

**UNIVERSITAS INDONESIA** 

# ANALISA STRUKTUR DAN KOMPOSISI MATERIAL LAPISAN TUNGSTEN CARBIDE/COBALT (WC-Co) YANG DIPERSIAPKAN DENGAN METODE HVOF

Tesis

Diajukan sebagai salah satu syarat utama memperoleh gelar Magister Fisika Murni dan Terapan Pasca Sarjana Universitas Indonesia

> Agus Santosa NPM: 6305220041

PROGRAM PASCASARJANA PROGRAM STUDI FISIKA MURNI DAN TERAPAN FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS INDONESIA JAKARTA, 2008

Analisa struktur..., Agus Santosa, FMIPA UI, 2008

### LEMBAR PENGESAHAN

Tesis ini diajuka	an ole	h :
Nama	:	AGUS SANTOSA
NPM	:	6305220041
Program Studi	:	Fisika Murni dan Terapan
Judul Tesis	:	Analisa Struktur dan Komposisi Material Lapisan
		Tungsten Carbide/Cobalt (WC-Co) Dipersiapkan dengan
		Metode HVOF

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Magister Sains pada Progaram Studi Fisika Murni dan Terapan Fakultas MIPA Universitas Indonesia

### Dewan Penguji:

Pembimbing I	Dr. rer. nat. Kebamoto
Pembimbing II	Dr. Muhammad Hikam
Penguji	Dr. Azwar Manaf
Penguji	Dr. Budhy Kurniawan
Penguji	Dr. Agus Salam

Mengeyahui, Ketua Program Magister Fisika Program Pascasarjana FMIPA UI

### Dr. Dedi Suyanto

NIP: 130 935 271

# **KATA PENGANTAR**

Puji syukur penulis ucapkan ke hadirat Allah SWT yang telah memberikan karunia -Nya sehingga penulisan thesis ini dapat diselesaikan dengan baik.

Kesibukan kantor, mencari biaya kuliah agar tidak mengganggu urusan dapur, serta kewajiban untuk membaca buku-buku literature, merupakan suatu tantangan tersendiri bagi penulis. Begitu juga masalah-masalah lain yang penulis temukan dalam perjalanan menempuh pendidikan ini. Namun demikian hikmah dari masalah itu adalah membuat penulis menjadi lebih dapat memahami lika-liku kehidupaan, mengetahui sudut-sudut kampus mulai dari Fakultas yang tercinta sampai rektorat yang penulis hormati. Tentu saja semua pengalaman ini sangat berharga bagi penulis, karena tidak semua mahasiswa mendapat kesempatan yang sama. Disisi lain penulis bersyukur, walaupun penulis hampir patah semangat, namun berkat dorongan seluruh teman-teman, kerabat, keluarga (Istri dan anakanak), serta kebesaran jiwa pembimbing thesis, penulis bangkit dan siap menyelesaikan tugas akhir ini. Untuk itu, dari hati yang tulus, penulis menghaturkan banyak terimakasih atas bantuannya, khususnya kepada:

 Bapak Dr. Kebamoto selaku pembimbing dalam pengerjaan tugas ini.
 Beliau sangat membantu dalam menganalisa dan menstrukturkan ide-ide dalam pengerjaan penelitian ini dan semoga kesabarannya mendapat balasan yang setimpal.

iii

- Bapak Dr. Muhammad Hikam selaku pembimbing dalam penulisan thesis ini, Beliau sangat membantu penulis terutama dalam memberikan motivasi dan dorongan spirituil. Semoga kesabarannya di balas dengan pahal yang setimpal dari Allah SWT.
- Bapak Dr. Azwar Manaf selaku Kepala Departement Fisika FMIPA Universitas Indonesia, yang selalu memberikan semangat luar biasa.
- Bapak Dr. Dedy Suyanto selaku ketua Program Pasca Sarjana UI.
- Dosen-dosen penulis yang tidak bisa disebutkan satu persatu, karena memahami keterbatasan mahasiswa kadang-kadang kuliah menjadi lucu.
- Isteri, Restu Handayani, yang selalu memberikan semangat luar biasa agar segera menyelesaikan belajarnya.
- Anak-anak : Muhammad Afif Ghaidar, Muhammad Raisul Furqon, Farah Ainan Tajriyani, dan Shafa Kaulika Haqi, yang banyak melahirkan inspirasi dalam segala hal.
- Kedua orang tua, dan Mertua yang selalu mendo'a-kan penulis dengan tulus ikhlas.
- Bapak Sidik Latuconsina, Manager Produksi, PT Teknokraf atas bantuan teknis selama pengambilan sample untuk penelitian.
- Teman-teman mengajar di SMP Islam Al Azhar 1 dan Pimpinan Sekolah, terutama anggota ASP dan APS tercinta, teruskan perjuangaanmu.
- Dan teman-teman satu perjuangan di Nano Tekhnologi dan Hendro yang selalu membukakan kunci.

iv

Penulis menyadari bahwa tesis ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu masukan berupa kritik dan saran sangat diharapkan untuk pengembangan yang lebih baik lagi.

	Salemba, 27 Februari 2008
	Penulis
	Agus Santosa
STOR A	

Universitas Indonesia

v

## LEMBAR PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS (Hasil Karya Perorangan)

Sebagai sivitas akademika Universitas Indonesia, saya yang bertada tangan di bawah ini:

Nama	: AGUS SANTOSA
NPM/NIP	: 6305220041
Program Studi	: Fisika Murni dan Terapan
Fakultas	: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (MIPA)
Jenis karya	: Tesis

demi kepentingan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Non-Eksklusif** (*Non-Exclusive Royalty-Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul: ANALISA STRUKTUR DAN KOMPOSISI MATERIAL PADA LAPISAN TUNGSTEN CARBIDE/COBALT (WC-Co) DIPERSIAPKAN DENGAN METODE HVOF beserta perangkat yang ada (bila diperlukan. Dengan Hak Bebas Royalti Non-Eksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelolanya dalam bentuk pangkalan data (database), mendistribusikannya, dan menampilkan/mempublikasikannya di Internet atau media lain untuk kepentingan akademis tanpa perlu meminta ijin dari saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta. Segala bentuk tuntutan hukum yang timbul atas pelanggaran Hal Cipta dalam karya ilmiah ini menjadi tanggungjawab saya pribadi.

Demikian penryataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di Jakarta Pada tanggal 27 Februari 2008. Yang menyatakan

**Agus Santosa** 

### ABSTRAK

Nama: AGUS SANTOSAProgram Studi: Fisika Murni dan TerapanJudul: Analisa Struktur Kristal Dan Komposisi Fasa Pada<br/>Lapisan Tungsten Carbide/Cobalt (WC-Co) yang Dibuat<br/>Dengan Menggunakn Metode HVOF

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh perubahan tekanan gas oksigen dan propana pada pelapisan baja dengan bahan pelapis Wolfram Carbide/Cobalt dengan menggunakan metode HVOF. Untuk itu digunakan XRD, SEM, dan EDAX.

Morfologi struktur permukaan digunakan SEM, sedangkan untuk mengetahui komposisi digunakan EDAX selanjutnya XRD digunakan untuk mengetahui struktur dan fasa kristal dengan bantuan program RietAn (*Rietfeld Analysis*). Dari analisis XRD diperoleh bahwa struktur dan komposisi fasa sangat bergantung pada ratio tekanan antara oksigen dan propana. Fasa-fasa yang dominan dalam lapisan ini adalah WC dan Co. Namun fraksi fasa ini berbanding terbalik dengan ratio tekanan oksigen dan propana. Ratio tekanan oksigen dan propana juga mempengaruhi tingkat difusi atom Cobalt dalam kristal WC.

Kata Kunci : RietAn, Wolfram Carbide, HVOF, XRD.

# ABSTRACT

Name Study Program Title : AGUS SANTOSA
: Pure and Application Physic
: Crystal Structure Analysis and Phase Composition at Tungsten Carbide Coating that made up by HVOF Method

The purpose of this research is to understand the influence of changing oxygen pressure and propane by using HVOF process of coating steel with Wolfram Carbide/Cobalt powder. XRD, SEM, and EDAX techniques have been utilized.

SEM is used to study the morphologic structure of surface, but EDAX is used to know the composition of phase, and XRD is used to find out the structure and crystals phases by applying RietAn (*Ristfeld Analysis*) program. From XRD analysis, we find that structure and composition phase depend on the ratio of oxygen and propane's pressure. The majority phases in this coating are WC and Co. The mass of fraction is indirect proportional to the ratio of oxygen and propane's pressure. Therefore, the ratio of oxygen and propane influences the diffusion level of Cobalt (Co) in the Wolfram Carbide (WC) crystal structure.

Key word : RietAn, Wolfram Carbide, HVOF, XRD.

## **DAFTAR ISI**

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN KATA DENICANTAD	ii 
KATA PENGANTAK I EMDAD DEDCETUILIAN DUDI IZACI ZADVA II MIAH	111
LEMBAK PERSETUJUAN PUBLIKASI KAKYA ILMIAH A DSTDA V	VI ::
ADSIKAN DAETAD ISI	VII 
DAFTAD TAREI	VIII
DAFTAR TADEL DAFTAR CAMBAR	A vi
DAFTAR I AMPIRAN	XI Vii
DATTAK LANITIKAN	ЛП
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Umum	1
1.2 Tuiuan Penelitian	3
1.3 Metode Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	4
1 5 Terminologi	4
The Terminorogi	
BAB II TEORI	5
2.1. Pelapisan	5
2.2. Jenis-ienis Thermal Spray	7
2.2.1. Flame Spraving (FLSP)	8
2.2.2. Plasma Arc Spraving (PSP)	9
2.2.3. Electric Arc Spraving (AESP)	10
2.2.4. Detonation Gun (d-Gun)	
2.2.5. High Velocyti Oxy Fuel (HVOF)	11
2.3. Difraksi Sinar X	14
2.3.1. Sejarah Pengumpulan Pola Difraksi	14
2.3.2. Fenomena Difraksi Sinar X	14
2.3.3. Hukum Bragg	15
2.3. Sistem Kristal	18
2.3.1. Konsep Dasar	18
2.3.2. Unit Sel	19
2.3.3. Struktur Kristal Logam	20
2.4. Perhitungan Ukuran Butir	22
BAB III LANGKAH PENELITIAN	27
3.1. Proses penelitian	27
3.1.1. Persiapan Sampel Penelitian	27
3.1.2. Preparasi Sampel	29
3.1.3. Analisis Sampel	30
3.1.3.1. EDAX	30
3.1.3.2. SEM	32
3.1.3.3. Hardness	34
	_
viji Universitas Inc	donesia

3.1.3.4. XRD	35
3.1.3.5. Metode Rietvelt Step by Step	37

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	39
4.1. Hasil Preparasi Lapisan Tungsten Carbide/Cobalt	39
4.2. Hasil Pengukuran Difraktometer Sinar X (XRD) Lapisan	40
4.3. Analisis XRD dengan Menggunakan Metode Rietvelt	43
4.4. Perhitungan ukuran kristal dengan Formula Debye-Shcerer	48
4.5. Analisa Struktur Kristal	50
4.6. Diskusi	53
BAB V KESIMPULAN	64
DAFTAR PUSTAKA	65
LAMPIRAN 1	67
HASIL PENGUKURAN DIFRAKTOMETER SINAR-X (XRD) PADA LAPISAN	
TADA LATISAN	
LAMPIRAN 2	70
POLA DIFRAKSI HASIL ANALISIS MENUNJUKKAN ADANYA	
PUNCAK-PUNCAK YANG BERIMPIT DENGAN PROFIL POLA DIFRAKSI FASA WC DAN CO	
LAMDIDAN 2	72
LAMPIKAN J DOSISI ATOM FARTOD D DAN CHI HASH DEFINIEMENT	13
POSISI ATOM, FARTOR & DAN CHI HASIL REFINEMENT POLA XRD	
LAMPIRAN 4	76
DATA FRKSI MASA DATA KERAPAATAN ATOM DAN VOLUME UNIT SEL	
LAMPIRAN 5	77
HASIL PERHITUNGAN UKURAN GRAIN FASA WC	
LAMPIRAN 6	80
HASIL PERHITUNGAN UKURAN GRAIN FASA Co	
LAMPIRAN 7	82
LAPORAN PENGUJIAN EDAX, SEM, XRD DAN LAIN-LAIN	

ix

# **DAFTAR TABEL**

Tabel 1.1	: Perbandingan metode termal spray dan sifat lapisan	2
Tabel 2.1	: Perbedaan thermal spray berdasarkan jenis target dan sumber energinya	13
Tabel 3.1	: Variasi tekanan oksigen dan propana	28
Tabel 4.1	: Hasil preparasi lapisan dengan HVOF	39
Tabel 4.2	: Data Parameter kisi hasil analisis yang diperoleh dari Rietan	47
Tabel 4.3	: Posisi atom, factor R dan chi hasil refinement pola XRD sample A1 dengan ratio bahan baker 5,13	47
Tabel 4.4	: Hasil perhitungan ukuran grain fasa WC sample A1 dengan ratio tekanan oksigen 5,13	49
Tabel 4.5	: Hasil perhitungan ukuran grain fasa Co sample A1 dengan ratio tekanan bahan baker 5,13	49
Tabel 4.6	: Ikatan antar atom pada sample A1 dengan ratio tekanan bahan baker 5,13	50
Tabel 4.7	: Ikatan antar atom pada sample A1 dengan ratio tekanan bahan baker 5,86	51
Tabel 4.8	: Ikatan antar atom pada sample A1 dengan ratio tekanan bahan baker 6,00	52
Tabel 4.9	: Ikatan antar atom pada sample A1 dengan ratio tekanan bahan baker 6,25	52
Tabel 4.10	: Ikatan antar atom pada sample A1 dengan ratio tekanan bahan baker 6,67	53

### **DAFTAR GAMBAR**

			xi Universitas Indon	esia
	Gambar 4.3	:	Referensi profil difraksi sinar-X pada Tungsten Carbide	41
	Gambar 4.2	:	Gabungan pola difraksi sinar-X sampel	40
	Gambar 4.1	:	Hasil Preparasi sampel lapisan dengan variasi tekanan oksigen	40
	Gambar 3.6	:	Pola difraksi Wolfram Carbide dalam tabel Hanawalt	36
	Gambar 3.5	:	Skema jejak mikro Hardness.	35
	Gambar 3.4	:	Skema mikro Hardness	34
	Gambar 3.3	:	Skema SEM	33
	Gambar 3.2	÷	Skema EDAX	31
	Gambar 3.1		Skema Peralatan HVOF yang digunakan	30
	Gambar 2.14	:	Struktur kristal HCP (10)	22
	Gambar 2.13	:	Struktur kristal BCC	21
	Gambar 2.12	:	Struktur kristal FCC	19
	Gambar 2.11	:	Perbedaan struktur dalam kristal dan amorf	18
	Gambar 2.10	2	Perbedaan panjang lintasan antara berkas sinar-X1 dan sinar-X2	17
	Gambar 2.9		Difraksi sinar-X pada bidang kristal	16
	Gambar 2.8	:	Bidang kristal berfungsi sebagai kisi difraksi	15
	Gambar 2.7	:	Penampang lintang lapisan yang dibuat dengan thermal spray	13
	Gambar 2.6	:	Skema proses pelapisan dengan HVOF	12
	Gambar 2.5	:	Skema proses pelapisan dengan suluh detonasi	11
	Gambar 2.4	:	Skema proses pelapisan dengan busur listrik	10
	Gambar 2.3	:	Skema proses pelapisan dengan busur plasma	9
	Gambar 2.2	:	Skema FSLP	8
	Gambar 2.1	:	Skema Thermal Spray	7

