

PENENTUAN KODUKTIVITAS PANAS KOMPOSIT MATRIKS KERAMIK SILIKON KARBIDA MENGGUNAKAN *DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY*

Sutri I, Yanlinastuti, Guswardani, Triarjo, Jan Setiawan

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir
Badan Tenaga Nuklir Nasional, Serpong, Banten, Indonesia, 15313.
email: jansetiawan@batan.go.id

ABSTRAK - Penentuan konduktivitas panas menggunakan *differential scanning calorimetry* (DSC) untuk komposit matriks keramik (KMK) SiC yang digunakan sebagai penukar kalor telah dilakukan menggunakan Setaram DSC 92. Untuk menentukan konduktivitas panas dengan DSC menggunakan kurva entalpi bahan sensor yang digunakan adalah Indium dengan titik leleh pada 156,6 °C yang diperhitungkan dengan memperhitungkan adanya hambatan panas dari sampel KMK SiC. Pengukuran yang diperlukan adalah ketebalan KMK SiC dan luasan permukaan bahan sensor yang bersentuhan dengan sampel KMK SiC. Dari kurva entalpi diperoleh nilai hambatan panas sampel KMK SiC yang digunakan sebesar 0,897 K/mW untuk KMK-P dan 0,867 K/mW untuk KMK-PS. Perhitungan konduktivitas panas dari hambatan panas diperoleh nilai 2,919 W/m.K untuk KMK-P dan 3,065 W/m.K untuk KMK-PS.

Kata Kunci : komposit matriks keramik SiC, Konduktivitas panas, bahan sensor, *differensial calorimetry*

ABSTRACT - Thermal conductivity of silicon carbide composite matrix ceramic (CMC) was determined by differential scanning calorimetry (DSC) using Setaram DSC 92. Thermal conductivity measurement conducted by DSC was determined by enthalpi curve of sensor material was used Indium with melting point at 156,6 °C which thermal resistance of CMC SiC calculated. Thickness of CMC SiC and area of sensor material that contact to the CMC SiC sample. Thermal resistance of CMC SiC that obtained from enthalpi curve for KMK-P at 0,897 K/mW and KMK-PS at 0,867 K/mW. Thermal conductivity value that calculator from obtained thermal resistance for KMK-P at 2,919 W/m.K and KMK-PS at 3,065 W/m.K.

Keywords : composite matrix ceramic SiC, heat conductivity, sensor material, *differential calorimetry*

I. PENDAHULUAN

Komposit matriks keramik SiC_x/SiC (KMK SiC) telah digunakan dalam berbagai aplikasi seperti komponen mesin turbin, proteksi panas saat melintasi atmosfer pada pesawat ulang-alik dan isolator panas lainnya [1] ataupun kelongsong bahan bakar nuklir [2] dimana ketahanan terhadap oksidasi dan temperatur tinggi merupakan hal yang sangat penting [1,2]. Sebagai bahan penukar kalor yang baik ataupun isolator panas penentuan konduktivitas panas KMK SiC menjadi sangat penting [1].

Beberapa metode untuk pengukuran konduktivitas termal menggunakan *differential scanning calorimetry* (DSC) telah banyak dilakukan seperti pengukuran konduktivitas termal dengan menggunakan tambahan reservasi panas dengan temperatur sensor [3], atau menggunakan teknik pelelehan bahan sensor [4,5] seperti logam murni. Dalam tulisan ini akan digunakan teknik yang dilakukan oleh [4,5] yaitu dengan teknik pelelehan bahan sensor untuk menentukan konduktivitas panas dari KMK SiC dengan Indium sebagai bahan sensornya. KMK SiC terdiri atas serat *nonwoven* SiC dan matriks polimer *polycarbosilane* (PCS) dimana teknik pembuatan komposit dilakukan dengan teknik *polymer infiltration pyrolysis* (PIP).

II. TATA KERJA

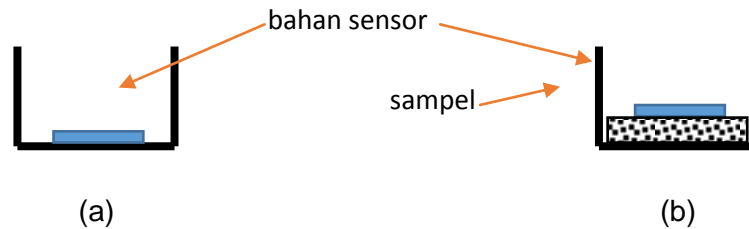
Dua sampel KMK SiC dibuat dengan teknik PIP ditabelkan pada Tabel 1 Serat yang digunakan pada kedua komposit dibuat dengan teknik ES dengan tegangan sebesar 10 kV, yang dipanaskan (*curing*) pada 200 °C dengan kondisi atmosfer udara selama 1 jam, dan dilanjutkan pemanasan pada 1000 °C dengan kondisi atmosfer argon selama 1 jam. Dalam pembuatan kedua KMK SiC, dilakukan pemanasan *curing* pada 200 °C dengan kondisi atmosfer udara selama 1 jam, dilanjutkan dengan pemanasan pada 1000 °C dengan kondisi atmosfer argon selama 1 jam [2]. Pengukuran ketebalan KMK SiC dilakukan menggunakan *dial gauge* analog.

