PELAPISAN INTERMETALIK Fe-Al PADA BAJA DENGAN METODA PEMADUAN MEKANIK

TESIS

Oleh <u>ALFIAN NOVIYANTO</u> 06 06 00 37 51



PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI DAN MATERIAL PROGRAM PASCASARJANA BIDANG ILMU TEKNIK UNIVERSITAS INDONESIA GENAP 2007/2008

Pelapisan intermetalik..., Alfian Noviyanto, FT UI, 2008

PELAPISAN INTERMETALIK Fe-Al PADA BAJA DENGAN METODA PEMADUAN MEKANIK



TESIS INI DIAJUKAN UNTUK MELENGKAPI SEBAGIAN PERSYARATAN MENJADI MAGISTER TEKNIK

PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI DAN MATERIAL PROGRAM PASCASARJANA BIDANG ILMU TEKNIK UNIVERSITAS INDONESIA GENAP 2007/2008

PERNYATAAN KEASLIAN TESIS

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa tesis dengan judul :

PELAPISAN INTERMETALIK Fe-Al PADA BAJA DENGAN METODA PEMADUAN MEKANIK

yang dibuat untuk melengkapi sebagian persyaratan menjadi Magister Teknik pada kekhususan Rekayasa Material, Departemen Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Program Pascasarjana Universitas Indonesia, sejauh yang saya ketahui bukan merupakan tiruan atau duplikasi dari tesis yang sudah dipublikasikan dan atau pernah dipakai untuk mendapatkan gelar kesarjanaan di lingkungan Universitas Indonesia maupun di Perguruan Tinggi atau Instansi manapun, kecuali bagian yang sumber informasinya dicantumkan sebagaimana mestinya.

Depok, 11 Juli 2008

Alfian Noviyanto NPM. 0606003751

PENGESAHAN

Tesis dengan judul :

PELAPISAN INTERMETALIK Fe-Al PADA BAJA DENGAN METODA PEMADUAN MEKANIK

dibuat untuk melengkapi sebagian persyaratan menjadi Magister Teknik pada Kekhususan Rekayasa Material, Departemen Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia. Tesis ini telah diujikan pada sidang ujian tesis pada tanggal 11 Juli 2008 dan dinyatakan memenuhi syarat/sah sebagai tesis pada Departemen Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik Universitas Indonesia.

Depok, 11 Juli 2008 Pembimbing I

Dr. Ir. Sri Harjanto NIP. 132089974

Pembimbing II

Dr. Nurul Taufiqu Rochman NIP. 320006166

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada :

Dr. Ir. Sri Harjanto

Dr. Nurul Taufiqu Rochman

selaku dosen pembimbing yang telah bersedia meluangkan waktu untuk memberi pengarahan, diskusi dan bimbingan serta persetujuan sehingga tesis ini dapat selesai dengan baik.



Alfian Noviyanto NPM. 06 06 00 37 51 Departemen Teknik Metalurgi dan Material

Dosen Pembimbing I. Dr. Ir. Sri Harjanto II. Dr. Nurul Taufiqu Rochman

PELAPISAN INTERMETALIK Fe-Al PADA BAJA DENGAN METODA PEMADUAN MEKANIK

ABSTRAK

Pelapisan serbuk Fe-Al telah dilakukan pada substrate baja dengan menggunakan metoda pemaduan mekanik menggunakan high energy milling HEM-E3D. Selain itu juga ditambahkan serbuk Cr pada campuran serbuk Fe-Al untuk meningkatkan sifat-sifat mekanik dari lapisan. Material yang digunakan dalam penelitian ini adalah Al dengan kemurnian di atas 90% dan serbuk Fe dengan kemurnian lebih dari 99%. Sedangkan serbuk krom dengan kemurnian minimal 99%. Campuran serbuk yang digunakan adalah Fe-40at%Al, Fe-40at%Al-1at%Cr, Fe-40at%Al-3at% dan Fe-40at%Al-6at%. Baja yang akan dilapisi adalah baja karbon S45C dengan diameter 10 mm dan tebal 3 mm. Bejana stainless steel dengan volume 100 mL digunakan dalam penelitian ini. Perbandingan bola dan serbuk adalah 8 : 1. Pemaduan mekanik dilakukan dalam keadaan atmosfere argon selama 32 jam dengan pengambilan sampel pada 4, 8, 16 dan 32 jam. Hasil pemaduan mekanik baik serbuk maupun substrate dikarakterisasi menggunakan SEM-EDS, TEM, XRD dan uji kekerasan mikro. Hasil penelitian menunjukkan lapisan terbentuk pada waktu pemaduan mekanik 16 jam. Teramati juga adanya partikel dengan ukuran yang sangat halus. Dengan pemanasan pada temperatur 500°C selama 3 jam, intermetalik FeAl terbentuk pada komposisi Fe-40at%Al.

Kata kunci: Pelapisan, Serbuk Fe-Al, Intermetalik, High Energy Milling, Substrate Baja.

Alfian Noviyanto NPM. 06 06 00 37 51 Metallurgy and Materials Engineering Counsellor I. Dr. Ir. Sri Harjanto II. Dr. Nurul Taufiqu Rochman

Fe-AI INTERMETALLICS COATING ON STEEL PREPARED BY MECHANICAL ALLOYING

ABSTRACT

Coating of Fe-Al powder have been done at steel substrate by mechanical alloying method using high energy milling HEM-E3D. to improve mechanical properties of Fe-Al alloys, Cr was used as ternary addition. Material used in this research is Al with the purity 90% and Fe with the purity more than 99%. While chromium powder with the minimum purity 99%. The compositions of powder are Fe-40At%Al, Fe-40At%Al-1At%Cr, Fe-40At%Al-3At% and Fe-40At%Al-6At%. SC45 was used as substrate with the diameter 10 mm and thick 3 mm. Vial was made from stainless steel with the volume of 100 mL, used in this research. Ball to powder ratio is 8:1. Mechanical alloying was conducted in argon atmosphere for 32 hours with the intake sampel at 4, 8, 16 and 32 clock. Characterization utilized in the research were SEM-EDS, TEM, XRD and microhardness tester. The result of the research showed the coating was formed at 16 hours mechanical milling. It also observed the existence of fine particle. With annealing at temperature 500°C for 3 hours, FeAl intermetallics formed at composition Fe-40At%Al.

Keyword: Coating, Fe-Al powder, Intermetallics, High Energy Milling, Steel Substrate.

v

DAFTAR ISI

	halaman
PERNYATAAN KEASLIAN TESIS	i
PENGESAHAN	ii
UCAPAN TERIMA KASIH	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	V
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR LAMPIRAN	Х
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1. LATAR BELAKANG	1
1.2. RUMUSAN MASALAH	3
1.3. TUJUAN PENELITIAN	3
1.4. RUANG LINGKUP DAN KETERBATASAN PENELITIAN	3
BAB II LANDASAN TEORI	4
2.1. INTERMETALIK	4
2.2. PEMADUAN MEKANIK	5
2.3. PEMADUAN MEKANIK SERBUK Fe-Al	10
2.4. PELAPISAN DENGAN PEMADUAN MEKANIK	13
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	17
3.1. DIAGRAM ALIR PENELITIAN	17
3.2. BAHAN YANG DIGUNAKAN	18
3.3. PERALATAN	18
3.4. PROSEDUR PENELITIAN	21
3.4.1. Prosedur Percobaan	21
3.4.2. Prosedur Karakterisasi/Pengujian	21
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	24
4.1. KARAKTERISASI SERBUK Fe-40at%Al	24
4.2. PENAMBAHAN Cr TERHADAP Fe-40at%Al	27
4.3. PELAPISAN SERBUK Fe-40at%Al	37
4.4. PELAPISAN SERBUK Fe-40at%Al DENGAN	
PENAMBAHAN Cr	42
4.5. ANNEALING SUBSTRATE BAJA	52
BAB V KESIMPULAN	58
DAFTAR ACUAN	59
DAFTAR PUSTAKA	64
LAMPIRAN	69

DAFTAR GAMBAR

		H	Halaman
	Gambar 1.1.	Diagram fasa Fe-Al	3
	Gambar 2.1.	Struktur kristal intermetalik (a) L1 ₂ , (b) B2, (c) C1,	
		(d) A15 dan (e) D0 ₃	4
	Gambar 2.2.	Ilustrasi gerak <i>planetary ball mill</i> dan proses penghancuran	
		campuran serbuk oleh bola-bola penggiling. (a) Partikel liat	
		dan (b) Partikel getas	6
	Gambar 2 3	Morfologi hasil penggilingan material ulet-ulet	8
	Gambar 2.4	Mekanisme penghancuran partikel antara serbuk ulet	0
		dengan serbuk getas	9
	Gambar 2.5	Partikel berstruktur <i>lamellar</i> hasil pengelasan dingin antara	,
	Guinour 2.5.	serbuk ulet dengan serbuk getas	9
	Gambar 2.6	Proses nemaduan mekanik pada campuran	
	Gambai 2.0.	serbuk getas dengan serbuk getas	10
	Gambar 2.7	Proses nemaduan mekanik serbuk Fe Al dengan	10
	Gainbai 2.7.	Proses periaduan mekanik serbuk Fe-Al dengan	11
	Combor 29	Dembantukan naduan intermetalik Ea Al dengan SDEV mill	11
	Gailibai 2.8.	Pelinoentukan paduan intermetarik FeAr dengan SPEA inin	12
	Gambar 2.9.	Pelapisan Bola <i>Statiless Steel</i> dengan Pemaduan Mekanik	13
2	Gambar 2.10.	Pelapisan Pelat Almunium dengan Oksida	14
	Gambar 2.11.	Fabrikasi pelapisan II-Al dengan metoda pemaduan mekani	IK 14
	Gambar 2.12.	Pelapisan intermetalik Al-Fe kombinasi antara ball mill dan	
		pack cementation	15
	Gambar 2.13.	Pelapisan intermetalik Fe_2Al_5 dengan ball mill	16
	Gambar 2.14.	Lapisan intermetalik Al-Fe (a) Al-20at%Fe	
		(b) Al-20at%Fe-1at%Cr	16
	Gambar 3.1.	Diagram alir penelitian	17
1	Gambar 3.2.	Baja karbon S45C sebagai substrate	18
	Gambar 3.3.	High Energy Milling HEM E3D	18
	Gambar 3.4.	SEM Leo 420 dengan EDS	19
	Gambar 3.5.	Alat uji kekerasan mikro (a) Buehler (b) Matsuzawa	20
	Gambar 3.6.	Alat pembersih ultrasonik Branson	20
	Gambar 3.7.	Titik pengujian kekerasan mikro	23
	Gambar 4.1.	XRD Serbuk Fe-40at%Al Hasil Pemaduan Mekanik	
		Selama 32 Jam	25
	Gambar 4.2.	Pergeseran Puncak Pada XRD Serbuk Fe-40at%Al	25
	Gambar 4.3.	Foto SEM serbuk Fe-40Al hasil pemaduan mekanik dengan	
		variasi waktu (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 16 jam dan (d) 32 jam	26
	Gambar 4.4.	Foto SEM Partikel Fe-40at%A1	27
	Gambar 4.5.	XRD serbuk Fe-40at%Al-1at%Cr hasil pemaduan mekanik	
		selama 32 jam	28
	Gambar 4.6.	XRD serbuk Fe-40at%Al-3at%Cr hasil pemaduan mekanik	
		selama 32 Jam	29
	Gambar 4.7.	XRD serbuk Fe-40at%Al-6at%Cr hasil pemaduan mekanik	
		selama 32 jam	30

	Gambar 4.8.	Pergeseran puncak Fe-Al pada waktu pemaduan	
		mekanik 16 jam	30
	Gambar 4.9.	Foto SEM serbuk Fe-40at%Al-1at%Cr hasil pemaduan	
		mekanik dengan variasi waktu (a) 4 jam, (b) 8 jam,	
		(c) 16 jam, dan (d) 32 jam	31
	Gambar 4.10	Foto SEM serbuk Fe-40at%Al-3at%Cr hasil pemaduan	
		mekanik dengan variasi waktu (a) 4 jam. (b) 8 jam.	
		(c) 16 iam dan (d) 32 iam	32
	Gambar 4 11	Foto SEM serbuk Fe-40at%Al-6at%Cr hasil pemaduan	52
	Guillour 1.111	mekanik dengan variasi waktu (a) 4 jam (b) 8 jam	
		(c) 16 jam dan (d) 32 jam	33
	Gambar 4.12	Foto SEM Partikel Fe-10at% A1-1at% (r (a) 1 jam	55
	Gainoar 4.12.	(b) 8 jam (c) 16 jam dan (d) 32 jam	31
	Combor 1 12	$ \begin{array}{c} (0) & 0 \\ \text{Jain, (c) 10 } \text{Jain, uan (c) 52 } \text{Jain} \\ \text{Exto SEM Dartikal Eq. (0) at 0/ A1 2 at 0/ Cr (a) A i am} \\ \end{array} $	54
	Gainoar 4.15	(b) 8 isom (c) 16 isom den (d) 22 isom	25
	Cambra 414	(b) 8 Jam, (c) 10 Jam, dan (d) 32 Jam Este SEM Dertiled Est $40 \pm 60 \pm 10$ (a) 4 jam	33
	Gambar 4.14.	. Foto SEM Partikel Fe-40at%AI-bat%Cr (a) 4 jam,	25
	0 1 115	(b) 8 jam, (c) 16 jam, dan (d) 32 jam	35
	Gambar 4.15.	. Ukuran kristalit serbuk yang digiling selama 32 jam	36
	Gambar 4.16	Hasil TEM serbuk Fe-40at.%Al-1at%Cr	37
	Gambar 4.17.	. XRD permukaan <i>substrate</i> baja yang dilapisi dengan	
		Fe-40at%Al selama 32 jam	38
1.1	Gambar 4.18	. Foto SEM permukaan <i>substrate</i> baja yang dilapisi dengan	
		Fe-40at%Al (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 16 jam, dan (d) 32 jam	39
	Gambar 4.19	Foto penampang melintang <i>substrate</i> baja yang dilapisi	
		dengan Fe-40at%Al (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 16 jam,	
		dan (d) 32 jam	40
100	Gambar 4.20.	. Hasil EDS lapisan Fe-40at%Al (a) fasa terang dan	
		(b) fasa gelap	41
	Gambar 4.21	. XRD permukaan substrate baja yang dilapisi	
1		Fe-40at%Al-1at%Cr selama 32 jam	42
	Gambar 4.22.	XRD permukaan substrate baja yang dilapisi	
	- 1 -	Fe-40at%Al-3at%Cr selama 32 jam	43
	Gambar 4.23	XRD permukaan <i>substrate</i> baja yang dilapisi	
		Fe-40at%Al-6at%Cr selama 32 jam	43
	Gambar 4.24.	XRD permukaan <i>substrate</i> baja yang pada waktu pemaduan	
		mekanik 16 iam	44
	Gambar 4.25	Foto SEM permukaan <i>substrate</i> baja yang dilapisi	
		Fe-40at%Al-1at%Cr(a) 4 jam (b) 8 jam (c) 16 jam	
		dan (d) 32 jam	45
	Gambar 4 26	Foto SFM permukaan substrate baja yang dilapisi	15
	Guinour 1.20	Fe-40at%Al-3at%Cr (a) 4 jam (b) 8 jam (c) 16 jam	
		dan (d) 32 jam	45
	Gambar 1 27	Eoto SEM permukaan substrate baja yang dilanisi	45
		For 40 steff A1 for $60 \text{ for } (0) $	
		$d_{2} = d_{2} = d_{2$	16
	Combor 1 20	uan (u) 52 Jani Eata nonompong malintang substrate hais yang dilariai	40
	Gainbar 4.28	For penampang menntang substrate baja yang dilapisi $E_{a} = 40 \text{ st}^{1/2} (A_{a} + A_{a}) + \frac{1}{2} (A_{a} + A_{a}) + $	
		rc-40at70AI-1at70CI (a) 4 Jam, (b) 8 Jam, (c) 10 Jam,	47
		uan (u) 52 jam	4/

