

**PENAMBAHAN PASIR BESI UNTUK PEMBUATAN BAJA
BUTIR HALUS DENGAN PEMADUAN MEKANIK DAN
PENGEROLAN PANAS**



**DIAJUKAN SEBAGAI SYARAT UNTUK MENDAPATKAN GELAR MAGISTER
ILMU MATERIAL**

Oleh:

Muhammad Ikhlasul Amal

NIM 0606000996

**PROGRAM STUDI ILMU MATERIAL
PASCA SARJANA FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS INDONESIA**

2008

LEMBAR PERSETUJUAN

Tesis ini telah disetujui oleh:

Dr. Budhy Kurniawan

Pembimbing I

Dr. Nurul Taufiqu Rochman

Pembimbing II

Dr. Azwar Manaf, M.Met

Penguji I

Prof. Dr.Ir.Johny Wahyuadi

Penguji II

Dr. Bambang Soegijono

Ketua Program Studi Ilmu Material

**PROGRAM PASCA SARJANA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS INDONESIA**

2008

KATA PENGANTAR

Tiada kata yang berhak didahulukan kecuali panjatan rasa syukur ke hadirat Allah SWT atas semua rahmat, karunia dan hidayah-Nya sehingga kami dapat melewati rangkaian proses penelitian dan akhirnya tesis ini dapat disusun. Tesis ini merupakan salah satu syarat untuk mendapatkan gelar Magister dalam Program Studi Ilmu Material, Universitas Indonesia. Kami berharap karya ini dapat memberikan sumbangsih bagi dunia pendidikan dan penelitian di Indonesia. Karya yang tidak seberapa ini juga kami harapkan dapat menjadi pemicu bagi penulis dan pembaca agar lebih giat mengasah kreatifitas dan memberikan kontribusi yang lebih banyak lagi dalam dunia pengetahuan dan pendidikan.

Hadirnya tesis ini tidak lepas dari bantuan banyak pihak, oleh karenanya kami menghaturkan rasa terima kasih yang tiada terhingga meski kami menyadari sekedar ucapan terima kasih tiada sebanding dengan pertolongan yang telah diberikan. Dari lubuk hati kami yang paling dalam, kami ingin mengucapkan terima kasih kepada:

1. Dr. Bambang Soegijono selaku ketua Program Studi Ilmu Material,
2. Dr. Nurul Taufiqu Rochman sebagai pembimbing penelitian di Puslit Fisika LIPI yang juga tak pernah lelah memberikan motivasi,
3. Dr. Budhy Kurniawan selaku pembimbing di Ilmu Material UI yang senantiasa mengayomi kami,
4. Dr. Azwar Manaf yang banyak memberikan saran dan masukan dalam penelitian ini,
5. Staf Dosen Ilmu Material yang tidak pernah lelah dan selalu terbuka dalam menjawab rasa ingin tahu kami terhadap ilmu,
6. Dr. Agus Sukarto Wismogroho, atas dukungan tiada terhingga yang memicu kami untuk senantiasa berkerja dengan penuh semangat,

7. Rekan-rekan di laboratorium nanoteknologi dan material lanjut (Wahyu, Suryadi, Alfian, Widhya, Firman, Pak Djanjani, dan lainnya) atas bantuannya yang tulus selama penelitian dan penyusunan tesis ini.
8. Rekan Angkatan 2006 Ilmu Material UI,
9. Staf sekretariat program studi Ilmu Material UI.

Secara khusus kami juga mengucapkan terima kasih atas dukungan sepenuh hati dari orang tua dan keluarga kami tercinta dan juga bagi nama-nama yang tidak dapat disebutkan satu persatu, Allah jua-lah yang akan memberikan sebaik-baik balasan.

Tak ada gading yang tak retak, tak lupa kami ingin memohon kepada para pembaca untuk sudi memberikan sumbangan kritik, ide, dan saran atas karya yang masih banyak kekurangannya ini.

Jakarta, Juli 2008

M. Ikhlasul Amal

Penulis

ABSTRAK

Penghancuran dan pepaduan mekanik (Mechanical Milling and Alloying, MM/MA) merupakan salah satu teknik yang mudah untuk menghaluskan ukuran butir hingga mencapai skala nano. Telah diketahui pula bahwa dispersi partikel oksida yang halus memiliki peranan yang penting untuk menjaga struktur butir baja tetap halus dengan efek mempertahankan batas butir. Dalam studi ini, pasir besi sebagai sumber oksida besi ditambahkan pada matriks Fe untuk menghasilkan baja berstruktur halus melalui metode pepaduan mekanik dan metalurgi bubuk. Kandungan oksigen disimpulkan tidak mempengaruhi derajat penghalusan partikel selama proses pepaduan mekanik. Hingga 100 jam pepaduan mekanik didapatkan ukuran kristalit dengan variasi kandungan oksigen berkisar pada 20 nm dan kekerasan Vickers mencapai 1.30 GPa. Proses konsolidasi dilakukan dengan metode pengerolan panas pada temperatur rendah 550°C. Pada penelitian ini, tidak berhasil dipertahankan variasi kandungan oksigen pada bulk material hasil proses konsolidasi. Diyakini telah terjadi kontaminasi oksigen selama pengerolan panas sehingga terjadi peningkatan kandungan oksigen dan pengkasaran. Namun bulk material ini memiliki kekerasan Vickers yang cukup baik dengan nilai sekitar 2~3 Gpa.

Kata Kunci: Baja struktur halus, Pepaduan Mekanik, Metalurgi Bubuk, Fe-Fe₃O₄

ABSTRACT

Mechanical milling and alloying (MM/MA) has been known as an easy refinement method to obtain nano-structured material. It is also known that very fine iron oxide particles play an important role to keep the grain size fine through the effect of grain boundary pinning. In this study, iron sand as source of iron oxide has been added into Fe matrix to achieve ultra fine grained steel by mechanical alloying and powder metallurgy. It is concluded that oxygen content has no effect to particle refinement degree during mechanical alloying process. After 100 hours mechanical alloying, we obtained crystallite size for all oxygen-varied specimens were about 20 nm and Vickers hardness reached 1.30 GPa. Subsequent consolidation process was carried out by hot rolling at low temperature 550°C. In this research, we were unable to retain oxygen content variation in bulk material obtained by consolidation process. It was due to excessive oxygen contamination during hot rolling gave oxygen content increasing and coarsening. However, these bulk materials have considerably good Vickers hardness, which was around 2~3 GPa

Keywords: Ultrafine grained steel, Mechanical Alloying, Powder Metallurgy, Fe-Fe₃O₄

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR	i
DAFTAR ISI.....	iii
DAFTAR GAMBAR	v
DAFTAR TABEL.....	ix
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Ruang lingkup Penelitian	6
1.3 Tujuan Penelitian	7
BAB II SINTESA DAN KARAKTERISASI BAJA BERSTRUKTUR HALUS	
2.1 Pemaduan Mekanik (<i>Mechanical Alloying</i> , MA)	8
2.1.1 Planetary Ball Mill (PBM)	11
2.1.2 Parameter proses milling.....	12
2.2 Metalurgi Bubuk (<i>Powder Metallurgy</i> , PM).....	16
2.3 Penguatan Dengan Pendispersian Oksida (<i>Oxide Dispersion Strengthening</i> , ODS)	19
2.4 Karakterisasi.....	23
2.4.1 Penentuan ukuran kristalit menggunakan teknik XRD	23
2.4.2 Analisa termal	26
2.4.2 Analisa mikrostruktur.....	27

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan	29
3.2 Peralatan.....	29
3.3 Langkah Kerja Penelitian.....	33

BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisa Bahan Pasir Besi	35
4.1.1 Hasil pengujian XRF.....	35
4.1.2 Hasil pengujian XRD	36
4.2 Karakteristik Bubuk Hasil MA	37
4.2.1 Analisa difraksi sinar X.....	37
4.2.2 Evolusi struktur selama proses mechanical alloying.....	41
4.2.3 Sifat mekanik bubuk hasil milling	45
4.2.4 Analisa termal	46
4.3 Karakteristik Baja Hasil Konsolidasi	47
4.3.1 Perubahan mikrostruktur.....	48
4.3.2 Analisa hasil <i>Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i> (EDX)	53
4.3.3 Sifat mekanik material	56

BAB V KESIMPULAN.....	57
-----------------------	----

DAFTAR ACUAN	58
--------------------	----

LAMPIRAN.....	61
---------------	----

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1	Hubungan antara kekerasan Vickers dan ukuran kristal besi.....	3
Gambar 1.2	Peningkatan kekuatan pada nanobaja yang diperoleh dengan pengrollan pada suhu relatif rendah sekitar 500° C dengan variasi konsentrasi atom karbon.....	3
Gambar 1.3	Mikrostruktur baja konvensional dan nano-baja dari hasil penelitian dewasa ini.....	4
Gambar 1.4	Beberapa jenis ball mill: planetary ball mill, high energy ball mill yang keduanya merupakan buatan Lab Nanoteknologi dan Material Lanjut, Pusat Penelitian Fisika, LIPI dan high energy ball mill SPEX.....	5
Gambar 2.1	Proses penjebakan kenaikan volume bubuk antara dua bola dalam muatan bola dan bubuk yang teragitasi secara acak. (a-c) Penjebakan dan pepadatan partikel, d) aglomerasi dan e) pelepasan aglomerat dengan energi elastik.....	10
Gambar 2.2	Skema pergerakan bola milling di dalam vial PBM.....	12
Gambar 2.3	Ilustrasi proses penyinteran (penggabungan) partikel-partikel yang akan menimbulkan voids (kekosongan). Efek ukuran partikel (a) besar dan (b) kecil pada proses penyinteran.....	17
Gambar 2.4	Citra TEM dari material bulk besi dengan ukuran butir 0.2 µm. Konsolidasi pada 923K menggunakan bubuk besi hasil milling. (a) citra medan terang (b) medan gelap.....	21

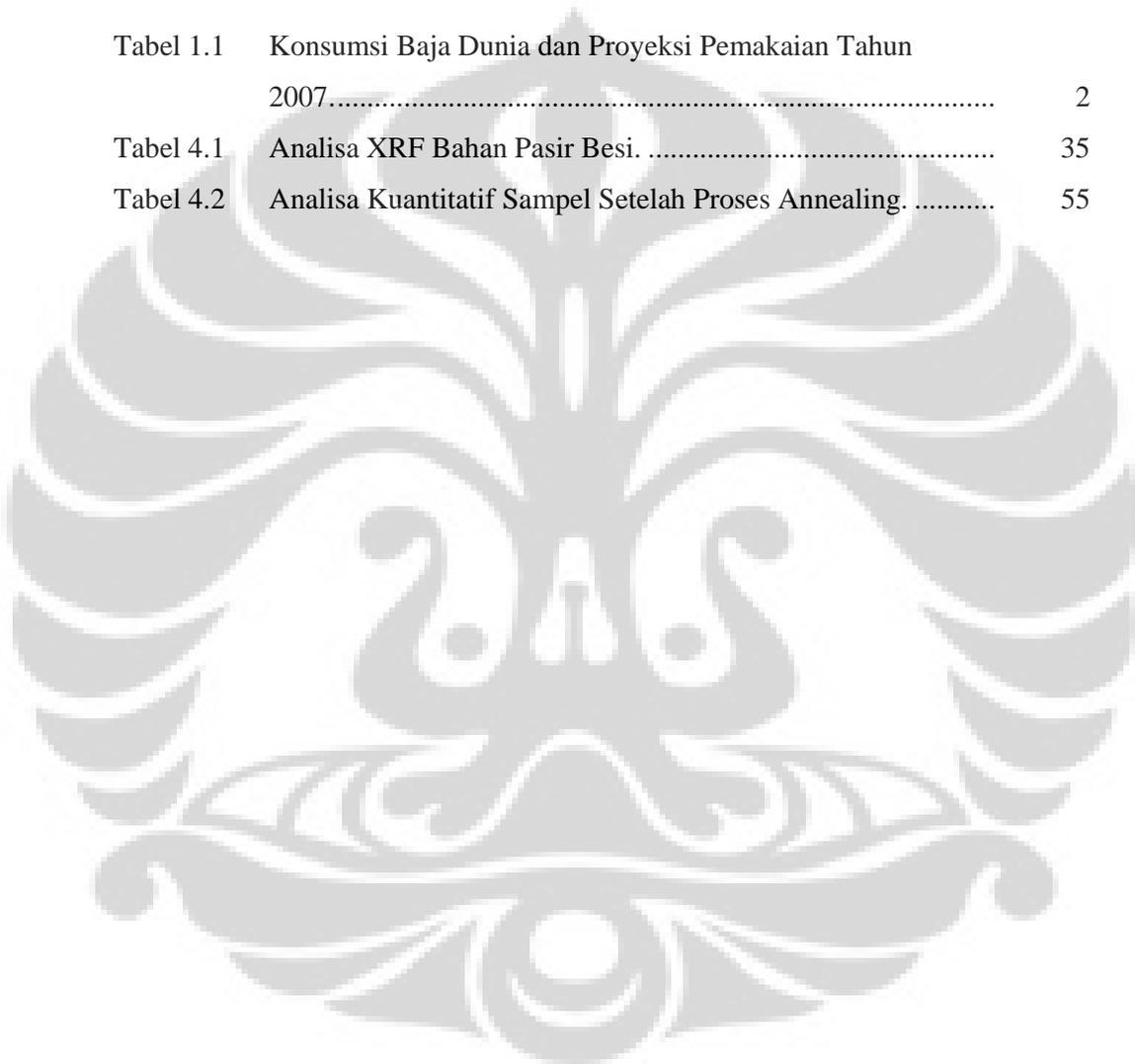
Gambar 2.5	Ilustrasi mekanisme pemaduan secara skematik dari campuran bubuk Fe-C yang di-ball mill.	22
Gambar 2.6	Kondisi optimal untuk mendapatkan material bulk dengan butir halus dari bubuk besi yang dihancurkan secara mekanik.....	23
Gambar 2.7	Lebar puncak XRD: (a) ideal, (b) Efek instrumen, (c) superimposisi efek instrumen dan ukuran kristalin, (d) kombinasi efek instrumen, ukuran kristalin dan regangan kisi	24
Gambar 2.8	Kurva $\sin \theta$ vs $Br \cos \theta$, menunjukkan perpotongan ($k\lambda/L$) dan gradien (η) dapat digunakan untuk menghitung ukuran kristalit (L) dan regangan kisi (η).	26
Gambar 3.1	Separator magnetik	29
Gambar 3.2	Diskmill.....	29
Gambar 3.3	Planetary Ball Mill (PBM 4A), jar dan bola bola milling	30
Gambar 3.4	Alat kompaksi yang digunakan dalam penelitian beserta cetakan untuk bahan yang dikompaksi.	31
Gambar 3.5	Digital Microhardness Tester.....	33
Gambar 3.6	Langkah kerja eksperimen secara skematik.....	34
Gambar 4.1	Kurva analisa XRD bahan pasir besi yang digunakan.....	36
Gambar 4.2	Pola difraksi sinar X sampel Fe0.2%O dengan perubahan waktu milling.....	37
Gambar 4.3	Pola difraksi sinar X sampel Fe0.6%O dengan perubahan waktu milling.....	38
Gambar 4.4	Pola difraksi sinar X sampel Fe1.4%O dengan perubahan waktu milling.....	38
Gambar 4.5	Pola difraksi sinar X campuran bubuk Fe0.2%O, Fe0.6%O dan Fe-1.4%O yang telah di-MA setelah 100 jam.....	39
Gambar 4.6	Perubahan ukuran butir kristal pada campuran bubuk besi-pasir besi dengan perubahan waktu MA.	40

Gambar 4.7	Citra SEM bubuk hasil milling selama 10 jam dengan perbesaran 5000x: (a) Fe0.2%O, (b)Fe0.6%O dan (c) Fe1.4%O	42
Gambar 4.8	Citra SEM bubuk hasil milling selama 40 jam dengan perbesaran 5000x: (a) Fe0.2%O, (b)Fe0.6%O dan (c) Fe1.4%O.	43
Gambar 4.9	Citra SEM bubuk hasil milling setelah 100 jam dengan perbesaran 5000x: (a) Fe0.2%O, (b)Fe0.6%O dan (c) Fe1.4%O.	44
Gambar 4.10	Peningkatan kekerasan Vickers terhadap penambahan oksigen pada sistem Fe-O yang terbuat dari pasir besi dan telah di-MA selama 100 jam.	45
Gambar 4.11	Citra SEM penampang lintang bubuk hasil milling setelah 100 jam dengan perbesaran 5000x: (a) Fe0.2%O, (b)Fe0.4%O dan (c) Fe0.6%O.	46
Gambar 4.12	Kurva DTA bubuk Fe-1.4%O dan Fe-0.8C hasil MA 100 jam.....	47
Gambar 4.13	Baja hasil pengerolan dengan kapsul stainless steel. Bagian bawah merupakan penampang setelah dipotong.	48
Gambar 4.14	Foto mikroskop optik sistem (a) Fe-0.2%O, (b) Fe-0.4%O, Fe-0.6%O dan (d) Fe-1.4%O setelah pengrolan pada suhu 550°C. Panah menunjukkan arah pengrolan.....	48
Gambar 4.15	Citra SEM sistem (a) Fe-0.2%O, (b) Fe-0.4%O, Fe-0.6%O dan (d) Fe-1.4%O setelah 20 menit annil pada temperatur 600°C.	50
Gambar 4.16	Citra SEM sistem (a) Fe-0.2%O, (b) Fe-0.4%O, Fe-0.6%O dan (d) Fe-1.4%O setelah 60 menit annil pada temperatur 600°C.	50

Gambar 4.17	Citra SEM sistem Fe-1.4%O setelah perlakuan panas (annil) pada temperatur 600°C selama (a)20 menit (b)40 menit dan (d)60 menit.	51
Gambar 4.18	Citra SEM sistem Fe-1.4%O setelah perlakuan panas (annil) selama 60 menit pada temperatur (a)600 °C (b)700 °C dan (d)800 °C.....	52
Gambar 4.19	Analisa kuantitatif EDX terhadap area/fasa pada permukaan spesimen setelah proses perlakuan panas pada temperatur 600°C selama waktu 20 dan 60 menit.....	53
Gambar 4.20	Kandungan O sampel Fe-1.4%O setelah diannil pada variasi suhu.....	54
Gambar 4.21	Kandungan O sampel Fe-1.4%O setelah diannil pada variasi waktu.....	54
Gambar 4.21	Kekerasan Vickers dari spesimen sinter baja setelah perlakuan panas.....	56

DAFTAR TABEL

Tabel 1.1	Konsumsi Baja Dunia dan Proyeksi Pemakaian Tahun 2007.....	2
Tabel 4.1	Analisa XRF Bahan Pasir Besi.	35
Tabel 4.2	Analisa Kuantitatif Sampel Setelah Proses Annealing.	55



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 LATAR BELAKANG

Besi dan baja mendominasi 95% dari seluruh produk industri logam dan menjadi tulang punggung bagi pengembangan industri suatu bangsa. Negara-negara maju berusaha menguasai teknologi produksi dan pengolahan baja secara besar-besaran untuk memenangi segmen pasar industri baik di dalam dan di luar negaranya. Berdasarkan laporan dari International Iron and Steel Institute (IISI) [1], produksi baja dunia meningkat dari 1.028,8 juta ton dalam tahun 2005 menjadi 1.120,7 juta ton pada tahun 2006. Peningkatan ini diproyeksi akan terjadi dari tahun ke tahun seiring dengan peningkatan konsumsi baja dunia (lihat Tabel 1.1). Pada tahun 2006 terjadi peningkatan 8,9% dari tahun sebelumnya. Peningkatan konsumsi baja di masing-masing negara mengindikasikan bahwa proses pembangunan dan pengembangan industri baja masih terus berlangsung.

Akhir-akhir ini, terjadi krisis kelangkaan bahan baku baja di dunia. Cina dengan jumlah konsumsi lebih dari sepertiga jumlah total konsumsi dunia meningkatkan kebutuhannya mencapai 14,4%, yaitu 327 juta ton pada tahun 2005 dan 374 juta ton tahun 2006. Peningkatan jumlah ini cukup besar (47 juta ton) melebihi pasokan baja beberapa negara-negara di dunia. Oleh karena itu penelitian dalam meningkatkan efisiensi penggunaan baja masih terus dilakukan sebagai bagian pemecahan masalah yang telah dipaparkan diatas.

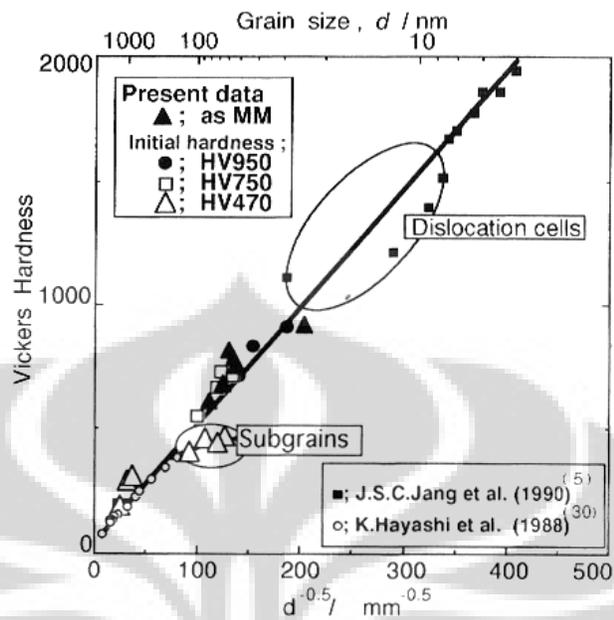
Banyak penelitian telah melaporkan bahwa sifat-sifat mekanik baja dapat ditingkatkan dengan penghalusan butiran kristalnya melalui *thermal refining* (perlakuan panas) dan penambahan unsur paduan. Namun cara tersebut hanya dapat menghasilkan butiran kristal sampai ukuran 10-15 μm . Selain itu, penambahan unsur paduan akan menimbulkan permasalahan lingkungan karena sulitnya proses daur ulang [2] dan membutuhkan biaya yang mahal.

Tabel 1.1 Konsumsi Baja Dunia dan Proyeksi Pemakaian Tahun 2007

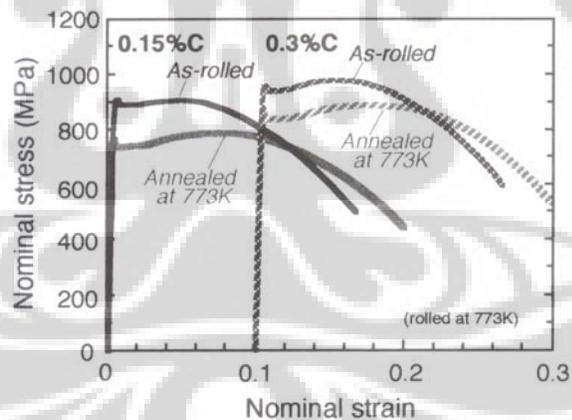
Wilayah	2005	2006e	2007f	05-06	06-07
	Milyar metrik baja			% perubahan per tahun	
Uni Eropa (15)	139.4	150.0	147.7	7.6	-1.5
Uni Eropa (25)	158.8	171.5	169.6	8.0	-1.1
Eropa Lainnya	29.3	32.1	34.0	9.5	6.0
CIS	43.5	46.5	50.9	7.0	9.4
NAFTA	139.7	151.8	150.8	8.7	-0.7
Amerika Selatan	32.3	36.0	38.6	11.6	7.1
Afrika	22.4	24.6	25.7	10.0	4.4
Timur Tengah	34.0	37.3	40.6	9.6	8.9
Jepang	78.0	78.6	80.8	0.8	2.8
India	38.1	41.9	45.7	10.0	9.1
Asia Lainnya (Kecuali Cina)	117.8	118.5	121.8	0.6	2.8
Australia + Selandia Baru	7.9	7.8	7.9	-1.6	1.3
Dunia (Kecuali Cina)	701.8	746.7	766.4	6.4	2.6
Cina	327.0	374.0	413.0	14.4	10.4
Dunia	1028.8	1120.7	1179.4	8.9	5.2

Sumber: *International Iron and Steel Institute (IISI)*

Dewasa ini, pengembangan baja berstruktur sangat halus (dengan ukuran butir di bawah 1 μm) banyak dilakukan guna mendapatkan sifat-sifat baja yang optimal di samping alasan konservasi energi. Gambar 1 menunjukkan hubungan antara kekerasan dan ukuran kristal dari berbagai baja yang diperoleh dengan berbagai metode[3]. Dari gambar tersebut diketahui bahwa penurunan ukuran kristal dapat menaikkan kekerasannya secara linier. Sementara itu, A. Ohmori dkk telah mengembangkan baja berstruktur nano dengan pengerolan pada suhu relatif rendah sekitar 500°C dengan variasi konsentrasi karbon[4]. Hasilnya seperti ditunjukkan pada Gambar 2, dimana diperoleh baja dengan kekuatan mencapai 900 MPa dengan regangan lebih dari 20%.



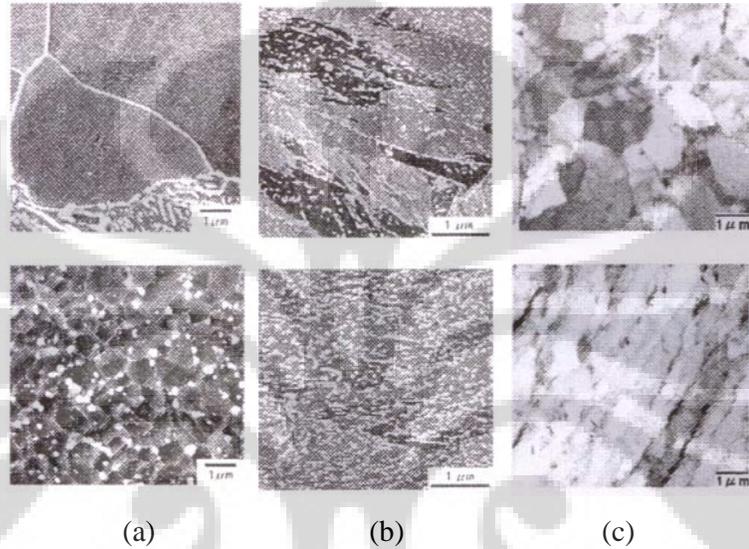
Gambar 1.1. Hubungan antara kekerasan Vickers dan ukuran kristal besi. Data merupakan kumpulan dari hasil riset pada nanobaja[4-6].



Gambar 1.2. Peningkatan kekuatan pada nanobaja yang diperoleh dengan pengerolan pada suhu relatif rendah sekitar 500° C dengan variasi konsentrasi atom karbon [7].

Di lain sisi, Y. Hagiwara dkk telah berhasil mengembangkan baja dengan komposisi sederhana (0.15% C-Si-Mn) berstruktur sub-mikron (500 nm) yang memiliki kekuatan (800 MPa) (lihat Gambar 3a) dan umur pakai dua kali lebih lama dengan menggunakan teknik *special thermal refining* [5]. Teknik lain yang juga telah dikembangkan adalah rekayasa *aus-form*, dimana baja mengalami

pengerjaan panas pada suhu 800°C sehingga ketebalannya menyusut menjadi 50% dan ini diteruskan dengan *tempering* pada suhu 540°C. Dengan metoda ini dapat diperoleh baja berstruktur nano dengan kekuatan yang sangat besar (1500 Mpa) (Gambar 3b)[6]. Baja jenis ini dapat diaplikasikan untuk mur-baut berkekuatan tinggi dan suku cadang mobil yang dapat mengurangi berat 30% dan menaikkan efisiensi sekitar 20%[5].



Gambar 1.3 Mikrostruktur baja konvensional (atas) dan nano-baja dari hasil penelitian dewasa ini (bawah). (a) teknik *special thermal refining* (b) rekayasa *aus-form* dan (c) *quenching-tempering* [7-9].

Teknik rekayasa struktur martensit juga dilakukan dengan mengkombinasikan proses perlakuan panas (*quenching-tempering*) dan penambahan unsur paduan Mo, sehingga nano-baja yang berkekuatan 1800 Mpa dapat dihasilkan. Nano-baja tersebut, disamping memiliki kekuatan yang tangguh (Gambar 3c), juga memiliki keistimewaan karena tahan terhadap korosi bahkan pada larutan yang mengandung ion Cl sekalipun, seperti air laut dan lain sebagainya[7].

Selain teknik di atas, akhir-akhir ini dikembangkan juga metoda solidifikasi cepat dari skrap baja yang mengandung unsur fosfor (P) [8-9]. Fosfor adalah unsur yang selalu muncul pada proses daur ulang baja. Jumlah konsentrasi fosfor yang berlebihan pada baja dapat menyebabkan penurunan keuletan dan sifat mampu lasnya. Dengan pengontrolan struktur mikro melalui solidifikasi cepat, penambahan fosfor dapat menghaluskan butiran kristal baja hingga

berukuran nanometer. Selain itu, kekuatan dan elongasi baja akan meningkat seiring dengan penambahan konsentrasi fosfor. Dengan demikian nano-baja dapat dipergunakan secara luas untuk aplikasi bahan struktur. Namun demikian, teknik yang diterangkan diatas memerlukan peralatan dan sarana yang canggih serta mahal sehingga masih sulit diaplikasikan di Indonesia dewasa ini.

Pemaduan secara mekanik (MA: *mechanical alloying*) dengan ball mill diketahui sebagai teknik baru yang sederhana untuk mendapatkan campuran bubuk yang sangat halus sampai ukuran nanometer. Teknik ini menggunakan energi benturan yang besar dari bola-bola penghacur. Gambar 6 menunjukkan beberapa jenis ball mill yang digunakan untuk penghancuran sampai level nanometer. Dengan metoda MA, paduan atau unsur-unsur kimia yang kompleks dapat dibuat dengan partikel yang sangat halus.



Gambar 1.4 Beberapa jenis ball mill: planetary ball mill (kiri), high energy ball mill (tengah) yang keduanya merupakan buatan Lab Nanoteknologi dan Material Lanjut, Pusat Penelitian Fisika, LIPI dan *high energy ball mill* SPEX (kanan)[14-15].

