

## **KAJIAN PENGOPTIMUMAN PENYAHIKATAN LARUTAN MENGUNAKAN KAEDAH PERMUKAAN SAMBUTAN**

Sri Yulis M. Amin<sup>1</sup>, Norhamidi Muhamad<sup>2</sup>, Shahrir Abdullah<sup>2</sup>, Khairur Rijal  
Jamaludin<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Fakulti Kejuruteraan Mekanikal dan Pembuatan,  
Universiti Tun Hussein Onn Malaysia

<sup>2</sup>Jabatan Kejuruteraan Mekanik dan Bahan, Fakulti Kejuruteraan,  
Universiti Kebangsaan Malaysia, 43600 Bangi Selangor, Malaysia.

### **ABSTRAK**

Proses penyingkiran bahan pengikat polietilena glikol(PEG) dari padatan pengacuan suntikan logam dikaji pada pelbagai nilai beban serbuk, suhu larutan dan juga masa rendaman, atau pembolehubah tak bersandar. Rekabentuk gubahan memusat berputar digunakan untuk mengkaji kesan pembolehubah tersebut terhadap kekuatan jasad perang, atau pembolehubah bersandar. Kertas kerja ini membincangkan penggunaan Kaedah Permukaan Sambutan(RSM) dalam mengoptimumkan parameter pemprosesan penyahikatan larutan bagi padatan serbuk keluli tahan karat SS316L (saiz purata 19.6  $\mu\text{m}$ ) untuk mencapai kekuatan jasad perang yang maksimum. Berdasarkan nilai optimum yang diperolehi (beban serbuk 64% isipadu, suhu larutan sebanyak 59°C dan masa rendaman selama 3 jam), kekuatan jasad perang maksimum yang dicapai adalah 5 MPa. Beban serbuk memiliki kesan paling signifikan terhadap kekuatan jasad perang, diikuti masa rendaman dan suhu larutan. Kaedah ini memberi kemudahan dalam penyelidikan penyahikatan larutan pada masa akan datang terutamanya untuk menyingkirkan PEG dari jasad anum dengan hanya menggunakan persamaan matematik tanpa perlu melakukan ujikaji.

**Katakunci:** Penyahikatan larutan, PEG, Kaedah Permukaan Sambutan.

### **PENGENALAN**

Umumnya, proses penyahikatan dilakukan samada secara pemprosesan terma atau larutan, atau secara gabungan kedua-duanya. Bagi tujuan memendekkan kitaran penyahikatan secara keseluruhannya, sebahagian besar bahan pengikat disingkirkan menerusi pengekstrakan larutan, diikuti dengan proses penyahikatan terma (Omar et al. 2003). Jasad hijau direndam di dalam pelarut organik yang bersesuaian, yang akan melarutkan sebahagian bahan pengikat. Tindakan ini kemudiannya akan membentuk keliangan terbuka di dalam jasad tersebut, yang

bertindak sebagai laluan kepada bahan pengikat selebihnya untuk disingkirkan dalam masa yang lebih singkat.

Serbuk logam yang digunakan sebagai bahan suapan dalam kajian ini adalah keluli tahan karat SS316L, suatu bahan yang digunakan secara meluas dalam industri mahupun penyelidikan MIM. Memandangkan keluli tahan karat ini merupakan bahan beraloi tinggi, maka ciri mekanikal dan kakisannya adalah sangat penting (Ji et al. 2001). Maka, kekuatan bagi jasad perang adalah penting dalam pengoptimuman specimen yang telah mengalami penyahikatan larutan. Kajian terdahulu (Zu dan Lin 1997, White dan German 1993) menyatakan bahawa antara faktor penting yang mempengaruhi kadar penyahikatan adalah suhu larutan, masa rendaman dan beban serbuk. Pemahaman berkenaan kesan faktor penyahikatan ini terhadap kekuatan jasad perang akan membantu dalam mengoptimumkan proses berkenaan.