Gambar 4.29.	Foto penampang melintang <i>substrate</i> baja yang dilapisi	
	Fe-40at%Al-3at%Cr (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 16 jam,	
	dan (d) 32 jam	47
Gambar 4.30.	Foto penampang melintang substrate baja yang dilapisi	
	Fe-40at%Al-6at%Cr (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 16 jam,	
	dan (d) 32 jam	48
Gambar 4.31.	Ilustrasi mekanisme pelapisan dengan pemaduan mekanik	48
Gambar 4.32.	Hasil EDS lapisan Fe-40at%Al-1at%Cr (a) fasa terang dan	
	(b) fasa gelap	49
Gambar 4.33.	Ketebalan lapisan substrate baja	48
Gambar 4.34.	Kekerasan lapisan dan daerah antamuka pada substrate baja	52
Gambar 4.35.	Foto penampang melintang substrate baja yang dilapisi selama	a
	32 jam dengan (a) Fe-40at%Al, (b) Fe-40at%Al-1at%Cr,	
	(c) Fe-40at%Al-3at%Cr dan (d) Fe-40at%Al-6at%Cr	53
Gambar 4.36.	Hasil EDS lapisan serbuk Fe-40at%Al	54
Gambar 4.37.	Hasil EDS lapisan serbuk Fe-40at%Al-1at%Cr	55
Gambar 4.38.	Hasil EDS lapisan serbuk Fe-40at%Al-3at%Cr	56
Gambar 4.39.	Hasil EDS lapisan serbuk Fe-40at%Al-6at%Cr	57
Gambar 4.40.	Kekerasan lapisan dan daerah antarmuka pada substrate baja	h.
	setelah annealing	58

DAFTAR LAMPIRAN

Н	lalaman
Lampiran 1 Hasil perhitungan ukuran kristalit serbuk Fe-40at%Al dengan	
menggunakan bantuan software x-powder	69
Lampiran 2 Hasil perhitungan ukuran kristalit serbuk Fe-40at%Al-1at%Cr	
dengan menggunakan bantuan <i>software</i> x-powder	71
Lampiran 3 Hasil perhitungan ukuran kristalit serbuk Fe-40at%Al-3at%Cr	
dengan menggunakan bantuan software x-powder	73
Lampiran 4 Hasil perhitungan ukuran kristalit serbuk Fe-40at%Al-6at%	
dengan menggunakan bantuan software x-powder	75
Lampiran 5 Hasil pengukuran ketebalan lapisan	77
Lampiran 6 Hasil uji kekerasan lapisan	78
Lampiran 7 Hasil uji kekerasan lapisan setelah annealing	81



BAB I PENDAHULUAN

1.1. LATAR BELAKANG

Baja, pada umumnya sangat mudah terkorosi dan membentuk oksida besi (Fe_xO_y) yang tidak stabil dan mudah terkelupas. Untuk melindungi besi terhadap serangan korosi dan degradasi lingkungan yang merugikan dilakukan pelapisan pada bagian luar dari suatu senyawa dengan unsur lain yang akan membentuk oksida yang stabil. Diantaranya adalah dengan pembentukan paduan intermetalik besi aluminida (Fe-AI) yang memiliki kombinasi sifat yang unggul, yaitu perpaduan kekuatan mekanik yang tinggi, densitas yang rendah dan ketahanan korosi baik dalam lingkungan oksida maupun sulfur yang baik [1-4]. Paduan ini juga dikenal memiliki kekuatan yang tinggi disebabkan interaksi tarik-menarik yang kuat diantara elemen penyusunnya [4]. Selain itu, campuran serbuk logam ini dapat membentuk paduan ini diharapkan dapat mensubstitusi penggunaan *stainless steel* dan *superalloy* berbasis Ni dalam beberapa kasus [5-12].

Paduan intermetalik Fe-Al ini difabrikasi untuk menjadi pelapis baja-baja struktur yang penting supaya memiliki usia pakai yang lebih lama. Teknologi pelapisan paduan Fe-Al ini sudah banyak dikembangankan seperti *pack cementation* [13-15], *hot dip coating* [16-17], *high velocity oxy-fuel* [18] dan *thermal spray coating* [19]. Namun pelapisan tersebut dilakukan pada suhu tinggi, yaitu antara 400-1400°C [15-20]. Paduan intermetalik Fe-Al selain dapat dibuat dengan peleburan [21-25] dapat pula dibuat dengan pemaduan mekanik (*mechanical alloying*) [26-29]. Kekurangan dari paduan ini adalah cenderung getas pada temperatur kamar dan kekuatannya rendah pada temperatur di atas 600°C. Beberapa pendekatan telah dikembangkan untuk mengurangi kelemahan paduan ini, diantaranya dengan menambahkan unsur ketiga seperti C, Nb, Ti [21-22], Cr [22-24, 30] Zr [25], Mo [31].

Saat ini telah dikembangkan teknologi baru untuk pelapisan intermetalik Fe-Al dengan menggunakan penggerusan bola (*ball milling*) [32-33]. *Ball milling* menggunakan energi tumbukan dan gesekan bola sehingga dapat digunakan untuk penggerusan mekanik (*mechanical milling*), pemaduan mekanik pada suhu kamar, amorfisasi, dan pengelasan dingin. Lebih dari itu, *ball mill* juga dapat memberikan efek pelapisan, baik keramik dengan keramik maupun keramik dengan logam [2]. Disamping itu, tumbukan pada permukaan logam akan memperkecil butir kristal di permukaan sehingga menjadi struktur nano yang akan meningkatkan kekerasan permukaannya. Teknik pemaduan mekanik dengan *ball mill* diharapkan dapat digunakan untuk menghasilkan pelapisan paduan Fe-Al pada permukaan baja struktur pada suhu kamar dengan waktu pelapisan yang lebih efektif. Kombinasi antar *ball milling* dan *pack cementation* telah dicoba dalam pelapisan Fe-Al pada permukaan baja. Pada temperatur 440°C - 600°C dalam waktu 15-120 menit, lapisan intermetalik Al/Fe dapat diperoleh. Hal ini jauh lebih cepat dibandingkan dengan *pack cementation* konvensional yang dilakukan pada suhu 900°C dan mencapai berpuluh-puluh jam [32].

Pelapisan intermetalik Fe-Al yang telah dilakukan selama ini pada komposisi Fe₂Al₅. Menurut S. Gedevanishvili dan S. C. Deevi, intermetalik Fe-Al yang paling baik adalah FeAl kemudian Fe₃Al dan yang terakhir Fe₂Al₅ [34]. Oleh karena itu pada penelitian ini akan dilakukan pada komposisi FeAl sesuai dengan diagram fasa Fe-Al pada Gambar 1.1.

Selain itu juga akan dilakukan penambahan Cr pada intermetalik Fe-Al. Pada penelitian sebelumnya [35] penambahan 1at%Cr dapat memperbaiki pelapisan intermetalik Fe-Al, ditandai dengan berkurangnya retakan. S.C. Deevi dan V.K. Sikka menyatakan penambahan 2-6 at%Cr pada intermetalik Fe₃Al dapat meningkatkan keuletan pada temperatur kamar. Pada penelitian lainnya, Garima Sharma et al (2006) melakukan penambahan 3at% Cr ke dalam Fe-28at%Al sehingga intermetalik FeAl yang terkenal getas menjadi sangat elastis dan dapat bertambah panjang hingga 200% dari panjang awalnya [23]. C. G. Mckamey dan C. T. Liu menyatakan penambahan Cr dapat meningkatkan sifat-sifat mekanik dari intermetalik Fe₃Al tanpa mengurangi ketahanannya terhadap korosi [36]. Pelapisan pada komposisi Fe-40at%Al serta penambahan Cr belum banyak diamati oleh para peneliti dan sangat menarik untuk diteliti.



1.2. RUMUSAN MASALAH

Penelitian yang akan dilakukan adalah Pelapisan Intermetalik Fe-Al pada baja dengan metoda pemaduan mekanik. Hal yang akan diteliti adalah :

- Bagaimana perubahan mikrostuktur Fe-Al?
- Bagaimana paduan yang terbentuk dari penggerusan?
- Bagaimana efek penambahan Cr terhadap intermetalik Fe-Al dan lapisan yang terbentuk?

1.3. TUJUAN PENELITIAN

Tujuan penelitian ini adalah untuk melapisi baja SC45 dengan intermetalik Fe-Al menggunakan metoda pelapisan yang cukup baru yaitu pemaduan mekanik. Selain itu juga akan dipelajari pengaruh dari unsur paduan ketiga (*chromium*) pada paduan intermetalik Fe-Al dan juga lapisan.

1.4. RUANG LINGKUP DAN KETERBATASAN PENELITIAN

Ruang lingkup penelitian ini dibatasi pada pembuatan paduan intermetalik Fe-Al dan pelapisannya pada baja dengan menggunakan metoda pemaduan mekanik serta penambahan Cr sebagai unsur ketiga.

BAB II

LANDASAN TEORI

2.1. INTERMETALIK

Paduan intermetalik adalah fasa padat yang terbentuk dari dua atau lebih logam yang mempunyai struktur berbeda dengan penyusunnya, mempunyai susunan struktur kristal yang panjang dan teratur di bawah temperatur kritis (T_c) [37]. Struktur atom dari intermetalik adalah atom logam dikelilingi oleh atom logam lainnya. Hal ini mengakibatkan intermetalik mempunyai ketahanan yang tinggi terhadap deformasi, titik leleh yang tinggi dan subkisi yang bisa dibedakan secara kimia [34]. Paduan intermetalik seperti Ni₃Al, Zr₃Al dan Ni₃Al mempunyai struktur kristal L1₂ yang merupakan turunan dari struktur kristal kubus berpusat muka (*face center cubic*). Sedangkan FeAl dan NiAl memunyai struktur kristal B2 yang merupakan turunan dari struktur kristal D3. Gambar struktur kristal intermetalik dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Struktur kristal intermetalik (a) L1₂, (b) B2, (c) C1, (d) A15 dan (e) D0₃ [37]

2.2. PEMADUAN MEKANIK

Pemaduan mekanik (*Mechanical Alloying*, MA) adalah sebuah teknik *solid state* untuk mensintesis fase tidak setimbang seperti amorfas, senyawa metastabil larutan lewat jenuh. Akhir-akhir ini, pemaduan mekanik telah digunakan untuk memproduksi intermetalik Fe-Al nanokristalin [27], yang memiliki struktur atom yang unik dan dapat diaplikasikan pada teknologi yang menjanjikan. Menggunakan teknik ini, dimungkinkan dapat menciptakan material baru, yang memiliki keunggulan sifat dan karakteristik untuk berbagai aplikasi.

Penggunaa MA banyak dilakukan karena :

- 1. Mengurangi dan atau menumbuhkan ukuran partikel
- 2. Mengubah bentuk lapisan
- 3. Agglomerasi
- 4. Pemaduaan pada keadaan padat
- 5. Memodifikasi atau mengubah sifat material (densitas, sifat mudah mengalir, atau *work hardening*)
- 6. Memadukan atau mencampurkan dua atau lebih material.

Pada umumnya tujuan MA adalah untuk mengurangi ukuran partikel. Cara kerja MA adalah memecah, mendeformasi, dan menumbuk partikel. Efek khusus yang diberikan MA kepada serbuk sampel tergantung pada sifat kimia dan fisik serbuk tersebut, lingkungan vakum, gas atau cair dimana MA terjadi, dan kondisi penggilingan. Pemilihan proses penggilingan tergantung pada hasil yang diinginkan pada proses penggilingan tersebut, sifat serbuk sampel pada saat kondisi penggilingan (jika diketahui), sifat dasar serbuk sampel sebelum digiling serta sifat fisik dan mekanik material.

Selama proses penggilingan terdapat empat tipe gaya yang terjadi pada material yaitu tumbukan (*impact*), atrisi (*attrition*), gesekan (*shear*) dan kompresi (*compression*). Tumbukan berarti benturan instan dari dua obyek yang saling bergerak atau salah satunya dalam keadaan diam. Atrisi adalah gesekan yang menghasilkan serpihan, tipe penghancuran ini biasanya terjadi pada bahan yang getas dan biasanya dikombinasikan dengan gaya lain. Gesekan berkontribusi pada peretakan atau pemecahan partikel menjadi pecahan partikel individu dengan

penghalusan minimum. Kompresi adalah aplikasi perlahan dari gaya tekan pada bagian partikel (penghancur atau peremasan bahan tertentu). Tipe penghalusan ini biasanya dihubungkan dengan penghancur penjepit/rahang (*jaw crusher*) dan penghancuran agglomerasi besar dan keras atau bahan yang tidak liat.

Gambar 2.2 memperlihatkan proses penjebakan sejumlah volume serbuk dalam dua bola dengan gaya agitasi acak, dengan mengasumsikan tidak ada rotasi atau gerakan kebalikan dari permukaan kurva. Jumlah serbuk yang terjebak dan ukuran dari volume terjebak tergantung pada banyak faktor, termasuk ukuran partikel, rapat massa, keberadaan cairan dan konsentrasinya, viskositas, permukaan kasar dari bola, dan kecepatan bola. Jika gaya tumbukan cukup, volume serbuk yang terkompresi membentuk agglomerasi atau pelet yang kemudian dilepaskan ketika energi elastis mendesak bola terpisah. Jika ikatan oleh penyatuan atau adesi terjadi antara permukaan partikel yang bertemu dan gaya ikatan cukup, agglomerasi tidak akan terpecah. Hampir serupa, partikel mungkin terikat pada permukaan bola dan mungkin melapisi bola dengan serbuk.