Sementara itu, metalurgi bubuk (PM: *powder metallurgy*) merupakan metode untuk mendapatkan produk dengan melakukan *sintering* (bakar) pada bubuk atau campuran bubuk di bawah titik lelehnya. Kelebihan dari proses ini ialah: 1) cocok untuk bahan bersuhu tinggi, 2) keseragaman komposisi, 3) produk berpresisi tinggi, 4) memungkinkan untuk bentuk yang rumit dengan hasil *near-netshape* (mendekati bentuk final), 5) bahan dengan kejenuhan melebihi titik kritis solidifikasi. 6) mudah melakukan produksi secara besar-besaran sehingga biaya produksi menjadi murah dan lain sebagainya. Oleh karena itu, teknik metalurgi

bubuk banyak diaplikasikan di berbagai bidang untuk pembuatan komponen-komponen mesin industri, otomotif dan lain sebagainya, dimana dibutuhkan material dengan performansi tinggi dan ketahanan aus yang tinggi pula.

Namun demikian, permasalahan utama pada teknik metalurgi bubuk adalah 1) besar partikel bubuk yang akan disinter sangat mempengaruhi terbentuknya kekosongan (*voids*) dan sifat mampu sinter, 2) bahan baku paduan untuk memperkuat sifat-sifatnya masih sukar didapat dan mahal harganya (misal: W, Mo, Ti dll), 3) akan menimbulkan masalah saat daur ulang karena skrap sudah tercampur unsur paduan.

Jika bubuk yang telah di-MA dijadikan bahan baku metalurgi bubuk, maka produk sinter yang diperoleh akan memiliki sifat-sifat mekanik dan performansi yang tinggi [10-12]. Selain itu bahan bakunya dapat menggunakan paduan yang sederhana sehingga ramah lingkungan [13-14]. Salah satu aplikasinya adalah dalam pembuatan baja berkekuatan tinggi dengan struktur butir halus dan mengandung partikel oksida terdispersi yang terdistribusi secara homogen dalam matriks [15]. Salah satu partikel oksida yang dimanfaatkan sebagai fasa terdispersi adalah Fe_3O_4 , sehingga paduan baja ini seringkali disebut juga sistem paduan baja Fe-O.

Untuk mendapat nanobaja dari nanopartikel paduan Fe dan bahan pasir besi, perlu dilakukan proses penyinteran dengan kondisi tertentu, dimana perlu pengaturan suhu yang optimal sehingga proses sintering berjalan tanpa terjadi proses pengkasaran kristalnya. Desain dan optimasi proses pembuatan nanobaja masih menjadi isu yang hangat dewasa ini.

1.2 RUANG LINGKUP PENELITIAN

Baja dengan teknik pemrosesan yang sederhana dengan kualitas yang tinggi masih menjadi tema penelitian di dunia. Untuk itu penelitian ini akan mengkaji secara mendasar pembuatan baja berstruktur halus dengan cara yang relatif sederhana, dengan ruang lingkup:

1. Komponen oksida utama yang dijadikan fokus penelitian adalah besi oksida (Fe_3O_4) dalam bentuk sumber alaminya, pasir besi. Komponen

oksida lain dalam pasir besi berjumlah sangat sedikit dibandingkan dengan besi oksida.

2. Untuk pembuatan bubuk berstruktur nano sebagai bahan awal proses konsolidasi digunakan planetary ball mill buatan Pusat Penelitian Fisika LIPI.
3. Teknik konsolidasi yang digunakan adalah *rolling* sederhana dengan temperatur konsolidasi yang relatif rendah, 550°C. Karakterisasi yang dilakukan dalam penelitian adalah XRF, XRD, SEM, dan pengujian sifat mekanik.

1.3 TUJUAN PENELITIAN

Adapun tujuan umum dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mendapatkan bubuk halus dengan skala nanometer sebagai bahan metalurgi bubuk pembuatan baja dengan oksida yang terdispersi.
2. Mempelajari mekanisme penghalusan partikel dengan cara mekanik menggunakan *planetary ball mill*.
3. Melakukan studi mendasar terhadap material bulk hasil proses konsolidasi untuk mendapatkan sistem baja berstruktur halus dengan performansi yang baik.

BAB II

SINTESA DAN KARAKTERISASI BAJA BERSTRUKTUR HALUS

Pembuatan material logam dengan mikrostruktur butir yang halus (*ultra fine-grained microstructure*) telah menjadi subyek penelitian yang menarik terutama bagi peneliti di bidang metalurgi dan material. Material ini dipercaya memiliki kombinasi yang menguntungkan dari sifat-sifat mekanik seperti, kekuatan tinggi pada suhu ruang dan mampu-kerja yang meningkat selama pengerjaan panas. Beberapa metode telah dikembangkan untuk memproduksi material dengan ukuran butir sub-mikron, termasuk diantaranya solidifikasi cepat, kondensasi uap, deformasi plastik hebat, metalurgi bubuk, dan sebagainya. Metalurgi bubuk memiliki keuntungan dibandingkan metode lainnya. Diantaranya adalah memungkinkan untuk menghasilkan distorsi maksimum pada bubuk logam dan deformasi hebat sehingga memungkinkan terjadinya modifikasi ukuran, selain itu dapat diterapkan pada beragam jenis material. Aplikasinya yang luas memungkinkan untuk diterapkan pada paduan khusus yang sulit dibuat menggunakan proses lainnya. Pemrosesan terbagi atas pepaduan mekanik diikuti dengan proses konsolidasi plastis. Berikut akan dipaparkan lebih lanjut mengenai aplikasi metalurgi bubuk pada pembuatan baja berstruktur halus.

2.1 PEMADUAN MEKANIK (*MECHANICAL ALLOYING, MA*)

Pepaduan mekanik (*Mechanical Alloying, MA*) adalah sebuah teknik larutan padat untuk mensintesa fase tidak setimbang seperti amorf, senyawa metastabil larutan lewat jenuh. Akhir-akhir ini, MA telah digunakan untuk memproduksi nanomaterial kristalin, yang memiliki struktur atom yg unik dan memberikan aplikasi teknologi yang menjanjikan. Penggunaan teknik ini memungkinkan terciptanya material baru, yang memiliki keunggulan sifat dan karakteristik untuk berbagai aplikasi.

Penggunaan MA banyak dilakukan karena dapat:

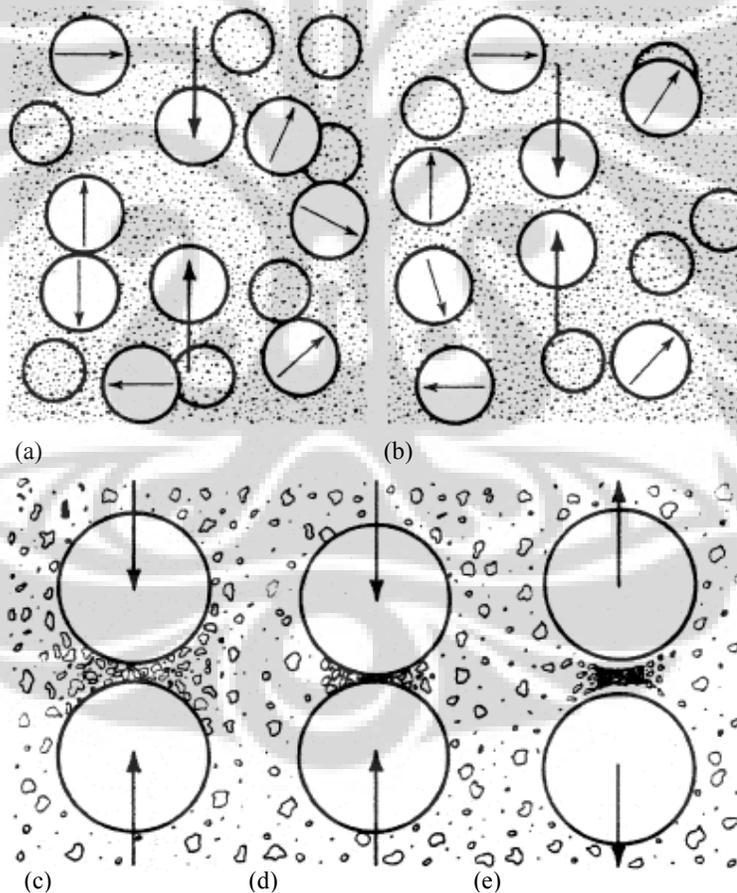
1. Menghaluskan dan atau menumbuhkan ukuran partikel,
2. Mengubah bentuk lapisan,
3. Aglomerasi,
4. Pemaduan pada keadaan padat,
5. Memodifikasi, mengubah, atau merubah sifat material (densitas, sifat mudah mengalir, atau *work hardening*), dan
6. Memadukan atau mencampurkan dua atau lebih material.

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

Selama proses milling terjadi terdapat empat tipe gaya yang terjadi pada material yaitu tumbukan (*impact*), atrisi (*attrition*), gesekan (*shear*), dan kompresi (*compression*). Tumbukan berarti benturan instan dari dua obyek yang saling bergerak atau salah satunya dalam keadaan diam. Atrisi adalah gesekan yang menghasilkan serpihan, tipe penghancuran ini biasanya terjadi pada bahan yang rapuh dan biasanya dikombinasikan dengan gaya lain. Gesekan berkontribusi pada peretakan atau pemecahan partikel menjadi pecahan partikel individu dengan penghalusan minimum. Kompresi adalah aplikasi perlahan dari gaya tekan pada bagian partikel (penghancur atau peremasan bahan tertentu). Tipe penghalusan ini biasanya dihubungkan dengan penghancur penjepit/rahang (*jaw crusher*) dan penghancuran aglomerasi yang besar dan keras atau bahan yang tidak liat.

Gambar 2.1 memperlihatkan proses pengebakan sejumlah volume bubuk dalam dua bola dengan gaya agitasi acak, dengan mengasumsikan tidak ada rotasi atau gerakan kebalikan dari permukaan kurva. Jumlah bubuk yang terjebak dan ukuran dari volume terjebak tergantung pada banyak faktor, termasuk ukuran partikel, rapat massa, keberadaan cairan dan konsentrasinya, viskositas,

permukaan kasar dari bola, dan kecepatan bola. Jika gaya tumbukan cukup, volume bubuk yang terkompresi membentuk aglomerasi atau pelet yang kemudian dilepaskan ketika energi elastis mendesak bola terpisah. Jika ikatan oleh penyatuan atau adesi terjadi antara permukaan partikel yang bertemu dan gaya ikatan cukup, aglomerasi tidak akan terpecah. Hampir serupa, partikel mungkin terikat pada permukaan bola dan mungkin melapisi bola dengan bubuk. Seperti telah dijelaskan di atas, dengan proses seperti ini MA mampu menyajikan sebuah proses tidak setimbang (*non-equilibrium*) untuk memproduksi bahan metastabil seperti amorf, larutan padat super jenuh dan bubuk ultra dengan ukuran nanometer.



Gambar 2.1 Proses penjebakan kenaikan volume bubuk antara dua bola dalam muatan bola dan bubuk yang teragitasi secara acak. (a-c) Penjebakan dan pepadatan partikel, d) aglomerasi dan e) pelepasan aglomerat dengan energi elastik. [16]

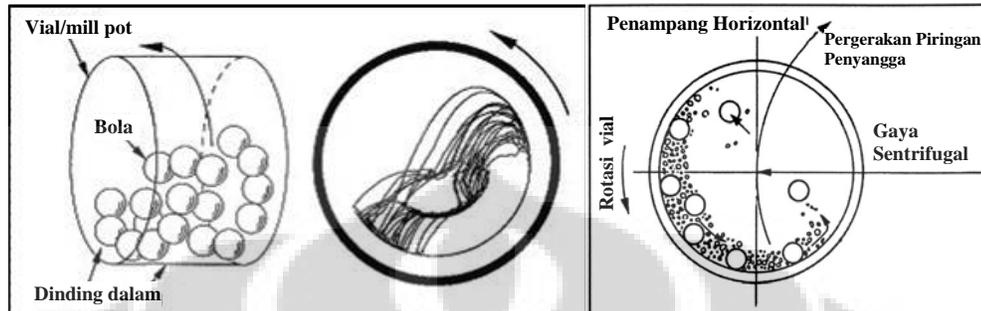
Pada MA bubuk besi dan besi oksida, dapat dihasilkan sistem komposit Fe-O, dimana partikel besi oksida terdispersi dalam kristal Fe. Oleh karena itu, jika bubuk besi dan partikel oksida di-MA dan dilanjutkan dengan proses penyinteran melalui PM, maka dapat diprediksi bahwa sistem paduan baja baru Fe-O berstruktur nano (dimana oksida (Fe_3O_4) yang sangat halus terdistribusi ke dalam butiran matriks αFe yang halus pula) yang memiliki kekerasan, kekuatan dan ketahanan aus yang tinggi dapat diperoleh.

2.1.1 *Planetary Ball Mill (PBM)*

Berbagai macam tipe instrumen milling berenergi tinggi telah tersedia secara komersial untuk membuat bubuk paduan mekanik. Satu sama lain berbeda dalam desain, kapasitas, efisiensi milling, dan adanya fitur tambahan seperti pendingin, pemanas, dan lainnya. Pada penelitian ini digunakan instrumen milling tipe *Planetary Ball Mill* (PBM) buatan Pusat Penelitian Fisika, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia. Seperti namanya, PBM memiliki pergerakan revolusi seperti planet pada vialnya. Hal ini dilakukan di atas piringan penyangga yang berputar pada sumbunya sendiri akibat mekanisme pergerakan khusus. Gaya sentrifugal yang dihasilkan oleh vial yang berputar pada sumbunya, dan gaya yang dihasilkan oleh piringan penyangga mempengaruhi isi di dalam vial, yaitu bubuk dan bola penghancur. Vial dan piringan penyangga berotasi dengan arah yang berbeda sehingga gaya sentrifugal secara alternatif terjadi pada arah yang sama dan berlawanan. Hal ini menyebabkan bola milling bergerak pada dinding dalam vial dengan efek gesek, diikuti dengan material yang dihancurkan. Kemudian bola milling terangkat dan bergerak bebas pada rongga dalam vial dan berbenturan dengan dinding vial yang berlawanan menghasilkan efek dampak. Di antara bola milling pun dapat saling berbenturan sehingga dapat meningkatkan efek dampak dengan signifikan. Gambar 2.2 mengilustrasikan pergerakan bola di dalam vial PBM.

Bola penghancur di dalam PBM menghasilkan energi dampak yang lebih tinggi dibandingkan dari gravitasi biasa atau instrumen *centrifugal mills*. Energi dampak yang didapatkan tergantung dengan kecepatan PBM dapat mencapai 20 kali dari percepatan bumi. Ketika kecepatan perputaran berkurang, bola

penghancur kehilangan energi impak, dan ketika energi sangat rendah maka tidak ada penghalusan terjadi; hanya pencampuran yang masih berlangsung.



Gambar 2.2. Skema pergerakan bola milling di dalam vial PBM[16].

Fitur lain yang terdapat pada Planetary Ball Mill, PBM 4A buatan Puslit Fisika LIPI adalah variasi sudut kemiringan rangka dan vial yang dapat dikontrol suasana gas-nya. Rangka yang dapat dimiringkan berfungsi meningkatkan efek energi tumbuk bola-bola yang berputar dibandingkan dengan posisi datar normal, sedangkan suasana gas yang dapat dikontrol pada vial dapat memberikan kondisi inert yang mencegah sampel bereaksi dengan udara[17].

2.1.2 Parameter proses milling

Pemaduan mekanik merupakan proses kompleks dan melibatkan optimasi sejumlah variabel proses untuk mendapatkan fasa, mikrostruktur, dan sifat tertentu dari produk yang diinginkan[18]. Secara umum tanpa melibatkan sifat alami dan komposisi dari bahan yang digunakan, terdapat beberapa variabel penting dalam proses milling sebagai berikut:

1. Tipe instrumen milling

Jenis instrumen milling berbeda dalam kapasitas, kecepatan operasi, dan kemampuan pengendalian operasi seperti memvariasikan temperatur dan kondisi milling untuk meminimalkan kontaminasi pada bubuk yang di-milling. Beberapa tipe yang telah dikenal luas adalah *shaker mill*, *planetary ball mill*, *attritor mill*, *tumbler mill*, *vibratory mill*, *roller mill*, dan lain-lain.

2. Wadah milling

Wadah atau kontainer mill merupakan media berlangsungnya proses milling dan sering disebut juga dengan *vessel*, *vial*, *jar*, atau mangkok. Bahan dasar dari vial ini sangat penting dikarenakan akibat dari impact bola penghancur ke dinding bagian dalam vial dapat menyebabkan terkikis atau lepas dan bercampur dengan bubuk. Hal ini dapat mengkontaminasi bubuk dan mengubah sifat kimianya. Selain bahan, desain dari vial juga sangat penting untuk menghindari adanya wilayah mati, yaitu area dimana bubuk tidak tergerus akibat bola tidak dapat mencapai daerah tersebut.

3. Kecepatan milling

Secara sederhana, peningkatan kecepatan rotasi milling akan meningkatkan input energi terhadap bubuk. Seberapa cepat rotasi milling ini dipengaruhi oleh desain instrumen. Kecepatan juga mempengaruhi peningkatan temperatur media milling. Peningkatan temperatur ini dapat menguntungkan misal ketika difusi dibutuhkan untuk menghasilkan homogenisasi dan pemaduan bubuk. Namun pada kasus lainnya hal ini dapat mempercepat proses transformasi dan menghasilkan dekomposisi dari larutan padat super jenuh atau fasa metastabil lainnya selama milling. Kerugian lainnya adalah gesekan/tumbukan berlebih dari peralatan milling, yang membawa resiko kontaminasi. Dari beragam penelitian dapat disimpulkan bahwa kondisi *soft* milling (yaitu, energi milling, nilai BPR, ukuran, dan bahan media yang lebih rendah) menghasilkan fasa metastabil, dan sebaliknya kondisi *hard* milling menghasilkan fasa kurang metastabil (termasuk fasa ekuilibrium).

4. Media penggiling

Media penggiling adalah bola-bola milling yang digunakan untuk menghaluskan bubuk. Pada kasus lain media penggiling bisa saja berbentuk lain seperti batang, namun bola selalu digunakan. Variabel yang penting untuk media penggiling adalah massa jenis, bahan, dan ukuran. Massa jenis dari bola sebaiknya cukup tinggi untuk menghasilkan gaya impact yang dapat menghaluskan bubuk. Bahan bola juga bahan vial apabila dimungkinkan, sebaiknya sama dengan sampel bubuk

yang digunakan untuk menghindari kontaminasi. Ukuran bola sangat mempengaruhi efisiensi milling, dimana secara umum ukuran bola yang besar (dengan massa jenis yang tinggi) lebih berguna dikarenakan berat yang lebih tinggi dapat mentransfer energi impak dan kinetik yang lebih besar kepada partikel bubuk. Hasil penelitian juga menyatakan pemakaian bola besar akan meningkatkan temperatur dan menyebabkan terdekomposisinya larutan padat metastabil. Sedangkan bola kecil menghasilkan gaya gesek yang lebih banyak sehingga lebih mudah untuk membentuk fasa amorf. Ukuran butir larutan padat yang dihasilkan juga lebih kecil ketika bola yang digunakan berukuran kecil. Pada prakteknya, perpaduan antara berbagai macam ukuran seringkali digunakan. Penggunaan ukuran bola-bola yang sama dapat menyebabkan bola berputar sepanjang jalur peluru dan tidak mengenai permukaan secara acak.

5. Perbandingan berat bola dan bubuk (*Ball-to-powder weight ratio*, BPR)

Rasio berat bola milling dan jumlah sampel yang dimasukkan ke dalam vial disebut BPR. Variasi yang telah dilakukan sangat beragam mulai dari 1:1 hingga 1000:1, namun perbandingan yang umum digunakan berkisar antara 4:1 hingga 30:1. Nilai BPR dapat ditingkatkan dengan cara menambah jumlah bola atau mengurangi berat bubuk. Nilai BPR yang lebih tinggi juga dapat dicapai (untuk jumlah bola yang sama) dengan memperbesar diameter bola atau menggunakan bola dengan massa jenis yang lebih tinggi. Semakin tinggi nilai BPR, waktu yang diperlukan untuk milling akan lebih singkat. Hal ini dikarenakan peningkatan proporsi berat bola mengurangi rata-rata jalur bebas dari bola-bola milling dan sebaliknya meningkatkan jumlah benturan per satuan waktu. Sehingga lebih banyak energi yang diberikan kepada bubuk, namun hal ini juga dapat meningkatkan temperatur yang bisa merubah sifat bubuk.

6. Ruang kosong pada vial

Ruang pada vial dibutuhkan untuk memudahkan pergerakan bola dan bubuk dan interaksi perpindahan energi antara keduanya. Jika jumlah yang dimasukkan sangat banyak hingga hanya sedikit sekali menyisakan ruang, maka pemaduan

bisa tidak terjadi atau terjadi dalam waktu yang sangat lama. Biasanya sekitar 50% ruang atau lebih disediakan sebagai ruang kosong.

7. Atmosfer milling

Kondisi vakum atau atmosfer inert biasa digunakan untuk mencegah oksidasi dan kontaminasi pada bubuk. Namun seringkali gas tertentu digunakan pada proses milling seperti gas nitrogen atau ammonia untuk menghasilkan senyawa nitrida, atau atmosfer hidrogen untuk mendapatkan senyawa hidrida. Selain itu, atmosfer yang digunakan juga dapat mempengaruhi kinetika pemaduan, sifat transformasi, dan karakteristik fasa produk yang dihasilkan.

8. Agen pengendali proses

Pemaduan antara partikel bubuk hanya dapat terjadi apabila ketika terjadi kesetimbangan antara *cold welding* dan patahan (*fracturing*) pada partikel bubuk. *Cold welding* yang berlebihan dapat dicegah dengan menambahkan agen pengendali proses yang bisa berupa padatan, cairan atau gas. Agen ini biasanya berupa senyawa organik yang aktif permukaan, dimana senyawa ini diserap pada permukaan partikel dan menghambat *cold welding*, serta menurunkan tegangan permukaan material padat.

9. Temperatur Milling

Proses difusi yang terlibat dalam pembentukan fasa paduan, terlepas dari fasa produk akhir adalah larutan padat, intermetalik, nanostruktur, atau fasa amorf, dipengaruhi oleh temperatur milling. Salah satu cara yang digunakan untuk mengendalikan temperatur milling adalah dengan menambahkan nitrogen cair atau campuran nitrogen-alkohol ke dalam kontainer milling untuk menurunkan temperatur milling. Pemanas elektrik juga biasa digunakan untuk meningkatkan temperatur milling.

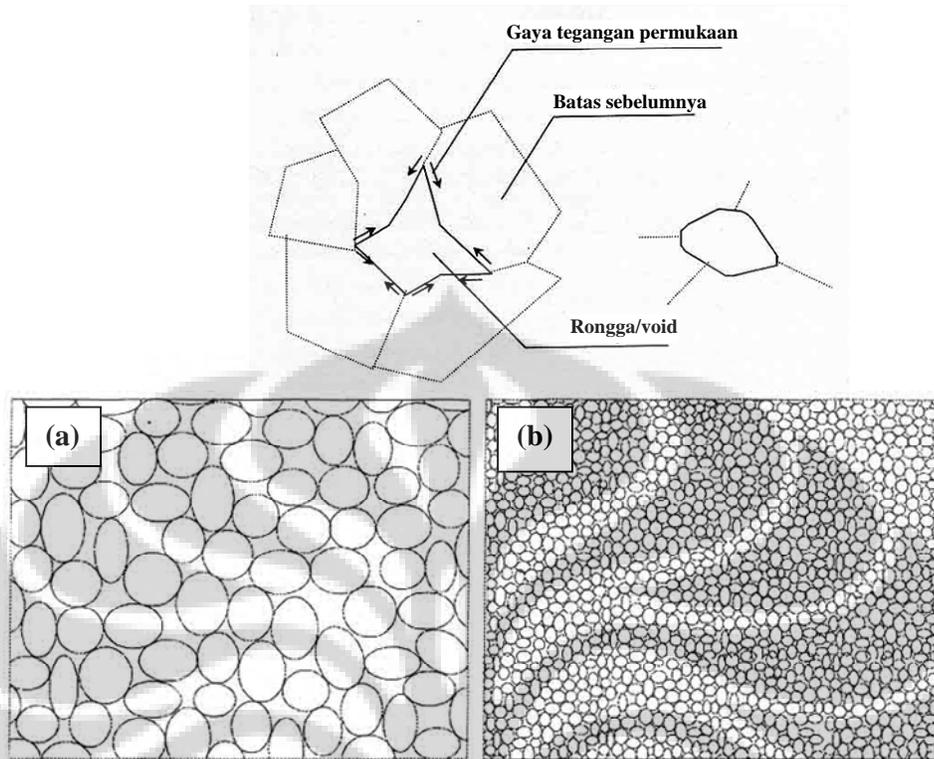
2.2 METALURGI BUBUK (*POWDER METALLURGY, PM*)

Teknik metalurgi bubuk telah digunakan secara luas untuk memproduksi paduan baru untuk berbagai tujuan. Proses metalurgi bubuk terdiri atas dua tahapan dasar [19-20]:

- 1) Partikel logam dikompresi dalam bentuk yang diinginkan untuk mendapatkan bentuk terkompaksi yang kuat atau *green compact*.
- 2) *Green compact* yang didapat dipanaskan pada temperatur di bawah titik leleh dari unsur dengan titik didih tertinggi untuk jangka waktu dan kondisi atmosfer tertentu sehingga didapatkan sifat kekuatan yang baik. Tahap ini dinamakan *sintering*; hasil dari tahapan proses ini adalah perubahan dimensi disertai peningkatan rapat massa.

Pada saat permukaan logam dipaksa bertemu akibat adanya tekanan tertentu pada temperatur kamar, akan terbentuk penggabungan (*weld*). Partikel halus logam terdistorsi dan terjadi benturan selama kompresi bubuk. Gas yang terdapat di udara sebagian terbuang namun sebagian dapat terjebak dalam bahan selama kompresi.

Ketika proses *sintering*, kekuatan penggabungan pada daerah pertemuan partikel akan bertambah. Hal ini disebabkan adanya tegangan permukaan, efek temperatur pada proses difusi, dan pelunakan (*softening*) logam. Pada temperatur tinggi yang tepat, gaya pada tegangan permukaan memungkinkan terjadinya aliran sehingga void (celah atau pori) berubah menjadi bentuk bersudut menjadi sferoidal seperti terlihat pada Gambar 2.3. Ketika void berada dalam bentuk bulat, semua energi internal massa mendekati minimum. Juga terjadi penurunan awal pada kerapatan massa (kemungkinan disebabkan ekspansi dari gas yang terjebak) yang kemudian meningkat saat pemanasan dilanjutkan.



Gambar 2.3 Ilustrasi proses penyinteran (penggabungan) partikel-partikel yang akan menimbulkan voids (kekosongan). Efek ukuran partikel (a) besar dan (b) kecil pada proses penyinteran[19].

Terdapat berbagai macam faktor yang mempengaruhi proses metalurgi bubuk, diantaranya adalah:

1) Ukuran dan bentuk partikel

Ukuran partikel sangat berpengaruh terhadap kemungkinan terjadinya void dalam material terkompaksi yang merugikan dalam beberapa aplikasi tapi membantu di lainnya. Ukuran partikel (seperti *flake* atau *spheroid*) juga berperan dalam sebaran porositas dan kekuatan kompak.

2) Komposisi kimia bubuk

Kemurnian dan komposisi bubuk memiliki pengaruh pada sifat akhir kompak. Oksigen merupakan konstituen yang memberi pengaruh negatif pada proses kompaksi. Jika terdapat jumlah oksida yang signifikan pada permukaan bubuk, *cold welding* akan menjadi tidak bagus. Selain itu jika pembentuk

oksida berlanjut selama proses *sintering*, kekuatan dan sifat lainnya akan berkurang.

3) Tekanan dan waktu selama kompresi

Tekanan berfungsi untuk meningkatkan kontak area dengan mengeliminasi poros dan mengeluarkan udara atau gas yang terjebak. Partikel kemudian terdeformasi dan titik awal kontak akan membesar dan menjadi area kontak. Sehingga gaya kohesif antar atom akan mengalami peningkatan. Di lain sisi, tekanan memiliki efek pada deformasi. Pada *interface* antara partikel yang terdeformasi, terjadi rekristalisasi, dan merupakan sumber kekuatan pada bagian terkompaksi. Sehingga jika tekanan yang lebih kuat digunakan pada kompaksi, akan menghasilkan deformasi dan tingkat rekristalisasi yang lebih besar saat *sintering*. Waktu kompresi tidak begitu mempengaruhi dibandingkan dengan tekanan. Perlu diketahui bahwa difusi terjadi pada *interface* antara dua partikel yang bergabung. Semakin lama waktu kompresi, akan semakin besar peluang untuk difusi dengan tekanan mempertahankan kontak antara partikel. Dapat diamati bahwa hasil yang sama akan didapat dengan memperpanjang waktu pada tekanan yang lebih rendah dengan waktu kompresi yang singkat pada temperatur yang tinggi.

4) Temperatur dan waktu *sintering*

Difusi dan rekristalisasi terjadi pada *interface* antara partikel bergantung terhadap temperatur dan waktu selama proses *sintering*. Efek dari peningkatan temperatur adalah meningkatkan mobilitas atom-atom pada partikel logam. Pada temperatur kamar, gaya pada tegangan permukaan tidak efektif untuk mereduksi *void* yang berada pada material terkompaksi, dikarenakan kekuatan *yield* logam tidak cukup kuat untuk melawan gaya-gaya ini. Menaikkan temperatur atau waktu pemanasan menyebabkan peningkatan awal pada kekuatan *tensile*, diikuti dengan penurunan jika pemanasan dilanjutkan atau temperatur *sintering* dinaikkan secara signifikan.

5) Efek pengerolan panas (*hot rolling*)

Pengerolan panas pada logam menghasilkan kompak dengan sifat yang baik sebagaimana teknik deformasi lain. Sifat yang diperoleh dengan teknik ini adalah peningkatan kekuatan tensile, kekerasan, rapat massa yang lebih tinggi dan pada beberapa kasus adalah elongasi.