Kaedah konvensional yang lazim digunakan dalam langkah ujikaji adalah dengan mempelbagaikan satu faktor pada satu-satu masa, sementara mengekalkan faktor-faktor yang lainnya. Kaedah ini tidak dapat memberikan keputusan yang sangat memuaskan, di samping memerlukan kos dan masa yang panjang. Maka, dalam penyelidikan MIM sejak kebelakangan ini rekabentuk ujikaji (DOE) secara statistik digunakan secara meluas sekali. DOE merujuk kepada langkah merangka ujikaji supaya data yang bersesuaian dapat dianalisis secara statistik untuk menghasilkan keputusan yang sah dan tepat (Noordin et al. 2004). Rekabentuk ujikaji seperti kaedah factorial penuh atau separa, Kaedah Permukaan Sambutan (RSM) dan Kaedah Taguchi banyak diaplikasikan untuk mengatasi segala kelemahan yang terjadi pada kaedah konvensional yang dinyatakan sebelum ini.

Zu dan Lin (1997) menggunakan Kaedah Taguchi untuk mengkaji kesan faktor penyahikatan terhadap ciri mekanikal (kekuatan dan kemuluran) aloi tungsten yang diacu suntik. Kaedah Taguchi juga digunakan oleh Ji et al. (2001) dalam mengoptimumkan faktor pensinteran bagi keluli tahan karat SS316L terkabus air. Sementara Loh dan German (1996) mengaplikasikan kaedah factorial 24 untuk melihat kesan parameter MIM terhadap ciri pengecutan bagi Fe-Ni.

Dalam kajian ini, kaedah RSM digunakan untuk menentukan gabungan parameter proses penyahikatan larutan yang optimum (suhu larutan, masa rendaman dan beban serbuk) dalam mencapai kekuatan jasad perang yang maksimum. Seterusnya, persamaan matematik yang diperolehi akan memudahkan proses penyingkiran PEG dari jasad anum dilakukan tanpa perlu melakukan ujikaji.

## KAEDAH UJIKAJI

Bahan suapan yang digunakan terdiri daripada serbuk keluli tahan karat SS316L dengan saiz median ( $D_{50}$ ) bersamaan 19.606  $\mu\text{m}$ , yang dicampur dengan sistem bahan pengikat polimetil metakrilat (PMMA) sebanyak 25% dan polietilena glikol (PEG) sebanyak 73%. Bagi membantu kelancaran aliran bahan suapan ini semasa peringkat pengacuanan suntikan, sebanyak 2% asid stearik ditambah. Jasad anum

disuntik menggunakan mesin Battenfeld BA 250 CDC dan kemudiannya direndam di dalam takungan air panas pada suhu 59, 60, 62, 64 and 65°C, pada masa 2 hingga 6 jam, dan pada beban serbuk 61, 62, 63, 64 and 65% isipadu. Kekuatan jasad perang ditentukan dengan menjalankan ujian lenturan tiga titik berdasarkan Standard MPIF 41. Mikroskop imbasan elektron(SEM) JEOL digunakan untuk melihat mikrostruktur dalaman bagi jasad perang.

### REKABENTUK UJIKAJI DAN ANALISIS SECARA STATISTIK

Berdasarkan hasil awal ujikaji, tahap-tahap yang dipilih sebagai pembolehubah bersandar, suhu larutan  $X_1$ , masa rendaman  $X_2$  and beban serbuk  $X_3$  ditunjukkan dalam Jadual 1. Ujikaji-ujikaji rekabentuk gubahan memusat berputar(CCRD) digunakan, di mana nilai-nilai pemboleubah tak bersandar dikodkan sebagai pembolehubah-pembolehubah,  $x$  dalam julat tahap-tahap +1.682 dan -1.682. CCRD juga menggariskan komposisi bagi keadaan proses ujikaji-ujikaji di sekitar satu gabungan memusat yang kemudiannya digunakan bagi menghasilkan model-model regresi. Bagi tiga pemboleubah tak bersandar proses ( $k = 3$ ), rekabentuk terdiri daripada titik-titik rekabentuk pemfaktoran dengan lapan ujian ( $2^k$ ,  $k = 3$ ), tiga titik tengah, dan enam ( $2k$ ) paksi atau titik bintang. Gabungan memusat bagi rekabentuk ujikaji adalah seperti berikut: suhu larutan,  $T = 62^\circ\text{C}$ , masa rendaman,  $t = 4$  jam and beban serbuk,  $P = 63\%$  isipadu.