Tabel 1. Komposit matriks Keramik SiC.

Kode Sampel	Keterangan
KMK-P	Serat <i>nonwoven</i> SiC dan matriks <i>polycarbosilane</i> .
KMK-PS	Serat <i>nonwoven</i> SiC, serbuk SiC dan matriks <i>polycarbosilane</i> .

Pengukuran konduktivitas panas KMK SiC dilakukan pada DSC Setaram 92. Parameter pengoperasian DSC dilakukan dengan laju pemanasan 10 °C/menit dengan suasana argon. Indium digunakan sebagai bahan sensor, memiliki titik leleh pada rentang 140 sampai 170 °C. Bahan sensor Indium dilakukan pengukuran luas permukaan yang akan bersentuhan dengan krusibel ataupun sampel sebelum dilakukan pemanasan. Pengukuran luas permukaan bahan sensor Indium dilakukan dengan teknik analisis citra. Pengukuran diawali dengan pemanasan Indium untuk

menentukan kurva pelelehannya. Pada tahap kedua Indium diletakkan di atas KMK SiC seperti pada Gambar 1. Pengukuran pemanasan Indium untuk menentukan kurva pelelehannya dilakukan kembali.



Gambar 1. (a) Bahan sensor, (b) Bahan sensor + sampel.

Dari pengukuran titik leleh Indium pada 156,6 °C [4,5], ditentukan konduktivitas panas KMK SiC dengan teknik pelelehan bahan sensor yang dilakukan oleh Flynn dan Levin [4]. Konduktivitas panas KMK ditentukan dengan Persamaan berikut:

$$k = \frac{L}{A(R' - R)} \dots\dots\dots(1)$$

dimana k adalah konduktivitas panas dengan satuan dalam Watt per meter. Kelvin (W/m.K), L adalah ketebalan sampel dengan satuan dalam meter (m), A adalah luasan bahan sensor dengan satuan dalam meter persegi (m²), R' adalah hambatan panas bahan sensor dengan sampel dan R adalah hambatan panas bahan sensor yang keduanya dengan satuan dalam Kelvin per Watt (K/W) [4,5]. Parameter R dan R' ditentukan dari kemiringan kurva entalpi bahan sensor yang diperoleh dari pemanasan dalam DSC dengan laju pemanasannya (B) dengan satuan dalam Kelvin/menit (K/menit) yang dituliskan pada Persamaan 2.

$$\text{kemiringan} = \frac{B}{R} \dots\dots\dots(2)$$

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

KMK SiC yang diperoleh dari teknik PIP ditunjukkan pada Gambar 2. Dari KMK SiC yang diperoleh dilakukan pengukuran ketebalannya menggunakan *dial gauge* analog yang hasilnya ditabelkan pada Tabel 2.

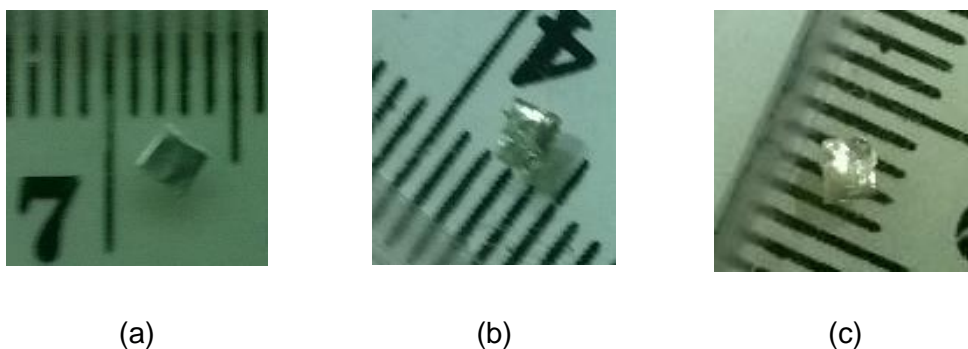


Gambar 2. KMK SiC yang diperoleh dari teknik PIP, (a) KMK-P dan (b) KMK-PS.