Manfaat dari proses metalurgi bubuk dapat diringkas seperti berikut ini:

- 1) Memungkinkan untuk membuat logam dengan temperatur peleburan yang tinggi, dimana pembuatannya tidak memungkinkan dengan teknik lain;
- 2) Fabrikasi dari bagian logam dapat dikontrol sehingga porositas dapat terdistribusi seragam;
- 3) Paduan dapat dibuat dengan kelarutan logam yang rendah dan komponen paduan dapat terdispersi secara merata;
- 4) Hasil metalurgi bubuk dapat dibuat dengan toleransi hingga 0.25 mm, dan pada beberapa kasus 0.0125 mm. Sehingga kebutuhan operasi mesin dapat dibatasi dan menghemat biaya;
- 5) Produksi dapat lebih cepat dibandingkan dengan metode konvensional pada beberapa kasus.

Di sisi lain, proses metalurgi bubuk memiliki kelemahan, diantaranya adalah:

- 1) Ukuran butir dari kompaksi hasil *sintering* bergantung pada ukuran partikel bahan baku yang digunakan. Sehingga metode-metode untuk menghasilkan partikel halus akan bermanfaat;
- 2) Porositas biasanya tetap ada pada kompaksi hasil *sintering* dan menghasilkan penurunan sifat kekuatan, ketahanan dan keuletan.

2.3 PENGUATAN DENGAN PENDISPERSIAN OKSIDA (*OXIDE DISPERSION STRENGTHENING, ODS*)

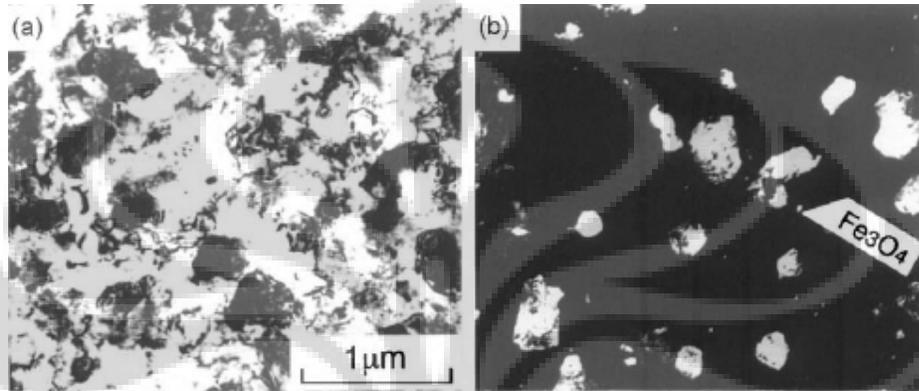
Paduan ODS mengandung matriks yang diperkuat larutan padat dan pendispersian oksida yang baik. Biasanya sekitar 1-2% berat oksida ditambahkan ke dalam paduan. Ukuran partikel oksida yang didispersikan sangat halus, sekitar 5-50 nm dengan orde jarak sebesar 100 nm. Oksida yang sering digunakan adalah Y_2O_3 (yttria), ThO_2 (thoria) dan La_2O_3 (lanthana).

Material ODS memiliki kekuatan yang baik pada suhu kamar ataupun suhu yang tinggi. Ketahanan material ini pada suhu tinggi didapat lebih dari tiga mekanisme. Pertama, dispersi seragam dari partikel oksida yang sangat halus dan stabil pada temperatur tinggi, menghambat pergerakan dislokasi dalam matriks logam serta meningkatkan ketahanan paduan terhadap deformasi *creep*. Fungsi lain dari partikel dispersoid adalah untuk mencegah proses *recovery* dan rekristalisasi karena didapatkan butir ukuran besar yang cukup stabil; butir besar ini menahan rotasi butir selama deformasi temperatur tinggi. Ukuran butir besar yang stabil juga bisa didapatkan dengan mekanisme rekristalisasi sekunder. Kedua, distribusi homogen dari unsur paduan selama MA memberikan kestabilan lebih terhadap penguatan larutan padat dan paduan yang diperkuat endapan di temperatur tinggi serta keseluruhan peningkatan sifat. Material yang dipadukan secara mekanik juga memiliki ketahanan baik terhadap oksidasi dan korosi panas. Peningkatan ketahanan terhadap serangan sulfidasi-oksidasi disebabkan distribusi homogen dari unsur paduan dan peningkatan pelekatan karena dispersoid itu sendiri.

Takaki dkk [21] menemukan partikel oksida memberikan pengaruh pada peningkatan kekuatan terhadap material besi hasil milling yang telah dikonsolidasi. Menggunakan bubuk besi yang mengandung 0.2% oksigen sebagai oksida seperti SiO_2 , kandungan oksigen ini meningkat menjadi 0.47% setelah 200 jam milling akibat kontaminasi dari atmosfer. Kandungan oksigen ini terkait dengan sekitar 3 vol.% dari oksida. Bubuk besi hasil milling dikonsolidasi dengan metode pengerolan panas.

Gambar 2.4 menunjukkan citra TEM dari besi hasil konsolidasi. Ukuran butir terjaga sekitar 0.2 μm setelah konsolidasi dengan kekerasan Hv sebesar 5.7 GPa. Pada citra medan gelap (1.b), ditemukan partikel yang sangat kecil dengan diameter 10-20 nm. Partikel ini diidentifikasi sebagai Fe_3O_4 dan fraksi volume diperkirakan sekitar 3 vol.%. Ukuran dan fraksi volume oksida sepertinya cukup untuk menjaga ukuran butir ferrite dengan efek pinning batas butir Zener. Sebelumnya telah berhasil dikonfirmasi bahwa Y_2O_3 dapat terdekomposisi selama perlakuan milling kemudian mengendap lagi ketika pemanasan suhu tinggi. Sehingga diperkirakan partikel oksida halus ini (Fe_3O_4) juga terbentuk dengan

cara yang sama. Tanpa partikel oksida, butir dengan ukuran nano pada bubuk hasil milling akan mengalami pertumbuhan butir yang sangat cepat saat pemanasan untuk konsolidasi. Dengan pemahaman ini, partikel oksida memainkan peranan penting untuk mendapatkan besi bulk dengan struktur butir ultra halus.

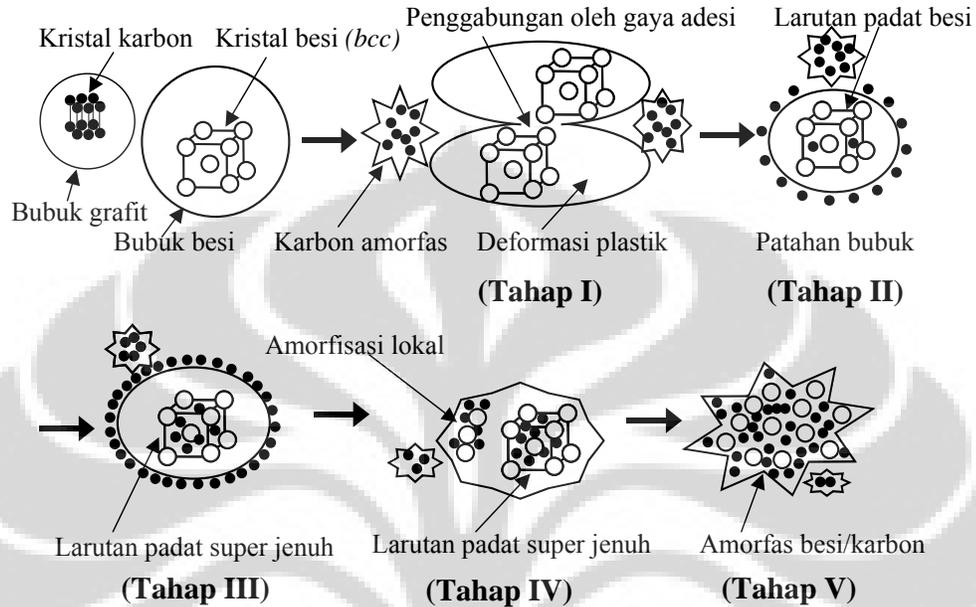


Gambar 2.4. Citra TEM dari material bulk besi dengan ukuran butir 0.2 μm . Konsolidasi pada 923K menggunakan bubuk besi hasil milling. (a) citra medan terang (b) medan gelap[21].

Pada penelitian ini sumber oksida berasal dari bubuk pasi besi yang kaya akan oksida terutama Fe_3O_4 . Berbeda dengan penelitian Takaki dkk, dimana oksida terbentuk akibat kontaminasi dari proses, maka dalam penelitian ini sistem material sengaja diberi input senyawa oksida dengan perbandingan tertentu. Diharapkan proses penghalusan dan pepaduan dapat terjadi dari awal untuk menghasilkan dispersi yang lebih homogen.

Sementara itu, mekanisme proses pepaduan telah dilaporkan dalam jurnal internasional [22] dan diilustrasikan seperti terlihat pada Gambar 2.5, dalam hal ini pada pepaduan sistem Fe-C kristal grafit mengalami penghancuran dan amorfisasi terlebih dahulu dan menempel pada kristal besi sebelum memasuki kisi kristal besi. Ketika jumlah atom karbon yang terdifusi/ terlarut ke dalam kisi kristal besi sudah jenuh, kristal besi mengalami penghancuran kisi-kisi kristalnya yang pada akhirnya terbentuk amorfis bubuk Fe/C yang sangat halus berukuran beberapa puluh nanometer. Karena kontak antara partikel karbon dan besi terjadi

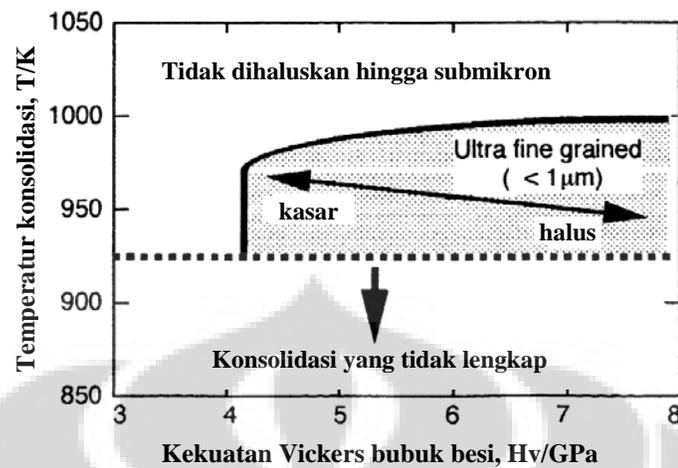
dalam level atom, maka sangat mudah bereaksi ketika diberi energi yang berupa pemanasan.



Gambar 2.5. Ilustrasi mekanisme pemaduan secara skematik dari campuran bubuk Fe-C yang di-ball mill[22].

Dari ilustrasi yang dipaparkan literatur di atas, proses amorfisasi pada komposit sistem Fe-O dapat berlangsung dengan mekanisme yang sama. Namun diprediksi proses akan terbatas pada penghalusan partikel dengan diiringi distribusi partikel yang terdispersi.

Pada Gambar 2.6 diperlihatkan konsolidasi optimal dengan hubungannya antara kekuatan awal bubuk yang dihaluskan secara mekanik dan temperature konsolidasi, dimana material bulk besi dengan ukuran butir dibawah $1 \mu\text{m}$ dapat dihasilkan tanpa adanya cacat seperti pori dan celah [21]. Dibawah 900K, konsolidasi dari bubuk secara substansial tidak mungkin. Temperatur kritis untuk konsolidasi adalah 923K. Konsolidasi pada temperatur yang lebih tinggi memang lebih disukai untuk mendapatkan produktifitas yang lebih baik namun akan menghasilkan pertumbuhan butir (*coarsening*) dari bulk material yang didapat.



Gambar 2.6. Kondisi optimal untuk mendapatkan material bulk dengan butir halus dari bubuk besi yang dihancurkan secara mekanik.[21]

Dari uraian di atas, diketahui bahwa suhu penyinteran harus dilakukan pada temperatur yang tidak terlampau tinggi, dengan dasar ini peng-roll-an sering disebut juga dengan *warm rolling* daripada *hot rolling*. Dari sisi efisiensi proses, temperatur yang lebih rendah lebih disukai, tanpa mengorbankan kualitas bahan jadi yang dihasilkan.

2.4 KARAKTERISASI

Secara umum proses karakterisasi dapat dibagi dua bagian besar yaitu analisa bubuk hasil milling dan *bulk material* hasil konsolidasi. Namun pada pembahasan ini kedua hal tersebut tidak dibedakan secara khusus. Adapun hal lain yang perlu dijadikan catatan, penelitian ini merupakan studi pendahuluan yang lebih menekankan pada pembuatan bubuk untuk proses konsolidasi lanjut. Sehingga analisa sebagian besar dilakukan pada bubuk yang dihasilkan pada proses milling.

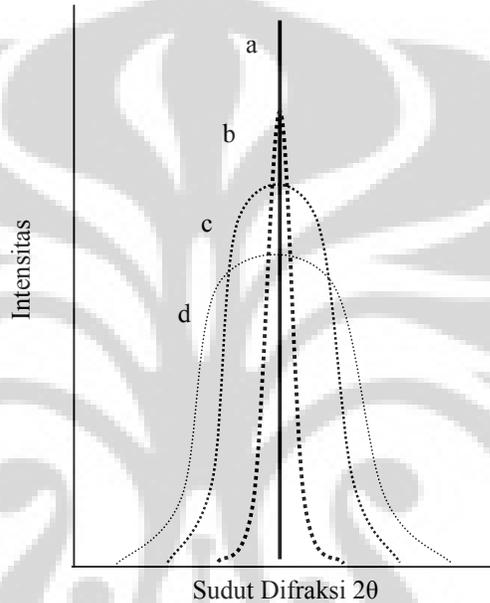
2.4.1 Penentuan ukuran kristalit menggunakan teknik XRD

Penentuan ukuran kristalit didasarkan pada konsep pelebaran pola difraksi setelah proses MA[23]. Pelebaran puncak-puncak XRD ini sangat jelas terlihat pada pola yang didapatkan dari diffractometer, dan informasi ini dapat cara

langsung dihitung. Pelebaran puncak difraksi ini secara utama disebabkan oleh tiga faktor:

1. Efek instrumen,
2. Ukuran kristalit, dan
3. Regangan kisi.

Pengaruh ketiga hal ini diilustrasikan seperti pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7. Lebar puncak XRD: (a) ideal, (b) Efek instrumen, (c) superimposisi efek instrumen dan ukuran kristalin, (d) kombinasi efek instrumen, ukuran kristalin dan regangan kisi[23].

Kontribusi ukuran kristalit dan regangan kisi terhadap pelebaran puncak hanya dapat ditentukan setelah mengurangi pelebaran akibat pengaruh instrumen dari puncak yang teramati. Pelebaran dievaluasi dengan mengukur lebar B , pada intensitas sama dengan setengah dari intensitas maksimum (*full width at half maximum*, FWHM). B dinyatakan dengan lebar sudut dalam 2θ , dan bukan lebar linear.

Untuk bisa mengoreksi efek instrumen ini digunakan suatu material standar yang sebaiknya memenuhi kriteria sebagai berikut:

- a. tidak menunjukkan pelebaran spesimen yang terukur;

- b. idealnya merupakan material dengan komposisi sama dengan sampel spesimen;
- c. tidak memberikan efek transparan yang nyata;
- d. menunjukkan kesalahan minimal dari statistik kristal yang disebabkan pengkasaran permukaan atau partikel besar.

Jika puncak XRD yang teramati memiliki lebar B_o , dan lebar puncak akibat efek instrumen adalah B_i , maka hasil pengurangan keduanya, B_r merupakan efek kombinasi dari ukuran kristalin dan regangan kisi:

$$B_r^2 = B_o^2 - B_i^2 \dots\dots\dots (2.1)$$

Persamaan diatas menggunakan asumsi puncak XRD memiliki profil Gaussian. Lebar B_r dari puncak difraksi setelah pengurangan efek instrumen sekarang dapat dianggap sebagai penjumlahan dari pelebaran akibat ukuran kristalit yang kecil dan regangan kisi:

$$B_r = B_{kristalit} + B_{regangan} \dots\dots\dots (2.2)$$

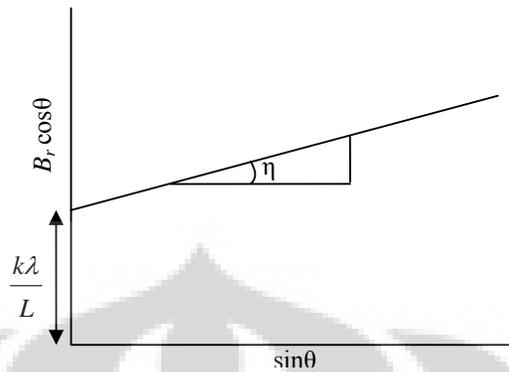
Scherrer telah menurunkan persamaan untuk pelebaran puncak XRD akibat ukuran partikel yang kecil, dan dengan mensubstitusi pelebaran akibat regangan kisi, maka persamaan (2.2) menjadi:

$$B_r = \frac{k\lambda}{L \cos \theta} + \eta \tan \theta \dots\dots\dots (2.3)$$

Perkalian persamaan (2.3) dengan $\cos \theta$ akan menghasilkan:

$$B_r \cos \theta = \frac{k\lambda}{L} + \eta \sin \theta \dots\dots\dots (2.4)$$

Yang merupakan bentuk persamaan linear $y = b + mx$ dimana η merupakan gradien dari plot $\sin \theta$ vs $B_r \cos \theta$ (gambar 2.11). Pendekatan ini dinamakan sebagai metode Williamson – Hall.



Gambar 2.8. Kurva $\sin \theta$ vs $Br \cos \theta$, menunjukkan perpotongan ($k\lambda/L$) dan gradien (η) dapat digunakan untuk menghitung ukuran kristalit (L) dan regangan kisi (η)[23].

2.4.2 Analisa termal

Analisa termal dilakukan untuk mengetahui sifat-sifat perubahan terutama fasa metastabil. Instrumen yang digunakan adalah DTA (*differential thermal analysis*) atau DSC (*differential scanning calorimeter*). Secara prinsip, DTA/DSC mengukur perbedaan temperatur antara material standar dengan sampel. Sehingga setiap panas yang diserap atau dilepas dari sampel uji dapat dihitung dikarenakan tidak ada perubahan kandungan panas pada material standar pada rentang temperatur pengujian.

Ball milling adalah proses dimana deformasi plastis yang sangat hebat, *cold welding* dan pemecahan (*fracture*) berlangsung secara bersamaan sehingga dapat menghasilkan partikel halus hingga skala nanometer dengan struktur yang sangat tidak teratur. Struktur yang tidak teratur ini bersifat metastabil dan akan mengalami transisi teratur selama pemanasan serta menghasilkan reaksi eksotermik. Analisa termal juga digunakan untuk studi reaksi, kestabilan dan rekristalisasi dari bubuk hasil MA. Fenomena-fenomena ini diindikasikan dengan puncak endotermik atau eksotermik pada pemindaian DSC/DTA.

2.4.3 Analisa mikrostruktur

Analisa mikrostruktur dilakukan terutama untuk melihat ukuran dan bentuk partikel yang dihasilkan. Instrumen mikroskop elektron atau *Scanning Electron Microscopy* (SEM) biasa digunakan untuk bubuk yang relatif kasar, sedangkan untuk yang lebih halus (skala nanometer) digunakan *Transmission Electron Microscopy* (TEM). Metode SEM merupakan pemeriksaan dan analisa permukaan atau lapisan yang tebalnya sekitar 20 μm dari permukaan. Hasilnya berupa topografi dengan segala tonjolan dan lekukan permukaan. Gambar topografi diperoleh dari penangkapan pengolahan elektron sekunder yang dipancarkan oleh spesimen. Prinsip kerja SEM adalah pemindaian berkas elektron yang seperti “menyapu” permukaan spesimen, titik demi titik dengan sapuan membentuk garis demi garis, mirip seperti gerakan mata yang membaca. Sinyal elektron sekunder yang dihasilkan adalah dari titik pada permukaan, yang selanjutnya ditangkap oleh detektor untuk diolah dan ditampilkan pada layar CRT (TV). Sinyal lain adalah *back scattered electron* yang intensitasnya tergantung pada nomor atom unsur yang ada pada permukaan spesimen. Gambar yang didapat menyatakan perbedaan unsur kimia, dengan warna terang menunjukkan adanya unsur kimia yang lebih tinggi nomor atomnya.

Instrumen SEM juga dilengkapi dengan analisa EDX (*Energy Dispersive X Ray Analyzer*) dimana sinar X karakteristik yang diemisikan adalah akibat tumbukan elektron pada atom-atom bahan pada sampel. Analisa dari radiasi sinar X karakteristik dapat menghasilkan informasi kualitatif dan kuantitatif tentang komposisi dari lokasi-lokasi pada sampel dengan diameter beberapa mikrometer.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 BAHAN

Bahan-bahan yang dipakai pada penelitian ini adalah :

1. Pasir besi.
2. Bubuk Fe dengan kemurnian 99.00 % (Merck KGaA, 64271 Darmstadt, Germany).

3.2 PERALATAN

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah :

1. Separator magnetik

Separator atau pemisah magnetik ini terdiri dari pengumpan getar yang berfungsi untuk meratakan dan mengatur jumlah pasir besi yang jatuh diatas sabuk pada bagian pemisah magnet yang menghubungkan antara rol penggerak dan rol magnet. Selain itu, di antara rol penggerak dan rol magnet terdapat rol penghubung yang berfungsi untuk mengantarkan partikel magnet dari rol magnet menuju tempat penampungan. Dengan sabuk penghubung tersebut, pasir besi diantarkan menuju rol magnet yang merupakan gabungan dari magnet-magnet yang berdiameter sama pada posisi sejajar. Selama rol magnet berputar, partikel yang tidak bersifat magnet akan berjatuhan. Pasir besi dengan kandungan utama oksida besi yang bersifat magnet akan terus melewati rol penghubung yang tidak bermagnet hingga terpisah pada tempat penampungan.



Gambar 3.1 Separator magnetik.

2. Diskmill

Alat diskmill yang digunakan dalam penelitian ini adalah Siebtechnik GmbH Platanenallee 46 45478 Mülheim an der Ruhr buatan Jerman. Alat ini terdapat di Pusat Penelitian Fisika Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (P2F LIPI) Serpong.



(a)

(b)

(c)

Gambar 3.2. Diskmill.

3. Planetary Ball Mill (PBM 4A)

Suatu alat planetary ball mill bersudut yang memiliki 4 buah jar dimana poros pusat yang digerakkan dengan motor, dihubungkan dengan sabuk pada salah satu jar yang telah dihubungkan juga dengan tiga jar yang lain sehingga keempat jar tersebut berputar secara rotasi pada sumbunya sambil berputar secara revolusi mengitari poros pusatnya. PBM4A ini merupakan instrumen

hasil kreasi Pusat Penelitian Fisika LIPI. Pengaturan dan karakteristik Planetary Ball Mill untuk penelitian ini :

- Putaran
Perbandingan putaran plate dan jar : 1 : 26. Kecepatan putaran motor = 815 rpm, kecepatan putaran pulley bawah = kecepatan putaran pulley jar = 235 rpm, kecepatan putaran sumbu utama = 51.3 rpm, kecepatan putaran plate : 180.8 rpm dan kecepatan putaran jar = 470 rpm. Tipe putaran discontinue/hidup-mati, hidup : 12 menit, mati : 3 menit.
- Vial
Rechargeable atmosphere jar (gas Ar), volume max : 600 ml/jar. Jenis material jar: stainless steel jar (hardness: max 50-58 HRC).
- Bola-bola penghancur
Material bola bola mill : SKD11. Dengan ukuran bola besar 12,71 mm dan bola kecil 7,95 mm. Perbandingan berat bola dan bahan (BPR) = 10 : 1.



Gambar 3.3 Planetary Ball Mill (PBM 4A), jar dan bola bola milling.

4. Alat kompaksi

Alat kompaksi ini digunakan untuk membuat material kompak (*green compact*) dari campuran bubuk besi dan besi murni yang telah dimiling, yang nantinya akan digunakan untuk proses pembakaran. Dengan alat kompaksi ini, material akan dikompaksi sampai tekanan sebesar 10 MPa.



(a)



(b)

Gambar 3.4 Alat kompaksi yang digunakan dalam penelitian beserta cetakan untuk bahan yang dikompaksi.

5. Tungku pembakaran

Tungku pembakaran yang digunakan adalah tungku pembakaran yang dapat diprogram dan bekerja hingga 800°C dalam suasana udara bebas. Untuk penelitian ini digunakan temperatur 550°C sebagai temperatur pengrolan dan berturut-turut temperatur 600°C, 700°C dan 800°C sebagai temperatur perlakuan panas. Tungku ini terdapat di Pusat Penelitian Fisika LIPI.

6. Alat pengerolan logam

Tipe pengerol logam yang digunakan adalah tipe pengerol sederhana dua tingkat dengan arah putar satu arah. Diameter rol berukuran 20 cm.

7. *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Morfologi, permukaan dan mikrostruktur serbuk sample dalam penelitian ini dianalisis dengan menggunakan ESEM (XL30CP-Phillips), FE-SEM (S-4100H Hitachi) dan EDX (XL30CP-Phillips) yang terdapat di Kagoshima University Jepang.

8. *X-Ray Diffraction* (XRD)

Alat XRD yang digunakan pada penelitian ini adalah alat XRD yang terdapat di Jurusan Ilmu Material, Program Pascasarjana Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan, Universitas Indonesia dan alat XRD yang berada di

Dept. of Nano Structure and Advanced Materials, Kagoshima University Jepang. Spesifikasi dan pengaturan parameter alat XRD yang digunakan yaitu :

- XRD di UI

Diffractionmeter type : PW370 BASED, Tube anode : Co, Generator tension [kV]: 40, Generator current [mA]: 30, Wavelength Alpha1 [Å]: 1.78896, Wavelength Alpha1 [Å]: 1.79285, Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500, Divergence slit: $\frac{1}{4}$ °, Receiving slit: 0.2, monochromator used: NO, Start angle [2θ]: 20.025, end angle [2θ]: 99.925, Step size [2θ]: 0.050, maximum intensity: 2735.290, Time per step [s]: 1.000, Type of scan: CONTINUOUS, Minimum peak tip width: 0.00, maximum peak tip width: 1.00, Peak base width: 2.00, Minimum significance: 0.75.

- XRD di Kagoshima University Jepang

Diffractionmeter type : RIGAKU , Tube anode : Cu, Generator tension [kV]: 40, Generator current [mA]: 30, Wavelength K Alpha [Å]: $\lambda=0.15418\text{nm}$, , Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500, DS:1, RS:0.3,SS:1, Filter:Ni, monochromator used: NO, Start angle [2θ]: 10.00, end angle [2θ]: 100.000, Step size [2θ]: 0.020, maximum intensity: 2735.290, step [s]: 6deg/min1.000, Type of scan: CONTINUOUS, Minimum peak tip width: 0.00, maximum peak tip width: 1.00, Peak base width: 2.00, Minimum significance: 0.75.ds1,Ni,Rs0.3,ss1.

9. *X Ray Fluorescence (XRF)*

Alat uji XRF tipe JSX-3211 yang berada di Departemen Fisika UI dengan kapasitas voltasi tube 30 kV.

10. *Differential Thermal Analyzer (DTA)*

Alat uji DTA Shimadzu tipe DTA-50 yang berada di Departemen Fisika UI yang bekerja hingga temperature 1200°C dengan sample holder terbuat dari alumina.

11. Digital Microhardness Tester

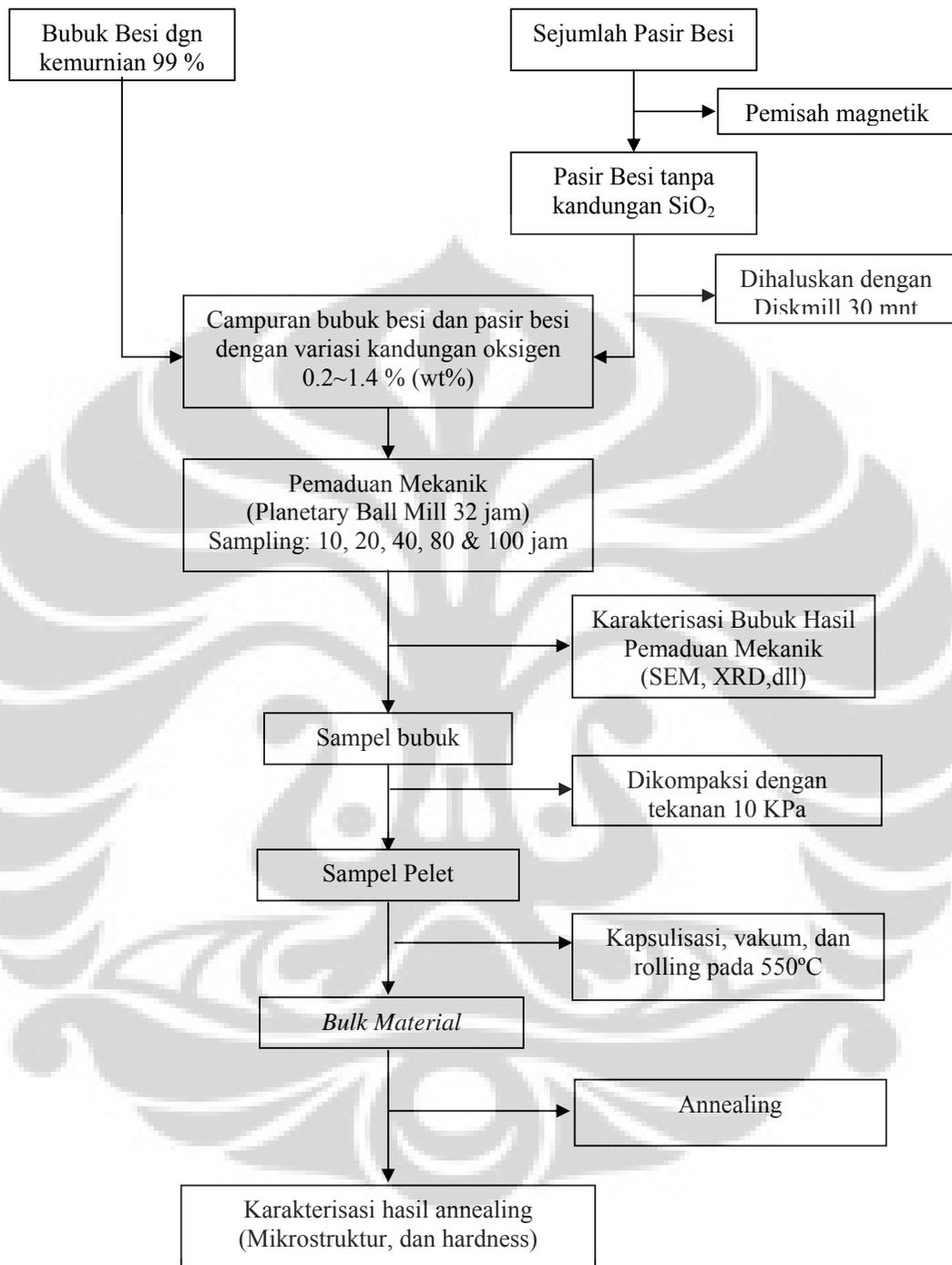
Merk Matsuzawa tipe MXT50 yang terdapat di Pusat Penelitian Fisika LIPI – Serpong. Pengukuran dilakukan dengan memasukkan sample ke dalam resin epoksi. Pemolesan dilakukan menggunakan pasta keramik dan *buff*.