Gambar 4.4	:	Referensi profil difraksi sinar-X pada Cobalt	42
Gambar 4.5	:	Refining profil difraksi sinar-X pada Tungsten Carbide	43
Gambar 4.6	:	Refining profil difraksi sinar-X pada Cobalt	44
Gambar 4.7	:	Pola difraksi sinar-X dengan ratio tekanan oksigen dan propane 5,13	45
Gambar 4.8	:	Residu (sisa) dari hasil riefnent	46
Gambar 4.9	:	Sistem kristal dengan ratio tekanan oksigen dan propana 5,13	50
Gambar 4.10	:	Sistem kristal dengan ratio tekanan oksigen dan propana 5,86	51
Gambar 4.11	:	Sistem kristal dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6,00	51
Gambar 4.12	Ż	Sistem kristal dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6,25	52
Gambar 4.13	:	Sistem kristal dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6,67	53
Gambar 4.14	:	Fraksi masa pada lapisan	54
Gambar 4.15	:	Kerapatan atomic pada fasa WC dan Co	55
Gambar 4.16	:	Volume unit selpada fasa WC dan Co	56
Gambar 4.17	:	Ukuran grain/kristalit pada fasa WC dan Co	57
Gambar 4.18	÷	Parameter kisi a, b, dan c pada fasa WC	58
Gambar 4.19	:	Parameter kisi a, b, dan c pada fasa Co	59
Gambar 4.20	:	Model Hexagonal senyawa Wolfram Carbide	59
Gambar 4.21	:	Sistem kristal Wolfram Carbide	60
Gambar 4.22	:	Jarak atom W-C dan C-C pada fasa WC	61
Gamabr 4.32	:	Jarak antar atom Co pada fasa Co	62

xii

### **DAFTAR LAMPIRAN**

			hal
Lampiran 1	:	Hasil pengukuran difraktometer sinar-X (XRD) lapisan	67
Lampiran 2	:	Pola difraksi hasil analisis menunjukkan adanya puncak- puncak yang berimpit dengan profil pola difraksi fasa WC dan Co.	70
Lampiran 3	:	Posisi atom, faktor R dan Chi hasil refinement pola XRD.	73
Lampiran 4	:	Data fraksi massa data kerapatan atom dan volume unit sel	76
Lampiran 5	:	Hasil perhitungan ukuran grain fasa WC	77
Lampiran 6	:	Hasil perhitungan ukuran grain fasa Co	81



xiii

# BAB I PENDAHULUAN

### 1.1. Umum

Dalam dekade terakhir ini, pola kehidupan manusia mengarah pada era digital, dimana segala aktifitas kehidupan selalu dapat dikaitkan dengan mesin elektronik. Tingkat kebutuhan yang tinggi terhadap peralatan elektronik, dan didukung oleh perkembangan nano teknologi, mendorong manusia untuk menciptakan alat yang bersekala kecil dengan tidak mengurangi kapasitas alat. Tidak kalah hebatnya perkembangan teknologi dalam bidang material, manusia berlomba-lomba untuk mengembangkan material yang memilki kualitas lebih baik, dengan tingkat kekerasan yang memadai, tahan terhadap korosi, lebih kuat dan tahan lama. Dan yang terpenting dari semua itu adalah dapat menggantikan peran dari material sebelumnya yang ketersediaannya sudah mulai menipis.

Berbagai upaya teknis dilakukan agar kualitas material logam dapat ditingkatkan, salah satunya adalah dengan pelapisan (coating). Berbagai metode pelapisan dilakukan oleh manusia. Mereka dibedakan berdasarkan jenis bahan pelapisnya (target) ataupun bahan bakar yang digunakannya. HVOF (high velocity Oxy fuel) adalah salah satu metode pelapisan material logam yang termasuk dalam kelompok termal spray. Secara umum semua termal spray memiliki prinsip yang sama yaitu: menggunakan campuran oksigen, hidrogan dan bahan bakar untuk meleburkan target yang berupa serbuk dalam ruang pembakaran. Kemudian menyemprotkan target yang telah meleleh ke atas permukaan substrat dengan kecepatan tinggi. Pelapisan dengan metode HVOF memiliki kelebihan dibandingkan dengan jenis termal spray yang lain terutama dalam hal kerapatan lapisan, tingkat porositassnya, kandungan oksida, dan daya rekatnya terhadap substrat. Perbandingan metode termal spray dan sifat-sifat lapisan dapat dilihat dalam table 1.1 berikut ini:

**Universitas Indonesia** 

1

	Particle velocity	Adhesion	Oxide content	Porosity	Deposition rate	Typical deposit thickness
	m.s <sup>.1</sup>	MPa	%	%	kg.hr-1	Mm
Flame	40	<8	10-15	10-15	1-10	0.2-10
Arc	100	10-30	10-20	5-10	6-60	0.2-10
Plasma	200-300	20-70	1-3	5-10	1-5	0.2-2
HVOF	600- 1000	>70	1-2	1-2	1-5	0.2-2

Tabel 1.1. Perbandingan metode termal spray dan sifat lapisan. [1]

Adapun penggunaan metode termal spray HVOF, banyak dijumpai dalam industri, seperti industri pesawat terbang, industri otomotif, industri militer, industri berat seperti pengeboran minyak, industri kertas, industri ban dan lainlain.

Sebagaimana penjelasan di atas, maka metode pelapisan HVOF memiliki kelebihan dibanding dengan metode lainnya. Agar proses pelapisan dengan metode HVOF ini dapat menghasilkan lapisan yang lebih baik, terutama tingkat kekerasan lapisan dan sifat mekanik yang lain dengan biaya yang rendah, maka perlu diadakan penelitian. Penelitian ini di fokuskan pada perubahan tekanan oksigen dan bahan bakarnya dengan berbagai variasi. Selanjutnya karakterisasi dilakukan dengan menggunakan berbagai analisis seperti XRD, EDAX, Hardness, dan SEM. Hasilnya dianalisis apakah perubahan tekanan oksigen dan propana dapat mempengaruhi struktur mikro maupun sifat mekaniknya. Dasar dari pemikiran ini adalah "sifat mekanik bahan tegantung terhadap mikrostrukturnya. Dimana mikrostruktur di tentukan oleh jumlah fase yang ada, perbandingan fase, dan bagaimana mereka terdistribusikan dalam bahan. Sementara itu perubahan mikrostruktur bahan salah satunya dipengaruhi oleh adanya treatment panas (perlakuan panas) dalam pembentukannya [2]".

Penelitian ini dimanfaatkan untuk mengetahui apakah perubahan tekanan oksigen dapat mempengaruhi mikrostruktur dan perubahan fasa pada lapisan yang dibuat dengan metode Thermal Spray HVOF.

### 1.2. Tujuan Penelitian

Mengetahui pengaruh variasi tekanan oksigen dan propane terhadap struktur mikro, komposisi material, dan kekerasan lapisan.

### 1.3. Metoda Penelitian

Dalam melaksanakan penelitian ini, metoda yang dilakukan adalah:

- Preparasi sampel
- Melakukan pengukuran komposisi unsur dengan EDAX
- Melakukan pemeriksaan perubahan fasa, struktur kristal, dengan XRD (*X-Ray Diffraction*)
- Melakukan pemeriksaan bentuk partikel yang terjadi dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*).

### 1.4. Batasan Masalah

Pada penelitian ini, yang akan dilakukan adalah menentukan perubahan komposisi fasa Tungsten Carbide/Cobalt (WC-Co) yang terbentuk dan pengaruhnya terhadap struktur mikro, dan komposisi fasa akibat dari perubahan tekanan oksigen.

### 1.5. Terminologi

Untuk memberikan keseragaman istilah dalam penyelesaian penelitian ini perlu disampaikan terminologi yang digunakan sebagai berikut:

- Fasa : dalam hal ini adalah senyawa, atau unsur atau struktur yang berbeda.
- Struktur kristal : Bentuk geometris dari kelompok atom zat padat yang membentuk susunan yang teratur dan berulang.
- Substrat : adalah base metal, yaitu metal yang dijadikan landasan bagi menempelnya sampel.
- Target : adalah serbuk yang akan di tembakkkan sebagai pelapis di atas substrat.

### 2. TEORI

### 2.1 Pelapisan

Pelapisan adalah menambahkan atau menempelkan suatu material atas permukaan material lain. Pelapisan dimaksudkan untuk:

- 1. Melindungi permukaan material terhadap lingkungan yang mungkin menyebabkan korosi dan reaksi lain yang merusak.
- 2. Meningkatkan tampilan permukaan.
- 3. Meningkatkan kualitas permukaan bahan seperti kekerasan permukaan.
- 4. Menambah kekerasan terutama sifat tribologi.

Secara umum teknis pelapisan dibedakan menjadi dua, yaitu: pelapisan dengan bahan dasar logam dan pelapisan dengan bahan dasar bukan logam. Pelapisan dengan bahan dasar logam banyak digunakan terutama dalam industri-industri berat. Dimana industri berat selalu memanfaatkan alat-alat berat yang menggunakan gesekan dua permukaan logam. Untuk itu permukaan logam yang bergesekan membutuhkan tingkat kekerasan yang tinggi.

Ada tiga jenis pelapisan dengan bahan dasar logam yaitu: Vapour Deposition, Hard Vacing, dan Miscellaneous Techniques. Thermal Spray adalah satu di antara tiga pilihan pada jenis Hard Facing, yaitu: Welding, Thermal Spray dan Clading. Diagram teknik pelapisan ada pada Diagram 2.1 di bawah ini.

Universitas Indonesia

5



Diagram 2.1 Berbagai jenis pelapisan.

Prinsip dasar dari proses thermal spray adalah pembentukan lapisan yang permanent dengan meleburkan suatu material dalam suatu ruang pembakaran, kemudian dari ruang pembakaran ini material disemprotkan ke atas permukaan substrat dan kemudian menempelkannya di atas substrat.

Mekanisme ikatan pada suatu permukaan dalam thermal spray adalah sama dengan platings (melapisi), yaitu mechanical interlocking dan interaksi antar atom, dengan penyebaran kekuatan ikatan sekitar 7 MPa (10 ksi). Ketebalan lapisan berkisar antara 25 µm sampai dengan 2.5 mm [3].

### 2.2. Jenis – jenis thermal spray

Thermal spray diklasifikasikan kedalam beberapa jenis berdasarkan pada jenis bahan bakar, jenis target dan cara meleburkan target.

Secara umum semua proses thermal spray memiliki prinsip dasar yang sama yaitu: peleburan target berupa (bubuk atau kawat) dalam ruang pembakaran kemudian mempercepatnya dengan kecepatan tinggi untuk ditumbukkan ke permukaan substrat. Lapisan terbentuk ketika jutaan partikel menempel pada substrat secara tumpang tindih[4]. Partikel-partikel ini terikat oleh substrat dengan ikatan mekanik maupun ikatan logam. Secara umum skema thermal spray dapat dilihat padaa gambar 2.1 berikut ini:



### Gambar 2.1 Skema Thermal Spray.

Material yang digunakan sebagai pelapis berupa bubuk atau kawat yang dapat berasal dari logam, keramik atau karbida. Metode pelapisan yang biasa digunakan adalah: Plasma, Busur, Pijar, dan HVOF. Daerah peleburan memiliki suhu yang sangat tinggi, percikan material dibawa dengan udara yang bertekanan tinggi menuju substrat.

Proses pelapisan

- Langkah pertama semua proses pelapisan adalah mempersiapkan permukaan.
   Pekerjaan ini dilakukan dengan pembersihan dan blasting permukaan yang akan dilapisi.
- Langkah ke dua adalah meleburkan target berupa bubuk atau kawat, dengan memasukkan material ke dalam ruang pembakaran yang berisi gas yang

panas. Gas panas diperoleh dari reaksi kimia (pembakaran) maupun secara fisika (plasma).

• Langkah ke tiga adalah dengan mempercepat partikel ke atas permukaan substrat dengan menggunakan aliran gas untuk ditempelkannya[3].

Berikut ini sekilas tentang masing-masing jenis thermal spray, dan akan dibahas lebih detil pada high velocity oxygen fuel (HVOF).

### 2.2.1 Flame Spraying (FLSP)

FLSP adalah merupakan proses thermal spray yang paling tua. Proses thermal spray ini menghasilkan suhu campuran bahan bakar Oxyacetylene sekitar 2760 °C untuk meleburkan target yang berupa bubuk, batang, atau kawat. Kecepatan aliran material yang berupa kawat di dorong menuju nyala api (flame) dan dengan tekanan oksigen yang tinggi digunakan untuk mengatomisasi logam cair menjadi partikel-partikel kecil dan mempercepatnya menuju substrat [3]. Skema flame spray dapat dilihat dalam Gambar 2.2 berikut ini:



Gambar 2.2 Skema FLSP

Paduan bahan bakar dan oksigen yang bertekanan tinggi menghasilkan pijaran api yang suhunya sangat tinggi sekitar 3000°C. Kawat didorong maju menuju flame dan melebur, tekanan oksigen dan tekanan udara mendorong logam cair menjadi partikel kecil yang dipercepat menuju substrat.

### 2.2.2 Plasma Arc Spraying (PSP)

PSP dapat menghasilkan suhu sekitar 16.650°C (30.000°F) untuk meleburkan bubuk. Lapisan yang dibuat dengan PSP lebih padat, porositasnya rendah, dan adhesinya lebih kuat dibanding FLSP. Prosesnya adalah energi panas dari busur listrik yang beroperasi pada 40 kW atau 80 kW bersama dengan suatu gas pembentuk plasma, baik nitrogen atau argon, digunakan untuk mencairkan dan menembakkan material pelapis pada kecepatan tinggi sekitar (600 m/det) kepada material yang akan dilapisi (substrate) [3]. Skema busur plasma spray dapat dilihat pada Gambar 2.3 berikut ini:



Gambar 2.3. Skema dari proses pelapisan dengan busur plasma. Gas pembentuk plasma (nitrogen/argon) disundut dengan tegangan DC antara 40 kV – 80 kV hingga terbentuk plasma. Suhu ujung suluh sekitar 16.650°C dan bubuk cair disemprotkan dengan kecepatan sekitar 600 m s<sup>-1</sup>.