Tabel 2. Hasil pengukuran ketebalan komposit menggunakan *dial gauge* analog.

Sampel	Ketebalan (mm)
KMK-P	0,900
KMK-PS	0,986

KMK-P dan KMK-PS yang terbentuk sebesar 3×5 cm, dari ukuran ini dicuplik untuk diukur ketebalan dan dilakukan pengukuran konduktivitas panasnya. Dari pengukuran ketebalan diperoleh KMK-P memiliki ketebalan yang lebih rendah dibandingkan KMK-PS. Dalam hal ini penambahan partikel SiC membuat volume KMK menjadi bertambah, dimana lebar dan panjang yang tetap dalam cetakan akan membuat ketebalan komposit menjadi meningkat. Pengukuran luasan bahan sensor dalam hal ini menggunakan Indium disajikan pada Gambar 3, dan hasil pengukuran luasannya ditabelkan pada Tabel 2.



Gambar 3. Pengukuran luasan Indium sebelum pengukuran entalpi, (a) Indium, (b) Indium + KMK-P dan (c) Indium + KMK-PS.

Tabel 3. Hasil pengukuran luasan Indium.

Luasan Indium sebelum pengukuran entalpi	Luasan (mm ²)
Indium	4,080
Indium+KMK-P	3,674
Indium+KMK-PS	3,639

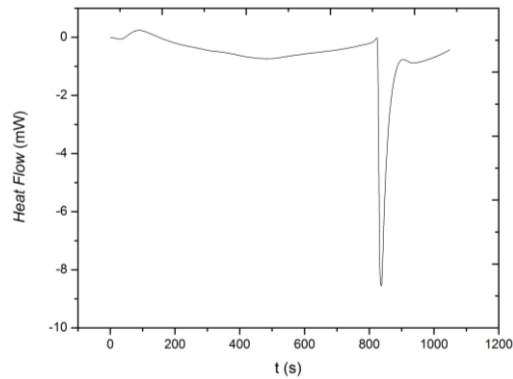
Gambar 3, memperlihatkan pengukuran luasan permukaan yang akan bersentuhan dengan sampel KMK. Pengukuran luasan permukaan dilakukan menggunakan aplikasi ImageJ dari Gambar 3. Hasil yang diperoleh, ditampilkan pada Tabel 3, dimana gambar untuk pengukuran diambil sebelum dilakukan pengukuran dengan DSC dilakukan. Gambar 3.a merupakan gambar Indium sebelum dilakukan pengukuran entalpinya. Pengukuran yang dilakukan menggunakan ImageJ diperoleh luasan sebesar 4,080 mm². Gambar 3.b merupakan gambar Indium sebelum dilakukan pengukuran entalpi yang ditambah dengan sampel KMK-P. Pengukuran yang dilakukan menggunakan ImageJ diperoleh luasan sebesar 3,674 mm².

Untuk Gambar 3.c merupakan gambar Indium sebelum dilakukan pengukuran entalpi yang ditambah dengan sampel KMK-PS. Hasil pengukuran luasan yang diperoleh sebesar 3,316 mm². Sebelum dilakukan pengukuran entalpi, massa dari masing-masing Indium ditimbang terlebih dahulu dan ketiganya, diperoleh massa sebesar 8,6 mg.

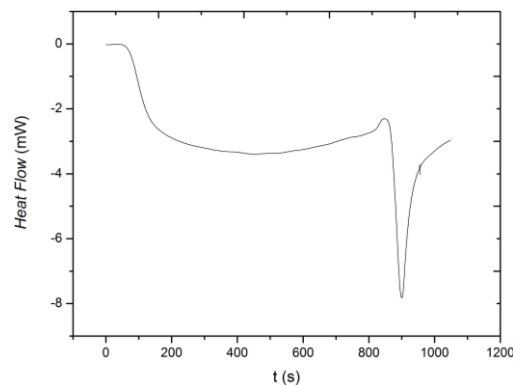
Pada Gambar 4, disajikan kurva entalpi Indium dari pengukuran DSC dimana kurva yang disajikan antara *heatflow* (mW) terhadap waktu (detik). Terlihat pada Gambar 4.a pada waktu pemanasan di bawah 200 detik terlihat perbedaan orientasi kurva, dimana terjadi pelepasan panas (eksoterm) dengan nilai *heatflow* positif.