Gambar 3.5 Digital Microhardness Tester.

3.3 LANGKAH KERJA PENELITIAN

Gambar 3.6 menunjukkan langkah kerja penelitian secara skematik. Bubuk besi (kemurnian: 99 %, ukuran partikel: 10 μm) dan pasir besi (setelah melalui pemurnian dengan pemisahan magnetik dan penghalusan menggunakan diskmill) dimasukkan bersama-sama dengan dua macam ukuran bola-bola penghancur, masing-masing berdiameter 12,71 dan 7,95 mm ke dalam jar dengan volume 600 ml. MA dilakukan dengan menggunakan *planetary ball mill* selama variasi waktu sampai 100 jam. Setiap interval waktu tertentu (10, 20, 40, 80, dan 100 jam), MA diinterupsi dan dilakukan penyamplingan campuran bubuk untuk dianalisa dengan menggunakan *scanning electron microscopy* (SEM), *X-ray diffraction* (XRD), dan lain-lain. Sample bubuk hasil penghalusan secara mekanik kemudian disiapkan untuk proses konsolidasi. Bubuk yang tersedia kemudian dikompaksi untuk dikapsulisasi menggunakan bahan stainless steel. Diameter tabung stainless steel berukuran 10 mm dan ditutup menggunakan las listrik setelah sebelumnya divakum selama kurang lebih dua jam untuk menghilangkan gas-gas yang berpotensi meninggalkan *void* atau porositas pada *bulk* material yang dihasilkan. Proses konsolidasi dilakukan pada temperatur 550°C menggunakan metode rolling berdasarkan penelitian Y. Sakai et.al [24].



Gambar 3.6 Langkah kerja eksperimen secara skematik.

BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1 ANALISA BAHAN PASIR BESI

4.1.1 Hasil Pengujian XRF

Pasir besi yang berasal dari daerah lokal di Indonesia dijadikan bahan sumber oksida besi yang akan didispersikan dalam matriks Fe melalui mekanisme pemaduan mekanik. Karakterisasi untuk mengetahui kandungan pasir besi dilakukan menggunakan XRF dan XRD. Hasil pengujian XRF ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Analisa XRF Bahan Pasir Besi

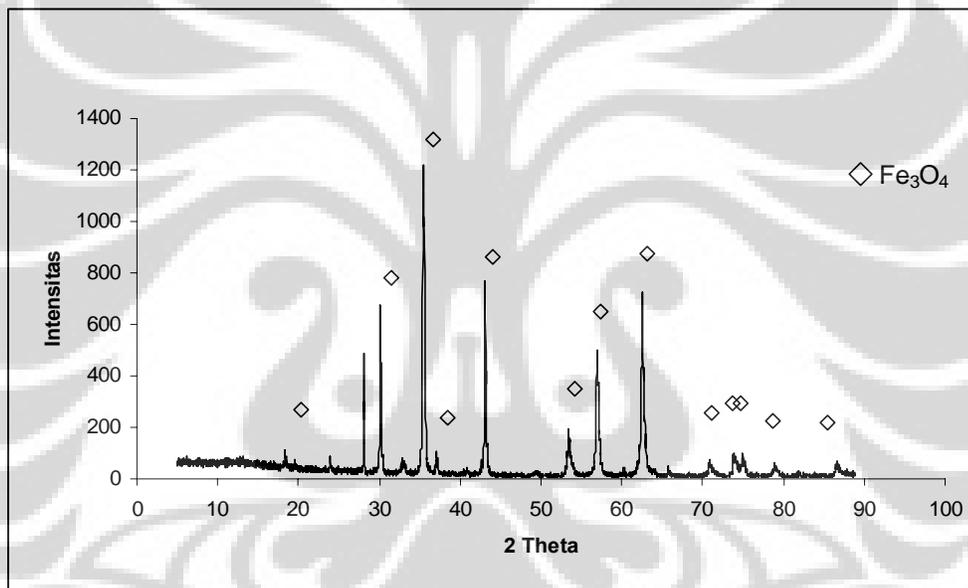
No	Unsur	Wt(%)	At/Mol (%)
1	Mg	1.5733	3.3962
2	Al	1.7715	1.7715
3	Si	1.2701	1.2701
4	S	0.1320	0.1320
5	Ca	0.1108	0.1108
6	Ti	9.1025	9.1025
7	V	0.6025	0.6025
8	Cr	0.1898	0.1898
9	Fe	84.8970	84.8970
10	Sn	0.3505	0.3505

Bahan pasir besi memiliki kandungan mineral lain selain mineral besi sebagaimana ditunjukkan pada hasil analisa XRF di atas. Besi merupakan logam yang dominan terdapat di dalam pasir besi diikuti dengan titanium. Mineral lain seperti Mg, Al, Si, dan lainnya terdapat di dalam pasir besi namun dengan jumlah yang sangat kecil. Pengujian dengan XRF ini tidak dapat mendeteksi unsur atom ringan seperti nitrogen atau oksigen. Mineral-mineral tersebut sangat mungkin

berada dalam bentuk oksidanya atau fasa lain. Analisa fasa ini sangat penting untuk memastikan kandungan bahan yang digunakan. Oleh karena itu hasil pengamatan dengan XRF belum dapat memberikan informasi secara menyeluruh mengenai struktur material, sehingga membutuhkan metode analisa lain seperti pengujian XRD.

4.1.2 Hasil Pengujian XRD

Hasil pengujian XRD berupa kurva grafik nilai intensitas dan sudut 2tetha sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 4.1. Nilai intensitas terbesar terdapat pada sudut 2 tetha 35,45; 43,09; 62,55 dan 30,13.



Gambar 4.1. Kurva analisa XRD bahan pasir besi yang digunakan

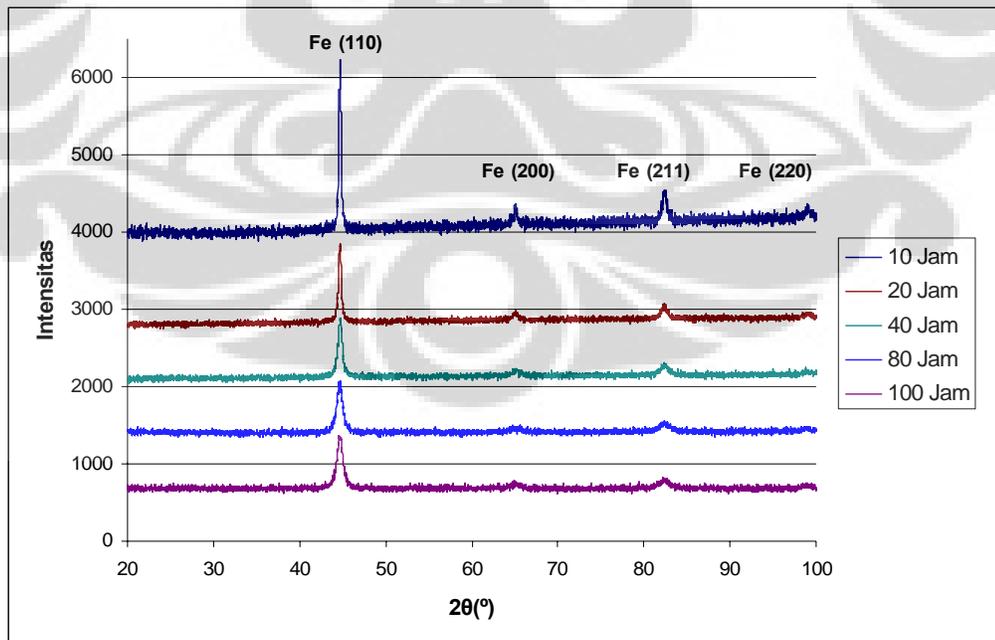
Analisa secara sederhana dengan membandingkan langsung hasil XRD terhadap database ICDD menunjukkan kesamaan pola difraksi dengan fasa magnetit (Fe_3O_4). Sedangkan puncak difraksi untuk oksida pengotor dan fasa lain tidak terdeteksi dikarenakan jumlah yang sangat sedikit. Hasil analisa lebih lanjut menggunakan software GSAS (*General Structure Analysis System*) yang juga digunakan untuk menentukan fraksi berat, memperkuat dugaan ini. Analisa GSAS menunjukkan fasa Fe_3O_4 (magnetit), FeTiO (ilmenit), dan Fe_2O_3 (hematit) berturut-turut memiliki fraksi berat sebesar 89.86%, 7.17%, dan 2.97%. Dari hasil

analisa ini disimpulkan bahan pasir besi yang digunakan merupakan sumber besi oksida yang baik terutama dikarenakan dominasi magnetit yang akan berperan sebagai oksida terdispersi pada baja hasil proses konsolidasi. Dari hasil ini juga diketahui bahwa pasir besi mengandung senyawa oksida lainnya namun dikarenakan jumlah pasir besi yang digunakan sangat kecil, maka keberadaan oksida lainnya ini dapat diabaikan.

4.2 KARAKTERISTIK BUBUK HASIL MA

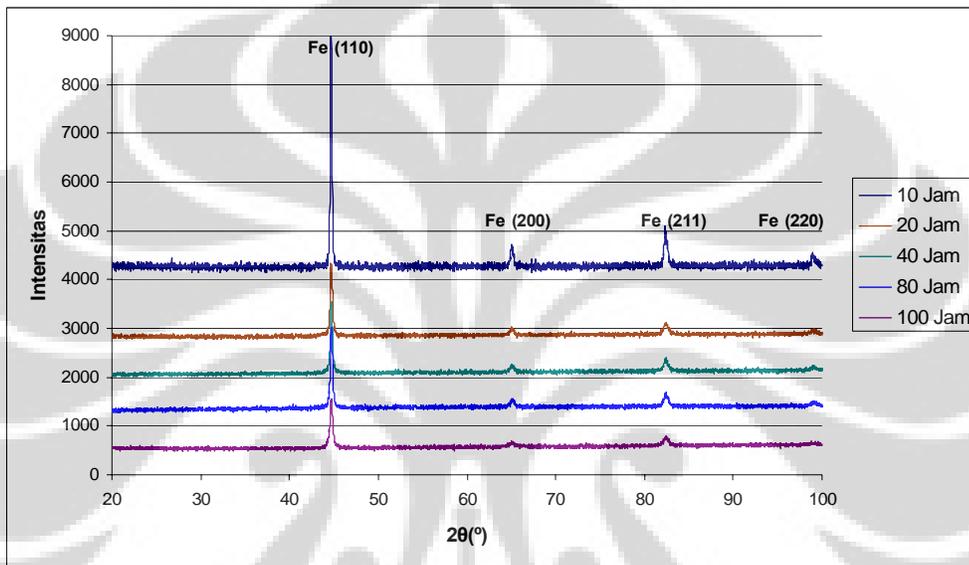
4.2.1 Analisa difraksi sinar X

Seperti yang telah dijelaskan di bab terdahulu, proses pemaduan/penghancuran mekanik adalah proses larutan padat bubuk dimana partikel bubuk menjadi objek dari dampak berenergi tinggi oleh bola penghancur di dalam wadah. Spesi-spesi yang menjadi komponen material yang dibuat adalah matriks α -Fe dan oksida sebagai bahan terdispersi dalam bentuk Fe_3O_4 . Kedua komponen ini menjadi larutan padat bubuk yang mengalami proses pemaduan/penghancuran mekanik. Gambar 4.2 menunjukkan pola difraksi sinar X terhadap sampel bubuk $\text{Fe}0.2\%\text{O}$ dengan variasi waktu milling.

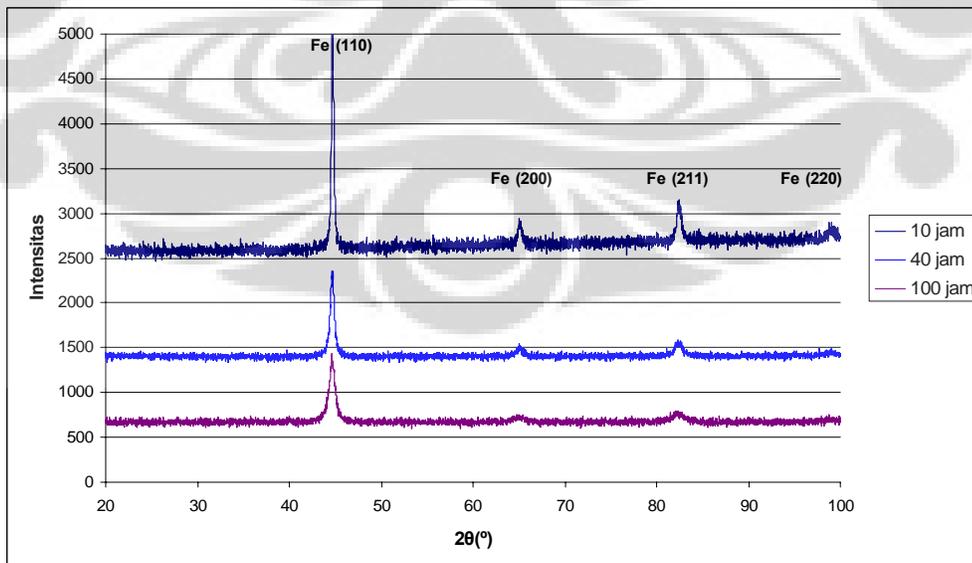


Gambar 4.2. Pola difraksi sinar X sampel $\text{Fe}0.2\%\text{O}$ dengan perubahan waktu milling.

Dari hasil XRD terlihat fasa yang teridentifikasi hanya fasa Fe baik dari waktu milling sepuluh jam ataupun hingga seratus jam dan komponen lain yaitu oksida besi Fe_3O_4 tidak teridentifikasi sama sekali. Hasil yang serupa juga ditunjukkan spesimen dengan variasi oksida 0.6% dan 1.4%, dimana fasa yang tampak hanya fasa Fe. Hasil XRD sampel bubuk $\text{Fe}_{0.6\%}\text{O}$ dan $\text{Fe}_{1.4\%}\text{O}$ dengan perubahan waktu milling berturut-turut ditunjukkan pada Gambar 4.3 dan 4.4.

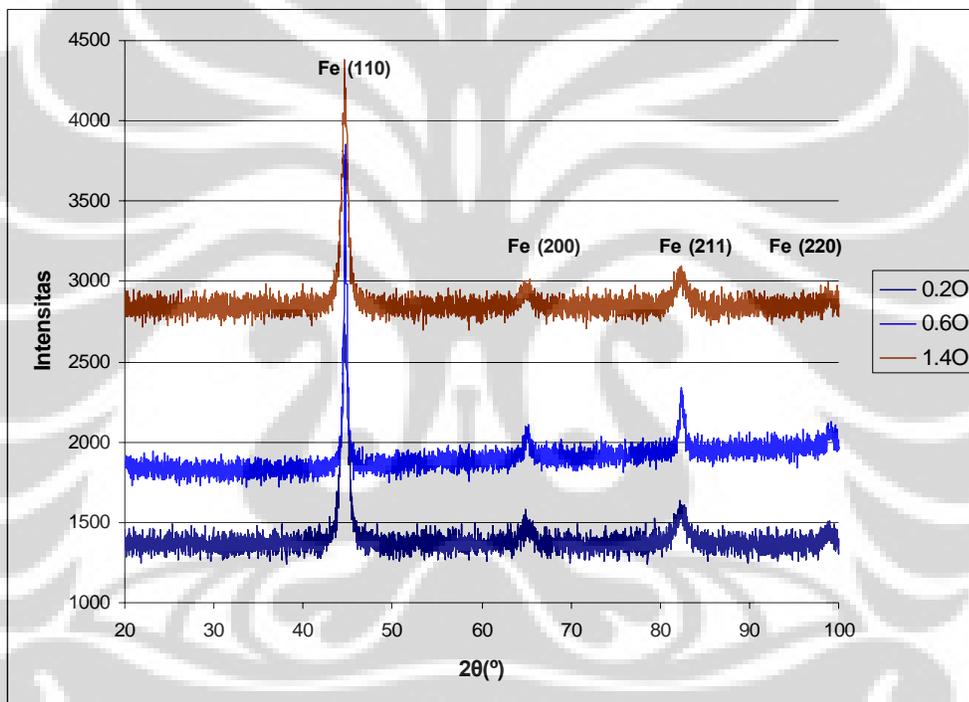


Gambar 4.3. Pola difraksi sinar X sampel $\text{Fe}_{0.6\%}\text{O}$ dengan perubahan waktu milling.



Gambar 4.4. Pola difraksi sinar X sampel $\text{Fe}_{1.4\%}\text{O}$ dengan perubahan waktu milling.

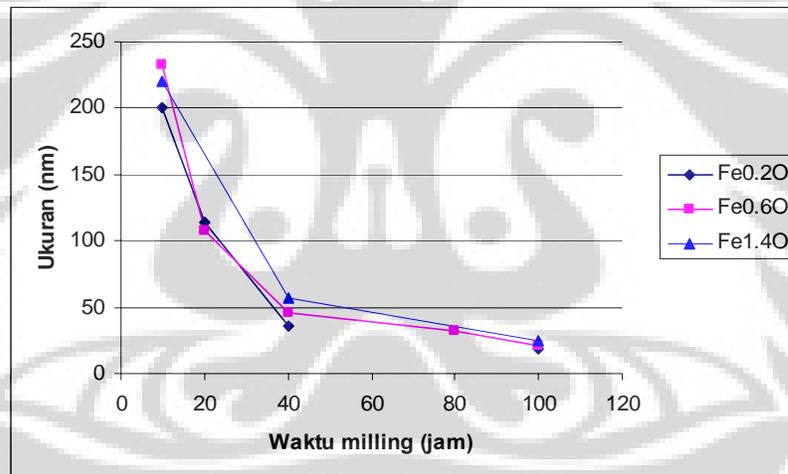
Dari ketiga sampel dengan variasi kandungan oksida memperlihatkan pola difraksi yang mengidentifikasi fasa sama terlepas dari seberapa lama waktu milling berlangsung. Hal ini mungkin disebabkan karena jumlah konsentrasi Fe_3O_4 yang sangat sedikit dibandingkan dengan jumlah matriks Fe itu sendiri. Kemungkinan lain adalah oksida besi terdekomposisi menjadi atom besi dan atom oksigen selama proses MA dan larut dalam matriks Fe. Telah diketahui pula bahwa karbida, nitrida atau senyawa intermetalik dapat larut dalam logam akibat gaya selama MA. Seperti halnya juga senyawa oksida yang tidak memiliki batas kelarutan, dapat larut dalam matriks logam selama proses MA[25].



Gambar 4.5. Pola difraksi sinar X campuran bubuk $\text{Fe}0.2\%\text{O}$, $\text{Fe}0.6\%\text{O}$ dan $\text{Fe}1.4\%\text{O}$ yang telah di-MA setelah 100 jam.

Hasil XRD dari ketiga sampel dengan kandungan oksida berbeda ini juga menunjukkan fenomena lain yang sama yaitu intensitas puncak difraksi Fe turun dan melebar secara drastis seiring dengan penambahan waktu MA. Gambar 4.5 menunjukkan perbandingan pola difraksi ketiga sampel yang mengalami pelebaran puncak setelah 100 jam milling. Pelebaran puncak dari pola difraksi ini disebabkan oleh reduksi ukuran kristalin dan mikrostrain didalam domain difraksi. Pada proses MA, partikel bubuk merupakan objek dari penempaan plastis secara

mikro (*plastic microforging*). Dislokasi dan cacat lainnya dihasilkan akibat meningkatnya energi internal. Pada saat yang sama susunan dislokasi seperti semua sudut batas yang membagi butir awal menjadi domain koheren yang lebih kecil juga diproduksi. Dislokasi dan medan stress yang berhubungan menghasilkan mikrostrain didalam domain difraksi secara koheren. Kerja dingin (*cold work*) juga memproduksi cacat dimana terjadi kemungkinan kesalahan seperti kesalahan susunan deformasi lapis tunggal, deformasi lapisan-n, atau kembar (*twin*). Fenomena ini juga dapat diiringi dengan regangan elastis jarak jauh, perubahan pada parameter kisi, dan jarak lapisan. Dalam menghitung ukuran kristalin, diasumsikan tekanan elastis jarak jauh adalah nol sejauh sensitivitas dari puncak orde rendah juga dipertimbangkan. Mikrostrain yang berasosiasi dengan domain dapat dianggap sebagai distribusi strain dari dislokasi dan jaringan dislokasi yang memiliki distribusi stress isotropis[26].



Gambar 4.6. Perubahan ukuran butir kristal pada campuran bubuk besi-pasir besi dengan perubahan waktu MA.

Hasil analisa plot Williamson-Hall untuk menentukan ukuran kristalin dari pengukuran pelebaran puncak XRD ditunjukkan oleh grafik di Gambar 4.6 Tampak ukuran kristalin setelah proses MA selama seratus jam adalah sekitar 20 nm. Dapat diketahui bahwa ukuran butir kristal menurun secara signifikan seiring dengan penambahan waktu MA sampai 40h dan turun melandai setelah itu. Hal ini terjadi karena proses MA telah mampu menghancurkan butiran kristal besi secara mekanik dan jenuh pada suatu ukuran tertentu, seperti yang telah banyak

dilaporkan dalam penelitian lainnya. Namun demikian tidak terlihat adanya perbedaan yang signifikan dari pola kurva Fe-0.2%O, Fe0.6%O dan Fe-1.4%O.

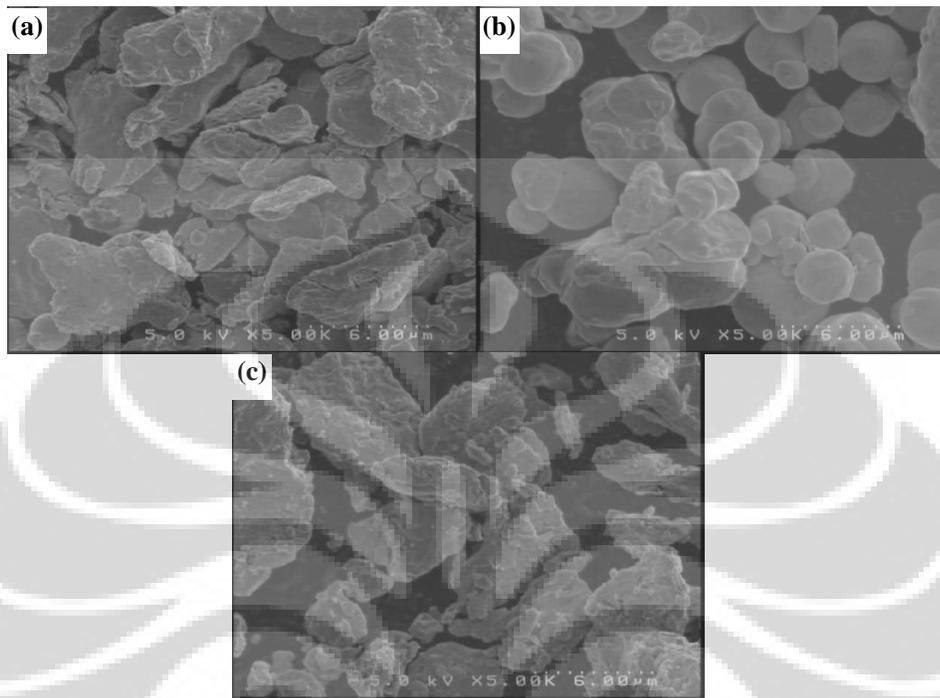
Dari hasil pengamatan ini juga dapat diambil kesimpulan bahwa fraksi oksida tidak mempengaruhi kecepatan penghancuran. Pada awalnya, Fe0.6%O mengalami penghalusan lebih cepat setelah 40 jam milling. Namun untuk selanjutnya, ketiga sampel tidak memiliki perbedaan signifikan dalam kecepatan penghalusan. Hasil yang didapat juga mengkonfirmasi laporan sebelumnya oleh Belyakov dkk yang menyatakan evolusi butir halus akibat induksi strain setelah MA selama 100 jam pada bubuk besi tidak bergantung pada fraksi oksida[27]. Sistem Fe-O ini berbeda dengan sistem Fe-C, dimana fasa amorf karbon yang masuk pada kisi kristal besi dapat mempercepat penghancuran dan penghalusan matriks Fe. Diharapkan pada proses sinter pada suhu yang terkontrol, butir yang telah berukuran beberapa puluh nanometer ini tidak mengalami pengkasaran.

4.2.2 Evolusi struktur selama proses *mechanical alloying*

Mikrograf hasil pemindaan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dapat menunjukkan perbedaan dan perubahan progresif morfologi selama partikel mengalami MA. Perubahan morfologi ini merupakan hasil dari proses-proses seperti *microforging*, *fracture*, aglomerasi, dan de-aglomerasi. Tergantung dari proses mana yang lebih dominan, setiap tahapan milling akan menampilkan morfologi yang paling menggambarkan proses yang berlangsung pada saat itu. Sehingga partikel dapat menjadi lebih kecil akibat *fracture*, tumbuh akibat aglomerasi *cold welding*, dan menjadi pipih seperti serpihan disebabkan *micro-forging*.

Gambar 4.7 menunjukkan bubuk hasil milling selama 10 jam dengan konsentrasi O yang berbeda. Terlihat bentuk pejal partikel besi menjadi pipih akibat gaya kompresif yang ditimbulkan tumbukan bola. Bubuk besi yang bersifat liat dapat dengan mudah terdeformasi plastis oleh beban kompresif dan menjadi pipih atau seperti serpihan tipis. *Micro-forging* mengubah bentuk partikel tunggal atau kluster partikel dengan dampak berulang kali oleh bola milling yang berenergi kinetik tinggi. Namun dikarenakan proses milling baru berlangsung sepuluh jam, beberapa partikel besi masih berbentuk bundar seperti yang diperlihatkan pada

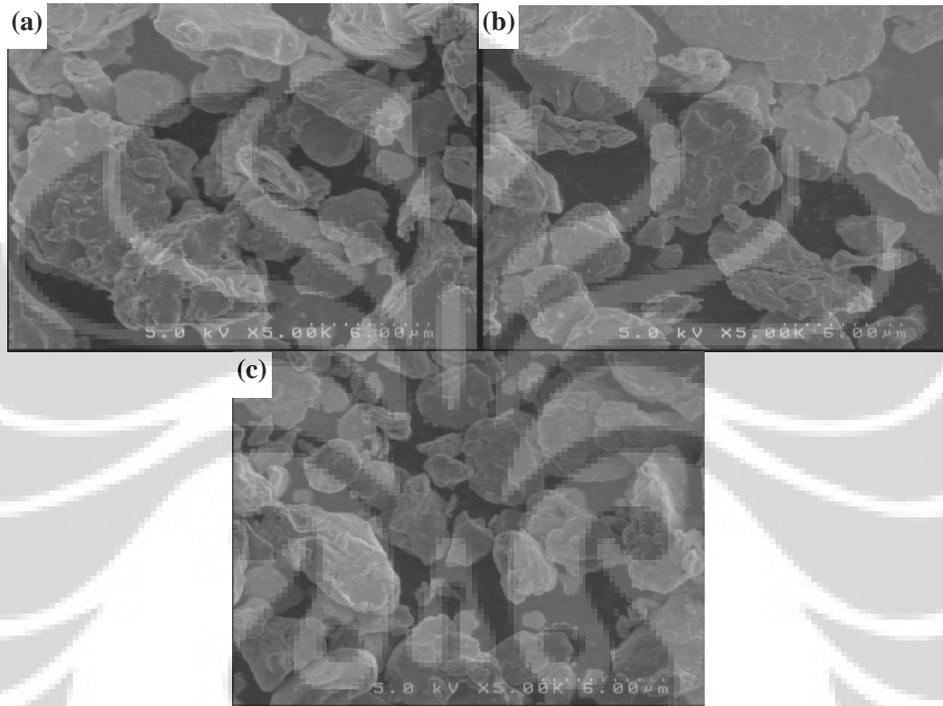
gambar 4.7(b). Ukuran dari partikel pun masih bervariasi secara signifikan hingga $0.2 \mu\text{m}$.



Gambar 4.7. Citra SEM bubuk hasil milling selama 10 jam dengan perbesaran 5000x: (a) $\text{Fe}_{0.2}\%O$, (b) $\text{Fe}_{0.6}\%O$ dan (c) $\text{Fe}_{1.4}\%O$.