Gambar 2.2. Ilustrasi gerak *planetary ball mill* dan proses penghancuran campuran serbuk oleh bola-bola penggiling. (a) Partikel ulet dan (b) Partikel getas [38]

Gambar 2.2 juga menunjukkan ilustrasi gerak dan proses penghancuran oleh *ball mill* terhadap serbuk yang liat (seperti logam besi dll) dan getas (seperti karbon, keramik dll). MA juga menyajikan sebuah proses baru yang tidak setimbang (*non-equilibrium*) untuk memproduksi bahan metastabil seperti amorfas [39-40] dan larutan padat super jenuh [40].

Menurut Benjamin dalam Suryanarayana [38] kombinasi ideal pada pemaduan mekanik adalah paling tidak 15 % serbuk terdiri dari material ulet untuk mandapatkan pemaduan. Hal ini karena pemaduan yang terjadi dimulai dengan proses pengelasan dingin dan pematahan (*fracturing*) dari partikel serbuk, pengelasan dingin tidak akan terjadi jika partikel tidak ulet.

Benjamin dan Volin dalam Suryanarayana [38] mencoba menggambarkan mekanisme pemaduan dalam sistem yang meliputi dua komponen serbuk yang ulet (ductile-ductile powder). Mekanisme awal dari pemaduan mekanik dalam material ulet-ulet adalah terbentuk bentuk lempeng-lempengan yang tipis akibat proses mikro forging. Sejumlah kecil dari serbuk juga akan menempel pada permukaan bola giling (ball mill) akibat pengelasan dari serbuk. Pelapisan ini menguntungkan karena untuk menghindari keausan yang berlebihan dari media penggiling, sehingga media giling (ball mill) tidak akan mengkontaminasi serbuk. Akan tetapi ketebalan dari lapisan media penggiling harus dijaga seminimum mungkin untuk mencegah pembentukan produk yang heterogen. Dalam tahap selanjutnya, partikel akan mengalami pengelasan bersama dan membentuk struktur komposit lamellar dari logam konstituen. Peningkatan ukuran partikel juga terjadi dalam tahap ini. Dengan peningkatan waktu penggilingan serbuk partikel komposit tersebut mangalami pengerasan (hardened), pengerasan ini mengakibatkan peningkatan kegetasan material serbuk dan partikel menjadi pecah. Kemudian elemen dari permukaan yang mengalami pengelasan dan menjadi kasar tersebut mengalami pelilitan (convulated) seperti Gambar 2.3. Hal ini terjadi karena pengelasan yang acak dari partikel serbuk dan tidak adanya pengelasan pada satu tempat. Pemaduan dimulai pada tahap ini karena penggabungan ini akan mengakibatkan penurunan jarak difusi (interlamelar spacing), peningkatan densitas dari cacat kisi (lattice defect) dan panas yang bisa terjadi selama operasi penggilingan [38].



Gambar 2.3. Morfologi hasil penggilingan material ulet-ulet [38]

Kekerasan dan ukuran partikel akan mencapai nilai jenuh (*saturated value*) dan sering disebut keadaan tunak (*steady state*) dalam proses. Pemaduan sesungguhnya terjadi pada level atomik dan menghasilkan bentuk larutan padat (*solid solution*), intermetalik, atau bahkan fasa amorf. Jarak lapisan menjadi hilang pada tahap ini dan tidak akan terlihat di bawah mikroskop optik. Indikasi ini menandakan bahwa proses pamaduan mekanik (*mechanical alloying*) sudah lengkap terjadi dengan struktur yang homogen.

Hal yang berbeda akan didapatkan jika proses pemaduan mekanik antara campuran serbuk ulet dengan serbuk getas, partikel-partikel serbuk ulet akan pengalami proses pemipihan, sedangkan partikel-partikel serbuk getas akan hancur akibat tumbukan bola-bola giling seperti terlihat pada Gambar 2.4.

Selanjutnya partikel-partikel serbuk getas yang berukuran lebih kecil akan terperangkap di antara partikel-partikel pipih serbuk ulet saat terjadi proses pengelasan dingin sehingga akhirnya terperangkap di dalam partikel-partikel berstruktur *lamellar* di antara lapisan-lapisan *lamellar*-nya. Seiring dengan tumbukan-tumbukan bola-bola giling yang terus menimpa partikel-partikel berstruktur *lamellar* tersebut, maka akan terjadi proses pengerasan regangan sehingga partikel-partikel berstruktur *lamellar* tersebut, maka akan terjadi proses pengerasan regangan antara laju penghancuran dengan laju pengelasan dingin.







Gambar 2.5. Partikel berstruktur *lamellar* hasil pengelasan dingin antara serbuk ulet dengan serbuk getas [38]

Jika partikel-partikel serbuk getas tersebut larut dalam matriks partikelpartikel serbuk ulet, maka proses pemaduan mekanik dapat terjadi. Sedangkan jika partikel-partikel serbuk getas tersebut tidak larut dalam matriks partikelpartikel serbuk ulet, maka partikel-partikel serbuk getas tersebut hanya akan tersebar secara merata di dalam matriks partikel-partikel serbuk ulet.

Pemaduan mekanik campuran serbuk getas dan getas mengalami hal yang berbeda dengan proses ulet-ulet dan ulet-getas. Pada tahap awal proses pemaduan mekanik antara campuran serbuk getas dengan serbuk getas, seluruh partikel dari kedua campuran tersebut akan segera mengalami penghancuran oleh tumbukan bola-bola giling tanpa adanya proses pengelasan dingin terlebih dahulu. Namun, setelah berada dalam ukuran partikel yang sangat kecil, partikel-partikel serbuk getas yang memiliki kekerasan lebih tinggi akan kembali mengalami proses penghancuran tersebut. Sedangkan partikel-partikel serbuk getas yang memiliki kekerasan lebih rendah akan bertindak sebagai *substrate* tempat melekatnya partikel-partikel serbuk getas yang memiliki kekerasan lebih tinggi. Namun, proses pemaduan mekanik pada campuran serbuk getas dengan serbuk getas ini sangat sulit terjadi tanpa adanya pemicu terjadinya proses difusi, salah satunya adalah temperatur yang tinggi [38].



Gambar 2.6. Proses pemaduan mekanik pada campuran serbuk getas dengan serbuk getas [38]

2.3. PEMADUAN MEKANIK SERBUK Fe-Al

Sebuk Fe dan Al adalah jenis material serbuk ulet, oleh karena itu pemaduan mekanik Fe-Al mengikuti sistem paduan serbuk ulet-ulet yang telah dijelaskan pada pembahasan sebelumnya. Pembuatan paduan intermetalik Fe-Al dengan pemaduan mekanik telah banyak diamati oleh para peneliti [26-29, 41-47]. Dengan kondisi parameter yang berbeda maka akan didapatkan hasil yang berbeda-beda juga. Mekanisme awal dari pemaduan mekanik dalam material uletulet adalah terbentuk bentuk lempeng-lempeng yang tipis oleh karena proses mikro *forging*. Dalam pemaduan mekanik serbuk ulet-ulet maka pengelasan dingin akan banyak terjadi. Wolski *et al.* mensintesa serbuk Fe-40at%Al menggunakan *planetary ball mill* dengan perbandingan bola dan serbuk (*ball powder ratio*, BPR) 50:1 [41]. Intermetalik FeAl bisa didapatkan dengan waktu penggilingan relatif singkat yaitu 24 jam. Selain itu Wolski *et al.* mengilustrasikan proses pemaduan mekanik serbuk Fe-Al seperti terlihat pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7. Proses pemaduan mekanik serbuk Fe-Al dengan penggilingan Bola [41]

Pada penelitian lainnya Hongwei Shi *et al.* mensintesa serbuk Fe-50at%Al melaporkan dengan menggunakan SPEX mill dan BPR 20:1 dalam waktu 30 jam paduan intermetalik FeAl sudah didapatkan [42]. Gambar 2.8. (a) menunjukkan XRD serbuk yang digiling. Terlihat pada gambar puncak Al telah hilang pada waktu pemaduan mekanik 6 jam dan larutan padat Fe(Al) mulai terbentuk. pada waktu peaduan mekanik 15 jam larutan padat Fe(Al) mulai menuju pembentukan fasa baru yaitu FeAl. Selanjutnya dengan waktu pemaduan mekanik yang lebih

lama intermetalik FeAl terbentuk. Gambar 2.8 (b) menunjukkan perubahan dari larutan padat Fe(Al) menuju intermetalik FeAl.



Yong Zhu *et al.* mendapatkan fasa intermetalik Fe₂Al₅ dalam waktu pemaduan mekanik 1 jam [43]. Komposisi campuran serbuk yang digunakan adalah Fe-75at%Al dan Fe-30at%Al digiling menggunakan *high energy planetary ball mill* dengan BPR 40:1. Hal yang berbeda dilaporkan oleh Helena *et al.* dimana campuran serbuk Fe-40at%Al yang digiling dengan menggunakan *planetary ball mill* didapatkan paduan FeAl yang mempunyai butir halus [44]. Selain itu juga didapatkan adanya inklusi Al₂O₃ yang berukuran nm.

Paduan intermetalik FeAl dan Fe₃Al didapatkan dengan berbagai kondisi penggilingan menggunakan *planetary ball mill* seperti yang dilaporkan oleh Enahayati dan Salehi [45]. Peningkatan BPR mengakselerasi proses pemaduan mekanik tersebut. Krasnowski *et al.* mendapatkan paduan intermetalik FeAl dengan pemanasan setelah pemaduan mekanik [46]. Proses pemaduan mekanik hanya mendapatkan larutan padat FeAl.

2.4. PELAPISAN DENGAN PEMADUAN MEKANIK

Penggunaan pemaduan mekanik pada proses pelapisan permukaan banyak mendapat perhatian. Dengan pemaduan mekanik, struktur serbuk dan permukaan

yang digerus akan memiliki struktur yang halus sehingga memungkinkan untuk mempermudah proses penempelan sekaligus difusi ke dalam permukaan lapisan. Disamping itu, dengan penghancuran mencapai ukuran nano, diharapkan dapat memperbaiki sifat mekanik dan fisik dari pelapis tersebut. Pendekatan pelapisan dengan metoda pemaduan mekanik, pertama kali diperkenalkan oleh K. Kobayashi [47] dengan mencoba membuat lapisan Ti-Al pada permukaan bola *stainless steel*. Namun demikian, untuk memperoleh pelapisan tersebut diperlukan suatu kondisi yang memungkinkan terjadinya suatu reaksi antara partikel dengan permukaan bola yang digunakan. Oleh karena itu, dengan penambahan partikel nano zirconia, pelapisan Ti-Al dipermukaan bola *stainless steel* dapat diperoleh seperti terlihat pada Gambar 2.9. Dengan metoda ini, berbagai pelapisan seperti Ti-Si, Fe-Al, Fe-Si dengan bantuan zirconia, dapat diperoleh.



Gambar 2.9. Pelapisan Bola Stainless Steel dengan Pemaduan Mekanik [47]

Penelitian lain dilakukan untuk melihat reaksi pelapisan pelat alumunium pada permukaan secara lebih dalam dengan PbO, CuO, WO₃ [48]. Dengan penghancuran dan pencampuran yang intensif pada permukaan pelat alumunium, terjadi reaksi reduksi oksida oleh Al, sehingga hasil reduksi menempel di permukaan alumunium berbentuk lapisan logam yang tereduksi (Gambar 2.10.). Pada kondisi ini, meskipun energi bebas gibsnya tidak jauh berbeda, tetapi kemudahan reaksi ditentukan oleh sifat dari kekerasan dan keuletan bahan tersebut. Dengan cara seperti ini, bisa diperoleh pelapisan sulfida, karbida, dll.



Gambar 2.10. Pelapisan Pelat Almunium dengan Oksida [48]

Penggunaan pemaduan mekanik untuk melihat peningkatan efek difusi pada pelapisan Al/Ti-Al pada pelat Ti menunjukan lapisan Ti-Al dengan strutur sub-mikron dapat diperoleh, dan dengan penganilan dengan waktu yang relatif singkat, dapat diperoleh lapisan Ti-Al yang padat dan rendah porositasnya seperti terlihat pada Gambar 2.11. Fasa yang terbentuk dari penganilan ini tergantung dari temperatur yang digunakan [49].



Gambar 2.11. Fabrikasi pelapisan Ti-Al dengan metoda pemaduan mekanik [49]

Pada Gambar 2.12 kombinasi antara *ball milling* dan *pack cementation* telah dicoba dalam pelapisan Fe-Al pada permukaan keping baja karbon rendah [32]. Pada 440°C - 600°C dalam waktu 15-120 menit, lapisan intermetallik Al/Fe

dapat diperoleh. Hal ini jauh lebih cepat dibandingkan dengan *pack cementation* konvensional yang pada suhu 900°C dengan waktu mencapai berpuluh-puluh jam. Pada proses ini, fasa yang terbentuk adalah Fe₂Al₅.

Pada penelitian lainnya lapisan intermetalik Fe₂Al₅ telah berhasil dibuat dengan menggunakan *ball mill* (Gambar 2.13). Bahan yang digunakan adalah almunium foil yang dilapisi pada bejana *ball mill*. Dengan menggunakan bola yang lebih besar dan putaran yang lebih cepat pelapisan akan didapat dengan lebih cepat juga [33].



Gambar 2.12. Pelapisan intermetalik Al-Fe kombinasi antara *ball mill* dan *pack cementation* [32]



Gambar 2.13. Pelapisan intermetalik Fe2Al5 dengan ball mill [33]

Pelapisan dengan menggunakan *Ball Mill* dan mekanisme pembentukannya telah diamati oleh Agus S. W. *et al.* [50]. Pelapisan terjadi secara menyeluruh setelah penggilingan selama 90 jam.

Alfian *et al.* melakukan penambahan 1at%Cr pada pelapisan Al-20at%Fe [35]. Pelapisan dilakukan dengan *Planetary Ball Mill* PBM4A. Penambahan sedikit Cr memperbaiki kualitas dari pelapisan, ditandai dengan berkurangnya retakan pada lapisan yang terbentuk tetapi lapisan masih banyak mengandung pori seperti terlihat pada Gambar 2.14.



Gambar 2.14. Lapisan intermetalik Al-Fe (a) Al-20at%Fe (b) Al-20at%Fe-1at%Cr

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. **DIAGRAM ALIR PENELITIAN**





3.2. BAHAN YANG DIGUNAKAN

Material yang digunakan dalam penelitian ini adalah Al dengan kemurnian di atas 90% dan serbuk Fe dengan kemurnian lebih dari 99% berukuran 10 μm diperoleh dari Merck Co. Ltd. Sedangkan serbuk krom dengan kemurnian minimal 99% dan kehalusan serbuk -200 mesh diperoleh dari Soekawa Chemicals. Baja yang akan dilapisi adalah baja karbon S45C dengan diameter 10 mm dan tebal 3 mm. Sebelum baja dimasukan bersama serbuk ke dalam bejana penggiling, baja tersebut dihaluskan dengan menggunakan amplas sampai ukuran #1000.



