Foto hasil SEM paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit pada $T_{sintering}$ 700°C selama 5 jam dengan ukuran serbuk dolomit ; (a) -30# ; (b) -50# dan (c) -80#

dihasilkan dalam paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit terlihat meningkat di setiap ukuran serbuk agen pengembang dolomit dengan meningkatnya temperatur *sintering* (Gambar 7).

Penurunan atau peningkatan nilai porositas sangat dipengaruhi oleh temperatur *sintering* dan ukuran serbuk agen pengembang dolomit yang ditambahkan dalam paduan (Gambar 7). Pada temperatur *sintering* yang lebih tinggi (675 dan 700°C), proses dekomposisi dari agen pengembang dolomit lebih optimal dibandingkan temperatur *sintering* 650°C. Hal ini ditandai dengan lebih tingginya persen porositas yang terbentuk dalam setiap ukuran agen pengembang dolomit yang ditambahkan dalam paduan pada setiap kenaikan temperatur *sintering*. Persentasi porositas yang dihasilkan pada ukuran agen pengembang dolomit -30# adalah 26,92; 30,69%; 32,60% berturut-turut pada temperatur *sintering* 650, 675 dan 700°C (Gambar 7).

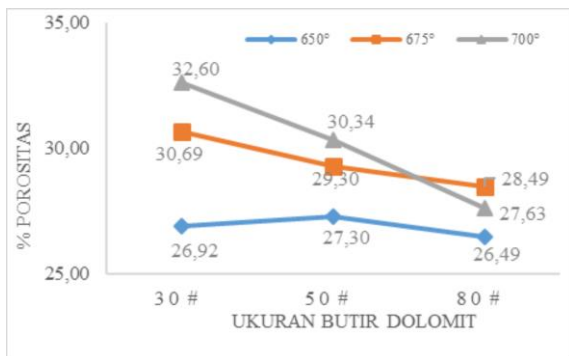
Pada ukuran agen pengembang dolomit -50# seperti ditunjukkan pada Gambar 7, persentasi porositas yang dihasilkan seiring dengan kenaikan temperatur 650, 675 dan 700°C adalah 27,30%; 29,30%; 30,34%. Sedangkan pada ukuran serbuk dolomit -80#, persen porositas yang diperoleh 26,49%; 27,63%; dan 28,49 % dengan kenaikan temperatur 650, 675 dan 700°C (Gambar 7).

3.4 Sifat Mekanik Hasil *Sintering*

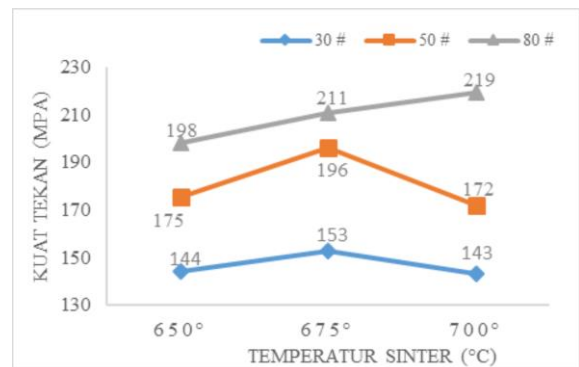
Pada Gambar 8 dapat dilihat bahwa terjadi kenaikan nilai kuat tekan seiring dengan kenaikan temperatur *sintering* yang digunakan yaitu pada komposisi dengan variasi ukuran partikel agen pengembang dolomit -80#.

