

Studi Eksperimental Nilai Kekerasan Semikonduktor ZnO terhadap Variasi Beban Kompaksi

Agus Kurniawan¹, Bayu Prabandono², Sularman³

^{1,2,3}Program Studi Teknik Mesin Industri, Politeknik ATMI Surakarta

¹a_kurniawan@atmi.ac.id

²bayu_prabandono@atmi.ac.id

³sularman83@atmi.ac.id

ABSTRACT

One important process in manufacturing pellet material is a compaction. This research will study the hardness value at ZnO semiconductor material that is compacted with different pressure. The first material is pure ZnO that was grinded with agate mortar, filtered and compacted with pressure are 10 bar, 20 bar and 30 bar so the pellet form were shaped. The size of pellet is Ø 13 x 2 mm. Furthermore, these pellet sintered at temperature 1300oC than it will test by vikers microhardness testing. The testing result is that the greatest vikers microhardness at the material that is compact at 30 bar. The mean value of it is 213.85 Hv. The greater of compacting pressure given the higher value of the material's hardness. Nevertheless, the magnitude of compacting pressure must consider the ability of the compacting mold.

Keywords: ZnO Semiconductor, Pellet, Compaction, Vikers Microhardness.

I. PENDAHULUAN

Satu material semikonduktor oksida yang menarik untuk diteliti sebagai material termoelektrik adalah material semikonduktor ZnO. Material ZnO memiliki *wide band gap* yang cukup besar (3,37 eV), tahan temperatur tinggi dan ramah lingkungan (Fergus, 2012; I. S. Kim, Jeong, Kim, Kumar, & Choi, 2009) dan material ZnO yang murni merupakan material semikonduktor tipe-n (F. M. Li et al., 2013). Material ZnO ini telah digunakan dalam berbagai aplikasi *harvesting energy* antara lain *Dye Sensitized Solar Cell* (DSSC) (Hosono, Fujihara, Honma, & Zhou, 2005; K. E. Kim, Jang, Park, Vittal, & Kim, 2007), piezoelektrik (Dai, Dunn, & Park, 2010) dan termoelektrik (Choi, Lee, Lim, & Seo, 2010).

Beberapa peneliti telah melakukan penelitian proses manufaktur semikonduktor ZnO baik yang tipe-n maupun tipe-p sehingga menghasilkan semikonduktor ZnO yang stabil. Para peneliti

memberikan material doping pada semikonduktor ZnO untuk mendapatkan karakteristik material yang diinginkan. Material doping yang diberikan antara lain lithium (Li) nitrogen (N), gallium (Ga), copper (Cu), phosphorus (P), arsenic (Ar) (Janotti, 2009), kalium (L), mangan oksida (MgO) (Zhang et al., 2011). Untuk mengabungkan material doping dengan material semikonduktor ZnO diperlukan proses manufaktur.

Proses manufaktur semikonduktor ZnO kebanyakan menghasilkan bentuk *thin film*. Metode pembuatan *thin film* telah dilakukan dengan berbagai macam metode antara lain metode *mechanical alloys-kompaksi-sintering-pulse laser deposition* (PLD) (Zhang, et al., 2011) dan metode *RF-magnetron sputtering* (Kobayashi et al., 2012). Sedangkan metode manufaktur material ZnO berbentuk pellet antara lain metode *mechanical alloys-kalsinasi-kompaksi-sintering* (Choi, et al., 2010; Han et al., 2011), metode sol gel, methode – dikeringkan – sintering - anilling dalam kondisi gas Ar-kompaksi (C. Li, Lv, &

Liang, 2012) dan metode *magnetic stirring*-dikeringkan-kalsinasi-kompaksi-sintering (Qu, Wang, Lv, & Jia, 2011). Dari semua metode yang digunakan, satu proses yang penting adalah kompaksi. Proses kompaksi digunakan untuk membuat *thin film* dan pellet.