### 2.2.3 Electric Arc Spraying (AESP)

Motor menggerakkan dua kawat bermuatan listrik (dengan beda potensial 18 sampai 40 Volt) melalui suluh (*gun*) menuju ujung temu pada kepala suluh, dimana busur listrik menciptakan suhu melebihi 6000<sup>0</sup> C, seperti terlihat pada Gambar 2.4. Udara yang bertekanan mengatomisasi material pelapis yang sudah cair dan menembakkannya kepada permukaan material yang akan dilapisi. Skema busur listrik spray dapat dilihat pada Gambar 2.4. berikut ini:



Gambar 2.4. Skema proses pelapisan dengan busur listrik. Ujung-ujung kawat diberi beda potensial sebesar 18 – 40 kV. Temperatur ujung suluh mencapai 6000°C, udara dengan tekanan tinggi mengatomisasi pelapis yang sudah cair dan mendorong keluar dengan kecepatan tinggi

### 2.2.4 Detonation Gun (d-Gun)

D-gun melelehkan bubuk dalam suluh (gun) dengan letupan sundut pada gas yang mudah menyala (spark ignition of explosive gas). Skema busur plasma spray dapat dilihat pada Gambar 2.5 berikut ini:



Gambar 2.5. Skema proses pelapisan dengan suluh detonasi (*detonation gun*). Paduan bahan bakar dan oksigen diledakan dengan busi, bubuk dialirkan bersama dengan gas nitrogen dan didorong menuju ujung suluh dengan kecepatann tinggi.

### 2.2.5 High velocity Oxygen Fuel (HVOF)

HVOF adalah thermal spray yang menggunakan pembakaran gas, seperti hidrogen atau bahan bakar cair seperti kerosene. Bahan bakar dan oksigen dicampur dan mengubahnya dalam ukuran yang sangat kecil dialam ruang pembakaran di bawah kondisi yang terkontrol pembakarannya maupun tekanannya. Proses ini menghasilkan kecepatan yang sangat tinggi yang digunakann untuk mendorong partikel mendekati kecepatan suara (supersonic) sebelum menumbuk substrat [4]. Skema Proses pelapisan dengan HVOF nampak pada Gambar 2.6 berikut.

11



### Gambar 2.6. Skema proses pelapisan dengan HVOF.

Perpaduan antara Oksigen dan bahan bakar (methana, propana) yang teratomisasi disundut dengan api dan menghasilkan temperatur yang mendekati 3000°C. Bubuk disemprotkan ke dalam ruang pembakaran dengan menggunakan nitrogen dan meleleh. Udara dengan tekanan tinggi yang dipadu dengan oksigen yang tekanannya terkontrol menghasilkan gumpalan-gumpalan bubuk cair berbentuk intan dengan kecepatan yang sangat tinggi.

Satu keuntungan dari metode HVOF adalah lapisan yang dihasilkan memiliki kerapatan yang sangat tinggi dan rendah oksidasinya. Oksidasi rendah diakibatkan karena tingginya kecepatan dan tingginya temperatur gas pijar (sekitar 3000°C) saat menumbuk substrat dibandingkan dengan thermal spray yang lain. Penampang lintang dari model lapisan yang diperoleh dengan thermal spray dapat dilihat pada Gambar 2.7 berikut ini:



Gambar 2.7 Penampang lintang lapisan yang dibuat dengan Thermal Spray. Metal dasar (substrat) dibersihkan dan diblasting sebelum dilapisi. Sebagian partikel yang tidak meleleh terjebak dalam lapisan. Oksida yang terbentuk terjebak di sela-sela lapisan.

Perbedaan di antara thermal spray ditunjukkan dalam Table 2.1 berikut.

Proses	Bentuk target	Sumber Energi
Flame spraying (FLSP)	serbuk, batang, kawat	Oxyacetylene flame
Plasma arc spraying (PSP)	Bubuk	plasma gun
Electric arc spraying	kawat (motor	Busur listrik (electric arc)
(EASP)	driven)	
Detonation gun (d-Gun)	Bubuk	spark ignition of explosive
		gas gun
High-velocity oxy/fuel	Bubuk	oxygen, hydrogen, fuel,
(HVOF)		e.g., methane, combustion
		chamber

Tabel 2.1 Perbedaan thermal spray berdasarkan jenis target dan sumber energinya.

#### 2.3. Difraksi Sinar-X

#### 2.3.1.Sejarah Pengumpulan Pola Difraksi

Secara kualitatif analisis ini telah dimulai sejak tahun 1936, beberapa orang ahli seperti Hanawalt, Rin dan Frevel, bersama-sama mengumpulkan berbagai pola difraksi dari bahan-bahan yang senyawa kimianya telah diketahui. Melalui lembaga yang bernama Dow Chemical Company, mereka berhasil mengumpulkan kurang lebih 1000 pola difraksi dari suatu substan. Kemudian pada tahun 1941 muncullah lembaga baru yang benama ASTM, melalui lembaga ini dari tahun 1941 s/d 1969 berhasil mempublikasikan data yang lebih besar lagi. Kemudian sejak tahun 1969 Joint Committee on Powder Difraction Standard (JCPDS) bersama 10 negara bagian Amerika, Canada, Inggris, dan Prancis, telah mempublikasikan sebagai standar perbandingan resmi pola difraksi sinar-X. Diikuti oleh Powder Difractian File (PDF) berhasil menambahkan kurang lebih 2000 pola setiap tahunnya [5].

### 2.3.2.Fenomena Difraksi Sinar-X

Sebagimana kita ketahui bahwa pola difraksi sinar-X diperoleh dari difraksi berkas sinar-X oleh bidang hkl pada suatu kristal. Perbedaan orientasi bidang hkl akan menghasilkan pola puncak-puncak yang terletak pada suatu sudut difraksi tertentu. Setiap kristal memiliki karakteristik yang berbeda yang ditunjukkan oleh munculnya puncak-puncak yang berbeda-beda. Hal ini menunjukkan bahwa pola difraksi sinar-X bersifat unik. Unik mengandung pengertian bahwa pola difraksi sinar-X tidak pernah kembar.

Berdasarkan perbedaan pola difraksi ini, maka para ahli dapat mengidentifikasi jenis material apa yang terdapat dalam suatu zat padat. Atau lebih lanjut dapat mengetahui pertumbuhan suatu phase akibat dari treatmen panas dengan mempelajari pola difraksinya.

Bagaimana pola difraksi ini dapat terbentuk, dapat kita pelajari dengan konsep difraksi yang dikemukakan oleh Bragg. Gambar peristiwa difraksi ditunjukkan dalam Gambar 2.8.



Gambar 2.8. Bidang kristal berfungsi sebagai kisi difraksi. Sinar-X yang datang pada kristal dihamburkan oleh elektron, atom dan kristal

Kristal memiliki susunan atom yang teratur, baik dalam jarak maupun arah orientasi bidang. Bidang yang dibentuk oleh susunan atom diberi indeks hkl.

### 2.3.3. Hukum Bragg

Hukum Bragg dapat memperkirakan kondisi-kondisi pola difraksi sinar-X yang didifraksikan dari sebuah kristal. Sebagaimana kita ketahui bahwa difraksi hanya akan terjadi jika cahaya memasuki celah sempit, dimana panjang gelombang Universitas Indonesia

cahaya sama dengan lebar celah. Sebuah kristal adalah susunan atom-atom yang teratur membentuk suatu luasan permukaan yang bersap-sap dan memiliki banyak orientasi. Jarak antar bidang yang sama orientasinya adalah sama besar. Jarak antar bidang d memiliki lebar satu orde dengan sinar-X. Bidang-bidang inilah yang berfungsi sebagai cermin, yang akan memantulkan berkas sinar-X. Berikut ini adalah gambar difraksi sinar-X pada permukaan bidang kristal.



Gambar 2.9. Difraksi sinar-X pada bidang kristal. Bidang hkl berfungsi seperti cermin datar, d jarak pisah antara dua bidang difraksi. 1 berkas sinar datang pada bidang pertama, 2 berkas sinar datang pada bidang kedua. 1' berkas sinar hambur dari dari bidang pertama, 2' berkas sinar hambur dari bidang kedua.

Gambar 2.8. menunjukkan sinar-X yang menumbuk keluarga bidang-bidang. Untuk sebuah bidang tunggal, maka pemantulan akan terjadi untuk setiap nilai  $\theta$ . Agar diperoleh interfernsi yang konstruktif maka selisih antara dua sinar yang dipantulkan oleh bidang-bidang haruslah saling memperkuat, yaitu besarnya sama dengan kelipatan panjang gelombang sinar-X [6]. Secara matematis perhitungan selisih dua buah berkas yang berinteraksi ditunjukkan pada Gambar 2.10 berikut ini:



Gambar 2.10. Perbedaan panjang lintasan antara berkas sinar- $X_1$  dan sinar- $X_2$ . (a) Skema pembentukan difraksi pada kisi kristal, (b) Hubungan panjang gelombang  $\lambda$  dan jarak antara dua bidang d.  $\theta$  adalah sudut difraksi, d adalah jarak antar dua bidang hkl. Jika AB + BC = kelipatan n $\lambda$  maka berkas sinar- $X_1$  akan berinterferensi konstruktif dengan sinar- $X_2$ 

Interferensi konstruktif akan diperoleh jika selisih panjang antara berkas sinar- $X_1$  dan sinar- $X_2$  adalah kelipatan dari panjang gelombangnya. Hal itu dapat dituliskan dalam persamaan :

$$n\lambda = AB + BC \dots (1)$$

dimana, AB = BC

Jika jarak antar bidang d dan sudut difraksi adalah  $\theta$ , maka

 $AB = d \sin \theta$ 

Dengan demikian selisih antara dua berkas sinar-X adalah

$$AB + BC = 2 d \sin \theta....(2)$$

Subtitusi persamaan (10 dan (2) diatas adalah:

$$n\lambda = 2 d \sin \theta$$
,  $n = 1, 2, 3, ....(3)$ 

Hubungan ini dinamakan hukum Bragg. Kuantitas d dalam persamaan ini adalah jarak tegak lurus antara bidang-bidang tersebut.

#### 2.4. Sistim kristal

#### 2.4.1. Konsep dasar

Material padat berdasarkan susunan atom-atomnya dapat diklasifikasikan kedalam kristal dan amorf. Kristal adalah zat padat dimana atom-atomnya tersususn secara beraturan dalam luasan secara periodik. Sedangkan kebalikannya adalah amorfpus[2].



Gambar 2.11 Perbedaan struktur atom dalam kristal dan amorphus.(a) struktur kristal, (b) struktur amorf. Tampak perbedaan jelas bahwa susunan atom pada kristal adalah teratur dan berulang secara beraturan, sementara itu amorf tidak memiliki susunan yang teratur.

Sifat-sifat kristal zat padat tergantung pada struktur kristalnya, susunan atomatomnya, ion atau molekul-molekul yang tersusun. Ada banyak sekali struktur kristal dalam zat padat, mulai dari yang sederhana sampai dengan yang sangat rumit dan kompleks.

Agar lebih sederhana dalam menjelaskan tentang struktur kristal, maka atom atau ion akan dianggap sebagai bola pejal yang keras yang dikenal dengan nama *atomic hard sphere model*.

### 2.4.2.Unit sel

Deretan atom dalam kristal zat padat menggambarkan bahwa kelompok kecil atom membentuk pola yang berulang. Dengan demikian untuk menjelaskan struktur atom selalu dikembalikan ke dalam kelompok kecil dari atom-atom ini yang disebut dengan nama unit sel. Unit sel adalah struktur dasar dari struktur kristal. Unit sel menjelaskan struktur kristal dengan bangun hayal yang menempatkan atom-atom pada posisinya. Gambar 2.12 mengambarkan unit sel untuk struktur kubus.



Gambar 2.12 Struktur kristal Face Center Cubic (FCC) [2] (a) Bulk kristal tunggal, dimana unit sel adalah bagian dari bulk. (b) unit sel dengan atom berbentuk bola pejal yang rapat tampak atom di sudut dengan permukaan terpotong kubus. (c) unit sel dengan atom sebagai titik pada tiap sudut dan pusat sisinya.

#### 2.4.3.Struktur kristal logam

Ikatan atom dalam struktur kristal ini adalah ikatan logam, dan tidak searah dalam keadaan yang alami. Ada tiga kelompok struktur kristal ditemukan dalam logam dalam kehidupan sehari-hari, yaitu: face center cubic (FCC), body center cubic (BCC), dan Hexagonal close packet (HCP).

#### Struktur kristal Face center cubic (FCC)

Banyak logam ditemukan memiliki struktur kristal kubus, dimana atom ditemukan di setiap sudut kubus dan di pusat sisinya. Beberapa logam yang memiliki struktur ini antara lain: tembaga, alumunium, perak, dan emas. Gambar 2.12 adalah struktur kristal FCC, Masing-masing atom bersentuhan satu sama lain pada diagonal sisinya. Hubungan antara panjang sisi kubus a dan jari-jari atom R dituliskan sebagai berikut:

Nomer koordinasinya yaitu jumlah atom yang bersentuhan adalah CN = 12, banyaknya atom tiap unit sel adalah n = 4, dan atomic packing faktor (APF) yaitu perbandingan antara volume seluruh atom dalam satu unit sel dibagi dengan volume sel, APF = 0,74.

#### Struktur kristal body center cubic (BCC)

Struktur kristal yang lain dari logam adalah body center cubic (BCC), dimana atom-atom terletak di pojok-pojok kubus dan satu di tengah kubus. Gambar 2.13 adalah struktur kristal BCC. Masing-masing atom bersentuhan satu sama lain pada diagonal sisinya. Hubungan antara panjang sisi kubus a dan jari-jari atom R dituliskan sebagai berikut:

Bilangan koordinasi, CN = 8, jumlah atom tiap unit selnya = 2, dan atomic packing faktornya, APF = 0,68. Berikut ini adalah gambar unit sel BCC:



Gambar 2.13 Struktur krista Body Center Cubic (BCC) [2] (a) Bulk kristal tunggal, dimana unit sel adalah bagian dari bulk. (b) unit sel dengan atom berbentuk bola pejal yang rapat tampak atom disudut terpotong dengan sisi kubus. (c) unit sel dengan atom sebagai titik pada tiap sudut dan pusat kubus.