Dengan bertambahnya waktu milling, las dingin (*cold welding*) dan pematihan (*fracturing*) berlanjut untuk menghasilkan penghalusan mikrostruktur. Pada tahapan ini seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.8, partikel berbentuk seperti lembaran yang bertumpuk dengan orientasi yang bersifat acak. Struktur berlapis ini terus menjadi halus seiring adanya pematihan. Impak yang terjadi antara bola, bola-bubuk, dan bola-dinding vial juga menyebabkan peningkatan pada temperatur bubuk dan dapat meningkatkan difusi. Ketebalan dari lembaran berkurang dan dispersi oksida menjadi semakin homogen. Perubahan dalam ketebalan lembaran merupakan fungsi dari energi tumbukan, sifat mekanik dan lamanya penghancuran mekanik. Aspek rasio semakin bertambah tinggi pada 20h. Ini terjadi karena partikel bubuk tersebut mengalami deformasi luar biasa yang disebabkan energi tumbukan yang besar dari bola-bola penghancur dan dinding jar.

Seiring dengan penambahan waktu MA hingga mencapai 40h partikel bubuk mengalami penumpukan dan penggumpalan kemudian terjadi patahan kembali. Dilaporkan bahwa selama proses MA, terjadi pengulangan proses deformasi, patahan dan las dingin (*cold welding*) karena energi tumbukan yang sangat besar dari bola-bola penghancur [22].

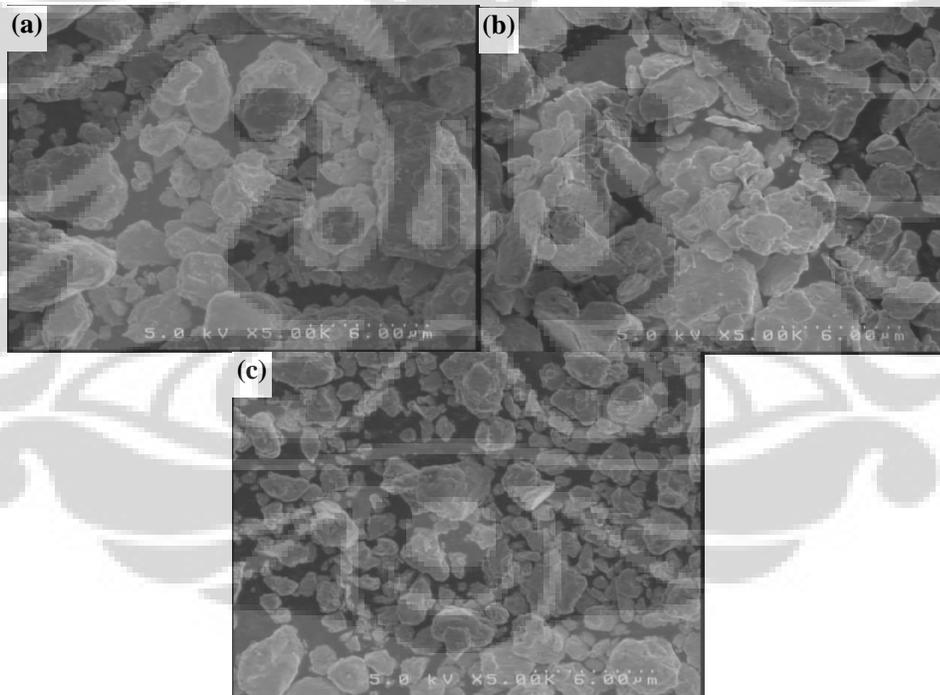


Gambar 4.8. Citra SEM bubuk hasil milling selama 40 jam dengan perbesaran 5000x: (a) Fe0.2%O, (b)Fe0.6%O dan (c) Fe1.4%O.

Hingga 80 jam waktu milling, penghalusan dan pengurangan ukuran semakin bertambah. Dibandingkan dengan sebelumnya, mikrostruktur partikel tampaknya lebih homogen dalam skala makroskopik. Bentuk berlapis semakin halus dan semakin bertumpuk. Proses MA terhadap besi yang bersifat liat seperti menjadikan adanya kompetisi antara proses pematangan dan las dingin. Pematangan cenderung memecah partikel tunggal menjadi bagian yang lebih kecil dan deaglomerasi terhadap partikel yang telah ter-las dingin. Partikel yang ukurannya telah halus akibat pematangan secara alternatif dapat bergabung akibat las dingin karena kedua proses ini terjadi bergantian. Namun, partikel yang sudah bergabung akibat las dingin lebih membutuhkan energi untuk dapat dipecahkan, karena

energi ikatan menjadi lebih besar ketika partikel lebih halus. Sebaliknya, partikel yang telah ter-las dingin ini dapat mengalami de-aglomerasi karena gaya yang memecah mereka lebih besar dibandingkan gaya yang menggabungkan mereka. Sehingga proses mana yang lebih dominan, sebuah partikel dapat menjadi lebih kecil akibat pemecahan atau dapat teraglomerasi oleh las selama progres MA.

Proses ini semakin lama akan mencapai kesetimbangan atau steady-state equilibrium, dimana proses lebih lanjut tidak akan meningkatkan distribusi dispersoid dan komposisi bubuk individu adalah ekuivalen dengan campuran bubuk awal. Ukuran partikel rata-rata adalah hasil dari kesetimbangan proses pemecahan dan las-dingin. Struktur lembaran atau lamela menjadi lebih halus dengan ukuran kristal mencapai nanometer. Deformasi lebih lanjut menjadi tidak mungkin karena dibutuhkan deformasi stress yang sangat tinggi. Gambar 4.9 menunjukkan proses akhir MA yang telah mencapai 100 jam.



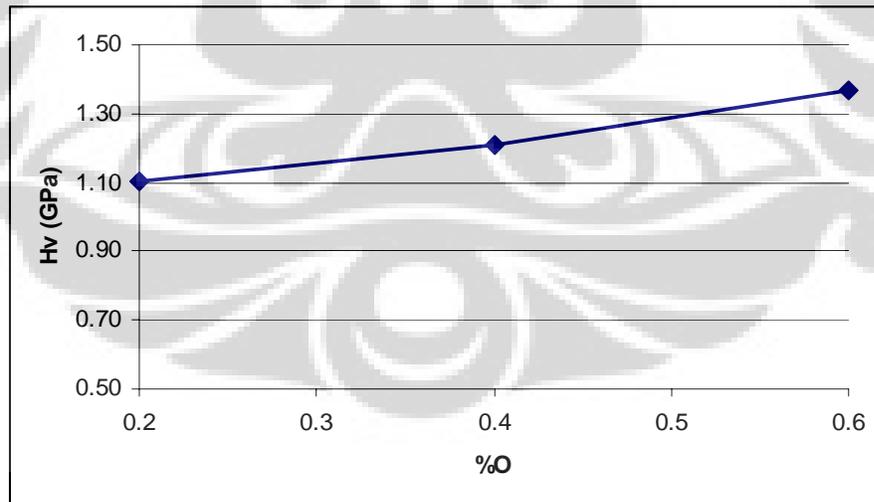
Gambar 4.9. Citra SEM bubuk hasil milling setelah 100 jam dengan perbesaran 5000x: (a) Fe0.2%O, (b) Fe0.6%O dan (c) Fe1.4%O.

Dari analisa proses MA menggunakan planetary ball mill, dapat disimpulkan bahwa ball milling terdiri dari dua proses. Pertama adalah rolling

relatif dan friksi antara bola dengan permukaan dalam vial, sementara yang lainnya adalah tumbukan antar bola, dan antara bola dengan dinding dalam vial. Rasio rolling dan friksi terhadap tumbukan tergantung oleh kecepatan rotasi. Kecepatan moderat yang digunakan pada saat proses menghasilkan partikel bubuk lebih banyak menumpuk akibat dominasi proses las-dingin. Sifat bubuk besi yang agak liat juga menyisakan partikel yang menempel pada bola dan dinding bagian dalam. Kondisi ini yang menghasilkan ukuran partikel yang bervariasi.

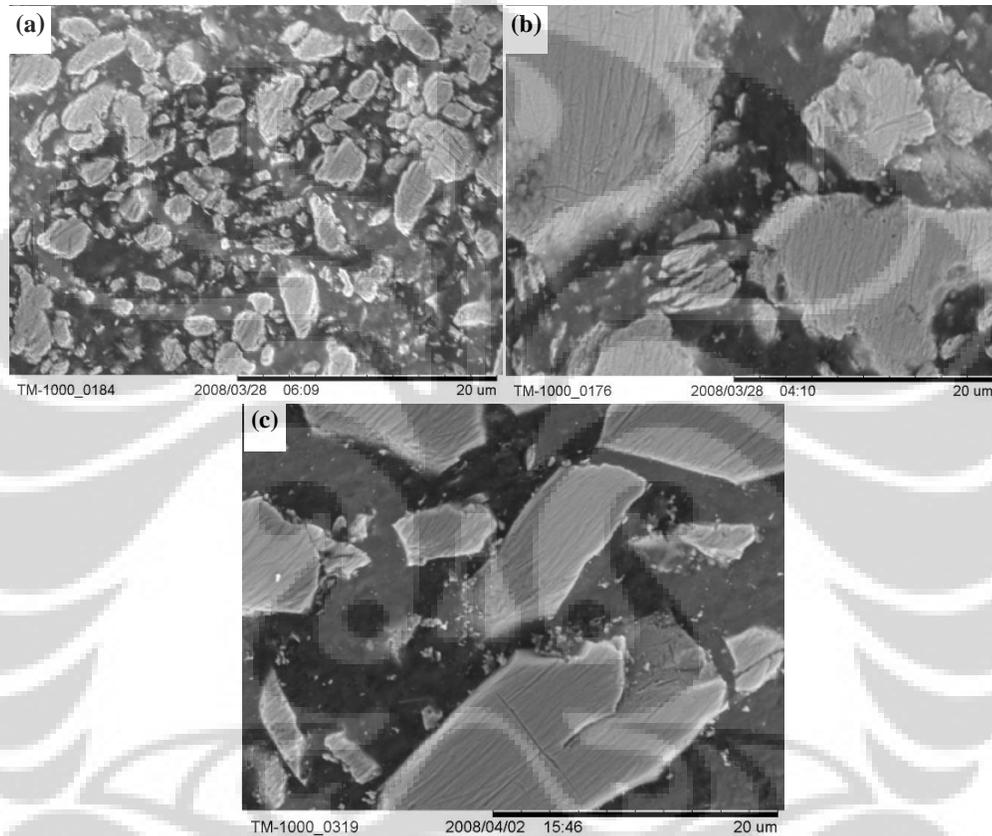
4.2.3 Sifat mekanik bubuk hasil milling

Gambar 4.10 menunjukkan hubungan sifat kekerasan (H_v , GPa) dengan kandungan O pada sampel bubuk yang telah di-MA selama 100 jam. Tampak pengaruh konsentrasi oksigen berbanding lurus dengan sifat kekerasan dari bubuk. Hal ini terjadi karena kandungan oksida besi yang berukuran halus terdispersi ke dalam matrik semakin banyak seiring dengan penambahan jumlah konsentrasi O, sehingga mengakibatkan peningkatan kekerasan vickers seperti yang telah diuraikan juga di atas.



Gambar 4.10. Peningkatan kekerasan Vickers terhadap penambahan oksigen pada sistem Fe-O yang terbuat dari pasir besi dan telah di-MA selama 100 jam.

Dari hasil pengamatan mikrostruktur penampang lintang sampel bubuk setelah milling 100 jam yang dimasukkan ke dalam resin epoksi, terlihat formasi bubuk lebih padat dengan bentuk lamella atau lembaran yang lebih rapat untuk sampel dengan kekerasan yang lebih tinggi (Gambar 4.11). Kemungkinan hal ini menjadi salah satu faktor yang mempengaruhi sifat kekerasan sampel.

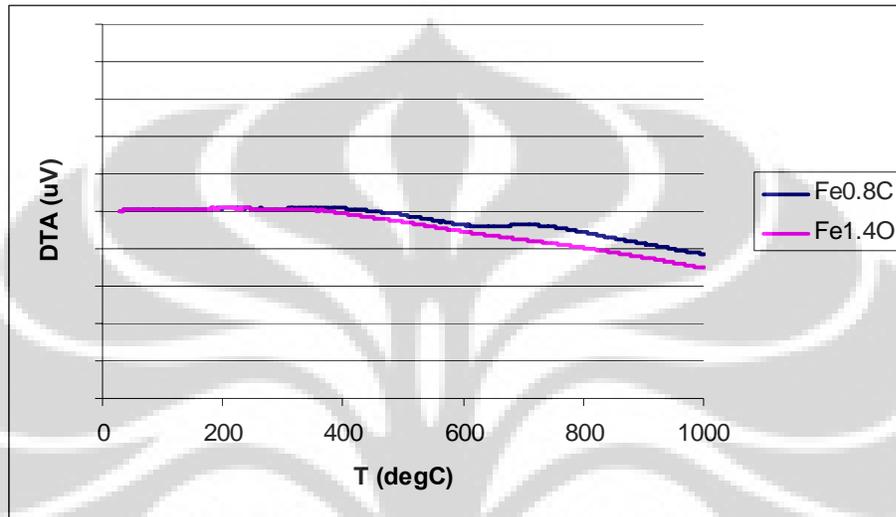


Gambar 4.11. Citra SEM penampang lintang bubuk hasil milling setelah 100 jam dengan perbesaran 5000x: (a) Fe0.2%O, (b) Fe0.4%O dan (c) Fe0.6%O.

4.2.4 Analisa termal

Gambar 4.12 menunjukkan kurva analisa DTA sebagai hasil pemindaian sampel terhadap kenaikan temperatur. Sampel Fe-1.4%O sebagai representasi material sistem Fe-O dibandingkan dengan material sistem Fe-C. Kurva yang dihasilkan terhadap sistem Fe-O relatif lebih landai dibandingkan dengan sistem Fe-C. Diperkirakan puncak di daerah 400°C merupakan recovery material dari internal stress akibat proses milling. Hal ini juga terjadi pada baja sistem Fe-C.

Diperkirakan tidak ada perubahan fasa yang terjadi pada baja sistem Fe-O mengingat sebagian besar material adalah matriks α -Fe yang baru bertransformasi pada temperatur di atas 900°C menjadi fasa γ -Fe. Sehingga partikel besi oksida yang terdispersi dalam matriks Fe tidak bereaksi dengan Fe membentuk fasa baru terutama pada temperatur pengerolan (550°C).



Gambar 4.12. Kurva DTA bubuk Fe-1.4%O dan Fe-0.8C hasil MA 100 jam.

4.3 KARAKTERISTIK BAJA HASIL KONSOLIDASI

Dalam metalurgi bubuk, salah satu variabel yang paling penting untuk proses densifikasi lanjut adalah ukuran partikel. Hingga tahap ini telah berhasil diproduksi bubuk Fe-O yang sangat halus sebagai bahan untuk tahap selanjutnya. Proses konsolidasi bubuk hasil MA dilakukan dengan pengerolan pada temperatur 550°C, temperatur yang relatif rendah dibandingkan dengan proses konvensional ini sangat menguntungkan dari sisi efisiensi proses. Dari keseluruhan sampel, hasil pengerolan rata-rata dapat mereduksi hingga 70-80% dari ketebalan awal sampel. Gambar 4.13 menunjukkan hasil bulk material setelah pengerolan.

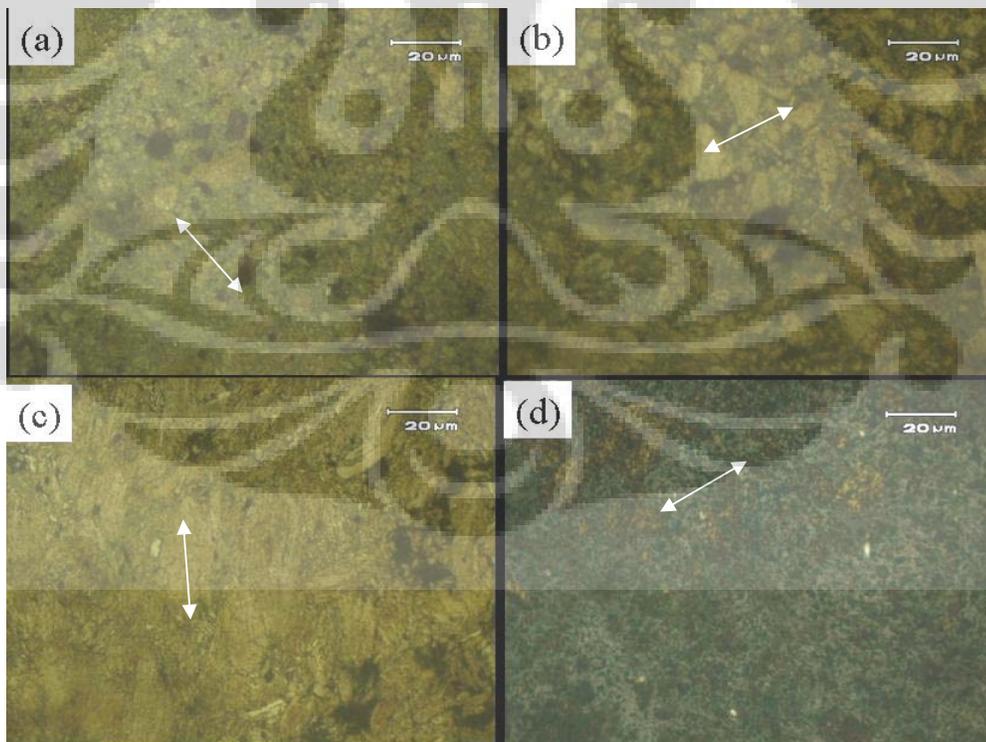
Dalam studi mendasar ini perlakuan panas setelah proses pengerolan juga dicoba dilakukan untuk mengetahui sejauh mana proses dapat dilakukan dengan hasil yang baik. Sehingga hasil yang didapat akan menjadi acuan untuk penelitian lebih lanjut untuk menentukan parameter proses yang lebih efisien dan mempelajari mekanisme secara detail. Sedangkan proses anil ini sendiri

dimaksudkan untuk menghilangkan internal stress yang tersisa akibat proses konsolidasi, serta mengurangi kemungkinan terjadi distorsi dan retak.



Gambar 4.13. Baja hasil pengerolan dengan kapsul stainless steel. Bagian bawah merupakan penampang setelah dipotong.

4.3.1 Perubahan mikrostruktur

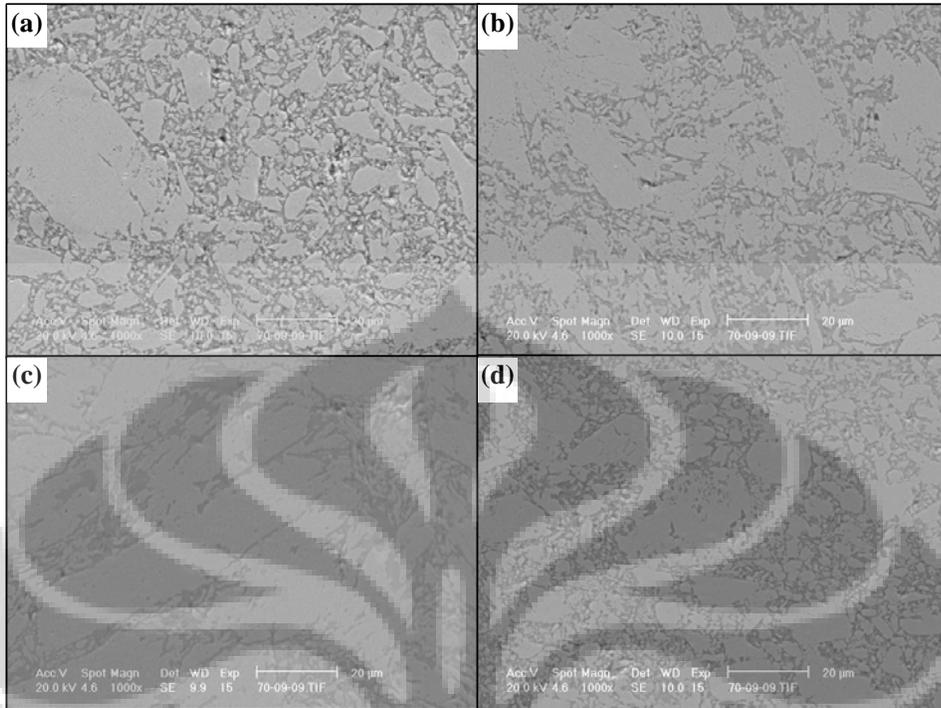


Gambar 4.14. Foto mikroskop optik sistem (a) Fe-0.2%O, (b) Fe-0.4%O, Fe-0.6%O dan (d) Fe-1.4%O setelah pengerolan pada suhu 550°C. Panah menunjukkan arah pengerolan.

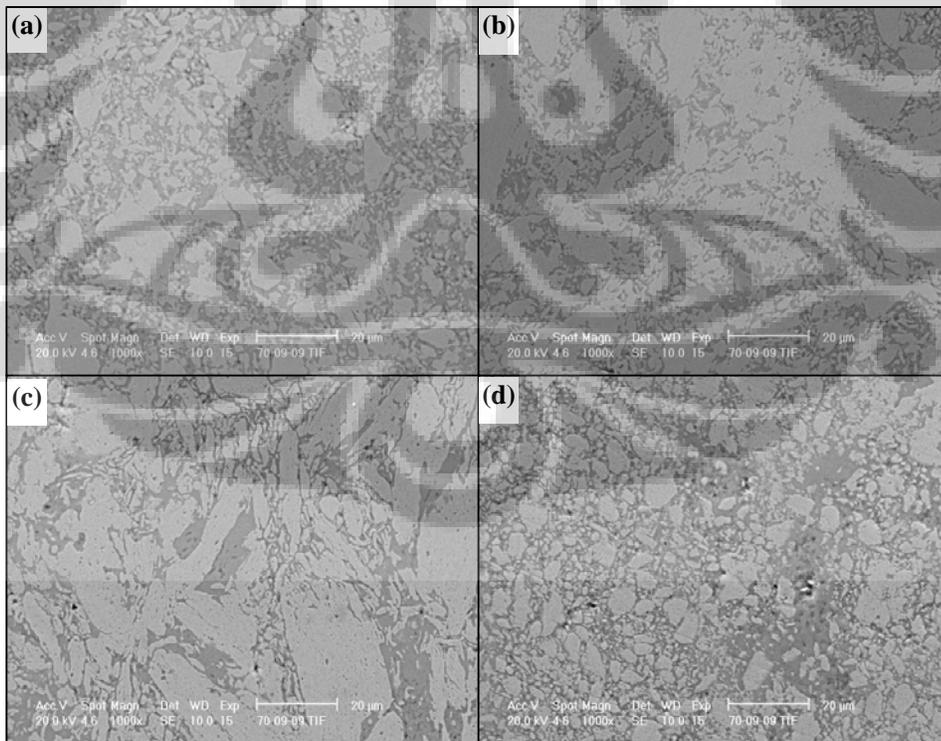
Gambar 4.14 menunjukkan mikrostruktur optik dari sistem Fe-O yang telah di-MA 100h dan diroll pada suhu 550°C. Terlihat bahwa telah terbentuk sinter yang baik pada masing-masing sampel, meskipun masih ditemui daerah – daerah gelap yang kemungkinan merupakan kekosongan atau void. Seperti yang telah dijelaskan sebelumnya, MA selama 100 jam menghasilkan kristalit dengan misorientasi yang tinggi serta dengan kisaran dibawah 0.1 µm. Namun, hasil pengamatan mikrostruktur menunjukkan butir yang lebih besar terbentuk pada spesimen. Hal ini menunjukkan mikrostruktur yang dihasilkan selama proses MA dan berubah secara signifikan oleh proses konsolidasi setelahnya.

Diharapkan ukuran butir rata-rata dan aspek rasio sampel berkurang dengan meningkatnya jumlah oksigen. Lebih jauh, ciri-ciri umum mikrostruktur yang dihasilkan pada spesimen sangat dipengaruhi oleh jumlah oksigen. Menurut Belyakov dkk, sampel dengan kandungan oksigen yang sedikit akan memiliki mikrostruktur yang berbentuk seperti lembaran dengan klaster (sub)butir memanjang searah dengan arah pengrolan. Agak kontras, sampel dengan kandungan oksigen lebih banyak dapat dicirikan dengan butiran halus sama sisi (*equiaxed*) yang terbentuk di seluruh daerah spesimen. Sedangkan spesimen dengan kandungan oksigen pertengahan akan memiliki mikrostruktur yang juga campuran antara bentuk lembaran dan butiran halus. Butiran halus ini juga dapat terlihat jelas searah dengan arah pengrolan [27].

Dikarenakan kelarutan oksigen dalam besi sangat kecil, maka pengaruh oksigen terhadap perubahan struktur adalah melalui fraksi volume dari oksida terdispersi, dalam hal ini adalah kandungan Fe₃O₄. Sehingga mikrostruktur dengan butir paling halus akan berhubungan dengan fraksi volume tertinggi dari partikel oksida. Sehingga fraksi yang tinggi dari partikel terdispersi akan menghambat efek proses konsolidasi terhadap mikrostruktur yang sebelumnya telah dihasilkan oleh proses deformasi plastis hebat MA. Gambar 4.15 merupakan mikrostruktur setelah pengrolan yang diikuti dengan perlakuan panas yaitu anil pada temperatur 600°C selama 20 menit. Jika dibandingkan dengan hasil sebelumnya terlihat adanya pertumbuhan butir terhadap semua sampel terlepas dari kandungan oksigen awal. Namun pada spesimen Fe-1.4%O terlihat ukuran butir lebih halus dibandingkan dengan sampel yang lainnya.



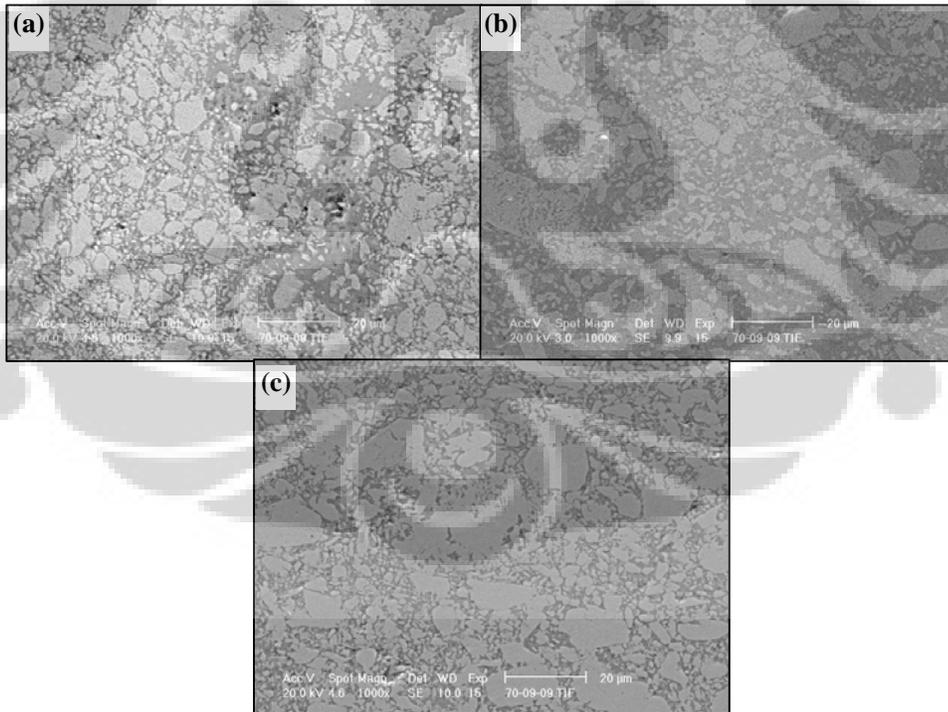
Gambar 4.15. Citra SEM sistem (a) Fe-0.2%O, (b) Fe-0.4%O, Fe-0.6%O dan (d) Fe-1.4%O setelah 20 menit annil pada temperatur 600°C.



Gambar 4.16. Citra SEM sistem (a) Fe-0.2%O, (b) Fe-0.4%O, Fe-0.6%O dan (d) Fe-1.4%O setelah 60 menit annil pada temperatur 600°C.

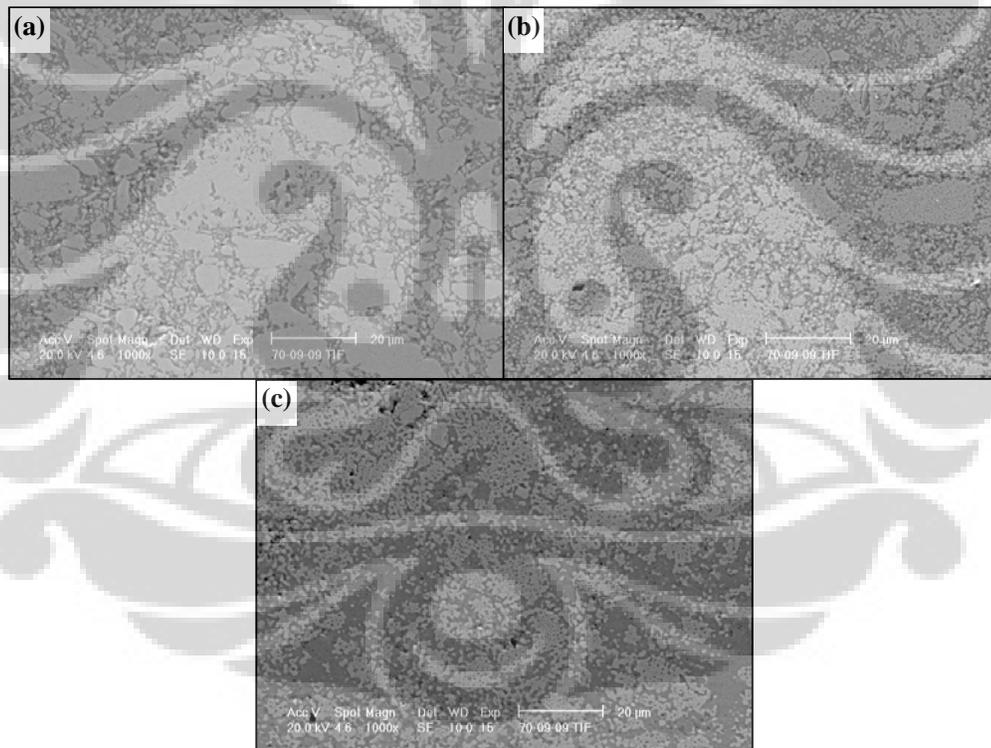
Gambar 4.16 menunjukkan mikrostruktur dari spesimen yang telah diannil selama 60 menit pada temperatur 600°C. Terlihat pada spesimen Fe-0.6%O butiran berbentuk lamella/lembaran namun dengan ukuran cukup besar. Secara umum pola mikrostruktur tidak ada perbedaan yang signifikan dengan gambar SEM sebelumnya, dengan kemungkinan adanya pertumbuhan butir akibat waktu perlakuan panas yang lebih lama. Untuk lebih melihat pengaruh waktu annil terhadap perubahan mikrostruktur dilakukan perlakuan isothermal pada temperatur 600°C.