JADUAL 1 Nilai sebenar dan nilai yang dikodkan bagi pembolehubah bebas dalam rekabentuk ujikaji

Suhu larutan ( $^\circ\text{C}$ )		Masa rendaman (jam)		Beban serbuk (% isipadu.)	
Nilai sebenar, $X_1$	Nilai yang dikodkan, $x_1$	Nilai sebenar, $X_2$	Nilai yang dikodkan, $x_2$	Nilai sebenar, $X_3$	Nilai yang dikodkan e, $x_3$
59	-1.682	2	-1.682	61	-1.682
60	-1	3	-1	62	-1
62	0	4	0	63	0
64	1	5	1	64	1
65	1.682	6	1.682	65	1.682

Untuk setiap gabungan pembolehubah tak bersandar yang terdapat dalam rekabentuk ujikaji, parameter bersandar kekuatan jasad perang  $y_1$  ditentukan. Pengreplikaan untuk setiap gabungan dilakukan sebanyak 6 kali. Untuk mengkaji kesan pembolehubah tak bersandar terhadap  $y_1$  (pembolehubah bersandar), juga untuk pengoptimuman pembolehubah bersandar dan untuk memeriksa kecukupan rekabentuk ujikaji, satu persamaan regresi yang tidak lurus seperti persamaan 1 dibentuk di antara pembolehubah tak bersandar dan pembolehubah bersandar bagi kedua-dua serbuk kasar dan halus.



$$y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{11}x_1^2 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{22}x_2^2 + b_{23}x_2x_3 + b_{33}x_3^2 \quad (1)$$

di mana  $b_0, b_1, b_2, b_3, b_{11} \dots$  adalah pekali-pekali regresi dan  $x_1, x_2$  dan  $x_3$  adalah nilai-nilai berkod pembolehubah tak bersandar. Analisis varian (ANOVA) telah dijalankan untuk menentukan kekurangan yang sesuai dan kesan lurus, kuadratik dan interaksi terma-terma terhadap pembolehubah bersandar  $y_j$ . Respons permukaan-permukaan telah dihasilkan oleh perisian analisis statistik MINITAB Ver. 14.

## KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN

### Kesan pemboleh ubah tak bersandar terhadap kekuatan jasad perang

Jadual 2 menunjukkan anggaran pekali-pekali regresi bagi semua faktor dan nilai masing-masing terhadap kepadatan bagi kekuatan jasad perang. Daripada jadual tersebut, ia menunjukkan faktor tidak penting yang mempengaruhi kekuatan jasad perang adalah pekali persegi (suhu  $\times$  suhu) disebabkan ia adalah satu-satunya faktor dengan nilai-P lebih daripada 0.05. Oleh itu, faktor ini telah disingkirkan semasa membangunkan model regresi kerana ia memberikan sedikit kesan ke atas modal (mempunyai satu nilai-P yang tinggi). Berdasarkan analisis ini, pekali-pekali regresi untuk anggaran kekuatan jasad perang untuk serbuk kasar,  $S_a$  telah ditemui seperti di persamaan 2.

$$S_a = 4.46 - 0.15x_1 - 0.23x_2 + 0.45x_3 + 0.26x_2^2 - 0.69x_3^2 \quad (2)$$

Di mana  $S_a$  adalah kekuatan jasad perang,  $x_1, x_2$  and  $x_3$  adalah nilai berkod bagi pembolehubah tak bersandar, suhu larutan ( $X_1$ ), masa rendaman ( $X_2$ ) dan beban serbuk ( $X_3$ ).

Persamaan regresi menunjukkan bahawa kekuatan jasad perang adalah secara negatif berhubungkait dengan suhu dan masa dan secara positif berhubungkait dengan beban serbuk. Oleh itu, peningkatan dalam suhu larutan dan masa rendaman mengurangkan kekuatan jasad perang, manakala peningkatan dalam beban serbuk meningkatkan kekuatan jasad perang. Daripada persamaan 2 juga, telah diperhatikan bahawa magnitud pekali-pekali untuk beban serbuk adalah lebih besar daripada pekali-pekali untuk suhu larutan dan masa rendaman, yang menunjukkan bahawa beban serbuk mempunyai banyak kesan penting ke atas kekuatan jasad perang daripada dua pembolehubah bebas yang lain.