Beberapa metode kompaksi yang telah dilakukan dalam proses penelitian antara lain proses kompaksi dengan menggunakan *sledgehammer* pada material *natural clay* (Chen, Wang, & Yao, 2016), *static* dan *modified proctor* pada material pecahan batu dengan tekanan 4000 kPa sampai 12000 kPa (Yaghoubi, Disfani, Arulrajah, & Kodikara, 2016), metode *spark plasma sintering* dengan tekanan 50 Mpa untuk material semikonduktor Ag-Pb-Sb-Te (Min, 2007), metode *cold isotactic press* (CIP) dengan tekanan 2000 bar pada material semikonduktor $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ dan $(\text{ZnO})_7\text{Ln}_2\text{O}_3$ (Choi, et al., 2010), metode CIP sebesar 2 Mpa pada material Al doped ZnO (C. Li, et al., 2012), metode rotary tablet press (R190 FT, GEA-Courtoy, Belgium) dengan tekanan 20, 30 dan 40 Mpa dengan material lactose, mannitol, sugar cores (Xu, Heng, & Liew, 2016) dan metode *cold compaction* pada material semikonduktor ZnO yang didoping Cu dengan tekanan 70 bar (Kurniawan, Hadi, Arifin, Ubaidillah, & Suyitno, 2014). Penelitian terhadap proses kompaksi pada material semikonduktor ZnO belum banyak yang melakukan.

Tujuan penelitian ini adalah untuk menganalisa kekerasan material semikonduktor ZnO yang telah kompaksi menggunakan metode yang sederhana yaitu *cold single compaction* pada variasi tekanan yang tidak besar 10, 20 dan 30 bar. Ukuran material yang dihasilkan \varnothing 13 x 2 mm. Kekerasan material diuji dengan menggunakan pengujian *vikers microhardness*.

II. TINJAUAN PUSTAKA

Kompaksi adalah teknik pemasakan material dengan bentuk material awal berupa serbuk menjadi bentuk yang solid sesuai dengan cetakannya. Hasil dari proses adalah material dengan bentuk pellet. Pada proses ini gaya gesek

antar partikel dan antar partikel dengan dinding cetakan mempengaruhi kerapatan dari material yang dihasilkan sehingga kerapatan yang terjadi antara bagian tengah dengan bagian tepi tidak merata. Oleh sebab itu, pada proses *compaction* ini perlu diberi pelumas (*lubricant*).

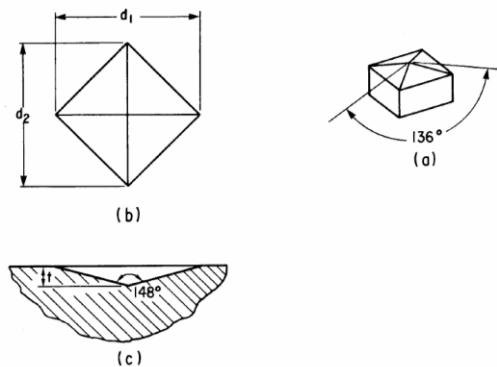
Proses kompaksi ini juga merupakan bagian dari metalurgi serbuk, sehingga pelumas diberikan pada saat dilakukan proses pencampuran atau penggilingan material dengan teknik MA. Bahan pelumas yang diberikan hanya sebesar 1 – 5 % wt. Salah satu bahan pelumas yang digunakan adalah ethanol dengan jumlah yang diberikan 4 % wt (Suryanarayana, 2004).

Hal lain yang mempengaruhi proses kompaksi adalah besarnya gaya tekan yang diberikan. Besarnya gaya tekan yang diberikan kemungkinan dapat berada di bawah yield strength matrik serta filler atau di atas yield strength matrik serta filler. Besarnya tekanan press yang digunakan untuk material semikonduktor adalah antara 10 (C. Li, et al., 2012) – 2000 Bar (Choi, et al., 2010).