### Struktur Kristal Hexagonal Close Packet (HCP)

Satu struktur kristal yang juga dijumpai dalam logam adalah Hexagonal close packet (HCP). Ada 6 atom membentuk segi enam mengelilingi satu atom di tengah. Logam-logam yang memiliki struktur kristal ini antara lain: CD, Mg, Zn, dan TI. Setiap unit sel memiliki dua parameter kisi yaitu a dan c. Dengan ratio ideal c/a = 1.633.

Bilangan koordinasi, CN = 12 (sama dengan FCC), jumlah atom tiap unit selnya = 6, dan atomic packing faktornya, APF = 0,74 (sama dengan FCC). Struktur kristal HCP dapat dilihat dalam gambar 2.14.



Gambar 2.14 Struktur kristal Hexagonal close Packed (HCP) [2].

- (a) Unit sel dengan atom dipandang sebagi sebuah titik berada pada tiap sudutnya.
- (b) bulk kristal tunggal dimana unit sel adalah bagian darinya. Parameter kisi a dan c dimana a adalah parameter kisi atom-atom yang membentuk formasi segi enam, sedang c adalah parameter kisi tegaknya.

HCP adalah kristal yang terdiri dari enam atom yang membentuk formasi di bawah dan atas dengan sebuah atom sebagai pusatnya, antar dua segi enam dibatasi oleh tiga buah atom.

### 2.5. Perhitungan ukuran butir (grain size calculation)

Identifikasi fasa dengan menggunakan difraksi sinar-x terutama tergantung pada posisi puncak pada pola difraksi dan kadang juga tergantung pada intensitas relatif dari puncak-puncak tersebut. Akan tetapi bentuk dari puncak mengandung informasi tambahan dan penting. Bentuk, terutama lebar puncak merupakan ukuran dari besar osilasi termal atom-atom pada kisi kristalnya [7]. Juga bisa merupakan ukuran kehampaan dan konsentrasi unsur pengotor (*impurities*) dan bahkan deformasi plastis.

#### Metoda Scherrer dan Warren-Averbach

Persamaan Scherrer menerangkan pelebaran puncak sehubungan dengan divergensi cahaya masuk yang memungkinkan untuk memenuhi kondisi Bragg

bidang difraksi yang tidak berdekatan. Setelah efek alat telah diselesaikan, ukuran butir kristal mudah dihitung sebagai fungsi dari lebar puncak, posisi puncak dan panjang gelombang.

Metoda Warren-Averbach tidak hanya memperhitungkan lebar puncak tapi juga bentuk dari puncak. Metoda ini didasarkan dekonvolusi Fourier dari puncak yang diukur dan pelebaran instrumentasi untuk mendapatkan pola difraksi sebenarnya. Metoda ini mampu menghasilkan kedua-duanya distribusi ukuran butir serta regangan mikro dari kisi.

Ukuran butir dengan persamaan Scherrer diberikan sebagai berikut:

dimana **D** adalah ukuran volume berbobot, K adalah konstanta Scherrer,  $\theta_{\rm B}$ adalah sudut Bragg,  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X, dan  $B_{1/2}$  adalah lebarpenuh-setengah-maksimum (full-width-half-max) puncak setelah dikoreksi terhadap pelebaran yang disebabkan oleh difraktometer.

Salah satu cara menentukan  $B_{1/2}$  adalah dengan persamaan:

dimana  $B_{obs}$  adalah lebar puncak yang diukur dan  $B_m$  adalah pelebaran paruh disebabkan mesin. Cara lain mendapatkan nilai B<sub>1/2</sub> adalah dari list analisisa difraksi dengan RietAn.
## Ukuran butir rata-rata

Metoda Sherrer dan Warren-Averbach menghasilkan karakteristik rata-rata yang berbeda dari lebar kolom **D**. Scherrer menghasilkan  $D_{vol}$  sedangkan Warren-Averbach menghasilkan  $\langle L \rangle_{area}$ . Untuk mendapatkan ukuran butir dapat diasumsikan bentuk dari partikel. Dengan asumsi kristal berbentuk bola, maka diameter dari bola dapat diperkirakan yaitu:

$$\langle D \rangle_{area} = \frac{3}{2} \langle L \rangle_{area} \dots (8)$$

dan

$$< D >_{vol} = \frac{4}{3} < L >_{vol}$$
....(9)

## Distribusi ukuran butir

Distibusi ukuran butir cendrung dalam bentuk log-normal, suatu distribusi dimana terdapat jumlah relatif besar partikel-partikel lebih kecil. Distribusi log-normal yang dinormalisasi diberikan dengan hubungan berikut:

$$g_{LN}(D) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}D\ln\sigma} \exp\left(-\frac{1}{2}\left[\frac{\ln(D/D_o)}{\ln\sigma}\right]^2\right)....(10)$$

dimana  $D_0$  adalah nilai median dan  $\sigma$  adalah lebar distribusi. Karakteristik ratarata diberikan oleh hubungan:

$$\langle D \rangle_{num} = D_o \exp\left(\frac{1}{2}\ln^2\sigma\right)$$
....(11)

$$\langle D \rangle_{area} = D_o \exp\left(\frac{5}{2}\ln^2 \sigma\right)$$
....(11)

$$\langle D \rangle_{vol} = D_o \exp\left(\frac{7}{2}\ln^2\sigma\right)$$
....(12)

Dengan melakukan analisa Scherrer dan Warren-Averbach dan asumsi partikel bola akan didapatkan kedua-duanya  $\langle D \rangle_{vol} dan \langle D \rangle_{area}$ . Ini memungkinkan untuk menghitung D<sub>0</sub> dan menghitung  $\langle D \rangle_{num}$  dan memplot distribusi ukuran butir yang lengkap.



# BAB III LANGKAH PENELITIAN

Pada penelitian ini dilakukan analisis pola difraksi sinar-X pada lapisan Tungsten Carbide – Cobalt (WC-Co) untuk mengetahui terjadinya perubahan struktur dan perubahan fasa yang diakibatkan karena perbedaan tekanan oksigen dan tekanan propane pada proses pelapisannya. Adapun proses pelapisannya dengan menggunakan metode plasma spray HVOF (high velocity oxygen fuel).

Dari penelitian ini diharapkan dapat memperoleh perubahan sifat mekanik bahan pelapis yang lebih baik, jika berhasil ini merupakan proses produksi pelapisan dengan tingkat kekerasan permukaan yang baik dengan biaya yang lebih murah jika dibandingkan dengan proses treatmen panas.

#### 3.1 Proses Penelitian

## 3.1.1 Persiapan Sampel Penelitian

Sampel diambil di PT TeknoKraf Indoasia Rawa Buaya Cengkareng Jawa Barat. Industri ini khusus bergerak dalam bidang pelapisan logam dan penambahan permukaan logam serta sekaligus peningkatan kualitas sifat mekanik permukaan khususnya kekerasan. Banyak industri berat seperti pengeboran minyak, industri ban, industri pengolahan karet dan lain-lain, menggunakan jasa PT Teknokrat Indoasia ini untuk memperbaiki alat-alatnya yang telah aus.

Dalam penelitian ini sampel diambil dari proses pelapisan pada lempeng baja tipis berbentuk bulatan-bulatan dengan diameter sekitar 1 cm dan ketebalan substrat kurang dari 1 mm. Proses pelapisan ini dilakukan dengan metode plasma spray *high velocity oxygen fuel* atau lebih dikenal dangan nama HVOF.

27

Jenis bubuk yang digunakan adalah JK 117 dengan komposisi kimia sebagai berikut:

W	-	80%
Fe	-	< 0.1%
Со	-	16 %
С	-	0.42 %
Lain	-	sisanya

Proses awal dari persiapan sampel dikenal dengan nama blasting. Blasting dimaksudkan untuk membuat permukaan kasar dan sekaligus membersihkan permukaan substrat. Selanjutnya substrat dijepitkan pada suatu landasan dengan maksud agar tidak terpental saat menjalani proses pelapisan dengan tekanan yang tinggi. Dengan perpaduan tekanan oksigen dan bahan bakar, bubuk dicairkan dalam suatu ruang pembakaran. Adapun suhu ruang pembakaran sekitar 2760°C sampai dengan 3315°C, hal ini lebih dari cukup untuk melelehkan semua substrat di atas [8].

Kemudian bubuk yang telah mencair di semprotkan dengan menggunakan oksigen pada tekanan yang tinggi keluar dari suluh (gun), dan menempel pada substart. Lapisan tersebut diperolah dengan membuat variasi tekanan baik pada oksigen maupun pada propane. Adapun variasi tersebut dapat dilihat dalam Tabel 3.1.

Material pelapis	Tekanan Oksigen (bar)	Tekanan Propana (bar)			
JK 117 Tungsten Carbide → 17%	8.0	1.2			
Cobalt	8.2	1.4			
	8.2	1.6			
	7.5	1.2			
	7.8	1.3			

Tabel 3.1. Variasi tekanan oksigen dan propana

#### **3.1.2 Preparasi sampel**

Preparasi sampel selalu dilakukan sebelum semua proses analisiss dilakukan. Dari yang paling sederhana yaitu memotong sampel sampai dengan proses etching. Satu-persatu tahapan preparasi akan diuraikan sebagai berikut:

Sampel dipotong, agar didapatkan hasil potongan yang halus dan rata, pemotongan biasa dilakukan dengan menggunakan intan, namun demikian pemotongan dapat juga dilakukan dengan menggunakan gergaji. Agar permukaan bidang sentuh dan sampel tidak mengalami perubahan suhu yang drastis, pemotongan harus disertai dengan meneteskan air sebagai pendingin.

Proses selanjutnya adalah mounting, mounting secara gramatikal (Cambridge Dictionary) dapat diartikan "menetapkan sesuatu di dinding dalam suatu bingkai". Dalam hal ini sampel diletakkan dalam cetakan kecil kemudian cairan dituangkan kedalam cetakaan dan dibiarkan sampai kering.

Setelah itu sampel beserta cairan yang telah kering dikeluarkan dari dalam cetakan.

Polising, diperlukan untuk memperhalus permukaan sampel, dan proses ini dilakukan dengan menggunakan amplas dari yang kasar sampai yang halus. Proses dilakukan pada permukaan ampelas yang berputar, kemudian sampel ditekan pelan-pelan pada permukaan yang berputar dengan menggunakan tangan. Permukaan ampelas dilakukan penggantian secara degradasi dari yang paling kasr sampai yang paling lembut. Semua proses polising diikuti dengan meneteskan air pada sampel sebagai pendingin.

Setelah permukaan benar-benar rata dan halus, kemudian sampel dietsa. Etsa adalah suatu proses korosi yang disengaja, yaitu membuat permukaan sampel mengalami korosi terutama pada batas butirnya. Proses ini dilakukan dengan mencelupkan sampel kedalam suatu cairan dan membiarkan beberapa saat. Untuk itu cairan yang digunakan harus disesuaikan dengan jenis sampelnya. Akibat dari Etsa maka batas butir akan menjadi jelas. Setelah preparasi sampel dilakukan

secara lengkap, maka proses selanjutnya adalah analisa sampel dengan menggunakan EDAX, SEM, Hardness, dan Analisis Difraksi sinar-X dan Rietvelt.

Skema peralatan yang digunakan untuk mendapatkan sample dapat dilihat pada Gambar 3.1 berikut



Gambar 3.1 Skema peralatan HVOF (High Velocity Oxy Fuel) Perpaduan bahan bakar dan oksigen dalam ruang pembakaran melelehkan bubuk logam. Tekanan oksigen dan bahan bakar juga mendorong keluar bubuk yang sudah meleleh melalaui suluh menuju ke metal dasar yang akan dilapisi. Lelehan bubuk menempel pada metal dasar dengan cara impak.

## 3.1.3 Analisis Data

## 3.1.3.1 EDAX (Energy Dispersion X-Ray Analysis)

EDAX adalah suatu teknik yang digunakan untuk mengidentifikasi komposisi element suatu zat. Alat ini bekerja secara bersama-sama dengan SEM dan tidak bisa bekerja sendiri.

Dalam analisis EDAX, sample ditembak dengan elektron dari sumber filamen. Electron yang datang pada sampel akan menumbuk electron-elektron dalam atom, sehingga elektron-elektron yang tertumbuk akan terpental dan segera akan diisi oleh elektron dari level energi yang lebih tinggi. Akibatnya atom-atom unsur tersebut akan membebaskan energi dengan memancarkan sinar-X [9]. Jumlah energi yang dibebaskaan akibat perpindahan elektron tergantung asal elektron atau kemana elektron itu menuju. Sehubungan dengan konfigurasi elektron adalah

unik, maka atom setiap unsur akan membebaskan energy berupa sinar-X yang memiliki sifat yang berbeda tergantung dari jenis atomnya. Dengan demikian dengan mengukur besarnya energi yang dibebaskan dari peristiwa bombardir elektron pada sampel, identifikasi atom yang dihasilkan dari pancaran energi sinar-X dapat dilakukan.

Hasil dari analisis EDAX adalah spectrum EDAX. Setiap puncak menunjukkan identifikasi jenis-jenis atom yang mengidentifikasikan unsur tunggal. Sedangkan tinggi puncak menggambarkan besarnya konsentrasi unsur dalam sampel. Skema EDAX dan penjelasnnya akan ditunjukkan dalam Gambar 3.2.





menghamburkan Sumber elektron elektron, sistem lensa illuminasi mengumpulkan hamburan elektron, kumparan scanning memfokuskan kembali hamburan elektron tepat pada target/sampel. Berkas elektron skunder terhambur dideteksi dengan menggunakan dari sampel detektor. Monitor ΤV memvisualisasikan berkas elektron skunder dan scanning kumparan. Puncak-**Universitas Indonesia** 

puncak menggambarkan energi tiap-tiap unsur yang terdeteksi. Tinggi puncak menjelaskan konsentrasi unsur dalam sampel.

## **3.1.3.2 SEM (Scaning Electron Microscope)**

Scaning elektron mocroscope (SEM) adalah suatu jenis mikroskop elektron yang menghasilkan berbagai gambar dari proses tumbukan elektron dengan energi yang tinggi terhadap permukaan suatu sampel dan kemudian mengidentifikasi sinyal-sinyal hamburan elektron dari permukaan. Dalam SEM, sinyal yang dihasilkan tidak hanya berasal dari elektron yang ditembakkanya, tetapi dapat juga berasal dari interaski lain yang terjadi di dalam sampel yang dekat dengan permukaan.

SEM mampu menghasilkan gambar dengan resolusi yang sangat tinggi. Adapun perbesaran gambar berkisar antara 15 kali hingga 200000 kali. SEM pertama kali ditemukan oleh Manfred von Ardenne pada tahun 1937 [10]. Kemudian dikembangkan oleh Charles Oatley dan kemudian secara komersial disebarluaskan oleh Cambridge Instruments.