Gambar 4.17 menunjukan spesimen Fe-1.4%O yang diannil pada temperatur 600°C selama 20 menit (4.17a), 40 menit (4.17b), dan 60 menit (4.17c). Variasi waktu yang dilakukan untuk melihat kinetika pengkasaran batas butir dan pengaruhnya kepada sifat mekanik material. Namun sebagaimana tampak pada citra SEM, secara umum morfologi permukaan mikrostruktur antara ketiga spesimen tidak memiliki perbedaan yang mencolok. Bentuk butir tampak bervariasi hingga puluhan mikrometer.



Gambar 4.17. Citra SEM sistem Fe-1.4%O setelah perlakuan panas (annil) pada temperatur 600°C selama (a)20 menit (b)40 menit dan (d)60 menit.

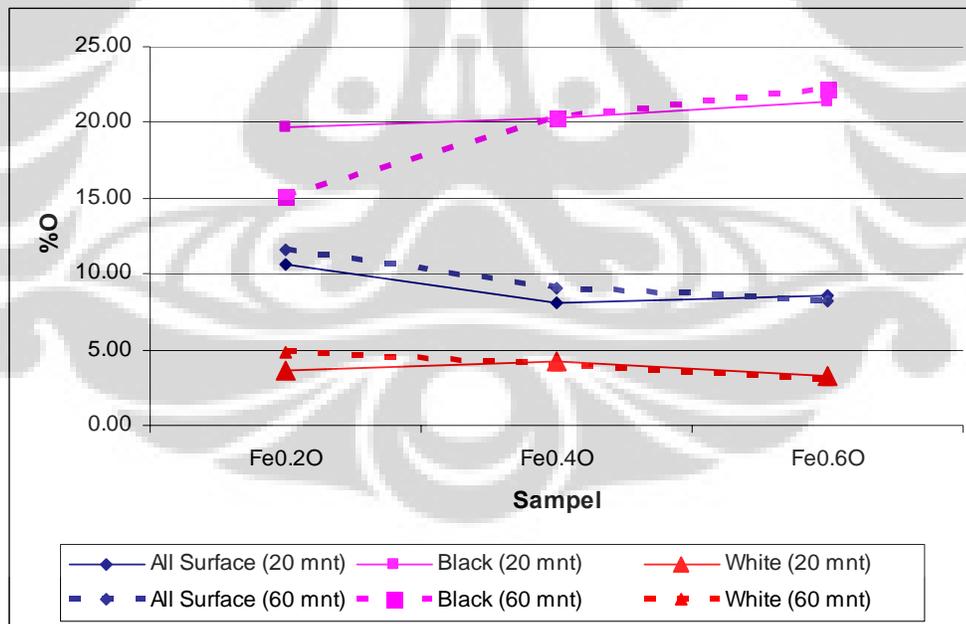
Sedangkan tipikal mikrostruktur sampel yang dihasilkan setelah dilakukan annealing isokhronal pada selama 60 menit pada temperatur yang berbeda ditunjukkan oleh Gambar 4.18 berikut. Gambar (a), (b) dan (c) berturut-turut adalah citra SEM dari spesimen Fe-1.4%O yang dianil pada temperatur 600°C, 700°C, dan 800°C. Jika dibandingkan dengan gambar-gambar sebelumnya, secara umum juga tidak ditemukan adanya perbedaan yang mencolok diantara spesimen hasil konsolidasi yang dilanjutkan dengan perlakuan panas. Untuk dapat menjelaskan fenomena mikrostruktur dari sampel yang dihasilkan, perlu dilakukan analisa *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDX) sehingga diketahui pula pengaruh kandungan oksigen dalam bentuk oksida Fe₃O₄ pada sampel.



Gambar 4.18. Citra SEM sistem Fe-1.4%O setelah perlakuan panas (annil) selama 60 menit pada temperatur (a)600 °C (b)700 °C dan (d)800 °C.

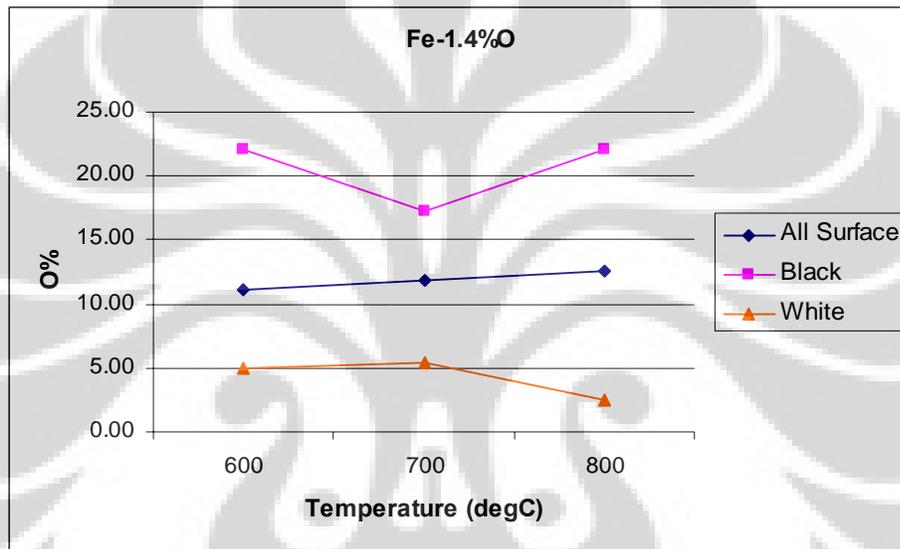
4.3.2 Analisa hasil *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDX)

Analisa EDX terhadap permukaan spesimen menunjukkan dua fasa yaitu fasa gelap atau hitam (*black*) dan fasa terang atau putih (*white*). Analisa EDX juga menampilkan perhitungan komposisi terhadap seluruh permukaan (*all surface*). Kedua fasa ini dapat dibedakan berdasarkan warna kontras dari citra SEM yang telah ditunjukkan pada bagian 4.3.1. Semua citra SEM mikrostruktur menunjukkan kedua fasa ini. Gambar 4.19 menunjukkan perhitungan kuantitatif terhadap fasa-fasa tersebut berdasarkan spesimen setelah mengalami proses annil pada 600°C selama waktu tertentu. Terlihat kandungan oksigen tertinggi hingga diatas 20% berada pada fasa gelap untuk semua spesimen. Untuk perhitungan fasa terang, konsentrasi oksigen dapat mencapai 5%. Sedangkan perhitungan permukaan keseluruhan terjadi peningkatan kandungan oksigen hingga lebih diatas 10%. Peningkatan konsentrasi oksigen ini sangat signifikan mengingat awal pembuatan sampel, kandungan oksigen yang ditambahkan hanya berkisar 0.2%–1.4%.

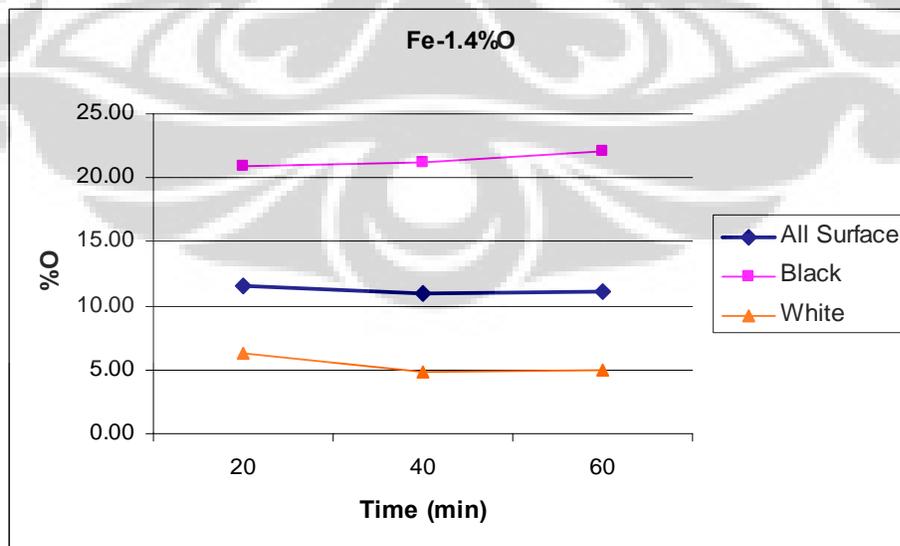


Gambar 4.19. Analisa kuantitatif EDX terhadap area/fasa pada permukaan spesimen setelah proses perlakuan panas pada temperatur 600°C selama waktu 20 dan 60 menit.

Dari hasil kuantitatif ini dapat disimpulkan terjadi kontaminasi sangat hebat oleh oksigen yang terdapat di atmosfer pada saat proses. Dari seluruh rangkaian proses, kemungkinan terjadinya kontaminasi paling besar adalah saat proses perlakuan panas/annil. Hal ini disebabkan oleh performa pompa vakuum yang kurang baik saat pemanasan berlangsung sehingga udara yang berpotensi bereaksi dengan sample reaktif masih banyak terdapat di dalam ruang tungku pemanasan. Potensi ini sebenarnya sudah diantisipasi dengan melapis sampel menggunakan aluminium foil untuk mencegah kontak dengan udara.



Gambar 4.20 Kandungan O sampel Fe-1.4%O setelah diannil pada variasi suhu.



Gambar 4.21 Kandungan O sampel Fe-1.4%O setelah diannil pada variasi waktu.

Hasil analisa kuantitatif EDX terhadap isothermal annealing dan isokhronal annealing juga menghasilkan hasil yang serupa. Akibat dari kontaminasi oksigen yang berlebihan ini, kandungan oksigen pada tiap-tiap fasa memiliki kisaran nilai yang hampir serupa. Namun pada fasa hitam, nilai kandungan oksigen merupakan yang tertinggi pada spesimen yang mengalami pemanasan paling lama dan pada temperatur yang paling tinggi. Gambar 4.20 dan 4.21 berturut-turut menampilkan data analisa EDX spesimen Fe-1.4%O yang mengalami proses isothermal annealing dan isokhronal annealing. Sedangkan Tabel 4.2 dibawah ini merangkum data analisa kuantitatif permukaan menggunakan EDX.

Tabel 4.2 Analisa Kuantitatif Sampel Setelah Proses Annealing

Sampel	Temp	Min	Black				White				All Surface			
			O		Fe		O		Fe		O		Fe	
			wt%	At%	wt%	At%	wt%	At%	wt%	At%	wt%	At%	wt%	At%
Fe0.2%O	600	20	19.71	46.14	80.29	53.86	3.65	11.68	96.35	88.32	10.6	29.26	89.4	70.74
Fe0.2%O	600	20	18.27	43.83	81.73	56.17	3.8	12.12	96.2	87.88	13.93	36.09	86.07	63.91
Fe0.2%O	600	60	15.1	38.31	84.9	61.69	4.78	14.9	95.22	85.1	11.59	31.39	88.41	68.61
Fe0.4%O	600	20	20.23	46.96	79.77	53.04	4.18	13.22	95.82	86.78	8.08	23.48	91.92	76.52
Fe0.4%O	600	60	20.26	47.01	79.74	52.99	3.99	12.66	96.01	87.34	9.07	25.83	90.93	74.17
Fe0.6%O	600	20	21.32	48.62	78.68	51.38	3.23	10.44	96.77	89.56	8.55	24.6	91.45	75.4
Fe0.6%O	600	60	22.26	49.98	77.74	50.02	3.02	9.79	96.98	90.21	8.22	23.82	91.78	76.18
Fe1.4%O	600	20	20.89	47.96	79.11	52.04	6.23	18.83	93.77	81.17	11.55	31.31	88.45	68.69
Fe1.4%O	600	40	21.25	48.5	78.75	51.5	4.88	15.19	95.12	84.81	10.94	30.02	89.05	69.98
Fe1.4%O	600	60	22.11	49.76	77.89	50.24	4.96	15.4	95.04	84.6	11.05	30.26	88.95	69.74
Fe1.4%O	700	60	17.19	42.02	82.81	57.98	5.45	16.76	94.55	83.24	11.83	31.89	88.17	68.11
Fe1.4%O	800	60	22.06	49.69	77.94	50.31	2.44	8.02	97.56	91.98	12.64	33.57	87.36	66.43

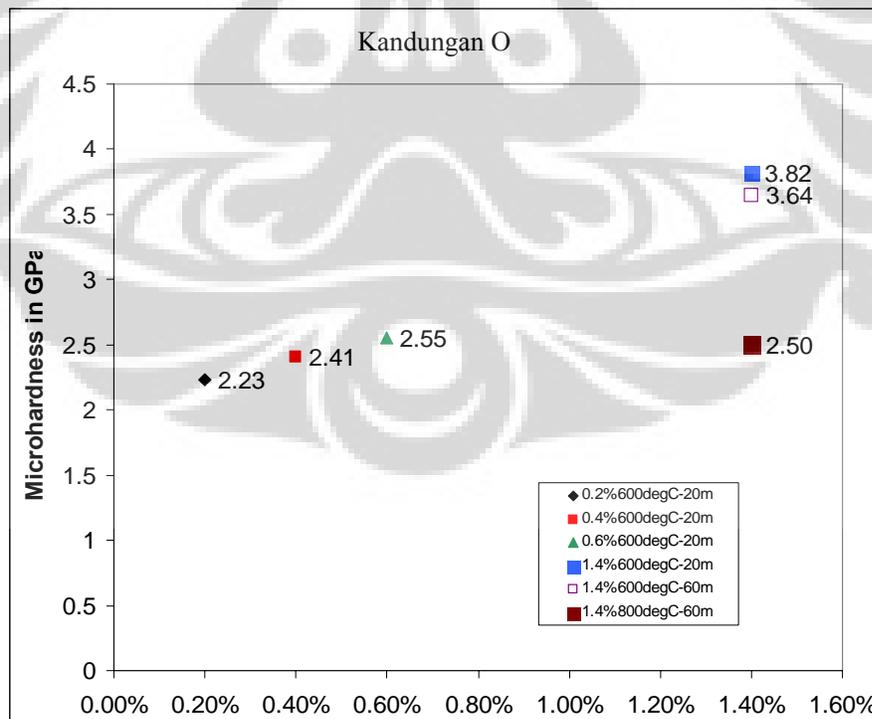
Yang menarik, besaran kandungan oksigen pada semua sampel hampir serupa. Hal ini menunjukkan oksigen yang terkandung dapat mencapai batas tertentu, misalnya kisaran kandungan oksigen pada fasa hitam adalah 15.1%-22.26%wt dengan rata-rata 20.67%, pada fasa terang 2.44%-6.23%wt dengan rata-rata 4.2%, dan keseluruhan permukaan 8.22%-13.93% dengan rata-rata 10.67%. Kemungkinan fasa hitam merupakan fasa oksida besi atau Fe_3O_4 dikarenakan fraksi berat oksigen pada besi oksida Fe_3O_4 adalah 27.58%. Sedangkan fasa terang merupakan matriks ferrit dengan Fe_3O_4 yang terdispersi di dalamnya. Hasil analisa GSAS terhadap pola difraksi sinar X sampel Fe-1.4%O yang diannealing pada 800°C dan 60 menit juga menunjukkan hasil yang serupa. Nilai fraksi berat fasa Fe adalah 78.64% dengan fraksi berat fasa Fe_3O_4 sebesar 22.36%.

Besarnya kandungan oksigen pada tiap sampel inilah yang juga menjelaskan mengapa citra SEM mikrostruktur dari spesimen hasil proses

perlakuan panas/annealing tidak memiliki perbedaan yang signifikan. Kandungan oksigen yang tidak berbeda jauh meskipun variabel anil berbeda menjadi alasan utama. Di sisi lain, hal ini juga menguatkan pengaruh kandungan oksigen terhadap mikrosotruktur material.

4.3.3 Sifat mekanik material

Hal lain yang menarik meskipun sampel mengalami kontaminasi oksigen yang berlebih adalah kekuatan vickersnya cukup baik (sekitar 2~3 Gpa) dan dapat dibandingkan dengan hasil penelitian sebelumnya[28]. Nilai ini memiliki potensi mengingat baja yang dibuat merupakan baja dengan sistem sederhana tanpa ada unsur paduan yang bersifat khusus. Gambar 4.21 menunjukkan kekerasan vickers dari spesimen sampel hasil annealing. Terlihat nilai kekerasan tidak memiliki perbedaan yang signifikan antara sampel yang satu dengan yang lain. Dalam proses dengan temperatur yang lebih tinggi dan waktu yang lama terjadi penurunan nilai kekerasan vickers yang disebabkan oleh proses pelunakan (*softening*) material.



Gambar 4.22 Kekerasan Vickers dari spesimen sinter baja setelah perlakuan panas.

BAB V

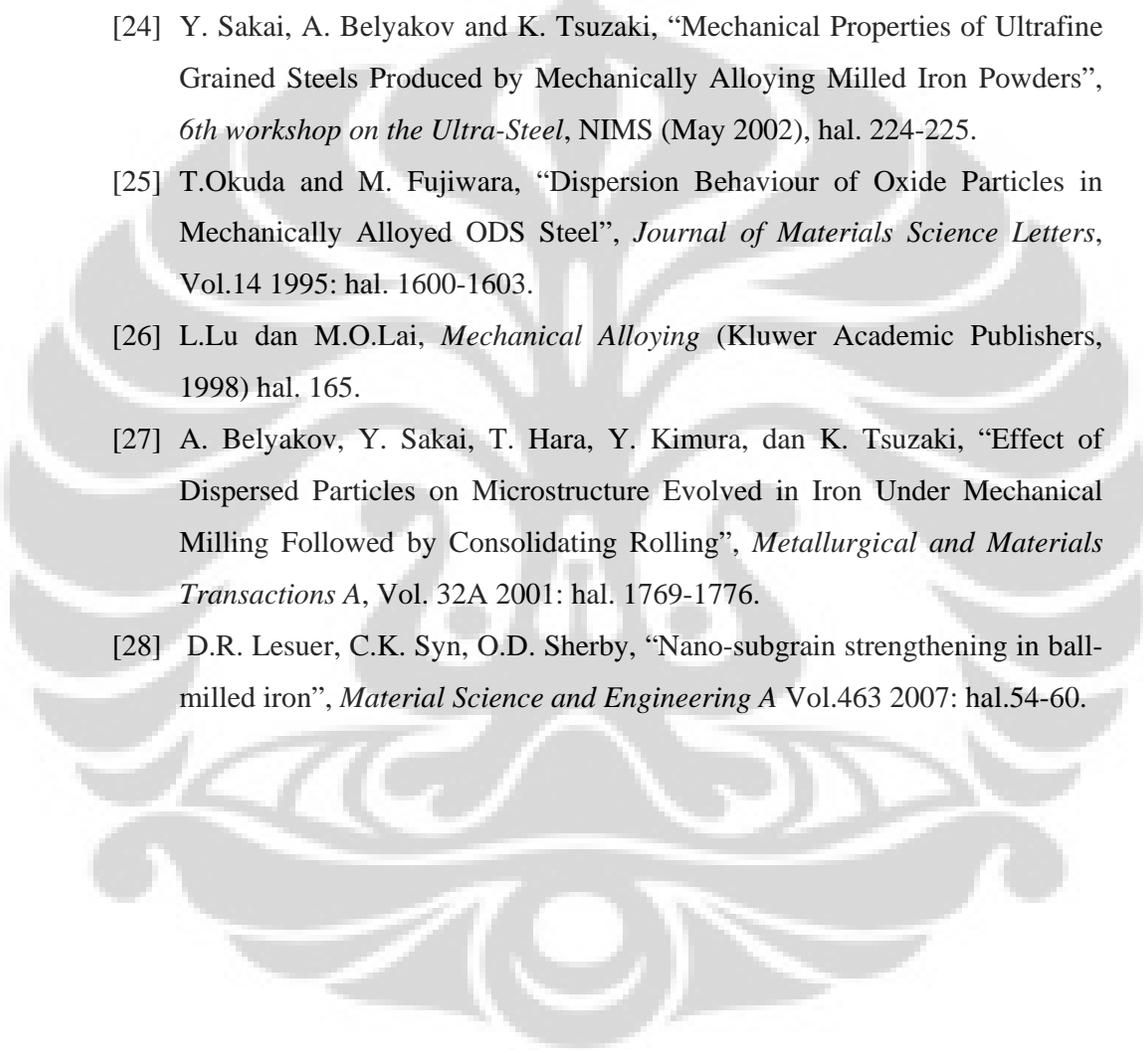
KESIMPULAN

1. Proses pemaduan mekanik selama 100 jam telah berhasil memproduksi bubuk Fe-O dengan ukuran 10-20 nm. Bubuk dengan kehalusan yang baik ini sangat menguntungkan sebagai bahan dalam proses konsolidasi pada metalurgi bubuk.
2. Kandungan oksida pada bahan tidak memberikan efek pada derajat penghalusan selama proses MA. Selain itu evolusi mikrostruktur selama berlangsungnya MA hingga 100 jam juga tidak memberikan perbedaan yang signifikan pada spesimen dengan variasi kandungan oksida yang berbeda.
3. Studi dasar pembuatan baja sistem Fe-O telah berhasil menghasilkan baja dengan kekerasan yang baik melalui proses yang relatif sederhana. Adanya oksigen yang terdispersi memberikan nilai kekerasan Vickers yang signifikan dengan nilai sekitar 3-4 GPa akibat adanya penguatan dispersoid. Namun, pada penelitian kali ini terjadi kontaminasi oleh oksigen yang berlebih sehingga kandungan oksigen pada material akhir tidak dapat dipertahankan. Perlu perbaikan pada proses konsolidasi untuk mencegah terjadinya kontaminasi oleh oksigen dari atmosfer.

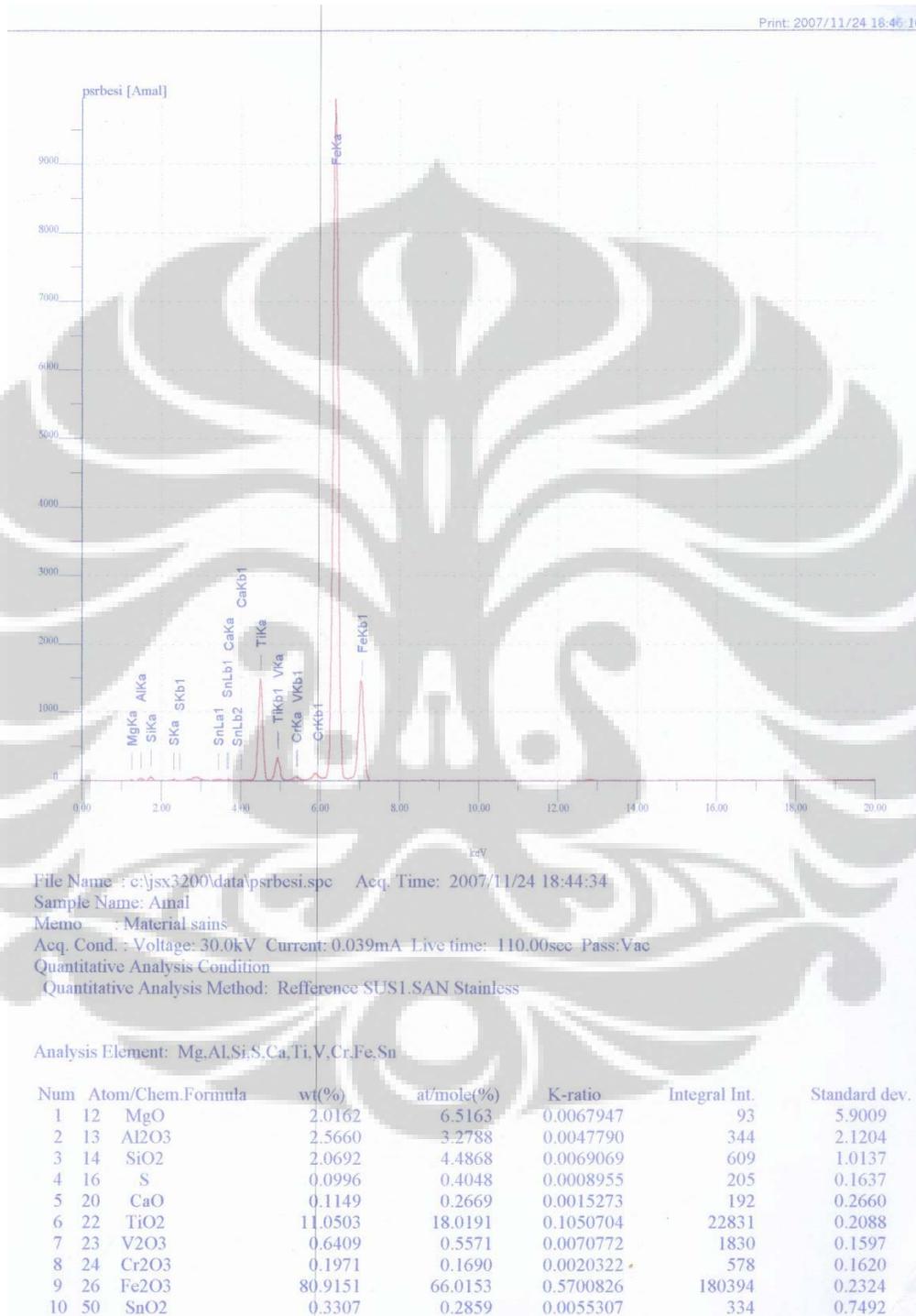
DAFTAR ACUAN

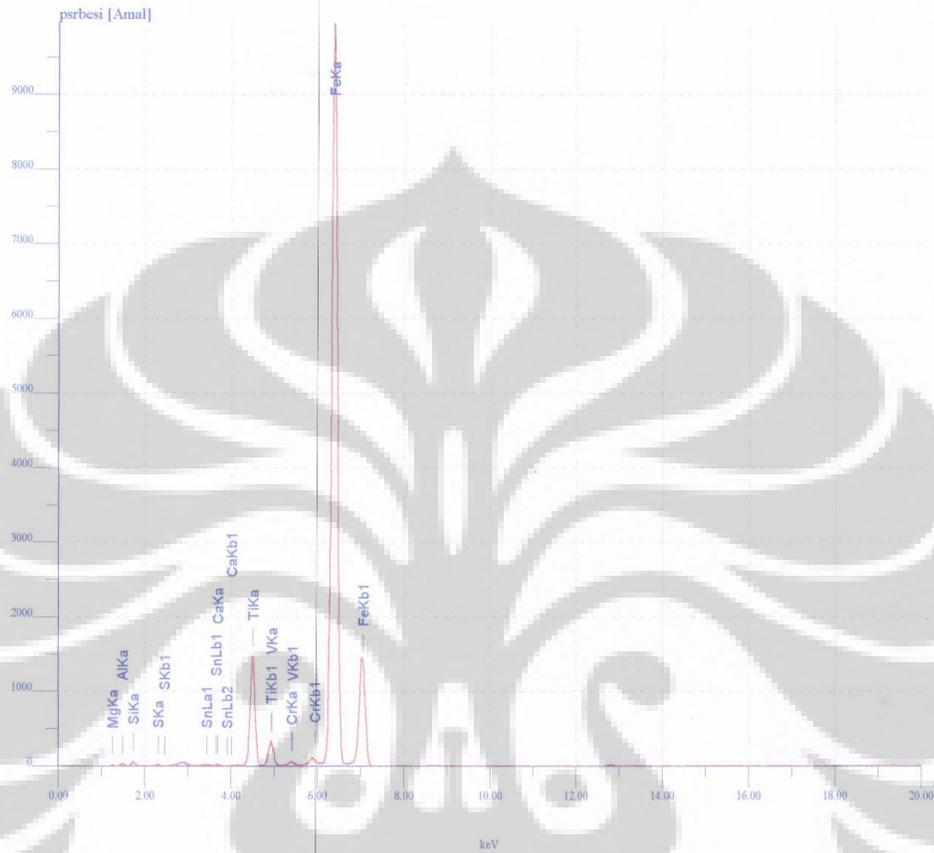
- [1] International Iron and Steel Institute (2006). *Steel Statistical Yearbook*. Diakses Agustus 2007, dari International Iron and Steel Institute.
<http://www.worldsteel.org>
- [2] H. Nakae, “Technical Review for Cast Iron Melting and Quality of Castings”, *Cast Iron Foundry*, 73(2) 2001.
- [3] Y. Kimura and S. Takaki, “Microstructural Changes during Annealing of Work-Hardened Mechanically Milled Metallic Powders (Overview)”, *Materials Transactions, JIM*, 36(2) 1995: hal. 289 – 296.
- [4] A. Ohmori, S. Torizuka and K. Nagai, “Strength-Ductility Balance of the Ultrafine grained Ferrite and Cementite Structure”, *6th Workshop on the Ultra-Steel*, NIMS, (May, 2002), hal.72-73.
- [5] Y. Hagiwara and M. Takahashi, “Target for Ultra Steel Project”, *6th Workshop on the Ultra-Steel*, NIMS, (May, 2002), hal. 1-16.
- [6] M. Takahashi, “The 4th Year Result and Future Prospect for Research on Ultra-Steel Materials”, *6th workshop on the Ultra-Steel*, NIMS, (May, 2002), hal. 17-20.
- [7] Y. Hagiwara, “Ultra-Steels Towards to Safe Infrastructure”, *6th Workshop on the Ultra-Steel*, NIMS, (May, 2002), hal. 28-29.
- [8] K. Nagai, “Creation of Ultra-Steel from Recycled Steel”, *6th Workshop on the Ultra-Steel*, NIMS, (May, 2002), hal. 32-33.
- [9] N. Yoshida, K. Nagai and O. Umezawa, “Structure Formation of Continuously Cast 0.1 mass % C Steel with High Phosphorus”, *6th Workshop on the Ultra-Steel*, NIMS, (May, 2002), hal. 36-38.
- [10] H. Sueyoshi, Nurul T. R., S. Kuramoto and T. Honjo, “Preparation of Carbon Steel by Mechanical Alloying and Hot Pressing”, *Proceedings of The Second Asian Conference on Heat Treatment of Materials, The Japan Society for Heat Treatment*, Japan, Shimane, Sept. 7-10 2001: hal. 99-104.