Metode uji kekerasan *vikers microhardness* terdiri dari indentasi bahan uji dengan indentor berlian yang berbentuk prisma dengan sudut 136° pada sisi yang berlawanan. Indentor berlian ditekan pada bahan uji yang telah dipoles dengan gaya (F) yang telah ditentukan yaitu antara 1 – 120 kgf. Setelah gaya dihilangkan, panjang diagonal lekukan berlian yang diberi nama d_1 dan d_2 diukur dengan menggunakan mikroskop optik. Waktu untuk aplikasi awal gaya adalah 2 sampai 8 detik, dan uji kekuatan dipertahankan selama 10 sampai 15 detik. Hasil dari pengukuran d_1 dan d_2 dimasukkan ke dalam persamaan (Yonanovich, 2006):

di mana F adalah gaya yang diberikan dalam kgf, d adalah rata-rata diagonal di mana $(d_1+d_2)/2$ dalam mm. Nilai kekerasan *vickers microhardness* adalah Hv. Keuntungan dari pengujian *vickers microhardness* adalah pembacaan yang didapatkan sangat akurat, dan hanya dengan satu

jenis indentor dapat digunakan untuk semua jenis logam dan perlakuan permukaan sehingga dapat digunakan pada logam, polymer dan keramik. Bentuk dari indentornya dapat dilihat pada Gambar 1.

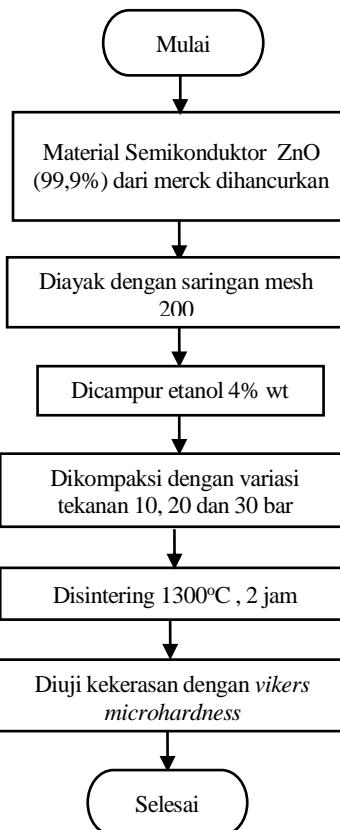


Gambar 1. Indentor diamond vikers microhardness

III. METODOLOGI PENELITIAN

Metode penelitian yang digunakan adalah metode studi eksperimental dengan menganalisa kekerasan material semikonduktor ZnO yang berbentuk pellet. Material Semikonduktor ZnO (99.9%) dari merck dihancurkan dengan agate mortar dan diayak dengan ayakan yang memiliki mesh 200 dan hasilnya berupa serbuk yang halus. Serbuk tersebut selanjutnya dicampur dengan ethanol sebanyak 4% dan di press menggunakan mesin press hidrolik dengan variasi tekanan 10, 20 dan 30 bar menjadi pellet ukuran $\varnothing 13 \times 2$ mm.

Selanjutnya material disintering pada temperatur 1300°C dengan range kenaikan $100^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ selama 2 jam. Selesai di sintering, pellet tersebut diuji kekerasannya dengan pengujian micro vikers menggunakan mesin Future Tech Corp FM 800. Diagram alir metodologi penelitian yang dilakukan dapat dilihat pada Gambar 2.

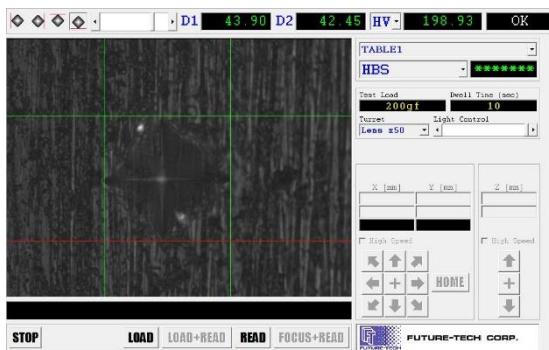


Gambar 2. Diagram alir proses simulasi.

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

Material semikonduktor ZnO telah diberi perlakuan kompaksi dengan variasi dan tekanan 10, 20 da 30 bar serta disintering 1300°C telah berhasil dibuat. Kemudian, material tersebut diuji kekerasannya dengan pengujian micro vikers menggunakan mesin Future Tech Corp FM 800 dan di uji morfologynya dengan SEM menggunakan mesin SEM-FEI Inspect-S50.