Gambar 3.2. Baja karbon S45C sebagai substrate

3.3. PERALATAN

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah

1.

High Energy Milling HEM-E3D

Suatu alat *high energy milling* yang mempunyai 1 bejana penggiling digerakkan dengan motor secara tiga dimensi. HEM-E3D ini merupakan instrumen hasil kreasi Pusat Penelitian Fisika LIPI.



Gambar 3.3. High Energy Milling HEM E3D

2. Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM digunakan untuk mengetahui morfologi, permukaan dan struktur mikro serbuk Fe-Al dalam penelitian ini. Analisis menggunakan SEM LEO 420 yang berada di Departemen Teknik Metalurgi dan Material FTUI dengan spesifikasi voltase 30-300 kV dan *working distance* 5-12 mm yang dilengkapi dengan EDS (*Energy-Dispersive Spectroscopy*). SEM Jeol JSM-6390A yang berada di Puslit Metalurgi LIPI digunakan untuk melihat struktur lapisan sampel hasil pemaduan mekanik dan hasil annealing. SEM tersebut mempunyai resolusi hingga 3 nm pada 30kV dengan *working distance* 8 mm. Perbesaran 5-300000 kali dengan filamen tungsten (W) dilengkapi dengan EDS.



Gambar 3.4. SEM Leo 420 dengan EDS

3. *X-Ray Diffraction* (XRD)

Alat XRD yang digunakan pada penelitian ini adalah alat XRD yang terdapat di Departemen Teknik Metalurgi dan Material FTUI dan alat XRD yang berada di PTBIN BATAN.

4. Digital Microhardness Tester

Alat uji kekerasan mikro yang digunakan ada dua yaitu Matsuzawa tipe MXT50 dengan terdapat di Pusat Penelitian Fisika LIPI – Serpong dan Buehler yang terdapat di Departemen Teknik Metalurgi dan Material FTUI.



Gambar 3.5. Alat uji kekerasan mikro (a) Buehler (b) Matsuzawa

5. Pembersih Ultrasonik (Branson)

Alat pembersih ultrasonik Branson digunakan untuk membersihkan bola dan bejana giling dari kotoran sebelum dilakukan penggilingan.



Gambar 3.6. Alat pembersih ultrasonik Branson

3.4. PROSEDUR PENELITIAN

3.4.1. Prosedur Percobaan

Penggilingan dilakukan dengan menggunakan *high energy ball mill* HEM E3D yang dibuat oleh Pusat Penelitian Fisika-LIPI. Penggilingan dilakukan dalam suasana gas argon untuk mencegah terjadinya oksidasi. Bejana yang digunakan berukuran 100 ml yang terbuat dari bahan baja *chromium*. Bola penggiling yang digunakan terbuat dari baja chrome, dengan besar 10 mm dan 4 mm. Perbandingan bola besar dan kecil adalah 1:5 dengan perbandingan bola dan serbuk (*ball powder ratio*) 8:1. Putaran diatur pada kecepatan 263 rpm. Untuk menjaga suhu penggilingan tetap rendah (25-50°C), setiap 5 menit sekali penggilingan diistirahatkan selama 1 menit untuk pendinginan.

Pengambilan sampel dilakukan pada interval waktu 4, 8, 16 dan 32 jam selama proses pemaduan mekanik. Pengambilan sampel dilakukan di dalam *glove box* dalam suasana argon untuk mencegah terjadinya oksidasi.

3.4.2. Prosedur Karakterisasi/Pengujian

Karakterisasi sampel yang dilakukan adalah pengujian SEM-EDS, XRD dan kekerasan mikro. Pengujian SEM dilakukan untuk melihat morfologi serbuk hasil pemaduan mekanik, permukaan *substrate* dan penampang melintang dari *substrate*. Preparasi sampel yang akan dilihat penampang melintangnya adalah dengan dipotong menjadi dua, kemudian di-*mounting*. Sampel yang telah di-*mounting* diamplas sampai dengan kekasaran 1500 kemudian di-*polish* dengan menggunakan alumina 1µm.

Pengujian XRD bertujuan untuk mengetahui fasa apa saja yang telah terbentuk pada saat pemaduan mekanik. Sampel yang diuji XRD adalah serbuk dan permukaan *substrate*. Pengujian pada serbuk dengan langkah 0.05° untuk serbuk dan 0.02° untuk *substrate* baja. Estimasi ukuran kristalit dapat dilakukan dengan menggunakan profile puncak XRD yang teramati. Pelebaran pada puncak XRD dapat dikarenakan oleh tiga hal yaitu instrumen, ukuran kristalit dan regangan mikro. Pelebaran karena ukuran kristalit dan pelebaran karena regangan mikro dapat dihitung dengan Persamaan Scherer seperti terlihat pada Persamaan 3.1. dan Persamaan 3.2. [51].

B =	$\frac{0.94 \times \lambda}{D \cos \theta}$	(3.1)
B =	$4\varepsilon \tan \theta$	(3.2)

dimana:

B = Full Width at Half Maximum (rad)

- λ = panjang gelombang radiasi sinar x (nm)
- D = ukuran kristalit (nm)
- ε = regangan mikro
- θ = sudut puncak yang diamati

Dengan menggunakan metoda williamson-hall, dua persamaan di atas dapat digabungkan setelah dikurangi pelebaran karena instrumen. Persamaan tersebut dapat dilihat pada Persamaan 3.3.

 $B\cos\theta = \frac{0.94 \times \lambda}{D} + 4\varepsilon \sin\theta \dots (3.3)$

Dengan memandang Persamaan 3.3. sebagai persamaan garis lurus maka B cos θ adalah sumbu y dan sin θ adalah sumbu x. Sehingga gradien dari persamaan tersebut adalah regangan mikro dan perpotongan dengan sumbu y adalah ukuran kristalit. Estimasi ukuran kristalit pada penelitian ini dibantu dengan menggunakan software xpowder.

Pengujian kekerasan mikro dilakukan pada lapisan yang terbentuk hasil pemaduan mekanik dan sampel hasil *annealing*. Beban yang digunakan dalam penelitian ini adalah 10 gf. Nilai kekerasan mikro di dapat dengan memasukan parameter-parameter hasil pengujian dengan menggunakan Persamaan 3.4.

 $VHN = 1854 \frac{P}{d^2}$(3.4) dimana:

P = Beban yang digunakan (gf)

d = diameter jejak rata-rata (mm)

Pengujian dilakukan dari luar lapisan ke dalam lapisan dengan jarak titik pengujian adalah 2-3 kali dari panjang jejak seperti terlihat pada Gambar 3.4.



BAB IV

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1. KARAKTERISASI SERBUK Fe-40at.%Al

Gambar 4.1. menunjukkan hasil XRD pemaduan mekanik serbuk Fe-40at.%Al. Pada gambar tersebut terlihat adanya pelebaran (*broadening*) puncak seiring dengan bertambahnya waktu pemaduan mekanik. Pelebaran menunjukkan bahwa serbuk Fe-Al telah mengalami pengecilan ukuran dan penghancuran oleh bola-bola penggiling selama proses pemaduan mekanik. Pada waktu pemaduan mekanik 32 jam terlihat intensitas puncak Al (311) menurun secara drastis. Selain itu juga teramati adanya pergeseran ke arah kanan puncak Fe (110) dan Al (200) pada waktu pemaduan mekanik 16 jam.

Selain itu, pada Gambar 4.1. juga terlihat belum terbentuknya fasa baru dari pemaduan mekanik tersebut. Fasa baru belum terbentuk dapat dikarenakan belum maksimumnya waktu pemaduan mekanik sehingga Fe dan Al belum membentuk suatu paduan. Krasnowski et al. melaporkan hal yang sama dimana dengan waktu penggilingan 30 jam belum didapatkan fasa baru dari serbuk Fe-Al [46]. Serbuk Fe-Al yang digiling hanya mengalami larutan padat FeAl [46]. Paduan intermetalik Fe-Al baru didapatkan setelah pemanasan sampai dengan temperatur 720°C. Hal yang berbeda dilaporkan oleh Hongwei Shi et al. dimana dengan waktu pemaduan mekanik 15 jam mulai terbentuk fasa baru dan 30 jam telah terbentuk fasa FeAl [42]. Perbedaan ini dikarenakan beberapa faktor seperti perbandingan bola dan serbuk. Penggunaan BPR juga mempengaruhi kecepatan pembentukan paduan, dimana untuk mendapatkan paduan dalam waktu 30 jam digunakan BPR 20:1 [42]. Pada penelitian kali ini digunakan BPR 8:1 seperti yang dilakukan oleh Krasnowski et al. [46]. Penggunaan BPR yang tinggi digunakan untuk mencapai kondisi paduan pada waktu yang sangat cepat, seperti yang dilaporkan oleh Yong Zou et al. [43] dengan menggunakan BPR 40:1 dalam waktu satu jam telah didapatkan paduan Fe₂Al₅.


Gambar 4.1. XRD serbuk Fe-40at.%Al hasil pemaduan mekanik selama 32 Jam



Gambar 4.2. Pergeseran puncak pada XRD serbuk Fe-40at.%Al

Gambar 4.2. menunjukkan pergeseran puncak Fe (110) dan Al (200). Pada gambar teramati adanya pergeseran ke arah kanan pada waktu pemaduan mekanik 16 jam sedangkan pada waktu sebelumnya pergeseran terjadi ke arah kiri. Pergeseran puncak ke arah kiri, seperti dilaporkan oleh Hongwei Shi *et al.* [42] menuju ke arah pembentukan fasa baru. Fasa yang mungkin terbentuk dengan pergeseran ke arah kiri adalah Fe₃Al dan FeAl. Menurut data JCPDS paduan Fe₃Al berada pada sudut 44.186° dan FeAl 43.984°.



Gambar 4.3. Foto SEM serbuk Fe-40at.%Al hasil pemaduan mekanik dengan variasi waktu (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 16 jam dan (d) 32 jam

Gambar 4.3. menunjukkan evolusi serbuk Fe-40at.%Al selama pemaduan mekanik. Pada waktu pemaduan mekanik 4 jam ukuran serbuk masih besar dengan bentuk bulat dan sebagian lagi pipih. Sedangkan pada waktu 8 jam penghancuran serbuk makin terlihat, dimana banyak ditemui serbuk yang pipih dibandingkan dengan yang bulat-bulat. Hal ini dikarenakan partikel-partikel serbuk yang asalnya bulat pejal terkena energi yang sangat tinggi sehingga terdeformasi menjadi bentuk yang pipih. Pada waktu 16 jam terlihat sebagian

serbuk telah beragglomerasi dengan ukuran yang masih bervariasi dan yang paling besar mempuyai ukuran sekitar 20 µm. Pada waktu 32 jam serbuk telah teragglomerasi dengan ukuran lebih dari 30 µm. Agglomerasi terjadi karena pada saat pemaduan mekanik terjadi pengelasan dingin (*cold welding*) diantara partikel akibat dari penghancuran bola-bola penggiling seperti yang dilaporkan oleh Suryanarayana [52]. Bentuk yang dihasilkan pun tidak pipih seperti awal pemaduan mekanik tetapi hampir bulat. Partikel tersebut telah mengalami *work hardened* sehingga kekerasan meningkat dan lebih getas dari sebelumnya [52].

Gambar 4.4. menunjukkan partikel Fe-40at.%Al dengan ukuran yang sangat halus. Teramati pada gambar adanya partikel yang berbentuk pipih dengan ketebalan sekitar 88.90 nm. Selain itu juga didapatkan partikel lainnya dengan ketebalan 77.85 nm.



Gambar 4.4. Foto SEM partikel Fe-40at.%Al

4.2. PENAMBAHAN Cr TERHADAP Fe-40at.%Al

Penambahan Cr seperti dijelaskan pada bab sebelumnya akan meningkatkan kekuatan dari paduan intermetalik Fe-Al tanpa mengurangi ketahanan terhadap korosinya. Karakterisasi serbuk Fe-40at.%Al dengan penambahan 1at.%Cr menggunakan XRD seperti ditunjukkan pada Gambar 4.5. Teramati pada gambar adanya penurunan intensitas dan pelebaran puncak-puncak XRD. Selain itu teramati juga pergeseran puncak Fe (110) dan Al (200) ke arah kanan pada waktu pemaduan mekanik 16 jam.





Gambar 4.6. XRD serbuk Fe-40at.%Al-3at.%Cr hasil pemaduan mekanik selama 32 Jam

Gambar 4.6. dan Gambar 4.7. menunjukkan XRD Fe-40at.%Al dengan penambahan 3at.%Cr dan 6at.%Cr. Berbeda dengan penambahan 1at.%Cr, penambahan 3at.%Cr dan 6at.%Cr tidak menyebabkan pergeseran ke arah kanan seperti penambahan 1at.%Cr. Penambahan 3at.%Cr dan 6at.%Cr menyebabkan pergeseran ke arah kiri yang menuju pembentukan fasa baru [42].

Gambar 4.8. menunjukkan pergeseran puncak Fe (110) dan Al (200) pada waktu pemaduan mekanik 16 jam. Tanpa penambahan Cr pergeseran puncak Fe(110) dan Al(200) ke arah kanan kembali kepada keaadan standar sebelum dilakukan pemaduan mekanik. Sedangkan dengan penambahan 1at.%Cr pergeseran ke arah kanan terlihat jelas sekali. Penambahan 3at.%Cr dan 6at.%Cr menyebabkan pergeseran puncak Fe(110) dan Al(200) ke arah kiri yang menuju pembentukan fasa baru [42].



Gambar 4.8. Pergeseran puncak Fe-Al pada waktu pemaduan mekanik 16 jam

Gambar 4.9. menunjukkan morfologi serbuk Fe-40at.%Al dengan penambahan 1at.%Cr. Pada awal waktu pemaduan mekanik terlihat bentuk dari partikel sebagian telah menjadi pipih. Sama seperti tanpa penambahan Cr, berubahnya bentuk partikel dari bulat menjadi pipih dikarenakan benturan yang hebat oleh bola-bola penggiling sehingga terjadi deformasi plastis pada partikel. Terlihat pada Gambar 4.9. penghancuran serbuk terjadi hingga waktu 16 jam, dimana masih ditemui adanya partikel yang berbentuk pipih dan tajam. Teramati juga telah terjadi pengelasan dingin sehingga dapat ditemui adanya partikel yang telah teragglomerasi. Pada waktu pemaduan mekanik 32 jam partikel telah teragglomerasi dengan ukuran partikel yang besar-besar. Penambahan 1at.%Cr tidak terlalu memberikan pengaruh jika dibandingkan dengan tanpa penambahan Cr terhadap penghancuran partikel.