- [11] S. Kuramoto, Nurul T. R. and H. Sueyoshi, "Preparation of Fe-C System Alloy via Mechanical Alloying, *The 50th Annual Report of Heat Treatment Technique*, The Japan Society for Heat Treatment, May 23-24 2000: hal. 9-10.
- [12] K. Tagami, Nurul T. R. and H. Sueyoshi, "Effect of Microstructure on Damping Capacity of Composite Steel", *The 48th Annual Report of Heat Treatment Technique*, The Japan Society for Heat Treatment, May 25-26 1999: hal. 27-28.
- [13] H. Sueyoshi, K. Tagami and Nurul T. R., "Damping Capacity of Graphite-Dispersed Composite Steel", *Materials Transaction*, The Japan Inst. of Metals, 42(6) 2001: hal. 965-969.
- [14] H. Sueyoshi, Nurul T. R. and S. Kawano, "Damping Capacity and Mechanical Property of Hexagonal Boron Nitride-Dispersed Composite Steel", *International Symposium on High Damping Materials 2002*, August 22-24, Tokyo, Japan, 2002: hal. 26.
- [15] Y. Kimura, S. Takaki, S. Suejima, R. Uemori, and H. Tamehiro: *Iron Steel Inst. Jpn. Int.*, 39 1999: hal. 176-182.
- [16] M.I. Baraton (editor), *Synthesis, Functionalization and Surface Treatment of Nanoparticles* (New York: American Scientific Publisher, 2002) hal.3.
- [17] Nurul T. R., Agus S. W., Andi S., Bambang dan Djandjani, "PBM 4A, Mesin Penghancur Partikel dengan Gerak Planet yang Memiliki Sudut dengan Wadah yang dapat Dikondisikan", Paten No. S00200700086, 24 April 2007.
- [18] C. Suryanarayana, *Mechanical Alloying and Milling* (New York: Marcel Dekker, 2004) hal. 59-76.
- [19] Carl A. Keyser, *Basic Engineering Material*, 2nd Ed. (Tokyo: Prentice-Hall, 1959) hal.385.
- [20] Randall M. German, *Sintering Theory and Practice* (New York: John Wiley & Sons, 1996) hal.18.
- [21] S. Takaki, K. Kawasaki and Y. Kimura, "Mechanical Properties of Ultra Fine Grained Steel", *Journal of Material Processing and Technology*, Vol.117 2001: hal. 359-363.

- 
- [22] Nurul T. R., K. Kawamoto, H. Sueyoshi, Y. Nakamura and T. Nishida, "Effect of Milling Temperature and Additive Elements on an Fe-C System Alloy Prepared by Mechanical Alloying", *Journal of Material Processing and Technology*, Vol.89-90 1999: hal. 367-372.
- [23] C. Suryanarayana dan M. Grant Norton, *X-Ray Diffraction: A Practical Approach* (New York: Plenum Press, 1998) hal. 207-215.
- [24] Y. Sakai, A. Belyakov and K. Tsuzaki, "Mechanical Properties of Ultrafine Grained Steels Produced by Mechanically Alloying Milled Iron Powders", *6th workshop on the Ultra-Steel*, NIMS (May 2002), hal. 224-225.
- [25] T.Okuda and M. Fujiwara, "Dispersion Behaviour of Oxide Particles in Mechanically Alloyed ODS Steel", *Journal of Materials Science Letters*, Vol.14 1995: hal. 1600-1603.
- [26] L.Lu dan M.O.Lai, *Mechanical Alloying* (Kluwer Academic Publishers, 1998) hal. 165.
- [27] A. Belyakov, Y. Sakai, T. Hara, Y. Kimura, dan K. Tsuzaki, "Effect of Dispersed Particles on Microstructure Evolved in Iron Under Mechanical Milling Followed by Consolidating Rolling", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 32A 2001: hal. 1769-1776.
- [28] D.R. Lesuer, C.K. Syn, O.D. Sherby, "Nano-subgrain strengthening in ball-milled iron", *Material Science and Engineering A* Vol.463 2007: hal.54-60.

Lampiran 1 Hasil Analisa XRF

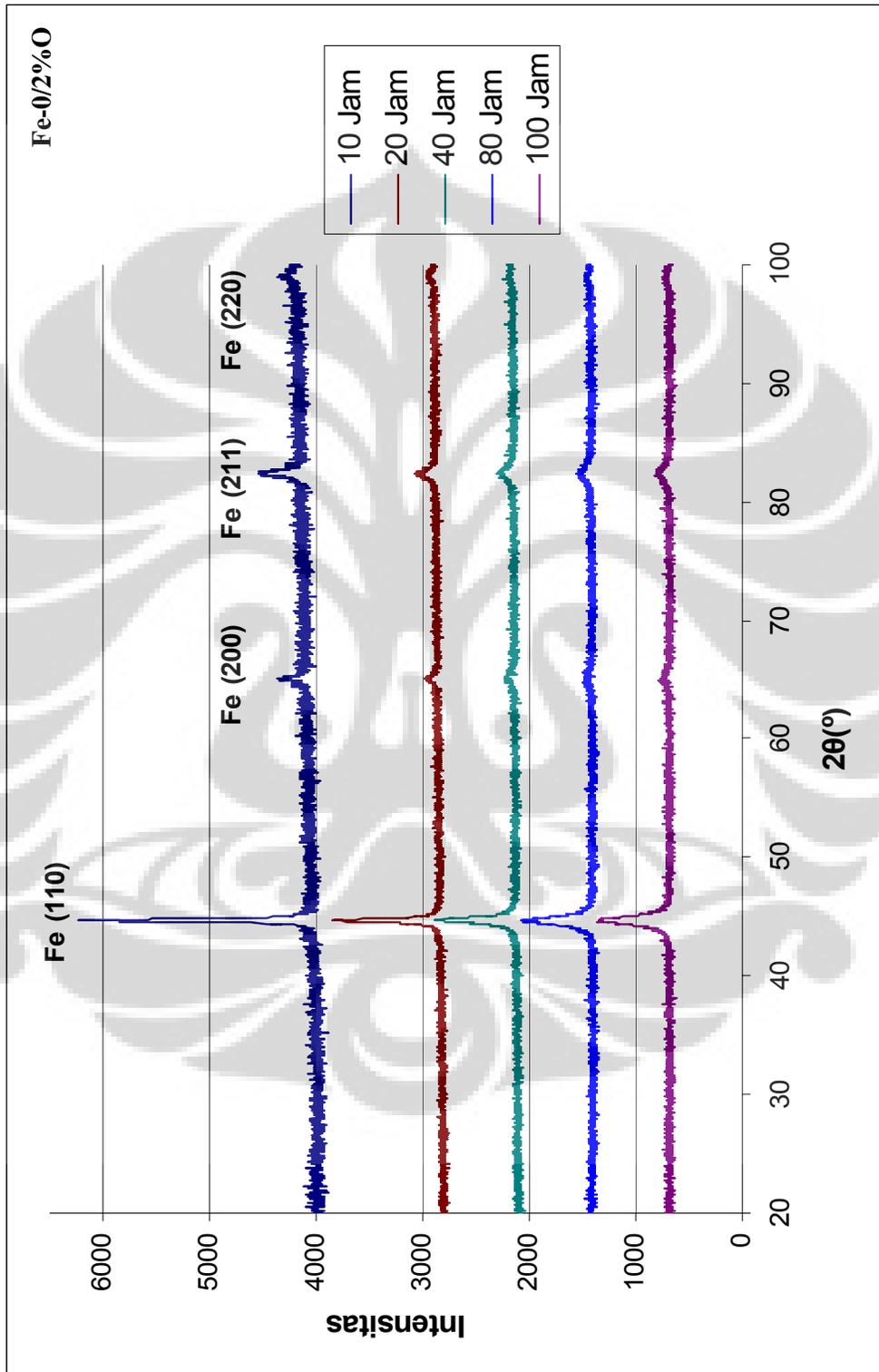


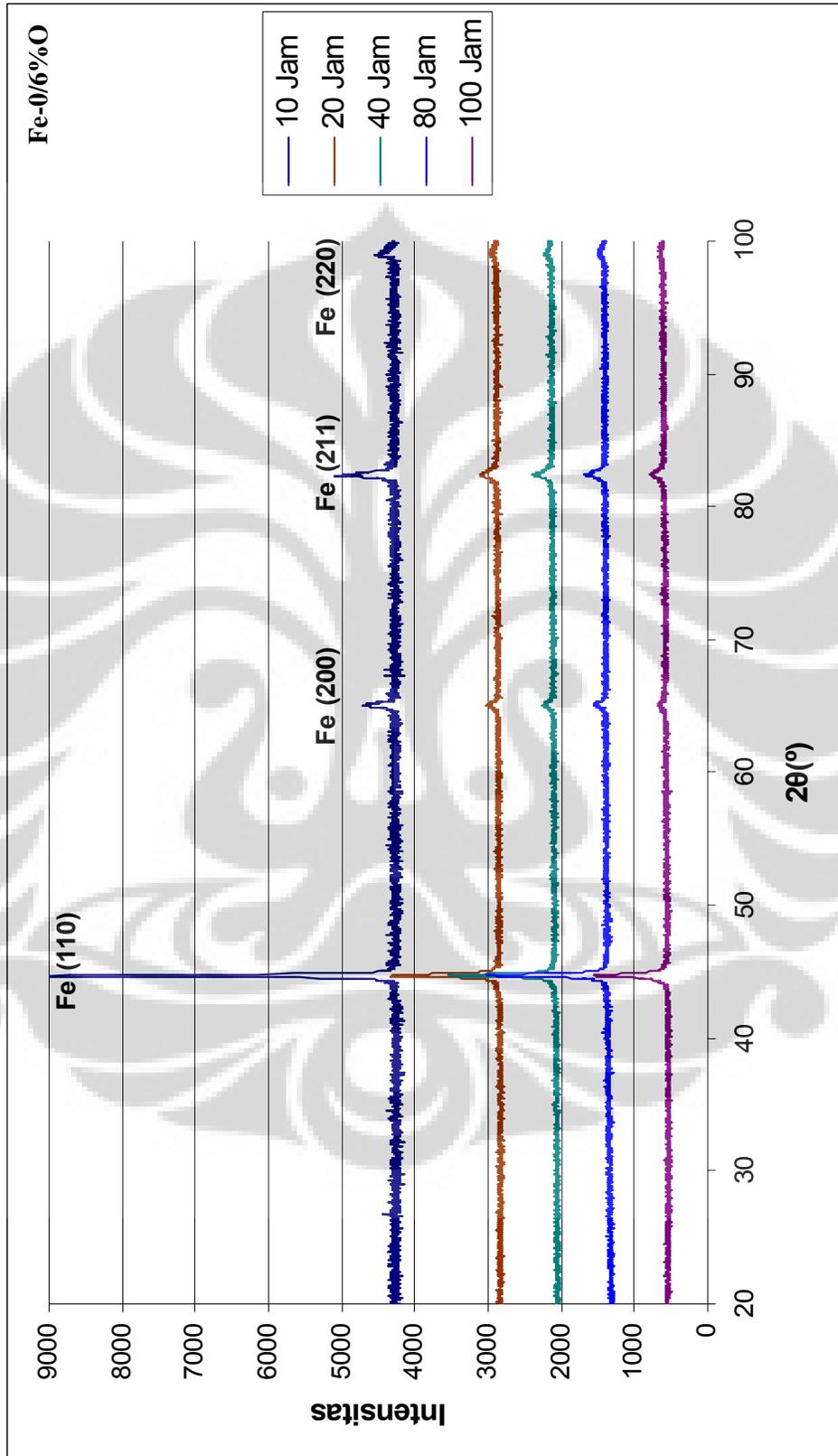


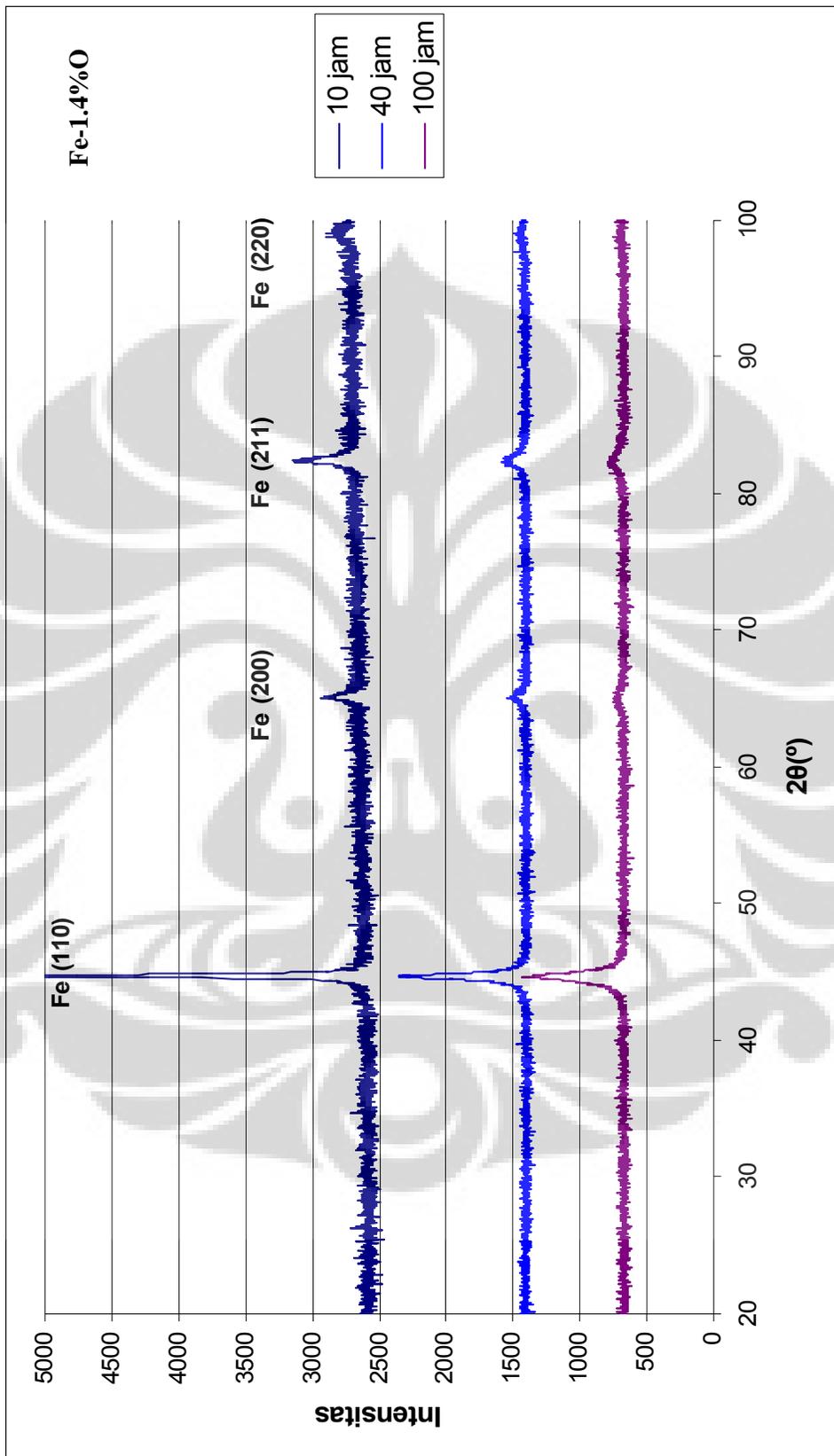
File Name : c:\jstx3200\data\psrbesi.spc Acq. Time: 2007/11/24 18:44:34
 Sample Name: Amal
 Memo : Material sains
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.039mA Live time: 110.00sec Pass:Vac
 Analysis Element: Mg,Al,Si,S,Ca,Ti,V,Cr,Fe,Sn

Num	Atom/Chem.Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	1.5733	3.3862	0.0067947	93	4.6048
2	13 Al	1.7715	3.4354	0.0047790	344	1.4639
3	14 Si	1.2701	2.3663	0.0069069	609	0.6222
4	16 S	0.1320	0.2153	0.0008955	205	0.2168
5	20 Ca	0.1108	0.1447	0.0015273	192	0.2566
6	22 Ti	9.1025	9.9435	0.1050704	22831	0.1720
7	23 V	0.6025	0.6189	0.0070772	1830	0.1501
8	24 Cr	0.1898	0.1910	0.0020322	578	0.1560
9	26 Fe	84.8970	79.5442	0.5700826	180394	0.2438
10	50 Sn	0.3505	0.1545	0.0055307	334	0.7940

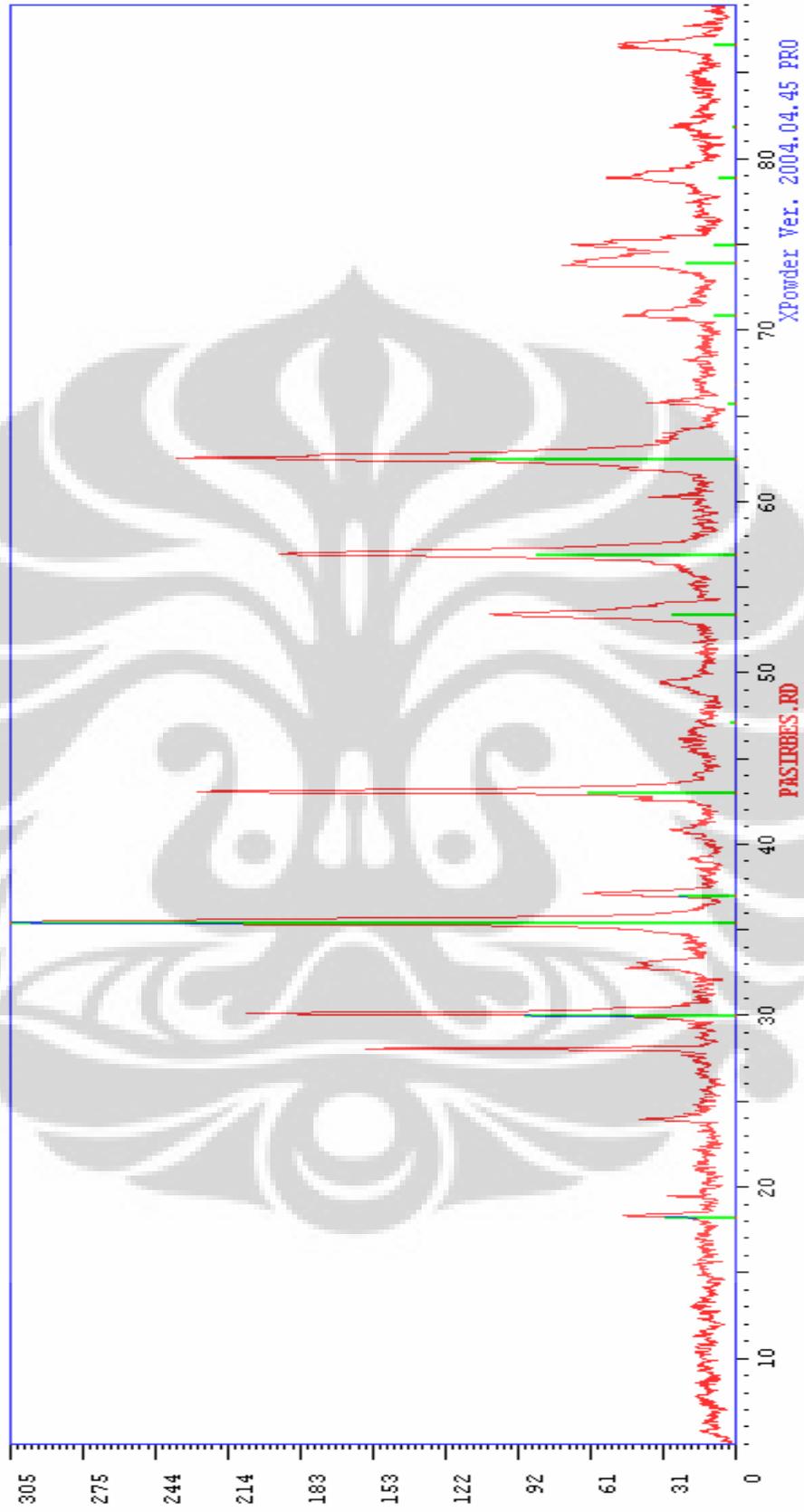
Lampiran 2 Hasil Analisa XRD



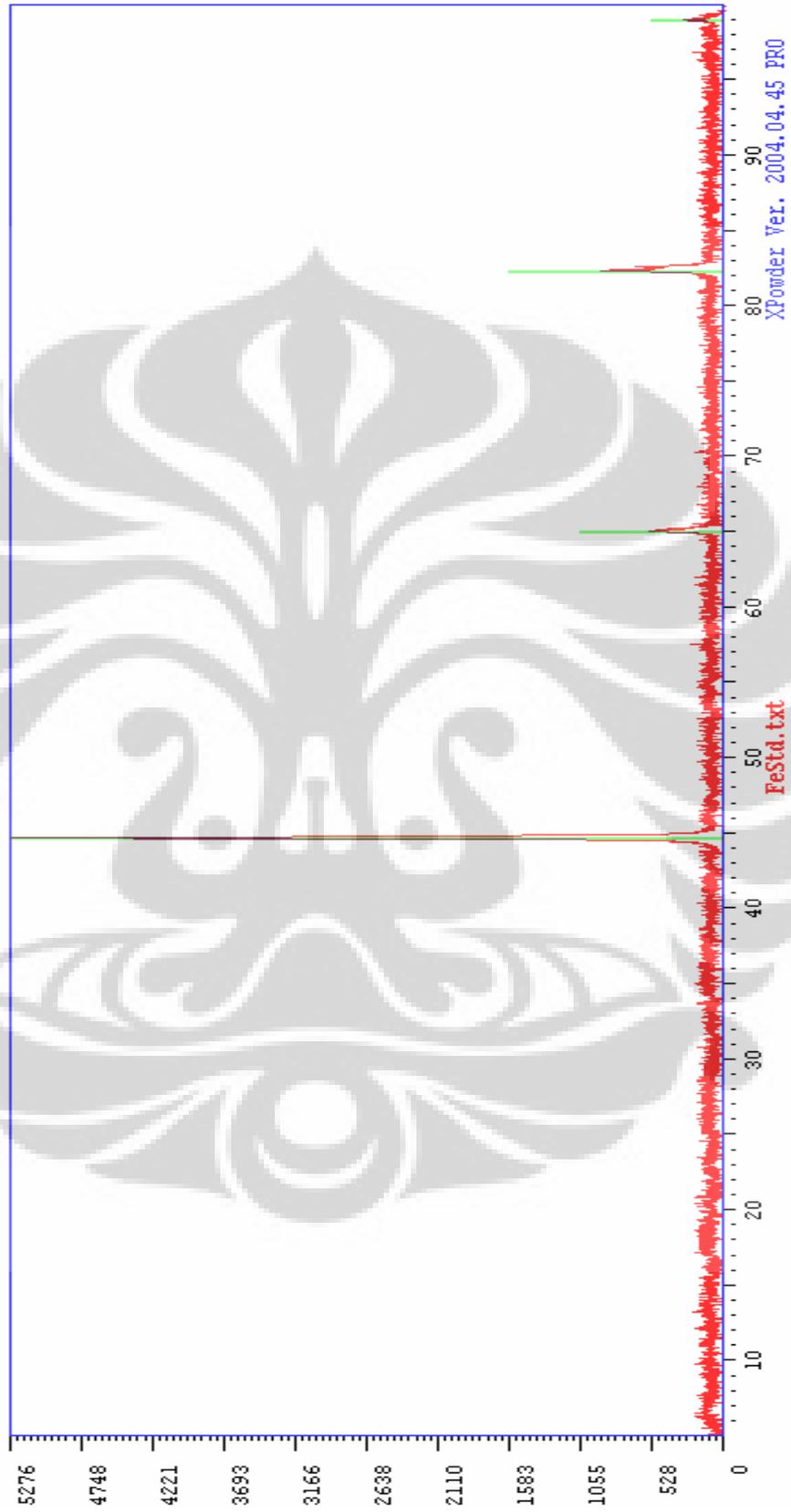




XRD PASIR BESI



XRD STANDAR FE



Lampiran 3 Hasil Analisa GSAS Sampel Pasir Besi

Powder data statistics Fitted -Bknd Average
 Bank Ndata Sum(w*d**2) wRp Rp wRp Rp DWd Integral
 Hstgm 1 PXC 1 4175 8113.1 0.2105 0.1603 0.2217 0.1767 1.139 0.903
 Powder totals 4175 8113.1 0.2105 0.1603 0.2217 0.1767 1.139
 No serial correlation in fit at 90% confidence for 1.936 < DWd < 2.064
 Cycle 33 There were 4175 observations.
 Total before-cycle CHI**2 (offset/sig) = 8.1131E+03 (4.4186E+01)
 Reduced CHI**2 = **1.975** for 67 variables
 Phase/element fractions for phase no. 1
 Hist Elem: 1 1 PXC
 Fraction : 3.87597
 Sigmas : 0.717442E-01
 Shift/esd: 3.45
 Wt. Frac.: 0.89856
 Sigmas : 0.168719E-02
 Phase/element fractions for phase no. 2
 Hist Elem: 1 1 PXC
 Fraction : 0.314580
 Sigmas : 0.396658E-01
 Shift/esd: -1.09
 Wt. Frac.: 0.71694E-01
 Sigmas : 0.839184E-02
 Iron Sand
 Phase/element fractions for phase no. 3
 Hist Elem: 1 1 PXC
 Fraction : 0.124028
 Sigmas : 0.153848E-01
 Shift/esd: -0.97
 Wt. Frac.: 0.29747E-01
 Sigmas : 0.358010E-02
 Phase/element fraction sum(shift/error)**2 : 14.01
 Lattice parameters for powder data:
 Phase 1

	a	b	c	alpha	beta	gamma	volume
Value :	5.906609	5.952842	8.403243	90.000	90.000	90.000	295.467
Sigmas :	0.000522	0.000516	0.000379	0.000	0.000	0.000	0.028

 Phase 2

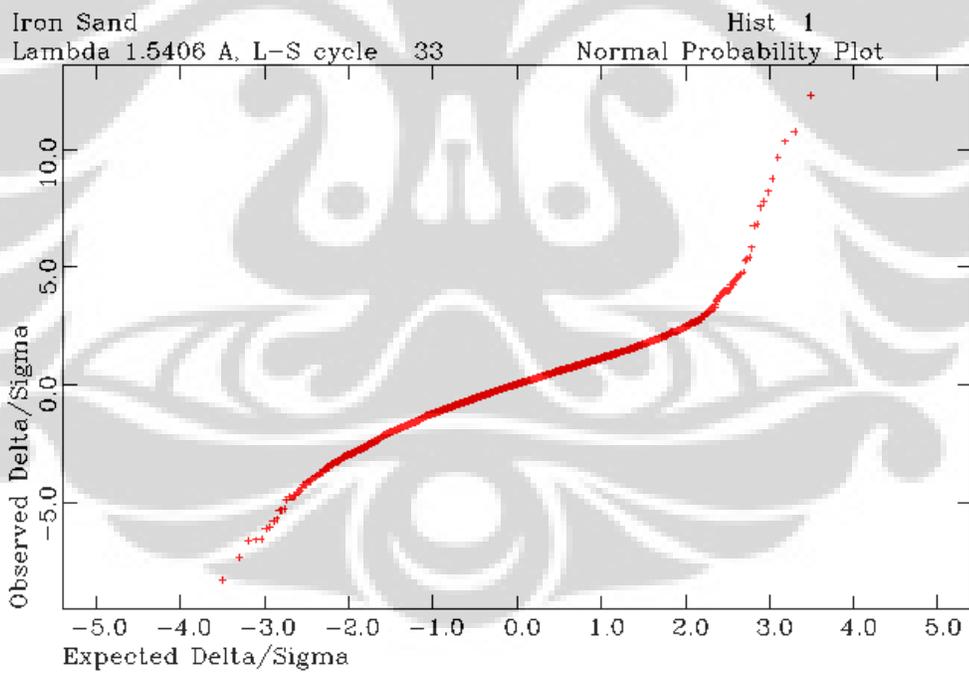
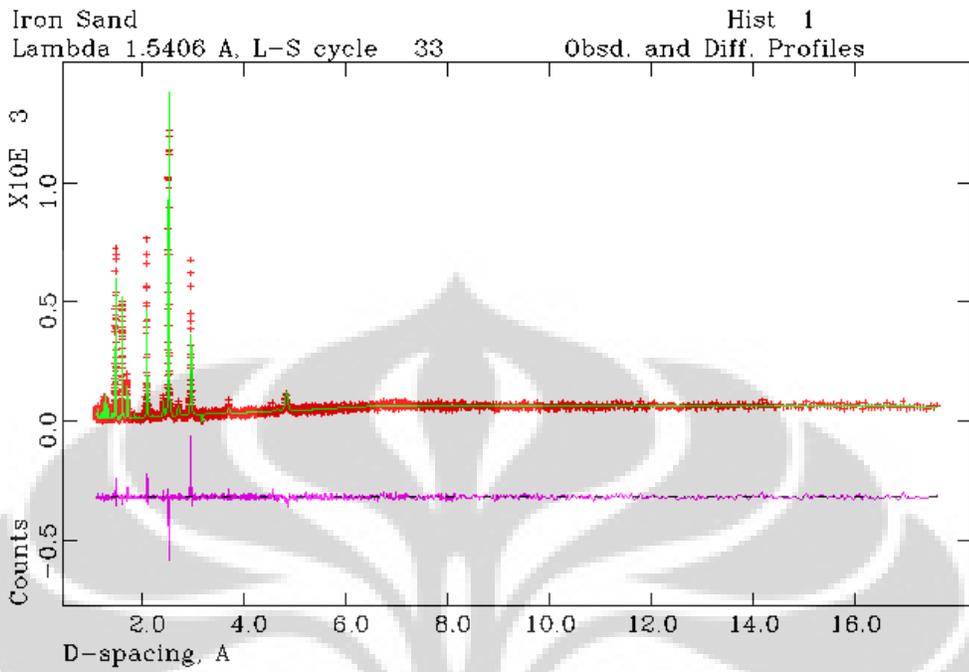
	a	b	c	alpha	beta	gamma	volume
Value :	5.066669	5.066669	13.956351	90.000	90.000	120.000	310.275
Sigmas :	0.002691	0.002691	0.009685	0.000	0.000	0.000	0.225

 Phase 3

	a	b	c	alpha	beta	gamma	volume
Value :	5.038441	5.038441	13.805621	90.000	90.000	120.000	303.514
Sigmas :	0.001793	0.001793	0.007328	0.000	0.000	0.000	0.149

 Reciprocal metric tensor shift factor = 30%
 Reciprocal metric tensor sum(shift/error)**2 : 3.48

GENLES Version Win32 Jun 15 18:46:39 2008 Page 17



Lampiran 4 Hasil Analisa GSAS Sampel Bulk Material

Powder data statistics Fitted -Bknd Average
 Bank Ndata Sum(w*d**2) wRp Rp wRp Rp DWd Integral
 Hstgm 1 PXC 1 4779 5816.7 0.0317 0.0255 0.0368 0.0358 1.831 0.958
 Powder totals 4779 5816.7 0.0317 0.0255 0.0368 0.0358 1.831

No serial correlation in fit at 90% confidence for $1.927 < DWd < 2.073$

Cycle 15 There were 4779 observations.