JADUAL 2 Anggaran pekali-pekali regresi bagi kekuatan jasad perang

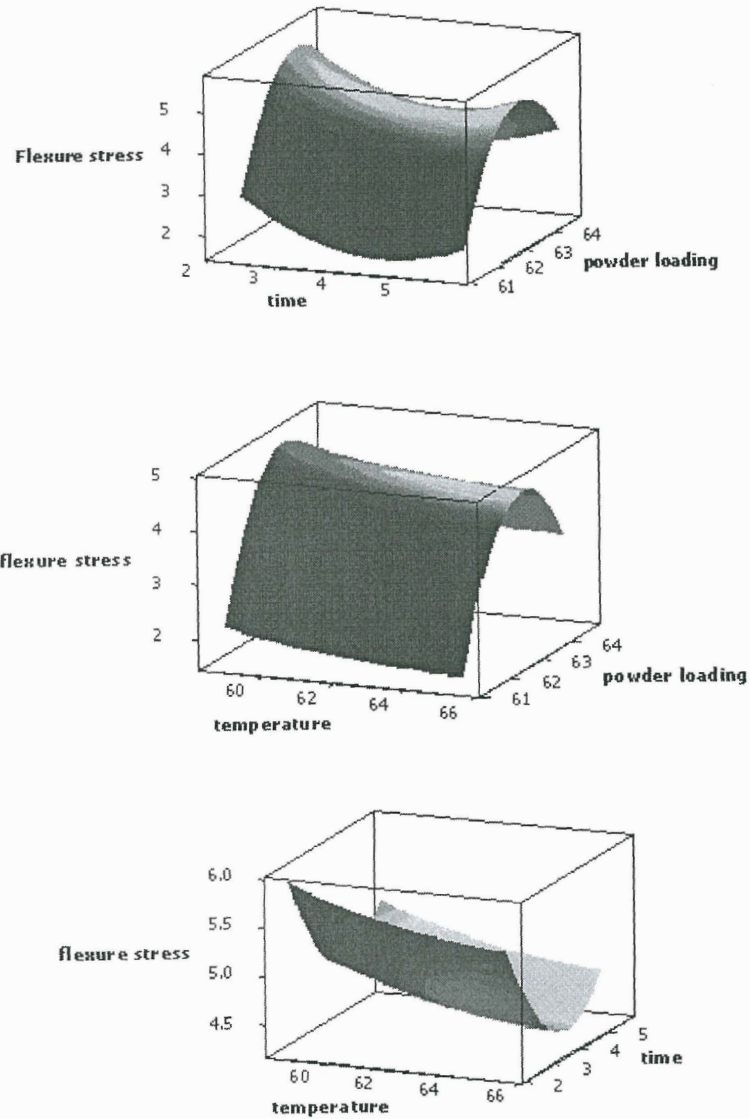
Terma	Pekali	Nilai-T	Nilai-P
Pemalar	4.46	35.93	0.00
Suhu	-0.15	-1.98	0.05
Masa	-0.23	-2.98	0.00
Beban serbuk	0.45	5.68	0.00
Suhu × suhu	0.04	0.50	0.62
Masa × masa	0.26	3.34	0.00
Beban serbuk × Beban serbuk	-0.69	-8.73	0.00

JADUAL 3 ANOVA bagi persamaan-persamaan regresi bagi serbuk kasar

Sumber	d.f	Seq. SS	Adj. SS	Adj. MS	Nisbah-F	Nilai-P
Regresi	6	69.686	69.686	11.614	25.06	0
Linear	3	25.826	20.912	6.971	15.04	0
Persegi	3	43.860	43.860	14.620	31.54	0
Ralat	104	48.205	48.205	0.464		
Sisa						
Kurang padan	8	3.122	3.122	0.390	0.83	0.578
Ralat	96	45.084	45.084	0.470		
Tulen						
Jumlah	110	117.891				

Analisis varians (ANOVA) untuk persamaan regresi tak linear di persamaan 2 menunjukkan bahawa terma-terma yang lurus dan persegi adalah penting di paras 5%. Model kurang padan didapati tidak penting, menunjukkan bahawa jumlah gabungan-gabungan ujikaji yang dibentuk dalam rekabentuk ujikaji adalah mencukupi bagi mengetahui kesan pembolehubah tak bersandar terhadap kekuatan jasad perang.