Gambar 4.9. Foto SEM serbuk Fe-40at.%Al-1at.%Cr hasil pemaduan mekanik dengan variasi waktu (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 16 jam, dan (d) 32 jam

Gambar 4.10. dan Gambar 4.11. menunjukkan morfologi serbuk Fe-40at.%Al pada penambahan 3at.%Cr dan 6at.%Cr. Penambahan 3at.%Cr dan 6at.%Cr pada serbuk Fe-40at.%Al memiliki evolusi serbuk yang berbeda dengan penambahan 1at.%Cr dan tanpa penambahan Cr. Pada penambahan Cr lebih dari 3at.% terlihat pengelasan dingin mulai terjadi pada waktu pemaduan mekanik 8 jam. Teramati penghancuran partikel dengan penambahan Cr lebih dari 3at.% sangat cepat. Hal ini dapat dilihat dengan banyaknya partikel yang berbentuk pipih pada waktu pemaduan mekanik 4 jam. Sedangkan pada waktu pemaduan mekanik 8 jam partikel yang berbentuk pipih tinggal sedikit dan pengelasan dingin mulai terjadi. Pada waktu pemaduan mekanik 16 jam pengelasan dingin mulai sempurna dan partikel yang berbetuk pipih hampir tidak ditemui lagi. Pada waktu pemaduan mekanik 32 jam partikel telah teragglomerasi seluruhnya.



Gambar 4.10. Foto SEM serbuk Fe-40at.%Al-3at.%Cr hasil pemaduan mekanik dengan variasi waktu (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 16 jam, dan (d) 32 jam



Gambar 4.11. Foto SEM serbuk Fe-40at.%Al-6at.%Cr hasil pemaduan mekanik dengan variasi waktu (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 16 jam, dan (d) 32 jam

Gambar 4.12. menunjukkan serbuk Fe-40at.%Al penambahan 1at.%Cr dengan ukuran partikel yang sangat halus. Partikel teramati pada waktu pemaduan mekanik 4 dan 8 jam, sedangkan pada waktu pemaduan mekanik yang lebih lama ukuran partikel cenderung besar. Untuk waktu pemaduan mekanik 16 jam partikel berukuran 500-700 nm dan pada waktu 32 jam partikel berukuran mulai dari 100 nm sampai dengan 400 nm.



Gambar 4.12. Foto SEM Partikel Fe-40at.%Al-1at.%Cr (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 16 jam, dan (d) 32 jam

Gambar 4.13. menunjukkan serbuk Fe-40at.%Al penambahan 3at.%Cr dengan ukuran yang sangat halus. Terlihat partikel berukuran lebih dari 200nm dan berbentuk pipih pada awal waktu pemaduan mekanik. Sedangkan dengan penambahan 6at.%Cr (Gambar 4.14.), partikel dengan ukuran yang lebih kecil banyak teramati pada waktu pemaduan mekanik 8 dan 32 jam.



Gambar 4.13. Foto SEM partikel Fe-40at.%Al-3at.%Cr dengan variasi waktu (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 16 jam, dan (d) 32 jam



Gambar 4.14. Foto SEM partikel Fe-40at.%Al-6at.%Cr dengan variasi waktu (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 16 jam, dan (d) 32 jam

Selain itu juga didapatkan struktur nano pada serbuk yang digiling. Dengan menggunakan metoda williamson-hall, hasil XRD dapat digunakan untuk mengestimasi ukuran kristalit (*crystallite size*) dari serbuk yang digiling. Dengan menggunakan bantuan *software* xpowder dan dengan menggunakan faktor instrumen 1 (0-1) maka nilai estimasi dari ukuran kristalit akan didapatkan seperti terlihat pada Gambar 4.15.



Gambar 4.15. Ukuran kristalit serbuk yang digiling selama 32 jam

Pada Gambar 4.15. terlihat ukuran kristalit berkurang sampai 50% lebih setelah digiling selama 32 jam. Pelebaran pada puncak XRD terlihat merupakan respresentasi dari pengecilan ukuran kristalit kecuali pada waktu pemaduan mekanik dengan penambahan 6at.%Cr. Pada penambahan 6at.%Cr pelebaran puncak lebih dipengaruhi oleh regangan mikro sehingga ukuran kristalit tetap besar.



Gambar 4.16. Hasil TEM serbuk Fe-40at.%Al-1at%Cr

Pada Gambar 4.16. menunjukkan hasi TEM dari serbuk Fe-40at.%Al-1at%Cr. Serbuk mempunyai ukuran kristalin yang bervariasi mulai dari 10 nm hingga 100 nm. Hasil ini sesuai dengan hasil perhitungan kristalit dimana ukuran kristalit berada di bawah 100 nm.

4.3. PELAPISAN SERBUK Fe-40at.%Al

Gambar 4.17. menunjukkan hasil XRD permukaan *substrate* baja yang dilapisi oleh serbuk Fe-40at.%Al. Pada waktu pemaduan mekanik 4 jam terlihat hanya ada puncak dari Fe, sedangkan puncak Al belum teramati. Puncak dari Al

baru teramati pada waktu pemaduan mekanik 16 jam yaitu puncak Al (111) dan Al (311), namun setelah waktu pemaduan mekanik 32 jam puncak Al yang ada hanya Al (111). Hal ini menunjukkan bahwa sebagian Al telah menjadi amorf dan masuk ke dalam kristal Fe sebagai larutan padat seperti yang dilaporkan oleh [46].



Gambar 4.17. XRD permukaan *substrate* baja yang dilapisi dengan Fe-40at.%Al selama 32 jam

Gambar 4.18. menunjukkan hasil foto SEM permukaaan *substrate* baja. Hasil SEM tersebut memperkuat hasil dari XRD dimana pada waktu 4 jam sedikit sekali serbuk yang menempel di permukaan *substrate*. Pada waktu pemaduan mekanik 8 jam teramati sudah ada serbuk yang menempel pada permukaan *substrate*. Berdasarkan hasil XRD serbuk yang menempel adalah serbuk Fe. Setelah waktu pemaduan mekanik 16 jam teramati serbuk yang menempel sudah cukup banyak dan pada waktu 32 jam terlihat serbuk yang menempel lebih banyak lagi.



Gambar 4.18. Foto SEM permukaan *substrate* baja yang dilapisi dengan Fe-40at.%Al (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 16 jam, dan (d) 32 jam

Gambar 4.19. menunjukkan penampang melintang dari *substrate* baja yang dilapisi dengan Fe-40at.%Al. Sama seperti foto pada permukaan *substrate*, pada waktu pemaduan mekanik 4 jam tidak ada serbuk yang menempel pada *substrate*. Kemudian pada waktu pemaduan mekanik 8 jam teramati sudah ada serbuk yang menempel walaupun sedikit. Pada waktu pemaduan mekanik 16 jam terlihat penempelan serbuk semakin banyak. Setelah waktu pemaduan mekanik 32 jam terlihat penempelan semakin banyak ditandai dengan ketebalan yang semakin meningkat.

Pada lapisan juga teramati ada dua fasa yaitu fasa terang dan fasa gelap. Hasil pengujian EDS (Gambar 4.20.) menunjukkan bahwa fasa terang adalah Fe dan sedikit Al. Hal ini menunjukkan telah terjadi pencampuran dengan baik dimana partikel Al telah masuk ke dalam partikel Fe. Begitu juga dengan fasa gelap dimana fasa tersebut adalah Al dengan sedikit Fe. Adanya Fe menunjukkan telah terjadi pencampuran dalam partikel gelap tersebut.



Gambar 4.19. Foto penampang melintang *substrate* baja yang dilapisi dengan Fe-40at.%Al (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 16 jam, dan (d) 32 jam



Gambar 4.20. Hasil EDS lapisan Fe-40at.%Al (a) fasa terang dan (b) fasa gelap

4.4. PELAPISAN SERBUK Fe-40at.%AI DENGAN PENAMBAHAN Cr

Gambar 4.21., 4.22. dan 4.23. merupakan hasil XRD serbuk Fe-40at.%Al dengan penambahan 1at.%, 3at.% dan 6at.%Cr. Pada penambahan 1at.%Cr mempunyai pola XRD yang hampir sama dengan tanpa penambahan Cr. Pergeseran ke arah kanan juga terlihat pada waktu pemaduan mekanik 16 jam seperti pada serbuk tanpa penambahan Cr. Penambahan 3at.% dan 6at.% memiliki pola yang hampir sama dan tidak menyebabkan terjadinya pergeseran ke arah kanan pada waktu pemaduan mekanik 16 jam. Proses pemaduan terlihat lebih cepat dengan penambahan 3at.%Cr dan 6at.%Cr. Hal ini dapat dilihat dengan adanya pergeseran ke arah kiri pada puncak Fe (110) dimulai dari waktu pemaduan mekanik 16 jam dan berlanjut hingga waktu pemaduan mekanik 32 jam. Dengan waktu penaduan mekanik yang lebih lama lagi, diyakini paduan intermetalik akan terbentuk. Penambahan Cr menjadikan sebagian Al lebih mudah hancur, hal ini ditandai dengan tidak ditemukannya puncak Al (311) pada waktu 16 jam.



Gambar 4.21. XRD permukaan *substrate* baja yang dilapisi Fe-40at.%Al-1at.%Cr selama 32 jam



Gambar 4.22. XRD permukaan *substrate* baja yang dilapisi Fe-40at.%Al-3at.%Cr selama 32 jam



Gambar 4.23. XRD permukaan *substrate* baja yang dilapisi Fe-40at.%Al-6at.%Cr selama 32 jam



Gambar 4.24. XRD permukaan *substrate* baja pada waktu pemaduan mekanik 16 jam

Gambar 4.24. menunjukkan hasil XRD permukaan *substrate* baja yang dilapisi tanpa penambahan Cr dan juga penambahan Cr. Pada Gambar 4.24. terlihat puncak Al(311) hanya terlihat pada tanpa penambahan Cr. sedangkan dengan penambahan Cr puncak Al (311) sudah menurun secara drastis. Hal ini menunjukkan sebagian Al menjadi lebih cepat hancur dengan penambahan Cr.

Gambar 4.25., 4.26. dan 4.27. menunjukkan hasil foto SEM permukaan *substrate* yang telah dilapisi dengan sebuk Fe-40at.%Al dengan penambahan 1at.%, 3at.% dan 6at.%Cr. Pada gambar terlihat *substrate* mulai terlapisi pada waktu pemaduan mekanik 16 jam. Penempelan sebuk menjadi lebih mudah dengan penambahan Cr, seperti terlihat pada waktu pemaduan mekanik 4 jam sudah ada partikel yang menempel pada *substrate*. Berbeda dengan tanpa penambahan Cr dimana pada waktu pemaduan mekanik 4 jam hampir tidak ada partikel yang menempel.



Gambar 4.25. Foto SEM permukaan *substrate* baja yang dilapisi Fe-40at.%Allat.%Cr (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 16 jam, dan (d) 32 jam



Gambar 4.26. Foto SEM permukaan *substrate* baja yang dilapisi Fe-40at.%Al-3at.%Cr (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 16 jam, dan (d) 32 jam



Gambar 4.27. Foto SEM permukaan *substrate* baja yang dilapisi Fe-40at.%Al-6at.%Cr (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 16 jam, dan (d) 32 jam

Gambar 4.28., 4.29. dan 4.30. adalah penampang melintang *substrate* baja yang dilapisi dengan Fe-40at.%Al dengan penambahan 1at.%, 3at.% dan 6at.%. Pada semua gambar terlihat pelapisan dimulai setelah waktu pemaduan mekanik 8 jam. Pada waktu pemaduan mekanik 8 jam didapati adanya serbuk yang telah menempel tetapi hanya sedikit sekali. Setelah waktu pemaduan mekanik 16 jam terlihat telah ada lapisan yang menempel dan terdiri dari dua fasa yaitu gelap dan terang. Pada waktu pemaduan mekanik 32 jam didapati lapisan semakin tebal kecuali pada penambahan 1at.%Cr. Ilustrasi mekanisme pelapisan dengan pemaduan mekanik dapat dilihat pada Gambar 4.31. Pada waktu awal pemaduan mekanik serbuk yang menempel masih besar-besar. Seiring dengan bertambahnya waktu pemaduan mekanik serbuk yang menempel mulai berbentuk pipih-pipih dan mengikuti tekstur dari serbuk sebelumnya sehingga serbuk terkunci secara mekanik (*mechanical interlocking*) dengan serbuk lainnya. Dengan waktu pemaduan mekanik yang lebih lama maka struktur lapisan akan semakin halus.



Gambar 4.28. Foto penampang melintang *substrate* baja yang dilapisi Fe-40at.%Al-1at.%Cr (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 16 jam, dan (d) 32 jam



Gambar 4.29. Foto penampang melintang *substrate* baja yang dilapisi Fe-40at.%Al-3at.%Cr (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 16 jam, dan (d) 32 jam



Gambar 4.31. Ilustrasi mekanisme pelapisan dengan pemaduan mekanik



Gambar 4.32. Hasil EDS lapisan Fe-40at.%Al-1at.%Cr (a) fasa terang dan (b) fasa gelap

Dengan mengetahui mekanisme pelapisan maka dapat diketahui mengapa pada penambahan 1at.%Cr lapisan yang didapat tipis. Hal ini dikarenakan pelapisan dengan penambahan 1at.%Cr hanya terjadi pada waktu awal saja yaitu setelah 8 jam. Pada waktu pemaduan mekanik yang lebih lama tidak terjadi pelapisan. Struktur lapisan 1at.% Cr terdiri dari butir-butir yang masih besarbesar. Rydin *et al.* dalam Suryanarayana melaporkan adanya *dead zone* pada ujung dari bejana menyebabkan partikel yang berada diujung tersebut tidak tergiling dengan baik [53].

Pada lapisan terlihat adanya dua fasa yaitu terang dan gelap. Gambar 4.32. menunjukkan hasil EDS lapisan Fe-40at.%Al dengan penambahan 1at.% Cr. Dari hasil EDS ini dapat dilihat fasa terang adalah Fe dengan sedikit Al yang telah masuk. Untuk fasa gelap adalah Al dengan sedikit Fe yang telah masuk. Pada hasil XRD dimana dengan penambahan Cr puncak Al yang terlihat hanya Al (111). Hal ini menunjukkan sebagian Al telah masuk ke dalam Fe sebagai larutan padat.

Gambar 4.33. menunjukkan grafik ketebalan lapisan Fe-40at.%Cr dengan dan tanpa penambahan Cr. Ketebalan lapisan meningkat seiring dengan bertambahnya waktu pemaduan mekanik kecuali pada penambahan 1at.%Cr. Penambahan Cr terhadap pertumbuhan lapisan tidak terlihat pengaruhnya secara nyata. Ketebalan lebih dipengaruhi oleh waktu penggilingan, semakin lama maka akan semakin tebal.