Sumber elektron adalah filamen tungtens atau lanthanum hexaborid sebagai katoda dan dipercepat dengan anoda dalam tabung sinar katoda. Tungtens digunakan sebagai sumber sebab memiliki titik lebur yang tinggi dan tekanan uapnya lebih rendah dari semua metal. Elektron yang dipancarkan memiliki energi antara ratusan eV hingga 100 keV yang difokuskan oleh satu atau dua lensa kondenser hingga mendapatkan fokus dengan ukuran 0.4 nm sampai 5 nm. Kemudian berkas melalui sepasang scaning coil atau pasangan plat deflektor di dalam tabung optik elektron (electron optical column).

Cara terbentuknya gambar pada SEM berbeda dengan apa yang terjadi pada mikroskop optic dan TEM. Pada SEM, gambar dibuat berdasarkan deteksi elektron baru (elektron sekunder) atau elektron pantul yang muncul dari permukaan sampel ketika permukaan sampel tersebut discan dengan berkas elektron. Elektron sekunder atau elektron pantul yang terdeteksi selanjutnya diperkuat sinyalnya, kemudian besar amplitudonya ditampilkan dalam gradasi

gelap-terang pada layar monitor CRT (cathode ray tube). Di layar CRT inilah gambar struktur obyek yang sudah diperbesar bisa dilihat. Pada proses operasinya, SEM tidak memerlukan sampel yang ditipiskan, sehingga bisa digunakan untuk melihat obyek dari sudut pandang 3 dimensi [11]. Skema SEM dan penjelasannya dapat dilihat dalam Gambar 3.3



#### Gambar 3.3 Skema SEM dan penjelasannya.

menghamburkan elektron, Sumber elektron sistem lensa illuminasi mengumpulkan hamburann elektron, kumparan scanning memfokuskan kembali hamburan elektron tepat pada target/sampel. Berkas elektron skunder terhambur dari sampel dideteksi dengan menggunakan detektor. Monitor TV memvisualisasikan berkas elektron skunder dan dari hasil scanning hamburan elektron. Berkas elektron skunder ditangkap dengan detektor dan divisualisasikan dengan monitor dalam bentuk gelap terang. Hasil akhir adalah gambar dengan warna hitam putih.

Hanya sampel yang terbuat dari logam atau sampel yang dilapisi dengan logam yang dapat dianalisis dengan SEM. Untuk sampel non logam maka harus dilapiskan dengan lapisan material konduktif.

Seperti pada EDAX, persiapan awal dari analisis SEM adalah: mounting, kemudian polising, dan terakhir adalah etching.

## 3.1.3.3 Hardness Tester

Tes hardness dimaksudkan untuk mengetahui tingkat kekerasan permukaan suatu sampel. Hasil pengukuran diperoleh dengan mengidentifikasi kedalamaan dan ukuran bekas indentor. Bekas indentor kemudian dihubungkan dengan tingkat kekerasan bahan. Makin besar ukuran lubang makin lunak permukaaan sampel.

Teknik yang digunakan dalam tes kekerasan dalam penelitian ini adalah dengan menggunakan Vikers Microhardness Test. Vikers kadang-kadang disebut juga dengan dyamond pyramid. Indentor yang digunakan adalah dyamond dengan ujung berbentuk pyramid. Indentor kemudian ditekan ke dalam permukaan sampel. Ada tiga variasi beban yang digunakan dalam uji kekerasan ini dengan ring diantara 1 sampai dengan 1000 g [12]. Pada setiap beban diuji sebanyak 10 titik yang berbeda pada permukaan sampel. Preparasi sampel yang diperlukan dalam uji kekerasan berupa mounting dan polesing. Satuan yang digunakan dalam pengujian ini adalaah HV. Sketsa alat uji kekerasan dengan menggunakan mikro hardness ditunjukkan oleh Gambar 3.4.



Gambar 3.4 Skema mikro Hardness.

Beban ditaruh di ujung tuas, indentor dan targetnya di tengah-tengah. Alat pengendali melepaskan lengan beban, sehingga indentor mengenai target yang diletakkan di meja target yang kokoh.



Sketsa jejak indentor dapat dilihat dalam Gambar 3.5 berikut ini:

Gambar 3.5 Skema mikro Hardness.

(a) indentasi Vikers, (b) pengukuran kekerasan dengan menggunakan panjang diagonal jejak. Jejak yang ditinggalkan indentor dipengaruhi oleh besarnya beban. Dengan membandingkan diagonal jejak hasil pengukuran dan perhitungannya dengan menggunakan tabel kekerasan, maka tingkat kekerasan bahan dapat diketahui.

## 3.1.3.4 XRD dan Rietfelt Analysis

Analisis difraksi sinar-X memiliki banyak kegunaan di antaranya adalah menentukan struktur kristal, fase-fase atau senyawa yang ada dalam suatu bahan atau campuran seperti batuan, lempung, bahan keramik, paduan logam, produk korosi dll. Dalam bidang kimia, metode ini dapat digunakan untuk mengidentifikasi fasa-fasa atau senyawa dalam campuran. Analisis kualitatif dengan mengidentifikasi pola difraksi, analisis kuantitatif dengan menentukan intensitas puncaknya dimana intensitas lebih tinggi menunjukkan konsentrasi lebih tinggi. Bahan logam antara lain analisis struktur kristal produk korosi, tegangan sisa dan tekstur. Dalam bahan polimer, dapat memberikan informasi

untuk menentukan derajat kristalinitas, orientasi dan menentukan aditif secara kualitatif dan kuantitatif

Analisis dilakukan dengan suatu pemahaman bahwa suatu zat selalu memberikan pola karakteristik difraksi, apakah zat dalam keadaan murni maupun campuran. Fakta ini digunakan sebagai dasar metode analisis kimia dengan menggunakan difraksi sinar-X. Analisa kualitatif untuk zat tertentu diselesaikan dengan identifikasi pola suatu zat. Hal ini sangat memungkinkan, sebab intensitas pola difraksi sinar-X untuk satu fase suatu campuran tergantung pada perbandingan fase itu dalam contoh bahan. Dengan demikian untuk menentukan jenis senyawa apa yang terdapat dalam permukaan bahan, dapat diketahui dengan menggunakan analisis kimia melalui identifikasi pola difraksi sinar-X nya.

Analisis difraksi sinar-X dimulai dengan mengidentifikasi puncak-puncak difraksi dengan menggunakan tabel hanawalt atau yang dikenal dengan nama searchmatch. Untuk mengidentifikasi senyawa yang ada digunakan hasil analisis EDAX. Yaitu mengetahui kemungkinan senyawa yang terbentuk pada pembuatan sampel dari kombinasi unsur-unsur yang terdeteksi dengan menggunakan EDAX. Dari serch-match hasinya akan digunakan untuk analisis rietvelt. Informasi yang diperlukan dalam Rietan (rietvelt analysis) adalah: speacgroup, parameter kisi dan posisi atom. Informasi data input ditunjukkan dalam gambar 3.6.



Gambar 3.6 Pola difraksi Wolfram Carbida dalam Tabel Hanawalt

## **3.1.3.5 Metode Rietveld**

Dalam menganalisis pola difraksi XRD dengan menggunakan metode RietAn, langkah-langkah yang dilakukan adalah sebagai berikut:

Menyesuaikan format data pengukuran yang akan digunakan dengan terlebih dahulu mengubah file ke dalam microsof excel, yaitu dengan mengcopy data difraksinya pada microsof excel, dengan menuliskan "GENERAL"pada baris pertama, jumlah data (mis. 3000) pada bari kedua, dan data difraksi pada bariss berikutnya. Setelah itu kemudian file disimpan dengan ekstension "int". Langkah selanjutnya adalah mengumpulkan informasi mengenai: (1) instrumen ( $\lambda$ , 2 $\theta$ , FWHM), (2) *data atomik* (space-group, parameter kisi, posisi atom, parameter termal, site-occupancy), (3) *memperkirakan fungsi latar dan FWHM terhadap sudut difraksi*, (4) *mensimulasikan pola dengan membandingkan dengan pola terukur secara manual*. Jika dari hasil pengumpulan data didapatkan kecocokan maka langkah selanjutnya adalah penghalusan.

Ketidakcocokan posisi puncak dapat disebabkan oleh beberapa hal seperti: (1) pergeseran sampel, (2) parameter kisi, dan (3) bisa jadi dipengaruhi oleh asimetri puncak. Sedangkan lebar puncak dipengaruhi oleh (1) U-Gaussian, (2) parameter Lorentzian dan (3) asimetri. Ekor puncak dipengaruhi oleh parameter Lorentzian [13].

#### BAB IV

## HASIL DAN PEMBAHASAN

## 4.1. Hasil Preparasi Lapisan Tungsten Carbide / Cobalt

Lapisan Komposit Tungsten Carbide / Cobalt (WC-Co) dibentuk melalui proses thermal spray. Metode yang digunakan adalah HVOF (high velocity oxygen fuel) Thermal Spray Coating. Bahan dasar pelapisan ini secara teknis disebut dengan KJ 117 dengan kandungan unsur sebagai berikut: Tungsten sebanyak 80%, Cobalt sebanyak 16%, Carbon sebanyak 0,42%, Fe sebanyak <0,1%, dan lain-lain. Sedangkan hasil preparasi sampel ditunjukkan seperti pada Tabel 4.1.

T 1 1 4 1	TT '1	•	1 .	1	THUOP
Label 4 1	Hasil	preparasi	lanisan	dengan	HVOF
14001 1.1.	TTADIT	preparadi	Iupibuli	aungun	

No.	Tekanan (bar)		Tekanan	Ketebalan	Kode Sampel
	Propana	Oksigen	Propana : Oksigen	(mm)	$\sim$
1.	1,6	8,2	1:5,13	0,60	A1
2.	1,4	8,2	1 : 5,86	0,55	A2
3	1,3	7,8	1:6,00	0,50	A3
4.	1,2	7,5	1 : 6,25	0,80	A4
5.	1,2	8,0	1 : 6,67	0,55	A5

Dari hasil preparasi lapisan seperti pada Tabel 4.1 tersebut maka tampak bahwa lapisan tersebut dibuat berdasarkan variasi peningkatan tekanan oksigen dan propana seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1. Hasil preparasi sampel lapisan dengan variasi tekanan oksigen terhadap propana

# 4.2. Hasil Pengukuran Difraktometer Sinar-X (XRD) Lapisan

Hasil pengukuran difraksi sinar-X pada kode sampel A1, A2, A3, A4, dan A5 berturut-turut dapat dilihat dalam Lampiran 1. Sedangkan gabungan pola difraksi sinar-X dari kelima sampel tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2. Gabungan pola difraksi sinar-X kode sampel  $A_1 - A5$ . Tanda (•) adalah puncak-puncak fasa Tungsten Carbide (WC). Tanda (•) adalah puncak-puncak fasa Cobalt (Co)

Dari Gambar 4.2. gabungan pola difraksi sinar-X di atas, tidak nampak adanya fasa baru walaupun tekanan oksigen dan bahan bakarnya diubah. Identifikasi fasafasa pada Gambar 4.2 merujuk pada *database JCPDS – International Center for Diffraction Data (ICDD)* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.3 dan Gambar 4.4, maka dalam lapisan ditemukan ada dua jenis fasa, yaitu: fasa Tungsten Carbida (WC) dan fasa Cobalt (Co). Masing-masing fasa pada Gambar 4.2 ditandai dengan ( $\bullet$ ) untuk WC dan ( $\blacksquare$ ) untuk Co. Gambar 4.3 dan Gambar 4.4 adalah profil difraksi sinar-X menurut *database JCPDS – International Center for Diffraction Data (ICDD)* untuk Tungsten Carbida dan Cobalt.



Gambar 4.3. Referensi profil difraksi sinar-X pada paduan Tungsten Carbida.Berdasarkan penelitian Metcalfe, struktur kristal Tungsten Carbida adalah heksagonal dengan space group P-6m2 (187), dan parameter kisi a = b = 2,906 A, dan c = 2,836 A, dan sudut yang dibentuk  $\alpha = \beta = 90^{\circ}$ ,  $\gamma = 120^{\circ}$ . 20 adalah sudut difraksi sinar-X, hkl adalah indeks miller untuk bidang kristal. Sumbu mendatar adalah sudut difraksi dan sumbu tegak adalah intensitas. Intensitas menggambarkan kuantitas zat dalam komposit. [14, 15]

Gambar 4.3 adalah referensi Tabel Hanawalt untuk paduan Tungsten Carbida (WC) yang merujuk pada penelitian Metcalfe yang telah dipublikasikan pada tahun 1947. Pada Gambar 4.3 menunjukkan bahwa struktur kristal paduan Tungsten Carbida ini adalah Heksagonal, space group P-6m2 (187), mempunyai

parameter kisi a = b = 2,906 A, dan c = 2,836 A, dan sudut yang dibentuk  $\alpha = \beta = 90^{\circ}$ ,  $\gamma = 120^{\circ}$ .



Gambar 4.4. Referensi profil difraksi sinar-X pada Cobalt. Berdasarkan penelitian Duwez dan Baen, struktur kristal Co adalah Tetragonal, dengan parameter kisi a = b = 8,81 A, dan c = 4,56 A, dan sudut yang dibentuk  $\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$ . 20 adalah sudut difraksi sinar-X, hkl adalah indeks miller untuk bidang kristal. Sumbu mendatar adalah sudut difraksi dan sumbu tegak adalah intensitas. Intensitas menggambarkan kuantitas zat dalam komposit.[16]

Sedangkan Gambar 4.4 adalah referensi Tabel Hanawalt untuk Cobalt (Co) yang merujuk pada penelitian Duwez dan Baen yang telah dipublikasikan pada tahun 1950. Gambar 4.4 menunjukkan bahwa struktur kristal Cobalt ini adalah Tetragonal, space group P4<sub>2</sub>/mnm (136), mempunyai parameter kisi a = b = 8,81 A, dan c = 4,56 A, dan sudut yang dibentuk  $\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$ .

Tampak bahwa pola difraksi sinar-X pada Gambar 4.2 menunjukkan pola yang sesuai dengan pola difraksi sinar-X hasil penelitian Metcalfe untuk paduan WC dan Duwez untuk Co. Jadi lapisan tersebut diasumsikan memiliki dua fasa yaitu fasa WC dan Co.

#### 4.3. Analisa XRD dengan Menggunakan Metode Rietveld

Berdasarkan hasil identifikasi awal dengan menggunakan Tabel Hanawalt tersebut, maka untuk lebih memastikan bahwa paduan yang terbentuk pada lapisan tersebut adalah Tungsten Carbida dan Cobalt, kemudian dilakukan analisis struktur dengan menggunakan software analisis struktur kristal yaitu RIETAN (Rietveld Analisis). Sedangkan sebagai masukan analisis digunakan data parameter struktur yang telah diperoleh dari identifikasi awal tersebut. Adapun hasil refining awal dari analisis Rietveld ini ditunjukkan pada Gambar 4.5 dan Gambar 4.6, yang berturut-turut untuk refining fasa WC dan fasa Co.