Untuk mengkaji kesan pembolehubah tak bersandar terhadap kekuatan jasad perang bagi bahagian yang telah dibentuk, Rajah 1 menunjukkan graf permukaan kekuatan jasad perang terhadap pelbagai gabungan parameter penyahikatan seperti suhu, masa dan beban serbuk.



RAJAH 1 Respons petak-petak permukaan bagi kekuatan jasad perang menggunakan serbuk kasar

Kekuatan jasad perang menjangkau nilai tertinggi di tengah tahap beban serbuk, dan tidak bertambah selepas itu dan sebelumnya. Nilai terendah kekuatan jasad perang telah dikesan dalam nilai paling kecil beban serbuk (contoh. 61% isipadu). Aliran yang sama telah diperhatikan antara suhu larutan dan masa

rendaman yang memberi kesan ke atas kekuatan jasad perang. Rajah 1 juga membuktikan bahawa nilai kekuatan jasad perang boleh diperbaiki pada suhu larutan yang lebih rendah, sekiranya masa rendaman benar-benar pendek. Bagaimanapun, nilai tersebut kemudiannya boleh dikurangkan pada suhu larutan yang lebih tinggi dan masa yang lebih lama. Selepas beberapa ketika, nilai meningkat sehingga ke beberapa tahap. Kekuatan jasad perang maksimum telah dicapai dalam gabungan suhu larutan di antara 59 ke 62 °C dan masa rendaman antara 2.5 ke 5.5 jam, manakala beban serbuk hendaklah melebihi 64.5 % isipadu. Oleh itu, bahagian yang dibentuk harus diacusantik sekurang-kurangnya pada beban serbuk 64.5 % isipadu untuk nilai maksimum kekuatan jasad perang.

### Pengoptimuman Pembolehubah Tak Bersandar

Pengoptimuman pembolehubah tak bersandar telah dijalankan untuk kekuatan jasad perang yang maksimum. Persamaan regresi peringkat kedua seperti persamaan 2 telah diselesaikan menggunakan penyelesaian pengoptimuman MINITAB dan hasil diberi dalam Jadual 3.

JADUAL 3 Keadaan optima rendaman pelarut bagi kekuatan jasad perang maksimum

Suhu, $X_1$ (°C)	Masa, $X_2$ (jam)	Pemuatan serbuk, $X_3$ (% isipadu)	Kekuatan jasad perang (MPa)	Tahap kecenderungan, $D$
59	3	64	5.0	1.00

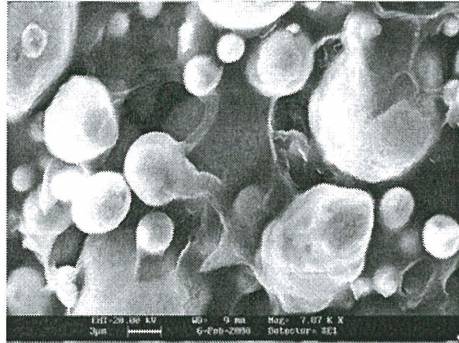
Jadual 3 menunjukkan bahawa gabungan optimum untuk kekuatan jasad perang yang maksimum 5 MPa adalah di dalam julat tahap pembolehubah-pembolehubah tak bersandar. Gabungan tersebut mencapai tahap kecenderungan maksimum, iaitu 1, yang menunjukkan bahawa mereka menghampiri nilai-nilai respons yang dingini.