Pada komposisi paduan dengan ukuran partikel agen pengembang dolomit -30# dan -50# terjadi kenaikan nilai kuat tekan pada temperatur *sintering* 650°C dan 675°C namun terjadi penurunan nilai kuat tekan pada temperatur *sintering* 700°C. Pada komposisi

paduan dengan ukuran partikel agen pengembang dolomit -30# terjadi penurunan nilai kuat tekan pada temperatur *sintering* 675°C sebesar 152,552 MPa menjadi 142,93 MPa pada temperatur *sintering* 700°C. Penurunan tersebut disebabkan oleh meningkatnya nilai porositas yang dihasilkan pada komposisi tersebut. Semakin banyak pori yang dihasilkan akan membuat semakin banyaknya ruang kosong sehingga akan menurunkan nilai kuat tekan dari paduan. Pada komposisi paduan dengan ukuran partikel agen pengembang dolomit -50# terjadi penurunan nilai kuat tekan pada temperatur *sintering* 675°C sebesar 196,034 MPa menjadi 171,691 MPa pada temperatur *sintering* 700°C. Penurunan nilai porositas yang cukup besar tersebut disebabkan oleh meningkatnya nilai porositas yang terbentuk dan juga banyaknya oksida yang terbentuk pada paduan. Penurunan nilai kuat tekan dapat disebabkan oleh terbentuknya oksida dalam hal ini fasa MgO. Pada Gambar 3b temperatur *sintering* 700°C terbentuk fasa MgO dengan intensitas puncak yang lebih tinggi jika dibandingkan dengan Gambar 3a ataupun 3c. Fasa MgO, ZnO atau CaO akibat proses oksidasi yang terbentuk selama sinter atau pemanasan dapat menurunkan nilai kekuatan mekanik paduan yang dihasilkan (Ramírez-Rico dkk., 2012). Seperti penjelasannya sebelumnya, bahwa temperatur sinter yang tinggi (700 °C), dengan ukuran partikel halus (dalam hal ini dolomit ukuran -80#) menghasilkan porositas terendah. Itu artinya bahwa padatan paduan Mg yang tersebar acak terpisah/terpotong oleh hadirnya pori dan area padatan minimal terhadap tegangan diasumsikan menjadi area yang dominan sebagai transmisi tegangan, dan inilah yang membuat nilai kuat tekan paduan Mg menjadi tinggi (Esen & Bor, 2007). Pada proses *sintering*, pertumbuhan butir akan menyebabkan struktur porositas menjadi semakin halus. Butiran yang tumbuh akan menekan satu sama lain sehingga menyebabkan ruang kosong untuk porositas



Gambar 7. Ukuran serbuk dolomit vs % porositas dalam paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit hasil *sintering* T = 650, 675 dan 700°C dengan waktu tahan sinter 5 jam



Gambar 8. Grafik pengaruh temperatur *sintering* terhadap kuat tekan (MPa) paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit

mengecil dan menjadi area padat yang lebih kuat menahan beban (Annur dkk., 2018). Kekuatan tekan paduan 84,5Mg-0,5Ca-5Zn-10Dolomit yang dihasilkan dari seluruh proses *sintering* berkisar antara 142,93 – 196,034 MPa atau 0,142-0,196 GPa, dimana hasil ini mendekati kekuatan dari tulang *cancellous* manusia yang berkisar antara 0,01-0,57 GPa (Ika dkk., 2019).

4. Kesimpulan

Hasil studi menunjukkan bahwa logam paduan Mg-5Ca-0,5Zn dapat dibuat menjadi struktur berpori tertutup dengan menambahkan agen pengembang dolomit $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ melalui teknologi metalurgi serbuk. Ukuran agen pengembang sangat berpengaruh terhadap karakteristik pori dan sifat mekanik yang dihasilkan dalam paduan, dimana ukuran agen pengembang dolomit lebih kecil akan menghasilkan ukuran dan persentasi pori yang lebih besar serta kehomogenan pori seiring dengan peningkatan temperatur *sintering*, sehingga akan menurunkan kekuatan mekanik dari paduan. Penggunaan ukuran serbuk dolomit terkecil -30#, dan temperatur *sintering* tertinggi 700°C menghasilkan persentasi pori terbesar 32,60% dengan ukuran pori $\leq 300\mu\text{m}$ dan kekuatan mekanik yang rendah yaitu sebesar 143 MPa atau 0,143 GPa. Kekuatan tekan yang dihasilkan mendekati kekuatan tulang *cancellous* manusia.