Gambar 4.5. Refining profil difraksi sinar-X pada paduan Tungsten Carbida Refining ini diperolah dengan memasukkan input parameter kisi dan posisi atom dari fasa Tungsten Carbide. Dengan mangasumsikan occupation factor g =1.



Gambar 4.6. Refining profil difraksi sinar-X pada Cobalt Refining ini diperolah dengan memasukkan input parameter kisi dan posisi atom dari fasa Cobalt. Dengan mangasumsikan occupation factor g = 1.

Pola difraksi sinar-X dianalisis dengan metode Rietveld pada lapisan dilakukan dengan langkah-langkah sebagai berikut : Referensi yang digunakan untuk fasa pertama adalah fasa WC, yaitu dengan memasukkan input parameter kisi dan posisi atom dari fasa tersebut, kemudian untuk fasa kedua adalah fasa Co. Berdasarkan komposisi unsur yang diinginkan, maka occupation factor g atom W, C, dan Co diasumsikan 1. Pada refinement (penghalusan) tahap pertama sebanyak 20 iterasi, dihasilkan occupation factor g lebih besar dari masukannya, sedangkan parameter-parameter lainya berharga normal. Kemudian refinement diulang dengan memasukkan harga faktor suhu isotropik masing-masing atom B = 1. Namun demikian hasil iterasi mendapatkan harga faktor suhu isotropik ada sebagian yang berharga negatif, B < 0.0. Langkah selanjutnya adalah mencoba menghaluskan kembali dengan memberi harga tetap suhu isotropik. Hasil iterasi menunjukkan bahwa semua parameter struktur kristal dan parameter kisi berharga seperti oksigen juga di-refinement dengan normal. Atom-atom ringan menggunakan data dari hasil penelitian terdahulu. Pola difraksi hasil analisis menunjukkan adanya puncak-puncak yang berimpit dengan profil pola difraksi fasa WC dan Co seperti yang terlihat pada Gambar 4.7 yang merupakan hasil refinement pola difraksi sinar-X untuk kode sampel A1 dengan ratio 5,13.

Sedangkan pola difraksi hasil analisis fasa WC dan Co kode sampel A2 dengan ratio 5,86; kode sampel A3 dengan ratio 6; kode sampel A4 dengan ratio 6,25; dan kode sampel A5 dengan ratio 6,67 dapat dilihat dalam Lampiran 2.



Gambar 4.7 Pola difraksi sinar-X dengan ratio tekanan oksigen dan propana 5,13. WC adalah Tungsten Carbide, Co adalah Cobalt. (●) adalah puncak-puncak fasa Tungsten Carbide (WC) (■) adalah puncak-puncak fasa Cobalt (Co)

Simbol (+) merah merupakan hasil pengukuran sampel dengan menggunakan difraksi sinar-X yang lazim disebut garis observasi. Garis biru muda adalah hasil perhitungan berdasarkan data yang diperoleh dari penelitian Metcalfe (referensi fasa WC) dan Duwez (referensi fasa Co) yang kemudian disebut dengan garis kalkulasi. Garis putus-putus berbentuk simbol bar (1) adalah titik-titik puncak fasa WC (warna hijau) dan Co (warna kuning) dari hasil perhitungan berdasarkan referensi. Garis warna biru merupakan selisih dari profil hasil observasi dan profil hasil kalkulasi. Semakin datar garis biru ini berarti bahwa profil hasil observasi ini semakin cocok dan terfitting baik dengan profil hasil kalkulasi. Hal ini menunjukkan bahwa sampel yang terbentuk merupakan fasa yang diinginkan, yaitu fasa WC dan Co. Gambar 4.8 Residu (sisa) ditandai dalam lingkaran merah.



Tungsten Carbide (WC) (**■**) adalah puncak-puncak fasa Cobalt (Co)

Walaupun faktor R dan faktor S sudah lebih kecil dari standar Rietveld ( $S_{standar} = 1,30$ ), namun masih nampak adanya residu dalam lapisan Tungsten Carbida dan Cobalt yang belum mampu terdeteksi. Hal tersebut mengingat: (1) Adanya fasa-fasa yang sulit dideteksi seperti WC dan Co bisa bereaksi dengan O, H atau bahkan dengan bahan bakar Propana sendiri. (2) Resolusi data XRD yang menyebabkan fitting kurang teliti, dan (3) Kompromi hasil analisis mengingat keterbatasan waktu dan biaya dalam penelitian ini.

Data parameter kisi ditunjukkan pada tabel 4.2, dan posisi atom, nilai R dan chi square (s) dari struktur kristal hasil analisis untuk kode sampel A1 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 5,13 ditunjukkan pada Tabel 4.3, sedangkan untuk kode sampel A2 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 5,86; sampel A3 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6; sampel A4 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6,25; dan sampel A5 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6,67 dapat dilihat pada Lampiran 3.

	Parameter kisi (Å)							
	Tungsten Carbida	(WC) space group P-6m	n2 (187)					
Ratio	a	b	С					
5,13	2,903	2,903	2,836					
5,86	2,904	2,904	2,836					
6,00	2,903	2,903	2,836					
6,25	2,904	2,904	2,836					
6,67	2,904	2,904	2,836					
1	Cobalt (Co) s	pace group P4 <sub>2</sub> /mnm (13	36)					
Sampel	a	b	С					
5,13	8.820	8.820	4,786					
5,86	8,811	8,811	4,498					
6,00	8,831	8,831	4,485					
6,25	8,852	8,852	4,465					
6,67	8,854	8,854	4,556					

Tabel 4.2. Data parameter kisi hasil analisis yang diperoleh dari RIETAN

Tabel 4.3. Posisi atom, faktor R dan chi hasil refinement pola XRD sampel A1dengan ratio tekanan Oksigen dan Propana 5,13

Unsur	Faktor	61	Faktor R (%) dan		
	Hunian	Х	у	Z	chi square (S)
Τι	ingsten Carb	ida (WC) spac	e group P-6m2	2 (187)	$R_{wp} = 16,37$
W	0,99(9)	0,0000	0,0000	0,0000	$R_p = 12,30$
С	0,97(9)	0,4534(2)	-0,6427(7)	0,5000	S = 1,40
	Cobalt (C	o) space group	P4 <sub>2</sub> /mnm (13	6)	WC
Co1	0,56(3)	0,0000	0,0000	0,0000	$R_{I} = 9,35$
Co2	0,47(2)	0,3934(5)	0,3912(3)	0,0000	$R_{\rm F} = 5,41$
Co3	0,48(3)	0,4674(2)	0,1323(3)	0,0000	Co
Co4	0,47(6)	0,7370(1)	0,0675(1)	0,0000	$R_{I} = 4,57$
Co5	0,50(1)	0,1729(4)	0,1746(6)	0,2589(2)	$R_{\rm F} = 2,60$

Tampak bahwa faktor R relative kecil, dan faktor S bernilai mendekati nilai standar *Rietveld. Refinement* ini menunjukkan bahwa hasil *fitting* antara observasi dan kalkulasi sudah cukup baik. Hasil *refinement* pola difraksi dengan program *rietveld analysis* yang dikeluarkan oleh *Izumi* [17] menunjukkan bahwa lapisan ini memiliki dua fasa, yaitu : fasa Tungsten Carbida (WC) yang berstruktur kristal heksagonal dengan group ruang P-6m2 (187), dan fasa Cobalt (Co) yang berstruktur kristal Tetragonal dengan group ruang P4<sub>2</sub>/mnm (136).

Berdasarkan data hasil dari analisis Rietveld tersebut dapat diperoleh pula jumlah kandungan masing-masing baik fasa WC maupun fasa Co dalam bentuk fraksi massa (%). Data *fraksi massa* data *kerapatan atom dan volume unit sel* dari kode sampel A1, A2, A3, A4, dan A5 dapat dilihat dalam Lampiran 4.

## 4.4. Perhitungan ukuran kristal dengan Formula Debye – Scherer

Berdasarkan formula Debye Scherer dan hasil analisis metode Rietveld pada sampel ini, maka dapat diperoleh besarnya diameter ukuran grain/kristalit (grain size) dengan hasil perhitungan pada fasa WC untuk kode sampel A1 ditunjukkan pada Tabel 4.4, sedangkan untuk kode sampel A2, A3, A4, dan A5 dapat dilihat pada Lampiran 5.

Perhitungan ukuran grain kristalit di bawah hanya dilakukan berdasarkan data observasi untuk lebar setengah puncaknya ( $B_{obs}$ ), tanpa menggunakan faktor kesalahan dari alat. Hal ini disebabkan karena untuk mendapatkan faktor kesalahan dari alat terutama lebar setengan puncak dari mesin ( $B_m$ ) diperlukan bubuk standard untuk WC maupun Co yang dianalisis langsung dengan alat tersebut.

No.	Bidang hkl	Sudut 20	K	Lamda	FWHM	Ukuran grain
		(°)	(rad.A <sup>-2</sup> )	(A)	(°)	(nm)
1.	001	31,52	0,9	1,5406	0,3765	22
2.	100	35,77	0,9	1,5406	0,3873	22
3.	101	48,33	0,9	1,5406	0,4196	21
4.	110	64,09	0,9	1,5406	0,4597	20
5.	002	65,80	0,9	1,5406	0,4641	20
6.	111	73,18	0,9	1,5406	0,4832	20
7.	200	75,57	0,9	1,5406	0,4894	21
8.	102	77,17	0,9	1,5406	0,4937	21
<u>,</u>		Rata-rata u	ıkuran grain			21

Tabel 4.4. Hasil perhitungan ukuran grain fasa WC kode sampel A1 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 5,13

Sedangkan Tabel 4.5, adalah hasil perhitungan ukuran grain fasa Co dengan kode sample sampel A1, dan hasil perhitungan ukuran grain untuk kode sampel, A2, A3, A4, dan A5 dapat dilihat pada Lampiran 6.

Tabel 4.5 Hasil perhitungan ukuran grain fasa Co kode sampel A1 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 5,13

No.	Bidang hkl	Sudut 20	K	Lamda	FWHM	Ukuran grain
		(°)	(rad.A <sup>-2</sup> )	(A)	(°)	(nm)
1.	311	37,283	0,9	1,5406	1,8844	5,4
2.	002	37,552	0,9	1,5406	1,5670	5,4
3.	410	42,212	0,9	1,5406	1,6875	5,1
4.	330	43,497	0,9	1,5406	1,7214	5,0
5.	411	46,460	0,9	1,5406	1,8014	4,8
	5.1					

#### 49

## 4.5. Analisa Struktur Kristal

Analisis struktur kristal dilakukan dengan memberikan masukan data berdasarkan hasil analisis Rietveld, yaitu *parameter kisi, space group, posisi atom*, dan jarak *ikatan antar atom* yang dapat diperoleh dari jari-jari masing-masing atom baik untuk fasa Tungsten Carbida (WC) maupun fasa Cobalt (Co). Dengan demikian sistem kristal baik untuk fasa Tungsten Carbida (WC) maupun fasa Cobalt (Co) dari lapisan ini dapat *diilustrasikan* seperti yang diperlihatkan pada Gambar 4.9, Gambar 4.10, Gambar 4.11, Gambar 4.12, dan Gambar 4.13 yang berturut-turut untuk kode sampel A1, A2, A3, A4, dan A5. Sedangkan jarak antar atom baik untuk fasa Tungsten Carbida (WC) maupun fasa Cobalt (Co) dari lapisan ini ditunjukkan pada Tabel 4.6, Tabel 4.7, Tabel 4.8, Tabel 4.9, dan Tabel 4.10 yang berturut-turut untuk sampel A1, A2, A3, A4, dan A5.



Gambar 4.9. Sistem kristal dari WC dan Co dengan ratio tekanan oksigen dan propana 5,13

Tabel 4.6. Ikatan	antar at	tom pada	sampel A1	dengan ratio	) tekanan	oksigen	dan
propana 5,13							

Antar atom	Jarak (Å)
W – C	1,8584
C – C	0,5495
Co1 – Co2	5,4269
Co1 – Co3	4,7499

Co1 – Co4	2,3501
Co1 – Co5	2,4514



Gambar 4.10. Sistem kristal dari WC dan Co dengan ratio tekanan oksigen dan propana 5,86

Tabel 4.7.	Ikatan	antar	atom	pada	sampel	A2	dengan	ratio	tekanan	oksigen	dan
propana 5,	86										Π.

Antar atom	Jarak (Å)
W – C	1,9929
C – C	0,1455
Co1 – Co2	4,4781
Co1 – Co3	4,9621
Co1 – Co4	3,6462
Co1 – Co5	2,6308



Gambar 4.11. Sistem kristal dari WC dan Co dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6,00

propullu 0,00	
Antar atom	Jarak (Å)
W – C	2,0228
C – C	1,1348
Co1 – Co2	4,0067
Co1 – Co3	4,4292
Co1 – Co4	2,5644
Co1 – Co5	2,3571

Tabel 4.8. Ikatan antar atom pada sampel A3 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6,00



Gambar 4.12. Sistem kristal dari WC dan Co dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6,25

Tabel 4.9. Ikatan antar atom pada sampel A4 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6,25

Antar atom	Jarak (Å)
W – C	2,0506
C – C	0,8949
Co1 – Co2	5,2197
Co1 – Co3	4,7052
Co1 – Co4	2,8216
Co1 – Co5	2,4468



Gambar 4.13. Sistem kristal dari WC dan Co dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6,67

Antar atom	Jarak (Å)
W – C	2,0117
C – C	0,2370
Co1 – Co2	4,8571
Co1 – Co3	4,3392
Co1 – Co4	3,8904
Co1 – Co5	2,5642

Tabel 4.10. Ikatan antar atom pada sampel A5 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6,67

#### 4.6. Diskusi

Gambar 4.14 menunjukkan hubungan antara fraksi massa fasa yang terkandung di dalam sampel dengan tingkat tekanan oksigen pada proses preparasi sampel. Berdasarkan hasil dari analisis Rietveld menunjukkan bahwa semakin tinggi tekanan oksigen pada saat proses preparasi sampel berakibat semakin menurunnya fasa WC, sedangkan fasa Co tampak semakin meningkat. Hal ini berarti bahwa tekanan oksigen dapat mempercepat proses pemanasan dan meningkatkan suhu pemanasan. WC memiliki titik lebur lebih tinggi dibandingkan dengan Co (titik lebur WC 2870°C [18], dan titik lebur Co1495°C [19]), sehingga dengan meningkatnya komposisi tekanan oksigen ini semakin banyak fasa Co yang segera



melebur dan berkurangnya fasa WC pada lapisan. Hal tersebut dapat dilihat dalam Gambar 4.14 berikut.