### Pemerhatian terhadap penjerapan spesimen-spesimen menggunakan Mikroskop Elektron Pengimbasan

Di peringkat awal proses penyahikatan larutan, PEGs diekstrak dari permukaan spesimen ataupun berhampiran permukaan kawasan. Apabila proses pengestrakan berlaku lebih mendalam ke dalam badan, liang-liang dipanjangkan dari permukaan sampel ke bahagian dalamnya. Ini memberikan lebih laluan untuk air memasuki jasad dan peresapan PEGs keluar dari jasad. Satu mikrograf yang mendedahkan pembentukan saluran-saluran liang dalam satu sampel yang telah direndam ditunjukkan dalam Rajah 2. Saluran-saluran ini membenarkan baki bahan pengikat yang tertinggal disingkirkan dengan lebih cepat, tanpa kesan retakan, pelepuhan atau pengampulan semasa penyahikatan terma berikutnya. Selepas penyingkiran PEGs, baki PMMA didapati mencukupi untuk mengekalkan zarah-zarah serbuk di tempatnya, supaya komponen dapat



mengkekalkan bentuknya dan boleh dikendalikan tanpa kerosakan atau herotan dalam pemrosesan yang berikutnya. Kebanyakan liang-liang dianggap menjadi bersambung dan begitu juga jasad terendam adalah telap terhadap monomer yang dibebaskan oleh pirolisis PMMA.



RAJAH 2 Morfologi SEM menunjukkan keliangan terbuka antara zarah serbuk semasa proses penyahikatan larutan

#### KESIMPULAN

RSM digunakan bagi mengenalpasti gabungan parameter-parameter pemrosesan yang terbaik (pembolehubah tak bersandar) yang dapat memaksimumkan kekuatan jasad perang. Ujikaji-ujikaji rekabentuk gubahan memusat berputar (CCRD) digunakan bagi mengkaji kesan pembolehubah-pembolehubah tak bersandar ini ke atas kekuatan jasad perang. ANOVA menunjukkan bahawa ketiga-tiga faktor penyahikatan larutan: suhu larutan, masa rendaman dan beban serbuk berupaya mempengaruhi kekuatan jasad perang. Kumpulan optimum parameter pemrosesan yang ditemui merupakan beban serbuk (64% isipadu), suhu larutan (59°C) dan masa rendaman (3 jam), bagi mencapai kekuatan jasad perang yang maksimum iaitu 5 MPa.

#### PENGHARGAAN

Penulis-penulis merakamkan terima kasih kepada Profesor Madya Dr. Norhamidi Muhamad dan PM Dr Shahrir Abdullah, UKM untuk bantuan dan sokongan mereka. Penghargaan khas juga kepada Universiti Tun Hussein Onn Malaysia dan Kementerian Pengajian Tinggi untuk bantuan kewangan bagi mengendalikan penyelidikan ini.



#### RUJUKAN

- Ji C. H., Loh N. H., Khor K. A. and Tor S. B., 2001, Sintering study of 316L stainless steel metal injection molding parts usiang Taguchi method: final density, *Journals of Materials Science and Engineering*, A311: 74-82.
- Loh N. H. and German R. M., 1996, Statistical analysis of shrinkage variation for powder injection molding, *Journals of Materials Processing Technology*, 59: 278-284.
- Noordin M. Y., Venkatesh V. C., Sharif S., Elting S. and Abdullah A., 2003, Application of response surface methodology in describing the performance of coated carbide tools when turning AISI 1045 steel, *Journal of Materials Processing Technology*, 145: 46-58.
- Omar M. A., Ibrahim R., Sidik M. I., Mustapha M. and Mohamad M., 2003, Rapid debinding of 316L stainless steel injection molded component, *Journal of Materials Processing Technology*, 140: 397-400.
- Park, K. & Ahn, J. H. 2004. Design of experiment considering two-way interactions and its application to injection molding processes with numerical analysis. *Journals of Materials Processing Technology*. 146: 221-227.
- White G. R and German R. M., 1993, Dimensional control of powder injection molded 316L stainless steel using in-situ molding correction, *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials*, 5: 10: 121-132.
- Zu Y. S. and Lin S. T., 1997, Optimizing the mechanical properties of injection molded W- 4.9% Ni-2.1% Fe in debinding, *Journals of Materials Processing Technology*, 71: 337-342.