Ucapan Terima Kasih

Penelitian ini didanai oleh INSINAS Kemenristekdikti tahun 2018.

Daftar Pustaka

- Aghion, E., & Perez, Y. (2014). Effects of porosity on corrosion resistance of Mg alloy foam produced by powder metallurgy technology. *Materials Characterization*, 96, 78–83. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2014.07.012>
- Annur, D., Lestari, F. P., Erryani, A., & Kartika, I. (2018). Study of sintering on Mg-Zn-Ca alloy system. *AIP Conference Proceedings*, 1964(May). <https://doi.org/10.1063/1.5038311>
- Bose, S., Roy, M., & Bandyopadhyay, A. (2012). Recent advances in bone tissue engineering scaffolds. *Trends in Biotechnology*, 30(10), 546–554. <https://doi.org/10.1016/j.tibtech.2012.07.005>
- Čapek, J., & Vojtěch, D. (2014). Effect of sintering conditions on the microstructural and mechanical characteristics of porous magnesium materials prepared by powder metallurgy. *Materials Science and Engineering C*, 35(1), 21–28. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2013.10.014>
- Erryani, A., Pramuji, F., Annur, D., Amal, M. I., & Kartika, I. (2017). Microstructures and Mechanical Study of Mg Alloy Foam Based on Mg-Zn-Ca-CaCO₃ System. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 202(1). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/202/1/012028>
- Esen, Z., & Bor, Ş. (2007). Processing of titanium foams using magnesium spacer particles. *Scripta Materialia*, 56(5), 341–344. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.11.010>
- García-Moreno, F. (2016). Commercial applications of metal foams: Their properties and production. *Materials*, 9(2), 20–24. <https://doi.org/10.3390/ma9020085>
- Hossain, F. M., Dlugogorski, B. Z., Kennedy, E. M., Belova, I. V., & Murch, G. E. (2011). First-principles study of the electronic, optical and bonding properties in dolomite. *Computational Materials Science*, 50(3), 1037–1042. <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2010.10.044>
- Jablonski, M. O. M. (2015). *Thermal behavior of natural dolomite*. December 2014, 2239–2248. <https://doi.org/10.1007/s10973-014-4301-6>
- Kennedy, A. (2012). Porous Metals and Metal Foams Made from Powders. *Powder Metallurgy*. <https://doi.org/10.5772/33060>
- Koizumi, T., Kido, K., Kita, K., Mikado, K., Gnyloskurenko, S., & Nakamura, T. (2011). Foaming agents for powder metallurgy production of aluminum foam. *Materials Transactions*, 52(4), 728–733. <https://doi.org/10.2320/matertrans.M2010401>
- Kong, X., Wang, L., Li, G., Qu, X., Niu, J., Tang, T., Dai, K., Yuan, G., & Hao, Y. (2018). Mg-based bone implants show promising osteoinductivity and controllable degradation: A long-term study in a goat femoral condyle fracture model. *Materials Science and Engineering C*, 86(July 2017), 42–47. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2017.12.014>
- Lara-Rodriguez, G. A., Figueroa, I. A., Suarez, M. A., Novelo-Peralta, O., Alfonso, I., & Goodall, R. (2017). A replication-casting device for manufacturing open-cell Mg foams. *Journal of Materials Processing Technology*, 243, 16–22. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.11.041>
- Li, B. Q., Wang, C. Y., & Lu, X. (2013). Effect of pore structure on the compressive property of porous Ti produced by powder metallurgy technique. *Materials and Design*, 50, 613–619. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.02.082>
- Makó, É. (2007). The effect of quartz content on the mechanical activation of dolomite. *Journal of the European Ceramic Society*, 27(2–3), 535–540. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2006.04.170>
- Ramirez, A. M. M. (2016). *Production of highly porous*