Gambar 4.14. Fraksi masa pada lapisan

Fraksi masa fasa Tungsten Carbida (WC) berkurang, sementara fraksi masa fasa Cobalt bertambah dengan bertambahnya ratio tekanan oksigen dan propane.

Secara mikroskopik, berkurangnya fraksi massa fasa WC dan meningkatnya fraksi massa Co ini ternyata memberikan dampak pada kerapatan atom pada masing-masing fasa seperti yang diperlihatkan pada Gambar 4.24.



Gambar 4.15. Kerapatan atomic pada fasa WC dan Co. Meningkatnya tekanan oksigen pada preparasi lapisan ini, kerapatan atom fasa WC semakin kecil sedangkan kerapatan atom fasa Co semakin besar.

Tampak pada Gambar 4.15 bahwa dengan meningkatnya tekanan oksigen pada preparasi lapisan ini, kerapatan atom fasa WC semakin kecil sedangkan kerapatan atom fasa Co semakin besar. Kondisi ini sangat bersesuaian dengan hukum kerapatan bahwasanya kerapatan itu berbanding lurus dengan massanya hanya saja apabila volumenya tetap atau berkurang.

Pada Gambar 4.16 ditunjukkan hasil analisis Rietveld hubungan antara volume unit sel terhadap komposisi tekanan oksigen untuk masing-masing fasa. Tampak pada Gambar 4.16 bahwa volume unit sel untuk fasa WC relatif tetap sedangkan volume unit sel untuk fasa Co semakin menurun sampai pada batas rasio/perbandingan tekanan propane dan oksigen 1 : 6, kemudian setelah tekanan oksigen terus dinaikkan ternyata volume unit sel fasa Co ini kembali meningkat. Hal ini memberikan arti bahwa pada lapisan tersebut terdapat kerapatan atom Co yang sangat tinggi pada saat volume unit sel dari atom ini paling kecil. Sehingga diduga secara mikroskopik bahwa pada komposisi perbandingan tekanan propane dan oksigen 1 : 6 ini memiliki kerapatan lapisan yang optimal. Sebagai kristal yang memiliki sifat anisotropi, sifat-sifat fisik cristal Co dipengaruhi oleh arah orientasi struktur cristal (bidang hkl) [2][20], dimana parameter kisi Co berubah **Universitas Indonesia**  dengan variaasi tekanan oksigen dan hal ini berpengaruh terhadap volume unit sel, begitu juga kerapaatan unit selnya. Dan hasil ini didukung dengan perhitungan ukuran grain/kristalit dari masing-masing fasa. Hipotesisnya adalah semakin kecil ukuran grain/kristalitnya maka semakin tinggi kerapatannya. Hal ini karena semakin kecil ukuran grain/kristalit berakibat semakin besar luas permukaan kontak antar grain tersebut sehingga berdampak meningkatnya kerapatan bahan tersebut.



Gambar 4.16. Volume unit sel pada fasa WC dan Co Volume unit sel untuk fasa WC relatif tetap sedangkan volume unit sel untuk fasa Co semakin menurun sampai pada batas rasio/perbandingan tekanan propane dan oksigen 1 : 6, kemudian setelah tekanan oksigen terus dinaikkan ternyata volume unit sel fasa Co ini kembali meningkat

Pada Gambar 4.17 diperlihatkan hubungan antara ukuran grain/kristal masingmasing fasa terhadap komposisi tekanan oksigen. Tampak bahwa ukuran grain/kristalit fasa WC relatif sama sampai pada batas rasio tekanan propane dan oksigen 6, kemudian meningkat setelah tekanan oksigen dinaikkan. Namun ukuran grain/kristalit fasa Co pada awalnya turun sampai pada batas rasio tekanan propane dan oksigen 6, kemudian meningkat pula setelah tekanan oksigen dinaikkan. Jadi pada rasio tekanan propane dan oksigen 6, memiliki ukuran



grain/kristalit baik fasa WC maupun Co yang paling kecil. Sehingga dengan demikian hasil ini sangat bersesuaian dengan hasil kerapatan atom yang diperoleh.

Gambar 4.17. Ukuran grain/kristalit pada fasa WC dan Co Ukuran grain/kristalit fasa WC relatif sama sampai pada batas rasio tekanan propane dan oksigen 1 : 6, kemudian meningkat setalah tekanan oksigen dinaikkan. Namun ukuran grain/kristalit fasa Co pada awalnya turun sampai pada batas rasio tekanan propane dan oksigen 1 : 6, kemudian meningkat pula setelah tekanan oksigen dinaikkan

Berdasarkan analisis struktur kristal bahwa berkurangnya volume unit sel ini, berasal dari mengecilnya jarak parameter kisi pada atom-atom tersebut. Pada Gambar 4.18 diperlihatkan hubungan antara parameter kisi fasa WC terhadap komposisi tekanan oksigen. Dan pada Gambar 4.18 diperlihatkan hubungan antara parameter kisi fasa Co terhadap komposisi tekanan oksigen. Pada Gambar 4.18 tampak bahwa jarak parameter kisi baik a, b, dan c tetap. Hal ini bersesuaian dengan hasil yang diperoleh pada volume unit sel WC yang tetap.



Gambar 4.18. Parameter kisi a, b, dan c pada fasa WC Tampak bahwa jarak parameter kisi baik a, b, dan c tetap untuk fasa Tungsten Carbida. Menunjukkan bahwa oksigen tidak mempengaruhi Tungsten Carbida

Sedangkan Gambar 4.19 tampak bahwa jarak parameter kisi a dan b relatif tetap, namun jarak parameter kisi c semakin berkurang dengan meningkatnya komposisi tekanan oksigen. Hal ini juga bersesuaian dengan hasil yang diperoleh pada volume unit sel Co yang menurun seiring dengan meningkatnya komposisi tekanan oksigen. Jadi berkurangnya volume unit sel pada fasa Co ini berasal dari mengecilnya jarak parameter kisi c.



Gambar 4.19. Parameter kisi a, b, dan c pada fasa Co

Jarak parameter kisi a dan b relatif tetap, namun jarak parameter kisi c semakin berkurang dengan meningkatnya komposisi tekanan oksigen. Menunjukkan bahwa oksigen mempengaruhi Cobalt

Sementara itu model ikatan carbon dalam hexagonal Tungsten Carbida dapat dilihat dalam Gambar 4.20 dan Gambar 4.21 berikut:



Gambar 4.20 Model hexagonal senyawa Tungsten Carbide (a) adalah bulk dari struktur Hexagonal, (b) adalah unit sel struktur hexagonal. Atom karbon (C) membentuk formasi hexagonal, sementara tungsten memisahkan formasi hexagonalnya atom karbon (C). C-C adalah jarak antara atom C dengan C, W-C adalah jarak antara atom W dan C.



Gambar 4.21 Sistem kristal Tungsten Carbide Dari model sistem kristal WC, W adalah Tungsten dengan bulataan yang besar, C adalah karbon dengan bulatan yang kecil.

Apabila ditinjau dari jarak antar atom, jarak atom W – C pada fasa WC relatif tetap sementara jarak atom C – C semakin jauh sampai pada batas rasio tekanan propane dan oksigen 1 : 6, kemudian semakin mendekat pada tekanan oksigen yang lebih tinggi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.22. Hal ini terjadi karena, peningkatan suhu ruang pembakaran akibat meningkatnya ratio tekanan oksigen dan propana meningkatkan jumlah Co yang meleleh, hal ini mengakibatkan atom Co terdifusi kedalam struktur kristal WC sampai dengan batas ratio tekanan propana dan oksigen optimum sebesar 1 : 6. Namun jika ratio tekanan oksigen dan propana ditambah, justru proses penambahan jarak pisah antar atom C - C pada fasa WC berhenti, bahkan mengalami penyusutan sekalipun fraksi massa fasa Cobalt terus bertambah.



Gambar 4.22 menggambarkan jarak antar atom pada kristal Tungsten Carbida

Gambar 4.22. Jarak atom W – C dan C – C pada fasa WC Jarak antar atom bahwa jarak atom W – C relatif tetap dan jarak atom C – C semakin jauh pada batas rasio tekanan propane dan oksigen 1 : 6, kemudian semakin dekat setelah tekanan oksigen dinaikkan

Sedangkan jarak antar atom Co relatif semakin dekat pada batas rasio tekanan propane dan oksigen 1 : 6, kemudian semakin jauh setelah tekanan oksigen dinaikkan seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.23. Hal itu karena: pada saat jarak antar atom C – C ini semakin jauh pada komposisi tekanan propena dan oksigen 1 : 6, kecenderungan atom Co mengisi lebih rapat yaitu dengan diperlihatkan bahwa jarak antar atom Co lebih dekat pada komposisi ini sebagaimana ditunjukkan dalam Gambar 4.23 berikut ini.

61


Gambar 4.23. Jarak antar atom Co pada fasa Co

Dari hasil analisis memberikan kesimpulan bahwa pada komposisi tekanan propena dan oksigen 1 : 6 merupakan komposisi optimum yang diperoleh untuk mendapatkan kerapatan yang maksimal pada lapisan tersebut. Dan sebagai konfirmasi akhir bahwa pada komposisi ini memiliki kerapatan yang maksimum, telah dilakukan pengukuran kekerasan (Hardness) pada lapisan ini dan diperoleh bahwa pada komposisi ini memiliki harga kekerasan yang paling tinggi yaitu sebesar 440 Hy.



### **5. KESIMPULAN**

Dari penelitian terhadap lapisan WC-Co yang dilakukan dengan metode HVOF, didapatkan kesimpulan sebagai berikut:

- Melalui analisa pola difraksi sinar-X nya, lapisan yang dibuat dengan menggunakan bubuk JK 117 atau WC-17%Co menghasilkan dua fasa utama yaitu Wolfram Carbide (WC) dan Cobalt (Co).
- 2. Variasi tekanan oksigen dalam proses pelapisan sangat berpengaruh terhadap kualitas lapisan, dimana peningkatan ratio tekanan oksigen akan mengubah fraksi masa fasa Co dan WC, ratio tekanan makin tinggi, fraksi masa fasa WC makin rendah dan fraksi masa fasa Co bertambah.
- 3. Variasi ratio tekanan oksigen dan propana mempengaruhi jarak antar atom pada fasa WC. Dimanan jarak antar atom C C optimum pada ratio tekanan oksigen dan propana 6, hal ini berakibat atom Cobalt terdifusi kedalam struktur kristal WC.
- 4. Variasi ratio tekanan oksigen dan propana menambah jumlah Co dalam komposit, hal ini mengakibatkan tingkat kekerasan lapisan perkurang.
- 5. Pada ratio tekanan propena dan oksigen 6 adalah komposisi optimum yang diperoleh untuk mendapatkan kerapatan yang maksimal, hal tersebut sesuai dengan hasil pengukuran kekerasan (Hardness) pada lapisan ini.

Secara umum dapat disimpulkan bahwa perubahan ratio tekanan oksigen dan propana pada proses pelapisan dengan menggunakan metode HVOF efektif untuk mendapatkan sifat mekanik bahan yanga lebih baik.

### DAFTAR REFERENSI

- Halldearn, Richard., Termal Tpray, High Velocity Oxy Fuel (HVOF), http://www.twi.co.uk/j32k/protected/band\_3/ksrdh002.html, 22 Januari 2008
- 2. Callister, William D. Jr., Material Science And Anginering An Introduction, Third Edition, New York, John Wiley, 1994, hal 239.
- 3. Common Thermal Spraying Processes, http://www.efunda.com/processes/surface/thermal\_sparyings.cfm, 1 Januari 2008.
- 4. Thermal Spray Process, Principle of termal sprayy, http://www.plasmacoat.co.uk/technologies.htm, 14 Februari 2008
- 5. Cullity, B.D., *Element of X-Ray Difraction*, Scond Edition, New York, Addison-Wesley, 1978, hal 399
- 6. Kittel, Charles., Introduction to Solid States Physics, Seventh Edition, New York, John Wiley & Sons, Hal 29
- N.R. Herdianita, Ong H.L., E.A. Subroto, dan B. Priadi, Pengukuran kristalinitas silika berdasarkan metode difraktometer sinar-X, 1 Mei 1999, http://www.lp.itb.ac.id/product/vol31no1/herdianita/herdianita.html. 13 Pebruari 2008
- 8. Plasma & Thermal Coatings Applied Surface Technology, Thermal Spray Process, http://www.plasmacoat.co.uk/technologies.htm, 1 Januari 2008
- 9. EDX Analysis and WDX Analysis, http://www.siliconfareast.com/edxwdx.htm, 11 Februari 2008
- 10. Scanning Elecron Microscope, Wikipedia Enciklopedi, 12 Januari 20
- Nuryadi, Ratno, Rabu, 5 April 2006, Artikel Iptek Bidang Nanoteknologi dan Material, Mikroskop dan Teknologi Nano (1), http://www.beritaiptek.com/zberita-beritaiptek-2006-04-05-Mikroskopdan-Teknologi-Nano-(1).shtml, 11 Februari 2008
- 12. Surface Engineering Forum, Hardness Testing, http://www.gordonengland.co.uk/hardness/, 5 Februari 2008
- 13. Pratapa, Suminar, Workshop Bag. 2 Analisis Difraksi, Pusat Penelitian Ilmu Bahan dan Ilmu-ilmu Dasar (IBID)
- 14. Metcalfe, AE., J, Inst. Met, 73, 591 (1947)

- 15. Calculated from ICSD using POWD.12\*\*,(1997)
- 16. Duwez Baen Private Communication (1950)
- 17. Izumi, Fujio., (1989), The World of The Integrated Rietvelt Analysis System Fat-Rietan A Message to Users of The Rigaku Version, The Rigaku Journal, Vol. 6, No. 2
- 18. ...tungsten\_carbide.htm, http://www. Micronmetals.com (1 Juni 2005)
- 19. National/encyklopedia, Swedishencyclopedia., http://www.ne.se, (Mei 2005)
- 20. Brandon, David., Kaplan, Wayne D., *Microstructural Characterization of Material*, New York, John Wiley & Sons, September 2003





### HASIL PENGUKURAN DIFRAKTOMETER SINAR-X (XRD) LAPISAN

Gambar 4.2. Pola difraksi sinar-x sampel A1 dengan ratio tekanan oksigen dan propana = 5,13



Gambar 4.3. Pola difraksi sinar-x sampel A2 dengan ratio oksigen dan propana = 5,86



Gambar 4.4. Pola difraksi sinar-x sampel A3 dengan ratio oksigen dan propana = 6,00



Gambar 4.5. Pola difraksi sinar-x sampel A4 dengan ratio oksigen dan propana opana = 6,25



Gambar 4.6. Pola difraksi sinar-x sampel A5 dengan ratio oksigen dan propana = 6,67



# POLA DIFRAKSI HASIL ANALISIS MENUNJUKKAN ADANYA PUNCAK-PUNCAK YANG BERIMPIT DENGAN PROFIL POLA DIFRAKSI FASA WC DAN CO.