Gambar 4.33. Ketebalan lapisan substrate baja

Gambar 4.34 menunjukkan kekerasan lapisan *substrate* yang dilapisi dengan serbuk Fe-40at.%Al dan penambahan 1at.%, 3at.% dan 6at.% Cr. Pengaruh penambahan Cr pada lapisan yang terbentuk tidak begitu signifikan jika dibandingkan dengan tanpa penambahan Cr. Kekerasan lapisan maupun daerah antarmuka dengan penambahan 1at.%Cr lebih kecil jika dibandingkan dengan variabel lainnya. Hal ini dimungkinkan karena lapisan yang terbentuk masih mempunyai struktur yang besar-besar dan belum mengalami deformasi yang hebat oleh bola-bola giling. Berbeda dengan penambahan 1at.%Cr, struktur lapisan varibel lainnya lebih cenderung halus sehingga kekerasannya meningkat.

Kekerasan antarmuka meningkat dengan penambahan 3at.% dan 6at.% Cr jika dibanding dengan tanpa penambahan dan penambahan 1at.%Cr. Daya lekat serbuk meningkat dengan penambahan 3at.% dan 6at.% Cr. Sesuai dengan hasil foto permukaan SEM dimana penambahan 3at.% dan 6at.% Cr serbuk yang menempel pada awal waktu pemaduan mekanik lebih banyak jika dibandingkan dengan tanpa penambahan Cr.



Gambar 4.34. Kekerasan lapisan dan daerah antamuka pada substrate baja

4.5. ANNEALING SUBSTRATE BAJA

Pada serbuk dan juga *substrate* belum didapatkan adanya fasa intermetalik Fe-Al. Pada pemaduan mekanik serbuk Fe-Al, kadang fasa intermetalik tidak langsung didapatkan. Hal ini bergantung kepada faktor-faktor yang mempengaruhi dalam pemaduan mekanik seperti lama penggilingan, perbandingan bola dan serbuk juga temperatur penggilingan. Untuk itu dapat dilakukan *annealing* pada sampel agar didapatkan paduan intermetalik Fe-Al.

Gambar 4.35 menunjukkan hasil *annealing substrate* baja Fe-40at.%Al dan dengan penambahan 1at.%, 3at.% dan 6at.%Cr. Lapisan yang telah di *annealing* terlihat berbentuk lamelar dan panjang-panjang. Pada lapisan juga sudah tidak ditemui lagi partikel yang besar-besar seperti sebelum *annealing*. Pada lapisan hasil *annealing* ditemui adanya 2 fasa yaitu terang dan gelap.



Gambar 4.35. Foto penampang melintang *substrate* baja yang dilapisi selama 32 jam dengan (a) Fe-40at.%Al, (b) Fe-40at.%Al-1at.%Cr, (c) Fe-40at.%Al-3at.%Cr dan (d) Fe-40at.%Al-6at.%Cr

Hal ini seperti dilaporkan oleh J.M. Guilemany *et al.* [18] dan Ji Gang *et al.* [54], pada pelapisan dengan menggunakan *thermal spray* didapatkan adanya dua fasa terang dan gelap. Selain itu juga ada bagian yang telah leleh dan yang belum leleh. Bagian yang telah leleh berdasarkan hasil EDS merupakan intermetalik Fe-Al yang tidak mempunyai keteraturan kristal [18,54].



Gambar 4.36. Hasil EDS lapisan serbuk Fe-40at.%Al

Gambar 4.36. merupakan hasil EDS serbuk Fe-40at.%Al. Hasil EDS menunjukkan fasa terang adalah Fe dengan sedikit F dan fasa gelap adalah Fe dan Al. Fasa gelap tersebut adalah adalah intermetalik FeAl dengan susunan kristal yang tidak teratur seperti dilaporkan oleh J.M. Guilemany *et al.* [18] dan Ji Gang *et al.* [54]. Dengan pemaduan mekanik, pemanasan dengan temperatur rendah dan waktu yang singkat intermetalik FeAl didapatkan [46]. Hal yang berbeda dilaporkan oleh Gedevanishvili dan Deevi, dimana untuk mendapatkan

intermetalik Fe-Al dengan sintering biasa membutuhkan temperatur 1100°C dan 1350°C [34].

Gambar 4.37., 4.38. dan 4.39. adalah hasil EDS lapisan Fe-40at.%Al dengan penambahan 1at.%, 3at.% dan 6at.% Cr. Hasil yang berbeda didapatkan dengan penambahan Cr dimana fasa intermetalik Fe-Al tidak didapatkan meskipun telah di *annealing*.



element	001		002		003	
	wt%	at%	wt%	at%	wt%	at%
Fe	96.6	90.62	48.02	29.50	39.06	19.15
Al	-	-	45.9	58.36	33.65	34.15
F	3.4	9.38	2.56	4.62	-	-
0	-	-	3.51	7.53	27.29	46.7

Gambar 4.37. Hasil EDS lapisan serbuk Fe-40at.%Al-1at.%Cr



Gambar 4.38. Hasil EDS lapisan serbuk Fe-40at.%Al-3at.%Cr



Gambar 4.39. Hasil EDS lapisan serbuk Fe-40at.%Al-6at.%Cr

Gambar 4.40. menunjukkan hasil uji kekerasan mikro dengan beban 10gf selama 5 detik. Pada proses *annealing*, *substrate* mengalami proses pelunakan sehingga nilai kekerasan menurun dari sebelum *annealing*. Kekerasan lapisan dan daerah antarmuka setelah *annealing* berada di atas kekerasan dari *substrate* walaupun secara umum nilainya menurun dari sebelum *annealing*.



BAB V KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian pelapisan intermetalik Fe-Al pada baja, dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

- Fasa intermetalik Fe-Al tidak terbentuk pada pemaduan mekanik serbuk Fe-Al maupun Fe-Al-Cr selama 32 jam. Dengan mengubah kondisi penggilingan (BPR) atau waktu pemaduan mekanik yang diperpanjang, diyakini fasa intermetalik Fe-Al dapat terbentuk.
- Agglomerasi pada serbuk Fe-Al menjadi lebih cepat dengan penambahan 3at% Cr dan 6at% Cr.
- Partikel yang berukuran sangat halus juga teramati pada serbuk hasil pemaduan mekanik dengan ukuran 70 – 300 nm.
- 4. Lapisan Fe-Al mulai terbentuk pada waktu pemaduan mekanik 16 jam dan semakin menebal pada waktu pemaduan mekanik yang lebih lama.
- Kekerasan lapisan tidak dipengaruhi secara signifikan oleh penambahan Cr tetapi kekerasan daerah antarmuka meningkat dengan penambahan 3at% dan 6at% Cr.
- 6. Mekanisme pelapisan seperti pemaduan mekanik serbuk ulet-ulet dimana partikel yang menempel akan saling mengunci secara mekanik (*mechanical interlocking*) akibat dari tumbukan bola-bola penggiling.
- 7. Struktur lapisan yang terbentuk akan lebih halus pada bagian luar dan semakin ke dalam semakin kasar.
- 8. Dengan *annealing* pada temperatur 500°C selama 3 jam, lapisan intermetalik FeAl terbentuk pada komposisi Fe-40at%Al.

59

DAFTAR ACUAN

- S.C. Deevi, V.K. Sikka, "Nickel and Iron Aluminides: an Overview on Properties, Processing and Applications," *Intermetallics* 4 1996: hal. 357-375
- [2] C.G. McKamey, N.S. Stoloff, V.K. Sikka. *Physical metallurgy and Processing of Intermetallic Compounds* (London: Chapman and Hall, 1996), hal. 351-391.
- [3] S.C. Deevi, V.K. Sikka, P.J. Maziasz, R.W. Cahn, Proceedings of the International Symposium on Nickel and Iron Aluminides: Processing, Properties, and Applications, ASM, Materials Park, OH, 1996: hal. 145-156, 361-375.
- [4] M. Hashii, Y. Hosoi, "Characterization of FeAl Intermetallic Compound in the Process of Mechanical Alloying, TMS, 1998: hal. 2425-2430
- [5] N.S. Stoloff, "High Temperature Ordered Intermetallic Alloys". MRS Symp.Proc., MRS, 39, 1985: hal. 3-27.
- [6] C.G. McKamey, J.H. De Van, P.F. Tortorelli, and V.K. Sikka. J. Mater.Res, 6 1991: hal. 1779-1805.
- [7] N.S. Stoloff, C.T. Liu. "Environmental Embritlement of Iron Aluminides". *Intermetallics* 2 1994: hal. 75-87.
- [8] C.G. McKamey, P.J. Maziasz, G.M. Goodwin, T. Zacharia. Materials Science and Engineering A174 1994: hal. 59-70.
- [9] P.J. Maziasz, G.M. Goodwin, D.J. Alexander, S. Viswanathan, Proceedings of the International Symposium on Nickel and Iron Aluminides: Processing, Properties, and Applications 1996: hal. 157-176.
- [10] R.H Rabin, R.N. Wright, Metall. Trans., 22A, 1991: hal. 277-286.
- [11] J.S. Sheasby. Int. J. Powder Metall. Powder Technol., 15(4), 1979: hal. 301-305.
- [12] D.J. Lee and R. M. German. Int. J. Powder Metall. Powder Technol. 12 1985: hal. 9-21.
- [13] Metals handbook, 9th ed, vol 5. Metal Park: American Society of Metals;
 1982
- [14] Ryabov VR. Aluminizing of steels. (New Delhi: Oxonian Press), 1985
- [15] Piotr Juzoń, Marta Ziemnicka, Sébastien Chevalier, Kazimierz Przybylski and Jean Pierre Larpin. "Improving Fe₃Al alloy resistance against high temperature oxidation by pack cementation process", *Applied Surface Science* 253 2007: hal. 4928-4934
- [16] K. Bouche, F. Barbier, A. Coulet. "Intermetallic compound layer growth between solid iron and molten aluminium" *Material Science and Engineering* A249 1998: hal. 167-175
- [17] Yo-Yu Chang, Chang-Cheng Tsaur, J. C. Rock. "Microstructure Studies of an Aluminide Coating on 9Cr-1Mo Steel During High Temperature Oxidation". *Surface Coating and Technology* 200 2006: hal. 6588-6593
- [18] J.M. Guilemany, C.R.C. Lima, N. Cinca and J.R. Miguel. "Studies of Fe– 40Al coatings obtained by high velocity oxy-fuel," *Surface and Coatings Technology* 201 2006: hal. 2072-2079
- [19] S. Kumar, V. Selvarajan, P.V.A. Padmanabhan and K.P. Sreekumar. "Characterization and comparison between ball milled and plasma processed iron-aluminium thermal spray coatings," *Surface and Coatings Technology* 201 2006: hal. 1267-1275
- [20] S. Kobayashi, T. Yakou. "Control of intermetallic compound layers at interface between steel and aluminum by diffusion-treatment". *Materials Science and Engineering* A338 2002: hal. 44-53
- [21] Zheng-Rong Zhang, Wen-Xi Liu. "Mechanical Properties of Fe₃Al-based Alloys with Additon of Carbon, Niobium and Titanium". *Materials Science* and Engineering A423 2006: hal. 343-349
- [22] Wann-Chiun Luu, Wen-Chi Chiang, Jiann-Kuo Wu. "Effect of Cr and Ti Additions on The Corrosion Behavior of Fe₃Al alloys in Cloride-containing Sulfuric Acid Solution". *Materials Letters* 59 2006: hal. 3295-3298
- [23] G. Sharma, R. Kishore, M. Sundararaman, R.V. Ramanujan. "Superplastic Deformation Studies of Fe-28Al-3Cr Intermetallic Alloy". *Materials Science and Engineering* A419 2006: hal. 144-147

- [24] G. Sharma, K. B. Gaonkar, P. R. Singh. "Effect of Cr Addition on Pitting Behavior of Iron Aluminide Intermetallic". Materials Letters 61 2007: hal. 971-973
- [25] P. Kratochvíl, P. Málek, M. Cieslar, P. Hanus, J. Hakl and T. Vlasák. "Hightemperature mechanical properties of Zr alloyed Fe₃Al-type iron aluminide," *Intermetallics* 15 2007: hal. 333-337
- [26] B.G. Park, S.H. Ko, Y.H. Park and J.H. Lee. "Mechanical properties of in situ Fe₃Al matrix composites fabricated by MA–PDS process," *Intermetallics* 14 2006: hal. 660-665
- [27] M. Krasnowski, T. Kulik. "Nanocrystalline FeAl Intermetallic Produced by Mechanical Alloying Followed by Hot-Pressing Consolidation". *Intermetalics* 15 2007: 201-205
- [28] Q. Zeng and I. Baker. "Magnetic properties and thermal ordering of mechanically alloyed Fe–40 at% Al," *Intermetallics* 14 2006: hal. 396-405
- [29] Wahyu B.W., Dody W., Suryadi, Agus D., Alfian Noviyanto, Hubby I., Endang S., Agus S.W., Nurul T. R. "Perubahan Mikrostruktur Pada Campuran Bubuk Al-Fe Dengan Metoda *Mechanical Alloying*". Prosiding Seminar Nasional Tenaga Listrik dan Mekatronika 2006. Bandung, 27-28 Juli 2006. 447-452
- [30] Y. Ortega, N. de Diego, F. Plazaola, J.A. Jiménez and J. del Río. "Influence of Cr addition on the defect structure of Fe-Al Alloys". *Intermetallics* 15 2007: hal. 177-180
- [31] E. Godlewska. "Effect of molybdenum on high-temperature corrosion of Fe–Al intermetallics", *Intermetallics* 14 2006: hal. 280-286
- [32] Z. Zhan, Y. He, D. Wang, W. Gao. "Low Temperature Processing of Fe-Al Intermetallic Coating asssited by Ball Milling". *Intermetalics* 14 2006: hal. 75-81
- [33] Z. Zhan, Y. He, D. Wang, W. Gao. "Cladding Inner Surface of Steel Tubes with Al Foils by Ball Attrition and Heat Treatment". *Surface and Coating Technology* 201 2006: hal. 2684-2689

- [34] S. Gedevanishvili, S. C. Deevi. "Processing of Iron Aluminides by Pressureless Sintering Through Fe + Al Elemental Powder". *Materials Science and Engineering* A325 2002: hal. 163-176
- [35] Alfian Noviyanto, Agus S. W., Wahyu B.W., M. I. Amal, W. Firmansyah, Suryadi, Widhya B., Nurul T. R. "Pengaruh Penambahan Cr Pada Lapisan Intermetalics Al-Fe Dengan Ball Mill". Seminar Nasional Metalurgi dan Material (SENAMM) I 2007. Universitas Indonesia, Depok, 7-9 Agustus 2007. 95-100.
- [36] C.G. McKamey, C.T. Liu, Scripta Metall. Mater. 24 (1990) 2119–2122.
- [37] R. A. Varin. Crystal Structure. Encyclopedia of Materials: Science and Technology (2000). Diakses 05 November 2007 dari Elsevier. www1.elsevier.com/homepage/sai/emsatinfo/site/Emsat_re/site/PDFsamples/emr201038.pd f
- [38] C. Suryanarayana. Mechanical Alloying and Milling (New York: Marcel Dekker, 2004), hal 89-94.
- [39] C.C.Koch, O.B.Cavin, C.G.Mckamey and J.O.Carbrough. Appl. Phy. Lett., 43 1983: hal.1017.
- [40] R.B.Schwarz, R.R.Petrich and L.K.Saw : J. Non-Cryst. Solids 76 1985: hal. 281.
- [41] K. Wolski, G. Le Caer, P. Delcroix, R. Fillit, F. Thevenot, J. Le Coze. "Influence of milling conditions on the FeA1 intermetallic formation by mechanical alloying". *Materials Science and Engineering* A207 1995: 97-104.
- [42] Hongwei Shi, Debo Guo, Yifang Ouyang. "Structural Evolution of Mechanically Alloyed Nanocrystalline FeAl Intermetallics". Journal of Alloys and Compound 455 2008: hal 207-209
- [43] Yong Zou, Shigeoki Saji, Kiyoshi Kusabiraki. "Fast Amorphization and Crystallization in Al-Fe binary System by High Energy Ball Milling". *Material Research Bulletin* 37 2002: hal 123 – 131.
- [44] Helena Skoglund, Maria Kuston Wedel, Birger Karlsson. "Processing of Fine Grained Mechanically Alloyed FeAl". *Intermetallics* 12 2004: hal 977-983.