Pengujian vikers microhardness dilakukan di 4 buah posisi pengujian yang sama pada masing-masing material. Salah satu contoh hasil pengujian dari setiap titiknya dapat dilihat pada Gambar 3.

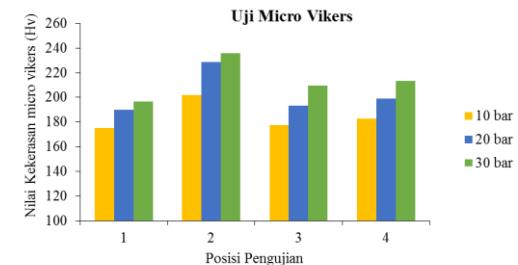


Gambar 3. Hasil pengujian micro vikers pada 1 titik.

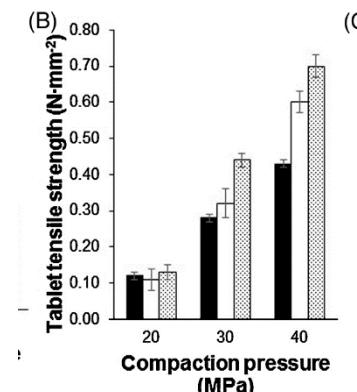
Gambar 3 menunjukkan hasil pengujian *vikers microhardness* membuat bekas dengan ukuran micro pada material. Beban pengujian yang diberikan sebesar 200 gr. Alat potong penekannya berupa diamond yang berbentuk prisma yang menghasilkan bekas berbentuk belah ketupat pada material. Jarak antar titik yang berupa belah ketupat diukur masing-masingnya. Nilai jarak yang dihasilkan dimasukkan pada persamaan (1) menghasilkan nilai kekerasan dengan satuan Hv.

Gambar 4 menunjukkan hasil seluruh pengujian *vikers microhardness*. Pada material yang dikompaksi 10 bar menghasilkan kekerasan 175.22 Hv, 201.81 Hv, 177.57 Hv, 182.66 Hv. Material yang dikompaksi 20 bar menghasilkan kekerasan 190.08 Hv, 228.64 Hv, 193.17 Hv, 198.93 Hv. Material yang dikompaksi 30 bar menghasilkan kekerasan 196.68 Hv, 235.87 Hv, 209.47 Hv, 213.36 Hv. Hasil ini menunjukkan semakin tinggi tekanan yang diberikan maka semakin tinggi nilai kekerasannya. Hal ini dimungkinkan dengan tekanan yang tinggi maka partikel-partikelnya semakin tertekan dan ketika disintering partikelnya membesar sehingga makin menyatu dengan partikel yang lain dan pada tekanan yang tinggi jarak antar partikelnya sangat dekat yang menyebabkan antar partikel saling mengikat dan menyatu lebih kuat. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Min Xu dkk (2016) yang mengkompaksi tablet lactose dengan *multiple unit pellet system* (MUPS) di mana semakin tinggi nilai tekanan kompaksinya semakin tinggi kemampuan *tensile strength* yang

di mana berbanding lurus dengan kekerasannya. Hasil penelitiannya dapat dilihat pada Gambar 5 (Xu, et al., 2016).



Gambar 4. Hasil Pengujian Micro Vikers



Gambar 5. Hasil Pengujian Min Xu dkk (2016)