- Al-Ni foams by powder metallurgy using dolomite as a foaming agent* (Doctoral dissertation, Concordia University Montreal).
- N.Kartthikeyen, S. V. (2017). Effects of Calcium Carbonate, Magnesium Carbonate and Dolomite in Aluminium Alloy. *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*, 6(8), 66–74.
- Patel, P., Bhingole, P. P., & Makwana, D. (2018). Manufacturing, characterization and applications of lightweight metallic foams for structural applications: Review. *Materials Today: Proceedings*, 5(9), 20391–20402. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2018.06.414>
- Pramuji, F., Eryani, A., Amal, M. I., Annur, D., Munir, B., & Kartika, I. (2015). *The 2 nd International Conference on Materials and Metallurgical Technology 2015 (ICOMMET 2015) The 7 th International Conference on Sensors ASIASENSE 2015 Surabaya, 4-6 October 2015 The 2 nd International Conference on Materials and Metallurgical Tech. 2015(October)*, 4–6.
- Ramírez-Rico, J., Martínez-Fernández, J., & Singh, M. (2012). Effect of oxidation on the compressive strength of sintered SiC-fiber bonded ceramics. *Materials Science and Engineering A*, 534, 394–399. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.11.085>
- Samtani, M., Dollimore, D., Wilburn, F. W., & Alexander, K. (2001). Isolation and identification of the intermediate and final products in the thermal decomposition of dolomite in an atmosphere of carbon dioxide. *Thermochimica Acta*, 367–368, 285–295. [https://doi.org/10.1016/S0040-6031\(00\)00662-6](https://doi.org/10.1016/S0040-6031(00)00662-6)
- Teişanu, C., Ristoscu, C., & Sima, G. (2015). The Influence of the Foaming Agents on the Porosity of the PM Hydroxyapatite-Based Biocomposites Processed by Two-Step Sintering. *Advanced Materials Research*, 1128, 178–186. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/amr.1128.178>
- Wen, C. E., Yamada, Y., Shimojima, K., Chino, Y., Hosokawa, H., & Mabuchi, M. (2004). Compressibility of porous magnesium foam: Dependency on porosity and pore size. *Materials Letters*, 58(3–4), 357–360. [https://doi.org/10.1016/S0167-577X\(03\)00500-7](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(03)00500-7)
- Wolff, M., Blawert, C., Dahms, M., & Ebel, T. (2011). Properties of sintered Mg alloys for biomedical applications. *Materials Science Forum*, 690, 491–494. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.690.491>
- Xia, X. C., Chen, X. W., Zhang, Z., Chen, X., Zhao, W. M., Liao, B., & Hur, B. (2013). Effects of porosity and pore size on the compressive properties of closed-cell Mg alloy foam. *Journal of Magnesium and Alloys*, 1(4), 330–335. <https://doi.org/10.1016/j.jma.2013.11.006>
- Yang, D. H., Hur, B. Y., & Yang, S. R. (2008). Study on fabrication and foaming mechanism of Mg foam using CaCO₃ as blowing agent. *Journal of Alloys and Compounds*, 461(1–2), 221–227. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2007.07.098>
- Zhuang, H., Han, Y., & Feng, A. (2008). Preparation, mechanical properties and in vitro biodegradation of porous magnesium scaffolds. *Materials Science and Engineering C*, 28(8), 1462–1466. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2008.04.001>
- Kartika, I., Ashari, A. M., Trenggono, A., Lestari, F. P., Erryani, A. (2019). Analisis struktur pori dan sifat mekanik paduan Mg-0,5Ca-4Zn hasil proses metalurgi serbuk dengan variasi komposisi foaming agent CaCO₃ dan temperatur sintering. *Teknik*, 40 (3), 142-148. <https://doi.org/10.14710/teknik.v40n3.25327>