- [45] M. H. Enayati, M. Salehi. "Formation Mechanism of Fe₃Al and FeAl Intermetallic Compounds During Mechanical Alloying". *Journal of Material Science* 49 2005: hal 3933-3938.
- [46] M. Krasnowski, A. Grabias, T. Kulik. "Phase Tranformations During Mechanical Alloying of Fe-50a%Al and Subsequent Heating of The Miiling Product". *Journal of Alloys and Compound* 424 2006: hal. 119-127
- [47] Keizo Kobayashi. "Formation of Coating Film on Milling Balls for Mechanical Alloying". *Materials Transactions JIM* 36 1995: hal. 134-137
- [48] A. Torosyan, L. Takacs. "Mechanochemical Reaction at the Interface between a metal plate nad oxide powders". *Journal of Materials Science* 39 2004: hal. 5491-5496
- [49] S. Romankov, W. Sha, S.D. Kaloshkin, K. Kaevitser. "Fabrication of Ti-Al Coatings by Mechanical Alloying Method". *Surface & Coatings Technology* 201 2006: hal. 3235-3245.
- [50] Agus S. W., Suryadi, Agus D., Alfian Noviyanto, Hubby I., Endang S., Wahyu B. W., Dody W., Nurul T. R. "Al-Fe Coating on Iron by Mechanical Alloying". Proceeding The 9th International Conference on Quality in Research (QIR). Depok 6 – 7 September 2006. IMM18/1-5
- [51] C. Suryanarayana. *Mechanical Alloying and Milling* (New York: Marcel Dekker, 2004), hal 111-112.
- [52] C. Suryanarayana. Mechanical Alloying and Milling (New York: Marcel Dekker, 2004), hal 90
- [53] C. Suryanarayana. *Mechanical Alloying and Milling* (New York: Marcel Dekker, 2004), hal 412
- [54] Ji Gang, Jean-Paul Morniroli, Thierry Grosdidier. "Nanostructures in Thermal Spray Coating". Scripta Materialia 48 2003: hal. 1599-1604

DAFTAR PUSTAKA

- Bouche, K., F. Barbier, A. Coulet. "Intermetallic compound layer growth between solid iron and molten aluminium" *Material Science and Engineering* A249 1998: hal. 167-175
- Chang, Yo-Yu., Chang-Cheng Tsaur, J. C. Rock. "Microstructure Studies of an Aluminide Coating on 9Cr-1Mo Steel During High Temperature Oxidation". Surface Coating and Technology 200 2006: hal. 6588-6593
- Deevi, S. C., V.K. Sikka, "Nickel and Iron Aluminides: an Overview on Properties, Processing and Applications," *Intermetallics* 4 1996: hal. 357-375
- Deevi, S.C., V.K. Sikka, P.J. Maziasz, R.W. Cahn, Proceedings of the International Symposium on Nickel and Iron Aluminides: Processing, Properties, and Applications, ASM, Materials Park, OH, 1996: hal. 145-156, 361-375.
- Enayati, M. H., M. Salehi. "Formation Mechanism of Fe₃Al and FeAl Intermetallic Compounds During Mechanical Alloying". *Journal of Material Science* 49 2005: hal 3933-3938.
- Gang, J., Jean-Paul Morniroli, Thierry Grosdidier. "Nanostructures in Thermal Spray Coating". *Scripta Materialia* 48 2003: hal. 1599-1604
- Gedevanishvili, S., S. C. Deevi. "Processing of Iron Aluminides by Pressureless Sintering Through Fe + Al Elemental Powder". *Materials Science and Engineering* A325 2002: hal. 163-176
- Godlewska, E. "Effect of molybdenum on high-temperature corrosion of Fe–Al intermetallics", *Intermetallics* 14 2006: hal. 280-286
- Guilemany, J.M., C.R.C. Lima, N. Cinca and J.R. Miguel. "Studies of Fe–40A1 coatings obtained by high velocity oxy-fuel," *Surface and Coatings Technology* 201 2006: hal. 2072-2079
- Hashii, M., Y. Hosoi, "Characterization of FeAl Intermetallic Compound in the Process of Mechanical Alloying". TMS, 1998: hal. 2425-2430
- Juzoń, P., Marta Ziemnicka, Sébastien Chevalier, Kazimierz Przybylski and Jean Pierre Larpin. "Improving Fe₃Al alloy resistance against high temperature

oxidation by pack cementation process", *Applied Surface Science* 253 2007: hal. 4928-4934

- Kobayashi, K. "Formation of Coating Film on Milling Balls for Mechanical Alloying". *Materials Transactions JIM* 36 1995: hal. 134-137
- Kobayashi, S., T. Yakou. "Control of intermetallic compound layers at interface between steel and aluminum by diffusion-treatment". *Materials Science* and Engineering A338 2002: hal. 44-53
- Koch, C.C., O.B.Cavin, C.G.Mckamey and J.O.Carbrough. *Appl. Phy. Lett.* 43 1983: hal.1017.
- Krasnowski, M., A. Grabias, T. Kulik. "Phase Tranformations During Mechanical Alloying of Fe-50a%Al and Subsequent Heating of The Miiling Product". *Journal of Alloys and Compound* 424 2006: hal. 119-127
- Krasnowski, M., T. Kulik. "Nanocrystalline FeAl Intermetallic Produced by Mechanical Alloying Followed by Hot-Pressing Consolidation". *Intermetalics* 15 2007: 201-205
- Kratochvíl, P., P. Málek, M. Cieslar, P. Hanus, J. Hakl and T. Vlasák. "Hightemperature mechanical properties of Zr alloyed Fe₃Al-type iron aluminide," *Intermetallics* 15 2007: hal. 333-337
- Kumar, S., V. Selvarajan, P.V.A. Padmanabhan and K.P. Sreekumar. "Characterization and comparison between ball milled and plasma processed iron-aluminium thermal spray coatings," *Surface and Coatings Technology* 201 2006: hal. 1267-1275
- Lee, D.J. and R. M. German, Int. J. Powder Metall. Powder Technoll. 12 1985: hal. 9-21.
- Luu, Wann-Chiun., Wen-Chi Chiang, Jiann-Kuo Wu. "Effect of Cr and Ti Additions on The Corrosion Behavior of Fe₃Al alloys in Cloridecontaining Sulfuric Acid Solution". *Materials Letters* 59 2006: hal. 3295-3298
- Maziasz, P.J., G.M. Goodwin, D.J. Alexander, S. Viswanathan, Proceedings of the International Symposium on Nickel and Iron Aluminides: Processing, Properties, and Applications 1996: hal. 157-176.
- Metals handbook. 9th ed, vol 5. Metal Park: American Society of Metals; 1982

McKamey, C.G., C.T. Liu. Scripta Metall. Mater. 24 (1990) 2119–2122.

- McKamey, C.G., J.H. De Van, P.F. Tortorelli, and V.K. Sikka, J. Mater.Res, 6, (1991), 1779-1805.
- McKamey, C.G., N.S. Stoloff, V.K. Sikka. *Physical metallurgy and Processing of Intermetallic Compounds* (London: Chapman and Hall, 1996), hal. 351-391.
- McKamey, C.G., P.J. Maziasz, G.M. Goodwin, T. Zacharia, Matls. Sci. and Engin., A174, (1994), hal. 59-70.
- Noviyanto, A., Agus S. W., Wahyu B.W., M. I. Amal, W. Firmansyah, Suryadi, Widhya B., Nurul T. R. "Pengaruh Penambahan Cr Pada Lapisan Intermetalics Al-Fe Dengan Ball Mill". Seminar Nasional Metalurgi dan Material (SENAMM) I 2007. Universitas Indonesia, Depok, 7-9 Agustus 2007. 95-100.
- Ortega, Y., N. de Diego, F. Plazaola, J.A. Jiménez and J. del Río. "Influence of Cr addition on the defect structure of Fe-Al Alloys". *Intermetallics* 15 2007: hal. 177-180
- Park, B.G., S.H. Ko, Y.H. Park and J.H. Lee. "Mechanical properties of in situ Fe₃Al matrix composites fabricated by MA–PDS process," *Intermetallics* 14 2006: hal. 660-665

Rabin, R.H, R.N. Wright, Metall. Trans., 22A, 1991: hal. 277-286.

Romankov, S., W. Sha, S.D. Kaloshkin, K. Kaevitser. "Fabrication of Ti-Al Coatings by Mechanical Alloying Method". Surface & Coatings Technology 201 2006: hal. 3235-3245.

Ryabov VR. Aluminizing of steels. (New Delhi: Oxonian Press) 1985

Schwarz, R.B., R.R.Petrich and L.K.Saw : J. Non-Cryst. Solids 76 1985: hal. 281.

- Skoglund, H., Maria Kuston Wedel, Birger Karlsson. "Processing of Fine Grained Mechanically Alloyed FeAl". *Intermetallics* 12 2004: hal 977-983.
- Sharma, G., R. Kishore, M. Sundararaman, R.V. Ramanujan. "Superplastic Deformation Studies of Fe-28Al-3Cr Intermetallic Alloy". *Materials Science and Engineering* A419 2006: hal. 144-147

- Sharma, G., K. B. Gaonkar, P. R. Singh. "Effect of Cr Addition on Pitting Behavior of Iron Aluminide Intermetallic". *Materials Letters* 61 2007: hal. 971-973
- Sheasby, J.S., Int. J. Powder Metall. Powder Technology 15(4), 1979: hal. 301-305.
- Shi, H., Debo Guo, Yifang Ouyang. "Structural Evolution of Mechanically Alloyed Nanocrystalline FeAl Intermetallics". Journal of Alloys and Compound 455 2008: hal 207-209
- Stoloff, N.S., "High Temperature Ordered Intermetallic Alloys, MRS Symp.Proc., MRS 39 1985: hal. 3-27.
- Stoloff, N.S., C.T. Liu. "Environmental Embritlement of Iron Aluminides". *Intermetallics* 2 1994: hal. 75-87.
- Suryanarayana, C.. *Mechanical Alloying and Milling* (New York: Marcel Dekker, 2004), hal 89-94, 111-112, 412
- Torosyan, A., L. Takacs. "Mechanochemical Reaction at the Interface between a metal plate nad oxide powders". *Journal of Materials Science* 39 2004: hal. 5491-5496
- Varin, R. A. Crystal Structure. Encyclopedia of Materials: Science and Technology (2000). Diakses 05 November 2007 dari Elsevier. www1.elsevier.com/homepage/sai/emsatinfo/site/Emsat_re/site/PDFsamples/emr201038. pdf
- Widayatno, W.B., Dody W., Suryadi, Agus D., Alfian Noviyanto, Hubby I., Endang S., Agus S.W., Nurul T. R. "Perubahan Mikrostruktur Pada Campuran Bubuk Al-Fe Dengan Metoda *Mechanical Alloying*". Prosiding Seminar Nasional Tenaga Listrik dan Mekatronika 2006. Bandung, 27-28 Juli 2006. 447-452
- Wismogroho, A.S., Suryadi, Agus D., Alfian Noviyanto, Hubby I., Endang S.,
 Wahyu B. W., Dody W., Nurul T. R. "Al-Fe Coating on Iron by Mechanical Alloying". Proceeding The 9th International Conference on Quality in Research (QIR). Depok 6 – 7 September 2006. IMM18/1-5
- Wolski, K., G. Le Caer, P. Delcroix, R. Fillit, F. Thevenot, J. Le Coze. "Influence of milling conditions on the FeAl intermetallic formation by

mechanical alloying". *Materials Science and Engineering* A207 1995: 97-104.

- Zeng, Q. and I. Baker. "Magnetic properties and thermal ordering of mechanically alloyed Fe-40 at% Al," *Intermetallics* 14 2006: hal. 396-405
- Zhan, Z., Y. He, D. Wang, W. Gao. "Low Temperature Processing of Fe-Al Intermetallic Coating asssited by Ball Milling". *Intermetalics* 14 2006: hal. 75-81
- Zhan, Z., Y. He, D. Wang, W. Gao. "Cladding Inner Surface of Steel Tubes with Al Foils by Ball Attrition and Heat Treatment". Surface and Coating Technology 201 2006: hal. 2684-2689
- Zhang, Zheng-Rong, Wen-Xi Liu. "Mechanical Properties of Fe₃Al-based Alloys with Additon of Carbon, Niobium and Titanium". *Materials Science and Engineering* A423 2006: hal. 343-349
- Zou, Y., Shigeoki Saji, Kiyoshi Kusabiraki. "Fast Amorphization and Crystallization in Al-Fe binary System by High Energy Ball Milling". *Material Research Bulletin* 37 2002: hal 123 – 131.