Tabel 1. Tabel Kekerasan Penelitian Vijay dkk (2016)

| Feedstock | Pressure (MPa) | Pellet hardness (N) | |
|-----------------------|----------------|---------------------|------------|
| | | 2 mm | 4 mm |
| ASG | 31.6 | 132 ± 5.0 | 124 ± 16.9 |
| | 94.8 | 404 ± 79.6 | 361 ± 49.4 |
| | 158.0 | 564 ± 27.7 | 367 ± 63.3 |
| <i>B</i> ₁ | 31.6 | 138 ± 7.3 | 135 ± 52.1 |
| | 94.8 | 394 ± 39.4 | 334 ± 24.1 |
| | 158.0 | 587 ± 22.9 | 556 ± 58.6 |
| <i>B</i> ₂ | 31.6 | 120 ± 13.0 | 183 ± 33.7 |
| | 94.8 | 426 ± 17.2 | 355 ± 54.4 |
| | 158.0 | 626 ± 40.4 | 613 ± 32.8 |
| <i>B</i> ₃ | 31.6 | 334 ± 51.6 | 173 ± 66.1 |
| | 94.8 | 668 ± 43.7 | 418 ± 51.6 |
| | 158.0 | 711 ± 94.1 | 633 ± 34.1 |
| ACS | 31.6 | 192 ± 81.8 | 410 ± 54.5 |
| | 94.8 | 771 ± 47.9 | 483 ± 89.8 |
| | 158.0 | 923 ± 72.2 | 805 ± 90.1 |
| USG | 31.6 | 107 ± 18.6 | 105 ± 35.7 |
| | 94.8 | 138 ± 27.5 | 129 ± 64.8 |
| | 158.0 | 272 ± 38.7 | 248 ± 28.4 |
| UCS | 31.6 | 128 ± 15.8 | 132 ± 34.8 |
| | 94.8 | 176 ± 40.0 | 186 ± 51.9 |
| | 158.0 | 307 ± 32.4 | 296 ± 19.9 |

Selain itu, penelitian ini juga sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Vijay dkk (2016) yang melakukan kompaksi sebesar 31.6 Mpa, 94.8 Mpa dan 158 Mpa pada beberapa material.

Material yang dikompaksi pada tekanan 158 Mpa memiliki nilai kekerasan yang tertinggi dibandingkan yang 94.8 Mpa dan 31.6 Mpa pada semua material. Hasil dari nilai kekerasan penelitian Vijay dkk (2016) dapat dilihat pada Tabel 1 (Sundaram & Muthukumarappan, 2016).

V. KESIMPULAN

Material *pellet* semikonduktor ZnO dengan variasi kompaksi 10 bar, 20 bar dan 30 bar telah berhasil dilakukan. Material yang dikompaksi 30 bar memiliki nilai kekerasan mikro vikers dengan terbesar dengan nilai rata-rata sebesar 213.85 Hv. Semakin tinggi nilai tekanan pada proses kompaksi maka semakin besar nilai kekerasan material tersebut. Walaupun demikian, nilai tekanan yang diberikan pada proses kompaksi harus diperhitungkan terhadap kekuatan dari cetakan materialnya.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan pada Kementerian Riset Teknologi dan Pendidikan Tinggi dan Kopertis 6 wilayah jawa tengah yang telah memberikan dana hibah dosen pemula sehingga penelitian ini dapat dilakukan dan diselesaikan. Selain itu ucapan terima kasih kami berikan kepada Politeknik ATMI Surakarta atas dukungannya maka penelitian ini dapat diselesaikan.