Gambar 4.12. Pola difraksi sinar-X dengan ratio tekanan oksigen dan propana 5,13. WC adalah Wolfram Carbide, Co adalah Cobalt. (●) adalah puncak-puncak fasa Wolfram Carbide (WC) (■) adalah puncak-puncak fasa Cobalt (Co)



Gambar 4.13. Pola difraksi sinar-X sampel A2 dengan ratio bahan bakan 5,86 WC adalah Wolfram Carbide, Co adalah Cobalt. (●) adalah puncak-puncak fasa Wolfram Carbide (WC) (■) adalah puncak-puncak fasa Cobalt (Co)



Gambar 4.14. Pola difraksi sinar-X sampel A3 dengan ratio bahan bakar 6,00 WC adalah Wolfram Carbide, Co adalah Cobalt. (●) adalah puncak-puncak fasa Wolfram Carbide (WC) (■) adalah puncak-puncak fasa Cobalt (Co)



Gambar 4.15. Pola difraksi sinar-X sampel A4 dengan ratio bahan bakar 6,25 WC adalah Wolfram Carbide, Co adalah Cobalt. (●) adalah puncak-puncak fasa Wolfram Carbide (WC) (■) adalah puncak-puncak fasa Cobalt (Co)



Gambar 4.16. Pola difraksi sinar-X sampel A5 dengan ratio bahan bakar 6,68 WC adalah Wolfram Carbide, Co adalah Cobalt. (●) adalah puncak-puncak fasa Wolfram Carbide (WC) (■) adalah puncak-puncak fasa Cobalt (Co)



# POSISI ATOM, FAKTOR R DAN CHI HASIL REFINEMENT POLA XRD.

Unsur	Faktor		Posisi atom		Faktor R (%) dan
	Hunian				chi square (S)
		X	У	Z	
Т	ungsten Car	bida (WC) spa	ce group P-6m	12 (187)	$R_{wp} = 16,37$
W	0,99(9)	0,0000	0,0000	0,0000	$R_p = 12,30$
С	0,97(9)	0,4534(2)	-0,6427(7)	0,5000	<b>S</b> = 1,40
	Cobalt (C	Co) space grou	p P4 <sub>2</sub> /mnm (13	36)	WC
Co1	0,56(3)	0,0000	0,0000	0,0000	$R_{I} = 9,35$
Co2	0,47(2)	0,3934(5)	0,3912(3)	0,0000	$R_{\rm F} = 5,41$
Co3	0,48(3)	0,4674(2)	0,1323(3)	0,0000	Со
Co4	0,47(6)	0,7370(1)	0,0675(1)	0,0000	$R_{I} = 4,57$
Co5	0,50(1)	0,1729(4)	0,1746(6)	0,2589(2)	$R_{\rm F} = 2,60$

Kode sampel A1dengan ratio tekanan oksigen dan propana 5,13

Kode sampel A2 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 5,86

Unsur	Faktor	( P )	Faktor R (%) dan		
~	Hunian	X	у	Z	chi square (S)
Т	ungsten Car	bida (WC) spa	ce group P-6m	2 (187)	$R_{wp} = 14,41$
W	1,00	0,0000	0,0000	0,0000	$R_p = 10,52$
С	0,82(5)	0,4268(4)	-0,4769(3)	0,5000	S = 1,25
	Cobalt (C	Co) space grou	p P4 <sub>2</sub> /mnm (13	36)	WC
Co1	0,71(6)	0,0000	0,0000	0,0000	$R_{I} = 3,85$
Co2	0,83(5)	0,5888(1)	-0,1551(3)	0,0000	$R_{\rm F} = 2,56$
Co3	0,72(4)	0,4588(9)	0,2037(1)	0,0000	Со
Co4	0,14(7)	0,0873(1)	0,3138(5)	0,0000	$R_{I} = 2,34$
Co5	0,79(8)	0,1871(5)	0,1765(8)	0,2030(2)	$R_{\rm F} = 1,47$

Unsur	Faktor		Posisi atom		Faktor R (%) dan
	Hunian	X	У	Z	chi square (S)
Т	ungsten Car	bida (WC) spa	ce group P-6m	n2 (187)	$R_{wp} = 15,95$
W	0,99(1)	0,0000	0,0000	0,0000	$R_p = 12,16$
С	0,83(8)	0,4564(2)	-0,4707(4)	0,5000	S = 1,33
	Cobalt (C	Co) space grou	p P4 <sub>2</sub> /mnm (13	36)	WC
Co1	0,60(8)	0,0000	0,0000	0,0000	$R_{I} = 6,51$
Co2	0,90(6)	0,3901(1)	0,2317(6)	0,0000	$R_{\rm F} = 3,95$
Co3	0,65(4)	0,4744(8)	0,1628(4)	0,0000	Со
Co4	0,28(7)	0,7249(5)	0,0930(6)	0,0000	$R_{I} = 2,86$
Co5	0,76(8)	0,1945(1)	0,1827(9)	0,0120(5)	R <sub>F</sub> = 1,85

Kode sampel A3dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6

Kode sampel A4 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6,25

Unsur	Faktor	0	Faktor R (%) dan		
	Hunian	Х	у	Z	chi square (S)
Т	ungsten Car	bida (WC) spa	ce group P-6m	2 (187)	$R_{wp} = 16,25$
W	0,95(3)	0,0000	0,0000	0,0000	$R_p = 12,44$
С	1,00	0,5660(4)	-0,5619(1)	0,5000	S = 1,30
	Cobalt (0	Co) space grou	p P4 <sub>2</sub> /mnm (13	36)	WC
Co1	0,50	0,0000	0,0000	0,0000	$R_{I} = 5,62$
Co2	0,18(7)	0,4065(8)	0,3448(5)	0,0000	$R_{\rm F} = 3,32$
Co3	0,62(3)	0,5083(5)	0,2020(3)	0,0000	Со
Co4	0,86(7)	0,6878(7)	0,0644(5)	0,0000	$R_{I} = 4,06$
Co5	0,86(1)	0,1960(1)	0,1935(2)	0,4534(9)	$R_{\rm F} = 2,23$

Unsur	Faktor		Posisi atom					
	Hunian	Х	У	Z	chi square (S)			
ſ	Fungsten Car	bida (WC) spa	ice group P6m	2 (187)	$R_{wp} = 16,20$			
W	0,86(8)	0,0000	0,0000	0,0000	$R_p = 12,27$			
С	0,98(3)	0,5600(1)	-0,6416(1)	0,5000	S = 1,25			
	Cobalt (C	Co) space grou	p P4 <sub>2</sub> /mnm (13	36)	WC			
Co1	0,88(6)	0,0000	0,0000	0,0000	$R_{I} = 6,13$			
Co2	0,60(5)	0,4640(5)	0,1395(4)	0,0000	$R_{\rm F} = 3,49$			
Co3	0,72(5)	0,5278(9)	0,1313(5)	0,0000	Со			
Co4	0,87(3)	0,6438(4)	-0,0007(9)	0,0000	$R_{I} = 6,08$			
Co5	0,89(5)	0,1930(5)	0,1592(1)	0,2165(6)	$R_{\rm F} = 4,15$			

Kode sampel A5 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6,67

# DATA FRAKSI FASA DATA KERAPATAN ATOM DAN VOLUME UNIT SEL .

# Data fraksi massa

Ratio	Fraksi Massa (%)				
	Tungsten Carbida (WC)	Cobalt (Co)			
5,13	83.42	16.58			
5,86	80.09	19.91			
6,00	72.19	27.81			
6,25	64.08	35.92			
6,67	57.92	42.08			

# Data kerapatan atom dan volume unit sel

Ratio	atio Kerapatan atom (gr.cm <sup>-3</sup> )		Volume unit sel (A <sup>3</sup> )		
	WC	Со	WC	Со	
5,13	15.69	3.58	20.70	378.80	
5,86	15.53	4.73	20.71	349.22	
6,00	15.41	4.89	20.70	345.98	
6,25	15.05	5.44	20.71	349.81	
6,67	13.73	6.24	20.72	357.14	

# HASIL PERHITUNGAN UKURAN GRAIN FASA WC

Kode sampel A1 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 5,13

A									
No.	Bidang hkl	Sudut 20	K	Lamda	FWHM	Ukuran grain			
		(°)	(rad.A <sup>-2</sup> )	(A)	(°)	(nm)			
1.	001	31,52	0,9	1,5406	0,3765	22			
2.	100	35,77	0,9	1,5406	0,3873	22			
3.	101	48,33	0,9	1,5406	0,4196	22			
4.	110	64,09	0,9	1,5406	0,4597	20			
5.	002	65,80	0,9	1,5406	0,4641	20			
6.	111	73,18	0,9	1,5406	0,4832	20			
7.	200	75,57	0,9	1,5406	0,4894	20			
8.	102	77,17	0,9	1,5406	0,4937	20			
	1	Rata-rata u	ıkuran grain			21			

Kode sampel A2 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 5,86

No.	Bidang hkl	Sudut 20	K	Lamda	FWHM	Ukuran grain
	44	(°)	$(rad.A^{-2})$	(A)	(°)	(nm)
1.	001	31,521	0,9	1,5406	0,3422	24
2.	100	35,671	0,9	1,5406	0,3501	24
3.	101	48,331	0,9	1,5406	0,371	23
4.	110	64,079	0,9	1,5406	0,3892	24
5.	002	65,809	0,9	1,5406	0,3905	24
6.	111	73,167	0,9	1,5406	0,3934	25
7.	200	75,551	0,9	1,5406	0,3932	26
8.	102	77,164	0,9	1,5406	0,3927	26
		Rata-rata u	ıkuran grain			25

No.	Bidang hkl	Sudut 20	K	Lamda	FWHM	Ukuran grain
		(°)	$(rad.A^{-2})$	(A)	(°)	(nm)
1.	001	31,521	0,9	1,5406	0,3567	23
2.	100	35,679	0,9	1,5406	0,3645	23
3.	101	48,338	0,9	1,5406	0,3856	23
4.	110	64,095	0,9	1,5406	0,4049	23
5.	002	65,809	0,9	1,5406	0,4064	23
6.	111	73,182	0,9	1,5406	0,4109	24
7.	200	75,571	0,9	1,5406	0,4115	24
8.	102	77,169	0,9	1,5406	0,4116	25
		Rata-rata u	ıkuran grain			24

Kode sampel A3 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6,00

Kode sampel A4 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6,25

No.	Bidang hkl	Sudut 20	K	Lamda	FWHM	Ukuran grain
	0	(°)	(rad.A <sup>-2</sup> )	(A)	(°)	(nm)
1.	001	31,521	0,9	1,5406	0,2584	32
2.	100	35,669	0,9	1,5406	0,2654	31
3.	101	48,33	0,9	1,5406	0,2838	32
4.	110	64,075	0,9	1,5406	0,3	31
5.	002	65,809	0,9	1,5406	0,3012	31
6.	111	73,163	0,9	1,5406	0,3046	32
7.	200	75,546	0,9	1,5406	0,3049	32
8.	102	77,163	0,9	1,5406	0,3049	33
		Rata-rata u	ıkuran grain	<u>.</u>		32

No.	Bidang hkl	Sudut 20	K	Lamda	FWHM	Ukuran grain
		(°)	$(rad.A^{-2})$	(A)	( <sup>0</sup> )	(nm)
1.	001	31,521	0,9	1,5406	0,2508	33
2.	100	35,662	0,9	1,5406	0,256	33
3.	101	48,324	0,9	1,5406	0,2676	33
4.	110	64,239	0,9	1,5406	0,2706	35
5.	002	65,809	0,9	1,5406	0,2699	35
6.	111	73,15	0,9	1,5406	0,2628	38
7.	200	75,529	0,9	1,5406	0,2587	39
8.	102	77,159	0,9	1,5406	0,2552	40
		Rata-rata u	ıkuran grain	/		36

Kode sampel A5 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6,67

# HASIL PERHITUNGAN UKURAN GRAIN FASA Co

No.	Bidang hkl	Sudut 20	K	Lamda	FWHM	Ukuran grain
		( <sup>0</sup> )	(rad.A <sup>-2</sup> )	(A)	(°)	(nm)
1.	311	37,283	0,9	1,5406	1,8844	5
2.	002	37,552	0,9	1,5406	1,5670	5
3.	410	42,212	0,9	1,5406	1,6875	5
4.	330	43,497	0,9	1,5406	1,7214	5
5.	411	46,460	0,9	1,5406	1,8014	5
~	5					

Kode sampel A1 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 5,13

Kode sampel A2 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 5,8	86
---	----

No.	Bidang hkl	Sudut 20	K	Lamda	FWHM	Ukuran grain
	1	(°)	$(rad.A^{-2})$	(A)	( <sup>0</sup> )	(nm)
1.	311	37,954	0,9	1,5406	2,7244	3
2.	002	40,059	0,9	1,5406	2,7975	3
3.	410	42,254	0,9	1,5406	2,8756	3
4.	330	43,541	0,9	1,5406	2,9222	3
5.	411	47,038	0,9	1,5406	3,0569	3
	3					

No.	Bidang hkl	Sudut 20	K	Lamda	FWHM	Ukuran grain
		(°)	$(rad.A^{-2})$	(A)	(°)	(nm)
1.	311	37,907	0,9	1,5406	4,0048	2
2.	002	40,369	0,9	1,5406	4,1315	2
3.	410	42,163	0,9	1,5406	4,226	2
4.	330	43,333	0,9	1,5406	4,2886	2
5.	411	46,922	0,9	1,5406	4,486	2
	2					

Kode sampel A3 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6,00

Kode sampel A4 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6,25

No.	Bidang hkl	Sudut 20	K	Lamda	FWHM	Ukuran grain
		(°)	(rad.A <sup>-2</sup> )	(A)	(°)	(nm)
1.	311	38,079	0,9	1,5406	2,9551	3
2.	002	40,154	0,9	1,5406	3,0321	3
3.	410	42,411	0,9	1,5406	3,118	3
4.	330	43,702	0,9	1,5406	3,1682	3
5.	411	47,202	0,9	1,5406	3,3076	3
	3					

Kode sampel A5 dengan ratio tekanan oksigen dan propana 6,67

No.	Bidang hkl	Sudut 20	K	Lamda	FWHM	Ukuran grain
		(°)	(rad.A <sup>-2</sup> )	(A)	(°)	(nm)
1.	311	37,679	0,9	1,5406	0,6529	13
2.	002	39,524	0,9	1,5406	0,6792	12
3.	410	42,043	0,9	1,5406	0,7158	12
4.	330	43,323	0,9	1,5406	0,7348	12
5.	411	46,727	0,9	1,5406	0,7864	11
	12					