Lampiran 1 Hasil perhitungan ukuran kristalit serbuk Fe-40at%Al dengan menggunakan bantuan *software* x-powder





Lampiran 2 Hasil perhitungan ukuran kristalit serbuk Fe-40at%Al-1at%Cr dengan menggunakan bantuan *software* x-powder

XPowder Williamson-Hall plot





Lampiran 3 Hasil perhitungan ukuran kristalit serbuk Fe-40at%Al-3at%Cr dengan menggunakan bantuan *software* x-powder





Lampiran 4 Hasil perhitungan ukuran kristalit serbuk Fe-40at%Al-6at%Cr dengan menggunakan bantuan *software* x-powder

XPowder Williamson-Hall plot



Lampiran 5 Hasil pengukuran ketebalan lapisan

Waktu Penggilingan (jam)		Ketebalan Lapisan (µm)								Rata- rata	Simpangan baku			
4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
16	32	16	18	25	23				1				22.8	6.3
32	44	14	9	38	45	50	32	54	23	24	78	34	37.08	18.98

Tabel 1. Ketebalan Lapisan Fe-40at%Al

Tabel 2. Ketebalan Lapisan Fe-40at%Al-1at%Cr

Waktu Penggilingan (jam)	/	Ketebala	Rata-rata	Simpangan baku			
4	0	0	0	0	0	0	N.
8	0	0	0	0	0	0	
16	16	12	5	9	11	10.6	4.037
32	14	19	12	3 1		15	3.605

Tabel 3. Ketebalan Lapisan Fe-40at%Al-3at%

Waktu Penggilingan (jam)		Kete	balan L	Rata-rata	Simpangan baku			
4	0	0	0	0	0	0	0	
8	0	0	0	0	0	0	0	
16	29	22	18	1			25.5	4.95
32	41	48	54	37	62	68	51.66	12.01

Tabel 4. Ketebalan Lapisan Fe-40at%Al-6at%Cr

Waktu Penggilingan (jam)		Ketebalan L	Rata-rata	Simpangan baku		
4	0	0	0	0	0	
8	0	0	0	0	0	
16	32	20	26		26	6
32	34	37	42	34	36.75	3.77

Lampiran 6 Hasil uji kekerasan lapisan

Tabel 1. Kal	ibrasi alat	uji ke	kerasan N	Matsuzawa
		5		

F (kgf)	d1	d2	Δd(µm)	Δd(mm)	VHN
0.3	41.2	42.7	41.95	0.04195	316.0582
0.3	43.8	43.1	43.45	0.04345	294.6127
0.3	43.4	43.3	43.35	0.04335	295.9735
0.3	42.8	40.5	41.65	0.04165	320.6277
0.3	41.9	43.1	42.5	0.0425	307.9308
Rata-rata		1			307.0406
Simpangan ba	aku				11.65818

Standar kekerasan yang digunakan adalah 531 VHN

$$VHN koreksi = \frac{VHN}{307.0406} \times 531$$

Tabel 2. Uji kekerasan daerah substrate

F (kgf)	d1	d2	Δd(µm)	∆d(mm)	VHN	VHN koreksi
0.01	19.4	19.5	19.45	0.01945	49.0084	84.75577
0.01	20.7	21	20.85	0.02085	42.6479	73.75584
0.01	20.8	20.5	20.65	0.02065	43.47801	75.19144
0.01	19.6	19.1	19.35	0.01935	49.51626	85.63407
0.01	22.5	21.4	21.95	0.02195	38.4805	66.54868
0.01	20.6	19.6	20.1	0.0201	45.88995	79.36269
Rata-rata		-			44.83683	77.54141
Simpangan	baku	4.182078	7.232541			

Tabel 3. Uji kekerasan daerah lapisan luar Fe-40at%Al

F (kgf)	d1	d2	Δd(µm)	Δd(mm)	VHN	VHN koreksi
0.01	19.4	19.9	19.65	0.01965	48.01585	83.03925
0.01	18.7	19	18.85	0.01885	52.17795	90.23724
0.01	19.4	18.9	19.15	0.01915	50.55594	87.43211
0.01	19.4	19.3	19.35	0.01935	49.51626	85.63407
Rata-rata		50.0665	86.58566			
Simpangan baku					1.751733	3.029471

Tabel 4. Uji kekerasan daerah lapisan dalam Fe-40at%Al

F (kgf)	d1	d2	∆d(µm)	∆d(mm)	VHN	VHN koreksi
0.01	20.1	18.8	19.45	0.01945	49.0084	84.75577
0.01	19.5	19.4	19.45	0.01945	49.0084	84.75577
0.01	20	19.8	19.9	0.0199	46.817	80.96594
0.01	21.4	20.9	21.15	0.02115	41.44661	71.67831
Rata-rata					46.5701	80.53895
Simpangan	baku	3.568461	6.171344			

Tabel 5.	Uji kekerasan	daerah antarm	uka Fe-40at%Al
	J		

F (kgf)	d1	d2	Δd(µm)	Δd(mm)	VHN	VHN koreksi
0.01	22.3	21.2	21.75	0.02175	39.19144	67.77819
0.01	20.6	19.6	20.1	0.0201	45.88995	79.36269
0.01	21	21.2	21.1	0.0211	41.64327	72.01842
0.01	22.5	20.9	21.7	0.0217	39.37225	68.09089
Rata-rata					41.52423	71.81255
Simpangan	baku	3.116977	5.390541			

Tabel 6. Uji kekerasan daerah lapisan luar Fe-40at%Al-1at%Cr

F (kgf)	d1	d2	Δd(µm)	Δd(mm)	VHN	VHN koreksi
0.01	22.5	22.2	22.35	0.02235	37.11545	64.18794
0.01	21.8	21	21.4	0.0214	40.48389	70.01337
Rata-rata			38.79967	67.10065		
Simpangan baku					2.381847	4.119197

Tabel 7. Uji kekerasan daerah antarmuka Fe-40at%Al-1at%Cr

F (kgf)	d1	d2	Δd(µm)	∆d(mm)	VHN	VHN koreksi
0.01	23.5	23.7	23.6	0.0236	33.28785	57.56845
0.01	23.6	27.4	25.5	0.0255	28.51211	49.30922
Rata-rata		30.89998	53.43883			
Simpangan baku					3.376956	5.840153

Tabel 8. Uji kekerasan daerah lapisan luar Fe-40at%Al-3at%Cr

F (kgf)	d1	d2	Δd(µm)	Δd(mm)	VHN	VHN koreksi
0.01	19	18.3	18.65	0.01865	53.30305	92.183
0.01	19.3	17.9	18.6	0.0186	53.59001	92.67927
0.01	19.9	18.7	19.3	0.0193	49.77315	86.07834
Rata-rata					52.22207	90.31354
Simpangan	baku				2.125676	3.676172

Tabel 9. Uji kekerasan daerah lapisan dalam Fe-40at%Al-3at%Cr

F (kgf)	d1	d2	∆d(µm)	Δd(mm)	VHN	VHN koreksi
0.01	19.4	19.5	19.45	0.01945	49.0084	84.75577
0.01	19.5	19.2	19.35	0.01935	49.51626	85.63407
0.01	20.4	19.8	20.1	0.0201	45.88995	79.36269
Rata-rata		48.1382	83.25084			
Simpangan baku					1.963529	3.395754

Tabel 10. Uji kekerasan daerah antarmuka Fe-40at%Al-3at%Cr

F (kgf)	d1	d2	Δd(µm)	Δd(mm)	VHN	VHN koreksi	
0.01	19.9	19.5	19.7	0.0197	47.77242	82.61826	
0.01	20.5	19.1	19.8	0.0198	47.29109	81.78584	
0.01	20.5	19.4	19.95	0.01995	46.58262	80.5606	
Rata-rata 47.21538 81.6						81.6549	
Simpangan baku 0.598504 1.03506						1.03506	

ruber 11. Oji kekerusun duerun iupisun idul 1 e Toutzor in outzoen							
F (kgf)	d1	d2	Δd(µm)	Δd(mm)	VHN	VHN koreksi	
0.01	19.1	18.4	18.75	0.01875	52.736	91.20234	
0.01	19.1	18.4	18.75	0.01875	52.736	91.20234	
0.01	21.9	19.8	20.85	0.02085	42.6479	73.75584	
Rata-rata 49.3733 85.3868							
Simpangan	Simpangan baku 5.82437 10.07274						

Tabel 11. Uji kekerasan daerah lapisan luar Fe-40at%Al-6at%Cr

Tabel 12. Uji kekerasan daerah lapisan dalam Fe-40at%Al-6at%Cr

F (kgf)	d1	d2	Δd(µm)	∆d(mm)	VHN	VHN koreksi
0.01	20	19.3	19.65	0.01965	48.01585	83.03925
0.01	18.5	19.1	18.8	0.0188	52.45586	90.71786
0.01	22.1	20.7	21.4	0.0214	40.48389	70.01337
Rata-rata					46.9852	81.25682
Simpangan baku				6.052168	10.4667	

Tabel 13. Uji kekerasan daerah antarmuka Fe-40at%Al-6at%Cr

	5					
F (kgf)	d1	d2	Δd(µm)	∆d(mm)	VHN	VHN koreksi
0.01	20	18.3	19.15	0.01915	50.55594	87.43211
0.01	19.1	17.9	18.5	0.0185	54.17093	93.68392
0.01	21.6	20.4	21	0.021	42.04082	72.70594
Rata-rata					48.92256	84.60732
Simpangan baku					6.227828	10.77049

Lampiran 7 Hasil uji kekerasan lapisan setelahl annealing

F (kgf)	d1	d2	Δd(μm)	∆d(mm)	VHN		
0.01	19.7	20.3	20	0.02	46.35		
0.01	19.8	18.5	19.15	0.01915	50.55594		
0.01	17.5	19.2	18.35	0.01835	55.06018		
0.01	19.4	18.6	19	0.019	51.35734		
0.01	19.6	17.8	18.7	0.0187	53.01839		
Rata-rata		1000			51.26837		
Simpangan	Simpangan baku						

Tabel 1. Uji kekerasan daerah substrate

Tabel 2. Uji kekerasan daerah lapisan luar Fe-40at%Al

F (kgf)	d1	d2	Δd(µm)	Δd(mm)	VHN
0.01	15.7	16.2	15.95	0.01595	72.87664
0.01	15.8	16.7	16.25	0.01625	70.21065
0.01	17	16.2	16.6	0.0166	67.28117
Rata-rata	71.54365				
Simpangan ba	1.885141				

Tabel 3. Uji kekerasan daerah lapisan dalam Fe-40at%Al

F (kgf)	d	1	d2	∆d(µm)	∆d(mm)	VHN
0.01		15.4	16.4	15.9	0.0159	73.33571
0.01		17.1	17.5	17.3	0.0173	61.94661
0.01		15.3	16.1	15.7	0.0157	75.21603
Rata-rata		-				67.64116
Simpangan ba	aku	- 1				8.05331

Tabel 4. Uji kekerasan daerah antarmuka Fe-40at%Al

F (kgf)	d1	d2	Δd(µm)	Δd(mm)	VHN
0.01	17.4	19	18.2	0.0182	55.9715
0.01	19.6	19.6	19.6	0.0196	48.26114
0.01	16.7	18.6	17.65	0.01765	59.51416
Rata-rata	52.11632				
Simpangan ba	5.452048				

Tabel 5. Uji kekerasan daerah lapisan luar Fe-40at%Al-1at%Cr

F (kgf)	d1	d2	Δd(µm)	Δd(mm)	VHN
0.01	15.5	15.6	15.55	0.01555	76.67415
0.01	15.6	16.6	16.1	0.0161	71.52502
0.01	16.7	17.5	17.1	0.0171	63.40412
Rata-rata	70.53443				
Simpangan ba	6.69024				

ruber o. Off Kekerubuh dueruh hupibuh duluh re rout/orti rut/oer							
F (kgf)	d1	d2	Δd(µm)	Δd(mm)	VHN		
0.01	16.5	17.3	16.9	0.0169	64.91369		
0.01	16.4	16	16.2	0.0162	70.64472		
0.01	17	17	17	0.017	64.15225		
Rata-rata	66.57022						
Simpangan baku					3.549099		

Tabel 6. Uji kekerasan daerah lapisan dalam Fe-40at%Al-1at%Cr

Tabel 7. Uji kekerasan daerah antarmuka Fe-40at%Al-1at%Cr

F (kgf)	d1	d2	Δd(µm)	Δd(mm)	VHN
0.01	16.4	17.5	16.95	0.01695	64.53129
0.01	17.9	17.5	17.7	0.0177	59.1784
0.01	16.4	15.3	15.85	0.01585	73.79912
Rata-rata	65.83627				
Simpangan baku					7.397205

Tabel 8. Uji kekerasan daerah lapisan luar Fe-40at%Al-3at%Cr

F (kgf)	d1	d2	Δd(µm)	Δd(mm)	VHN
0.01	14.4	14.4	14.4	0.0144	89.40972
0.01	13.8	14.6	14.2	0.0142	91.94604
0.01	16	16.3	16.15	0.01615	71.08282
Rata-rata	84.1462				
Simpangan ba	11.38407				

Tabel 9. Uji kekerasan daerah lapisan dalam Fe-40at%Al-3at%Cr

F (kgf)	d1	d2	Δd(μm)	∆d(mm)	VHN
0.01	14.4	15.2	14.8	0.0148	84.64207
0.01	15.6	15.2	15.4	0.0154	78.17507
0.01	15.6	15	15.3	0.0153	79.20031
Rata-rata	80.67248				
Simpangan baku					3.475775

Tabel 10. Uji kekerasan daerah antarmuka Fe-40at%Al-3at%Cr

F (kgf)	d1	d2	Δd(μm)	Δd(mm)	VHN
0.01	18.1	19.7	18.9	0.0189	51.90224
0.01	19	18.5	18.75	0.01875	52.736
0.01	16.4	17.3	16.85	0.01685	65.29951
Rata-rata	56.64592				
Simpangan ba	7.505817				

Tabel 11. Uji kekerasan daerah lapisan luar Fe-40at%Al-6at%Cr

F (kgf)	d1	d2	Δd(μm)	∆d(mm)	VHN
0.01	15.6	15.3	15.45	0.01545	77.6699
0.01	15	14.5	14.75	0.01475	85.21689
0.01	14.3	15.2	14.75	0.01475	85.21689
Rata-rata	82.70123				
Simpangan baku					4.357256

Taber 12. Oji kekerasan daeran tapisan dalam re-40at/0Ai-0at/0Ci						
F (kgf)	d1	d2	Δd(µm)	∆d(mm)	VHN	
0.01	16.1	16.5	16.3	0.0163	69.78057	
0.01	15	15.4	15.2	0.0152	80.24584	
0.01	15.5	16	15.75	0.01575	74.73923	
Rata-rata	74.92188					
Simpangan baku					5.235027	

Tabel 12. Uji kekerasan daerah lapisan dalam Fe-40at%Al-6at%Cr

Tabel 13. Uji kekerasan daerah antarmuka Fe-40at%Al-6at%Cr

F (kgf)	d1	d2	Δd(µm)	Δd(mm)	VHN
0.01	15.5	15.4	15.45	0.01545	77.6699
0.01	16	17	16.5	0.0165	68.09917
0.01	17.9	18.4	18.15	0.01815	56.28031
Rata-rata	67.3498				
Simpangan ba	10.71447				