REFERENSI

- Chen, J., Wang, H., & Yao, Y. (2016). *Experimental Study of Nonlinear Ultrasonic Behavior of Soil Materials During the Compaction Ultrasonics*, 5229, 1-6.
- Choi, S.-M., Lee, K.-H., Lim, C.-H., & Seo, W.-S. (2010). *Oxide-based thermoelectric power generation module using p-type Ca₃Co₄O₉ and n-type (ZnO)₇In₂O₃ legs*. Energy Conversion and Management, 52, 335-339.
- Dai, S., Dunn, M. L., & Park, H. S. (2010). *Piezoelectric constants for ZnO calculated using classical polarizable core-shell potentials*. Nanotechnology, 21, 1-8.
- Fergus, J. W. (2012). *Oxide materials for high temperature thermoelectric energy conversion*. Journal of the European Ceramic Society, 32, 525–540.
- Han, L., Jiang, Y., Li, S., Su, H., Lan, X., Qin, K., . . . Yu, D. (2011). *High temperature thermoelectric properties and energy transfer devices of Ca₃Co_{4-x}Ag_xO₉ and Ca_{1-y}Sm_yMnO₃*. Journal of Alloys and Compounds, 509(-), 8970-8977.
- Hosono, E., Fujihara, S., Honma, I., & Zhou, H. (2005). *The Fabrication of an Upright-Standing Zinc Oxide Nanosheet for Use in Dye-Sensitized Solar Cells*. Advances Materials, 17, 2091-2094.
- Janotti, A. (2009). *Fundamental of Zinc Oxide as A Semiconductor*. Rep. Prog. Phys., 126501, 29.
- Kim, I. S., Jeong, E.-K., Kim, D. Y., Kumar, M., & Choi, S.-Y. (2009). *Investigation of p-type behavior in Ag-doped ZnO thin films by E-beam evaporation*. Applied Surface Science, 255, 4011–4014.
- Kim, K. E., Jang, S.-R., Park, J., Vittal, R., & Kim, K.-J. (2007). *Enhancement in the performance of dye-sensitized solar cells containing ZnO-covered TiO₂ electrodes prepared by thermal chemical vapor deposition*. Solar Energy Materials & Solar Cells, 91, 366-370.
- Kobayashi, K., Koyama, T., Zhang, X., Kohono, Y., Tomita, Y., Maeda, Y., & Matsushima, S. (2012). *Preparation of p-type ZnO Films by Alternate Deposition of ZnO and Mg₃N₂ Films*. Procedia Engineering, 36, 427-433.
- Kurniawan, A., Hadi, S., Arifin, Z., Ubaidillah, & Suyitno. (2014). *Effect of Sintering Temperature to The Thermal Conductivity of Cu doped ZnO*. Paper presented at the The 1st International Conference on Engineering Technology and Industrial Application, Surakarta.
- Li, C., Lv, J., & Liang, Z. (2012). *Effects of Al doping on the optical and electrical properties of pre-synthesized ZnO powders by solid state method*. Journal Material Science, 23(-), 1673-1677.
- Li, F. M., Zhu, C. T., Ma, S. Y., Sun, A. M., Song, H. S., Li, X. B., & Wang, X. (2013). *Investigation of the blue-green emission and UV photosensitivity of Cu-doped ZnO films*. Materials Science in Semiconductor Processing, 16, 1079-1085.

- Min, Z. (2007). *Fabrication and property of high-performance Ag-Pb-Sb-Te system semiconducting thermoelectric materials.* Chinese Science Bulletin, 52(-), 990-996.
- Qu, X., Wang, W., Lv, S., & Jia, D. (2011). *Thermoelectric properties and electronic structure of Al-doped ZnO.* Solid State Communications, 151(-), 332-336.
- Sundaram, V., & Muthukumarappan, K. (2016). *Influence of AFEX™ pretreated corn stover and switchgrass blending on the compaction characteristics and sugar yields of the pellets.* Industrial Crops and Products, 83, 537-544.
- Suryanarayana, C. (2004). *Mechanical Alloying and Milling* M. Dekker (Ed.)
- Xu, M., Heng, P. W. S., & Liew, C. V. (2016). *Formulation and Process Strategies to Minimize Coat Damage for Compaction of Coated Pellets in a Rotary Tablet Press: A Mechanistic View.* International Journal of Pharmaceutics, 499, 29-37.
- Yaghoubi, E., Disfani, M. M., Arulrajah, A., & Kodikara, J. (2016). *Impact of Compaction Methods on Resilient Response of Unsaturated Granular Pavement Material.* Procedia Engineering, 143, 323-330.
- Yonanovich, M. M. (2006). *Micro dan Macro Hardness Measurements, Correlations, and Contact Models.* Paper presented at the AIAA Aerospace Sciences Meeting and Exhibit, Nevada.
- Zhang, L., Ye, Z., Huang, J., Lu, B., He, H., Lu, J., . . . Zhang, W. G. (2011). *Fabrication and Properties of p-type K Doped Zn_{1-x}Mg_xO Thin Film.* Journal of Alloys and Compounds, 509, 7405-7409.