Gambar 4.b dan 4.c, pada rentang tersebut terjadi penyerapan panas (endoterm) yang ditandai dengan nilai *heatflow* negatif. Pada KMK-P terlihat penyerapan panas relatif sedikit lebih tinggi dibandingkan pada KMK-PS yang besarnya berkisar pada -2,0 mW sampai -2,5 mW. Waktu untuk mencapai puncak dimana panas yang digunakan untuk Indium bertransformasi, pada Gambar 4.a berkisar pada 800 – 900 detik, dengan adanya KMK-P dan KMK-PS dengan ketebalan masing-masing 0,900 mm dan 0,986 mm terjadi pergeseran ke sekitar 900 detik. Dari Gambar 4 terlihat puncak entalpi dari Indium terjadi perubahan ketinggian. Berturut-turut puncak entalpi Indium pada

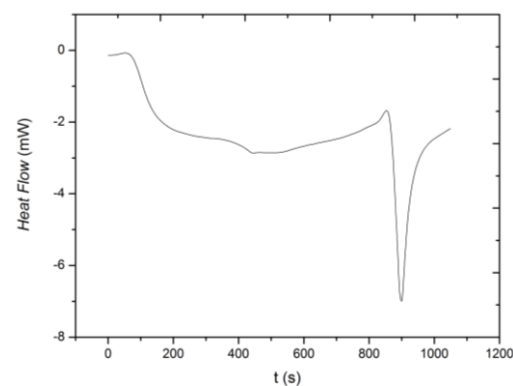
Gambar 4 bernilai -8,5547 mW, -7,8219 mW dan -6,9919 mW. Terlihat penurunan puncak ini menunjukkan adanya hambatan panas yang sampai pada Indium.



(a)

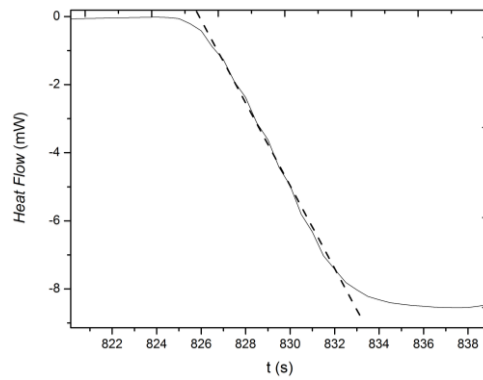


(b)

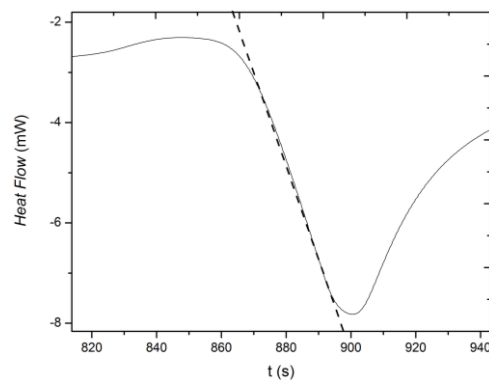


(c)

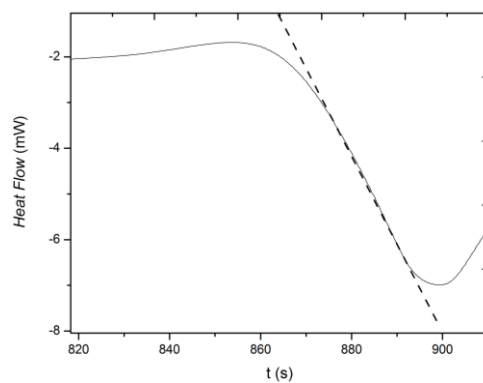
Gambar 4. Kurva pengukuran entalpi, (a) Indium, (b) Indium + KMK-P dan (c) Indium + KMK-PS.



(a)



(b)



(c)

Gambar 5. Penentuan kemiringan kurva, (a) Indium, (b) Indium + KMK-P dan (c) Indium + KMK-PS.

Untuk menghitung nilai hambatan panas dari sampel KMK dilakukan penentuan kemiringan kurva entalpi. Penentuan kemiringan tersebut disajikan pada Gambar 5. Penentuan nilai kemiringan kurva entalpi dilakukan dengan teknik regresi linier yang

diaplikasikan pada rentang tertentu yang menunjukkan kemiringan kurva. Pada Gambar 5, kemiringan kurva yang ditentukan dengan teknik regresi linier direpresentasikan oleh garis putus-putus. Nilai kemiringan kurva untuk Indium ditabulasikan pada Tabel 3. Kemiringan kurva yang digunakan dalam perhitungan adalah nilai positifnya. Perhitungan nilai hambatan panas R (untuk Indium) dan R' (baik untuk Indium+KMK-P dan Indium+KMK-PS), dihitung menggunakan Persamaan 2, dengan nilai B sebesar 10 K/menit. Hasil penentuan kemiringan, perhitungan hambatan panas dan perhitungan konduktivitas panas, ditabulasikan pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil perhitungan konduktivitas panas (k) dengan persamaan 1.

	Kemiringan (mW/s)	R (K/mW)	k (mW/mm.K)	k (W/m.K)
Indium	-1,216	0,137	-	-
KMK-P	-0,186	0,897	2,919	2,919
KMK-PS	-0,192	0,867	3,065	3,065

Tabel 3 menunjukkan hambatan panas pada KMK-P dan KMK-PS relatif sama. Meskipun nilai yang diperoleh untuk kedua KMK relatif sama, teknik penggunaan DSC untuk penentuan konduktivitas panas dengan teknik pelelehan bahan sensor telah dapat dilakukan. Penambahan serbuk SiC diharapkan mampu meningkatkan nilai konduktivitas panas komposit. Namun, dari pengukuran, nilai konduktivitas panas KMK-PS terlihat menurun dan mendekati nilai KMK-P yang tidak ditambahkan partikel SiC. Dari kedua nilai yang diperoleh terlihat KMK-PS memiliki nilai hambatan panas yang sedikit lebih rendah dari KMK-P. Hambatan panas yang rendah pada KMK-PS menunjukkan bahwa panas yang dapat dialirkan akan lebih besar dibandingkan pada KMK-P. Hasil konduktivitas panas KMK yang relatif sama, dimungkinkan terjadi akibat sampel komposit yang digunakan memiliki struktur yang relatif sama. Hal ini sangat dimungkinkan banyaknya porositas tertutup pada KMK-PS. Bila dibandingkan dengan metode penentuan *heatflow* absolut yang digunakan oleh [2] nilai konduktivitas panas pada temperatur 60 °C diperoleh lebih tinggi yaitu sebesar 4,61 W/m.K untuk KMK-P dan sebesar 8,90 W/m.K untuk KMK-PS [2]. Selain itu ada beberapa faktor yang mempengaruhi pengukuran hambatan panas dalam metode menggunakan pelelehan bahan sensor yaitu [4]: (1) pemilihan bahan sensor yang harus memiliki titik leleh yang tajam dan *reproducible* ketika dipakai berulang kali, (2) luasan bahan sensor yang bersentuhan dengan sampel harus diketahui dan tidak berubah selama pemanasan,

(3) stabilitas dari peralatan DSC harus baik selama pengukuran dilakukan, dan (4) variasi dalam hambatan panas selama pengukuran antara bahan sensor dengan sampel, sampel dengan *crucible* ataupun bahan sensor dengan *crucible* saat tidak ada sampel, harus diminimalis dan diharapkan konstan.

IV. KESIMPULAN

Penentuan konduktivitas panas menggunakan DSC dengan menganalisis kurva entalpi bahan sensor, dapat ditentukan nilai konduktivitas panas untuk KMK-P dan KMK-PS. Dari kurva entalpi indium sebagai bahan sensor diperoleh nilai hambatan panas sampel KMK SiC sebesar 0,897 K/mW untuk KMK-P dan 0,867 K/mW untuk KMK-PS. Nilai konduktivitas panas yang diturunkan dari nilai hambatan panas tersebut, untuk KMK-P sebesar 2,919 W/m.K dan KMK-PS sebesar 3,065 W/m.K.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Bamford, M., Florian, M., Vignoles, G. L., Batsale, J. C., Cairo, C. A. A., dan Maillé, L. (2009). Global and local characterization of the thermal diffusivities of SiCf/SiC composites with infrared thermography and flash method. *Composites Science and Technology Vol 69*, hal 1131-1141.
- [2] Setiawan, J., S. Pribadi, Pranjono, Sigit, dan S. Poertadji. (2015). Study on nonwoven composites from polycarbosilane with addition of SiC powder. *International Journal of Basic & Applied Sciences Vol 15 No 2*, pp1-4.
- [3] Camirand, C.P. (2004). Measurement of thermal conductivity by differential scanning calorimetry. *Thermochimica Acta 417*, hal 1-4.
- [4] Tavman, I., Y., Aydogdu, M. Kok, A. Turgut dan A. Ezan. (2011). Measurement of heat capacity and thermal conductivity of HDPE/expanded graphite nanocomposites by differential scanning calorimetry. *Archives of Materials Science and Engineering Vol. 50 Issue 1*, hal 56-60.
- [5] Flynn, J.H., dan Levin, D.M.A. (1998). A method for determination of thermal conductivity of sheet materials by DSC. *Thermochimica Acta 126*, hal 93-100.