Total before-cycle CHI^2 (offset/sig) = $5.8167E+03$ ($1.1070E+01$)

Reduced CHI^2 = **1.227** for 40 variables

Phase/element fractions for phase no. 1

Hist Elem: 1 1 PXC

Fraction : 47.5780

Sigmas : 0.340128

Shift/esd: -0.04

Wt. Frac.: 0.78642

Sigmas : 0.120073E-02

Phase/element fractions for phase no. 2

Hist Elem: 1 1 PXC

Fraction : 1.55831

Sigmas : 0.527200E-01

Shift/esd: -7.43

Wt. Frac.: 0.21358

Sigmas : 0.568242E-02

Phase/element fraction sum(shift/error)**2 : 55.27

Lattice parameters for powder data:

Phase 1

	a	b	c	alpha	beta	gamma	volume
Value :	2.865785	2.865785	2.865785	90.000	90.000	90.000	23.536
Sigmas :	0.000061	0.000061	0.000061	0.000	0.000	0.000	0.002

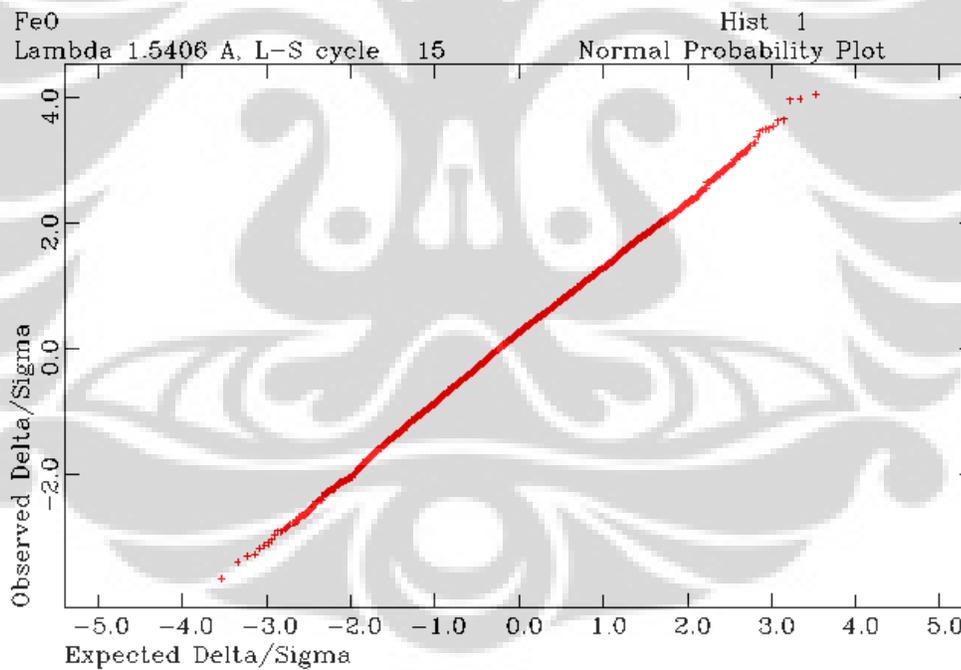
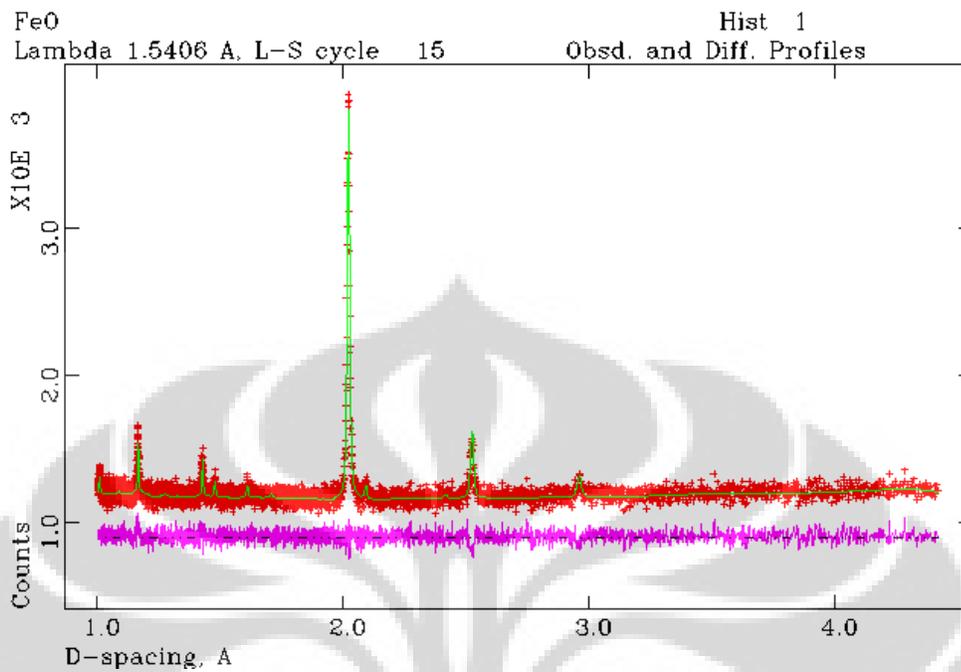
Reciprocal metric tensor shift factor = 30%

Phase 2

	a	b	c	alpha	beta	gamma	volume
Value :	5.914679	5.943580	8.391756	90.000	90.000	90.000	295.007
Sigmas :	0.003049	0.004159	0.005560	0.000	0.000	0.000	0.089

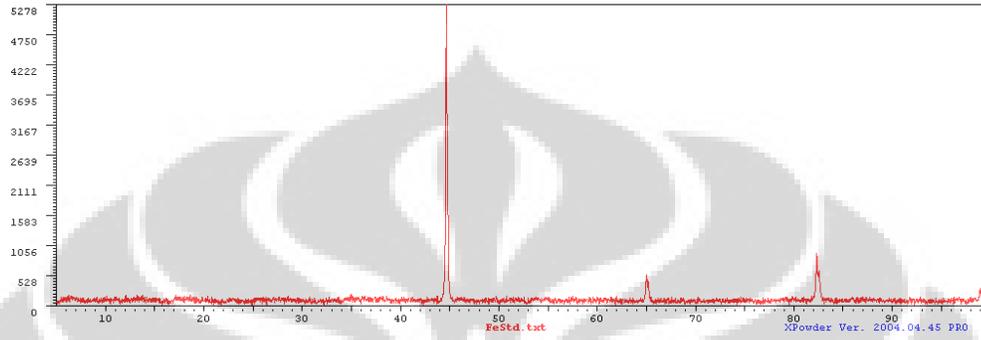
Reciprocal metric tensor shift factor = 30%

Reciprocal metric tensor sum(shift/error)**2 : 12.59



Lampiran 5 Contoh Perhitungan Ukuran Kristalit Dengan Metode Williamson-Hall

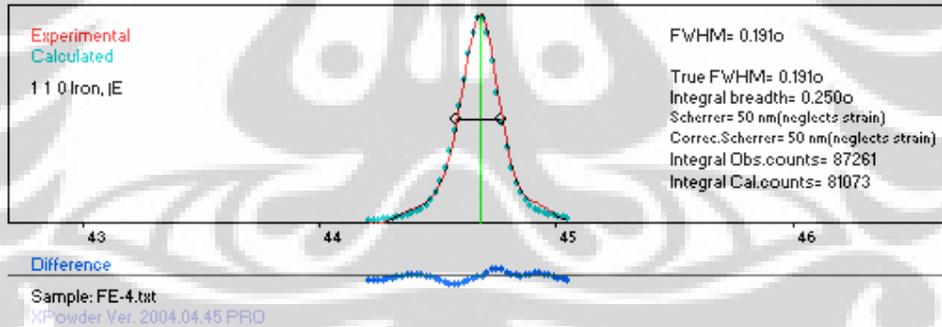
Pola difraksi sinar X standar Fe:



$$\lambda = 0.154056 \text{ nm}$$

Contoh penentuan FWHM menggunakan software X Powder:

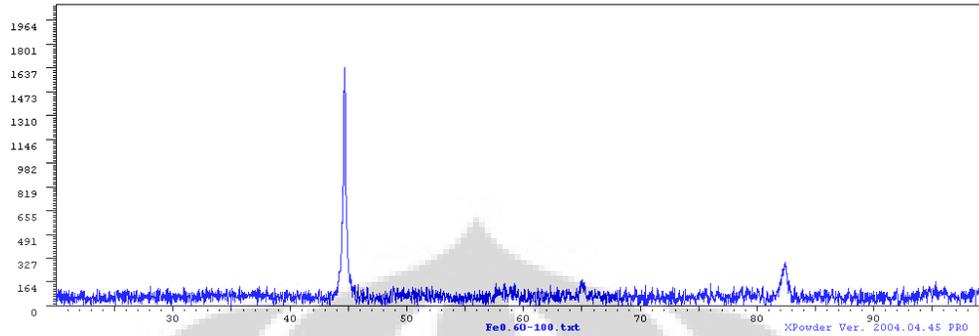
Puncak #1 Fe (110):



Dengan cara yang sama didapat nilai FWHM untuk semua puncak adalah:

Puncak#	2θ(°)	hkl	FWHM	FWHM (rad)
1	44.68	110	0.191	0.0033
2	65.00	200	0.222	0.0039
3	82.36	211	0.330	0.0058

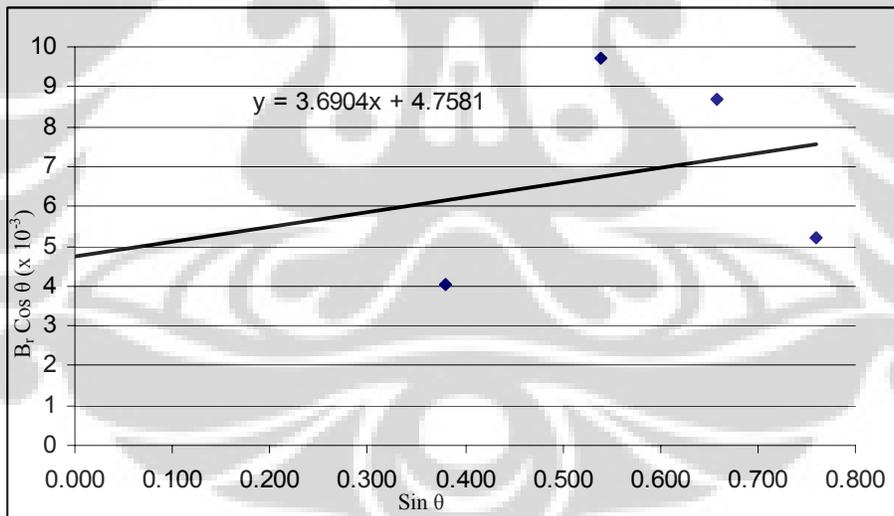
Pola difraksi sinar X sampel F-0.6%O setelah MA selama 80 jam:



Penentuan FWHM dan perhitungan untuk plot Williamson-Hall:

2θ	sinθ	hkl	B ₀ (°)	B ₀ (rad)	B _r ² =B ₀ ² -B _i ²	B _r Cosθ
44.72	0.380	110	0.325	0.005	1.89414E-05	0.004024942
65.23	0.539	200	0.669	0.012	0.000133318	0.009725601
82.40	0.659	211	0.589	0.012	0.00013325	0.008685434
99.03	0.761	220	0.389	0.008	6.48226E-05	0.005227264

Kurva B_r Cosθ versus Sinθ untuk Fe-0.6%O setelah MA 80 jam:



Persamaan Williamson-Hall:

$$B_r \cos \theta = \frac{k\lambda}{L} + \eta \sin \theta \quad \text{dengan } y = 3.6904x + 4.7851$$

$$\frac{k\lambda}{L} = 4.7851 \quad \text{dimana } k = 1 \text{ dan } \lambda = 0.154056 \text{ nm, sehingga } L = 32.37 \text{ nm}$$

Lampiran 5 Hasil EDX

Untitled:21

Label :260020black

Acquisition Time : 14:26:56 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

O K 19.71 46.14 0.1089 1.1259 0.4890 1.0035

FeK 80.29 53.86 0.7751 0.9616 1.0039 1.0000

Total 100.00 100.00

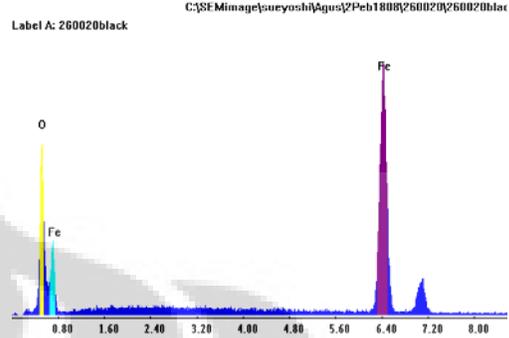
Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K 162.17 1.16 1.24 139.82

FeK 416.72 4.66 0.78 89.34

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.88 Tc: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 40



Untitled:20

Label :260020white

Acquisition Time : 14:25:22 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

O K 3.65 11.68 0.0187 1.1589 0.4391 1.0056

FeK 96.35 88.32 0.9570 0.9925 1.0007 1.0000

Total 100.00 100.00

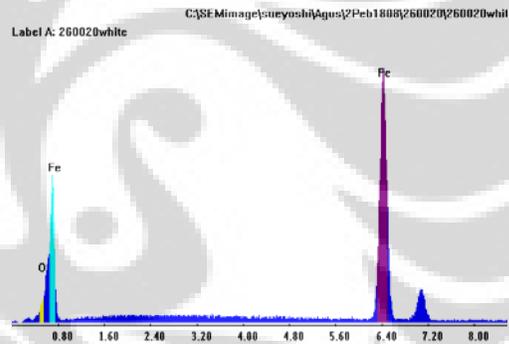
Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K 29.56 1.43 3.02 20.68

FeK 546.84 5.60 0.68 97.72

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.88 Tc: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 40



Untitled:19

Label :260020allsurface

Acquisition Time : 14:23:37 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

O K 10.60 29.26 0.0560 1.1442 0.4596 1.0045

FeK 89.40 70.74 0.8769 0.9788 1.0021 1.0000

Total 100.00 100.00

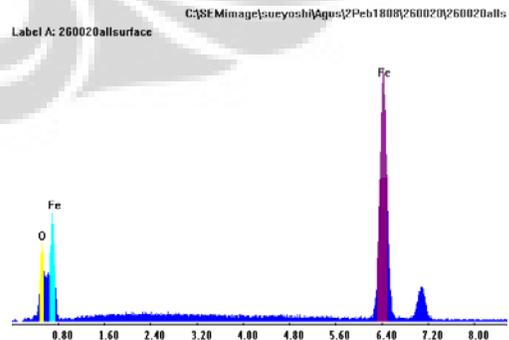
Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K 85.04 1.16 1.72 73.49

FeK 480.95 5.29 0.72 90.85

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.88 Tc: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 40



Untitled:15

Label :260060black

Acquisition Time : 13:59:08 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

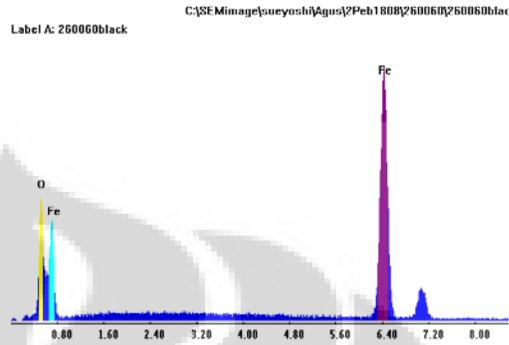
O K	15.10	38.31	0.0816	1.1350	0.4739	1.0040
FeK	84.90	61.69	0.8261	0.9702	1.0030	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	124.32	1.25	1.42	99.22		
FeK	454.38	5.33	0.74	85.23		

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.92 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 40



Untitled:14

Label :260060white

Acquisition Time : 13:57:11 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

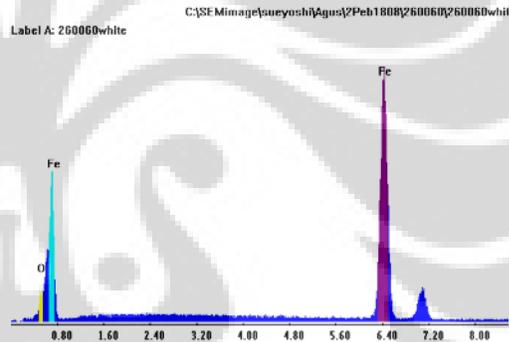
O K	4.78	14.90	0.0246	1.1565	0.4425	1.0054
FeK	95.22	85.10	0.9439	0.9903	1.0009	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	38.32	1.55	2.44	24.80		
FeK	531.20	6.35	0.64	83.66		

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.92 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 47



Untitled:13

Label :260060allsurface

Acquisition Time : 13:55:11 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

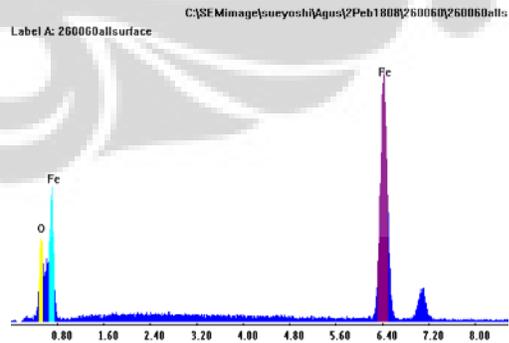
O K	11.59	31.39	0.0615	1.1422	0.4628	1.0044
FeK	88.41	68.61	0.8656	0.9769	1.0023	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	94.56	1.31	1.64	72.16		
FeK	480.11	5.56	0.73	86.31		

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.92 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 40



Untitled:33

Label :460020black

Acquisition Time : 15:46:22 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

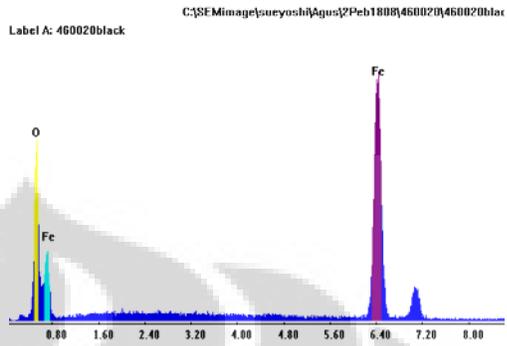
O K	20.23	46.96	0.1121	1.1248	0.4908	1.0034
FeK	79.77	53.04	0.7693	0.9606	1.0040	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	169.78	1.42	1.20	119.26
FeK	420.77	5.26	0.77	80.00

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.87 Tc: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 41



Untitled:32

Label :460020white

Acquisition Time : 15:44:34 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

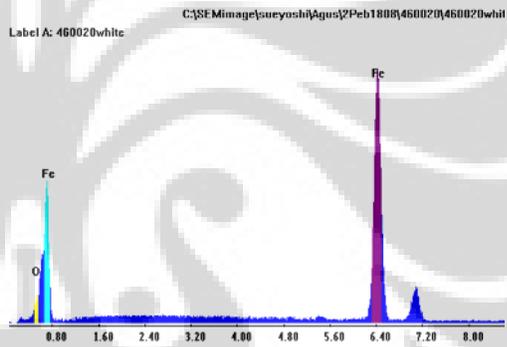
O K	4.18	13.22	0.0214	1.1578	0.4406	1.0055
FeK	95.82	86.78	0.9508	0.9915	1.0008	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	34.19	1.22	2.77	27.96
FeK	547.27	6.48	0.68	84.45

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.87 Tc: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 40



Untitled:34

Label :460020allsurface

Acquisition Time : 15:47:48 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

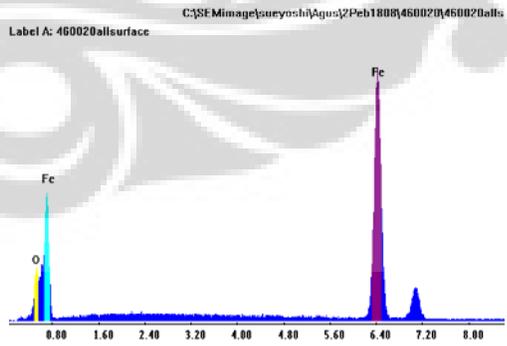
O K	8.08	23.48	0.0422	1.1495	0.4520	1.0049
FeK	91.92	76.52	0.9056	0.9837	1.0016	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	66.77	1.49	1.77	44.86
FeK	517.44	5.93	0.63	87.22

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.87 Tc: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 49



Untitled:9

Label :460060black

Acquisition Time : 13:29:54 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

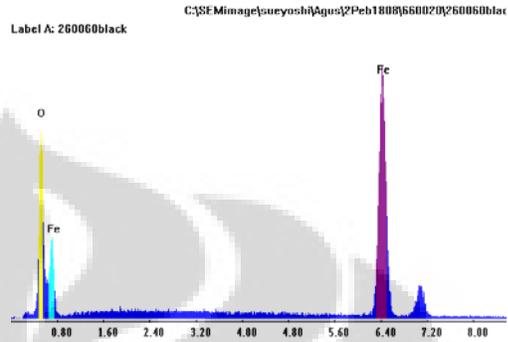
O K	20.26	47.01	0.1123	1.1248	0.4910	1.0034
FeK	79.74	52.99	0.7689	0.9606	1.0040	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	164.21	1.04	1.23	158.12
FeK	405.83	5.07	0.79	80.06

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.90 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 40



Untitled:8

Label :460060white

Acquisition Time : 13:27:18 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

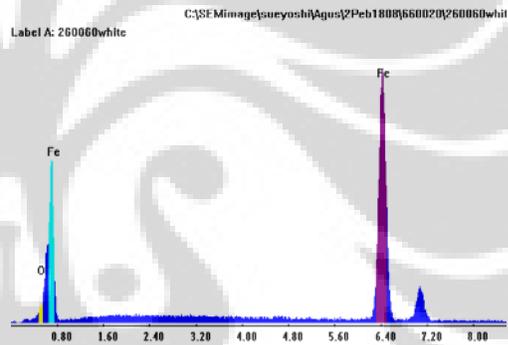
O K	3.99	12.66	0.0204	1.1582	0.4401	1.0055
FeK	96.01	87.34	0.9531	0.9919	1.0008	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	31.80	1.66	2.38	19.17
FeK	535.30	6.59	0.56	81.25

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.90 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 61



Untitled:7

Label :460060surfaceall

Acquisition Time : 13:25:11 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

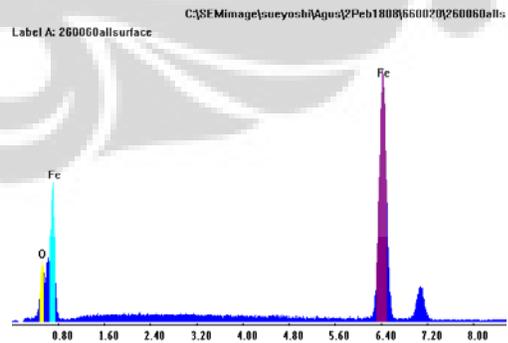
O K	9.07	25.83	0.0476	1.1474	0.4550	1.0047
FeK	90.93	74.17	0.8943	0.9817	1.0018	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	73.63	1.88	1.69	39.25
FeK	499.28	6.29	0.64	79.42

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.90 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 50



Untitled:16

Label :260060black

Acquisition Time : 14:08:59 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

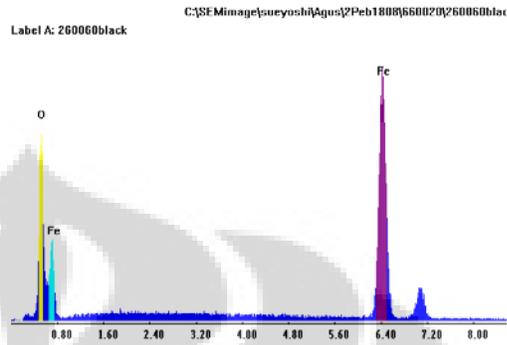
O K	21.32	48.62	0.1188	1.1227	0.4945	1.0033
FeK	78.68	51.38	0.7574	0.9586	1.0042	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	176.03	1.37	1.17	128.51
FeK	405.19	4.96	0.77	81.70

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.87 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 42



Untitled:17

Label :260060white

Acquisition Time : 14:10:39 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

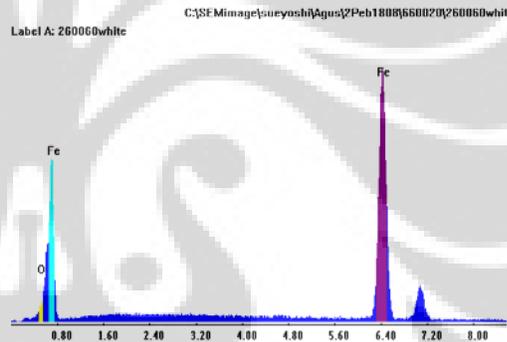
O K	3.23	10.44	0.0165	1.1598	0.4379	1.0057
FeK	96.77	89.56	0.9619	0.9934	1.0006	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	26.28	1.58	3.17	16.64
FeK	552.93	5.89	0.66	93.81

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.87 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 42



Untitled:18

Label :260060allsurface

Acquisition Time : 14:12:15 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

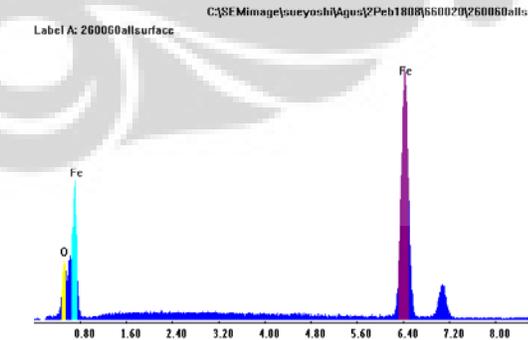
O K	8.55	24.60	0.0447	1.1485	0.4534	1.0048
FeK	91.45	75.40	0.9003	0.9828	1.0017	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	69.76	1.29	1.70	54.09
FeK	506.90	5.45	0.63	92.98

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.87 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 51



Untitled:12

Label :660060black

Acquisition Time : 13:44:38 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

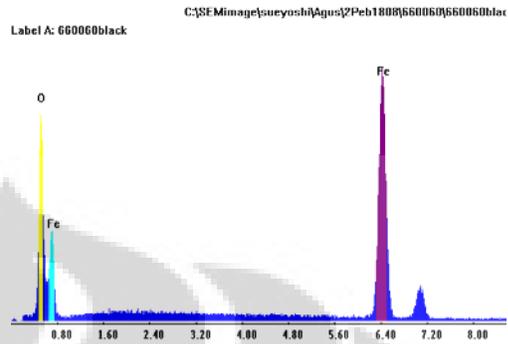
OK	22.26	49.98	0.1245	1.1209	0.4976	1.0032
FeK	77.74	50.02	0.7472	0.9569	1.0044	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

OK	187.38	1.63	1.06	114.85
FeK	406.10	4.65	0.72	87.40

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.81 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 48



Untitled:11

Label :60060white

Acquisition Time : 13:42:35 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

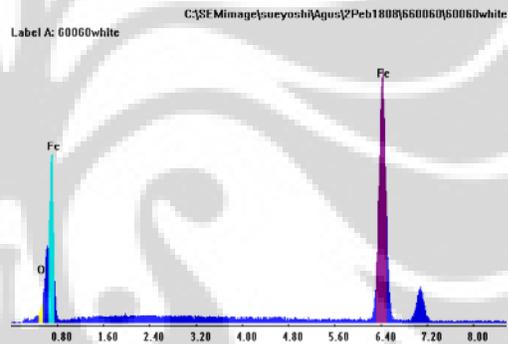
OK	3.02	9.79	0.0154	1.1603	0.4370	1.0057
FeK	96.98	90.21	0.9644	0.9938	1.0006	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

OK	24.80	1.54	3.35	16.15
FeK	561.70	5.28	0.67	106.47

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.81 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 40



Untitled:10

Label :60060allsurface

Acquisition Time : 13:40:44 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

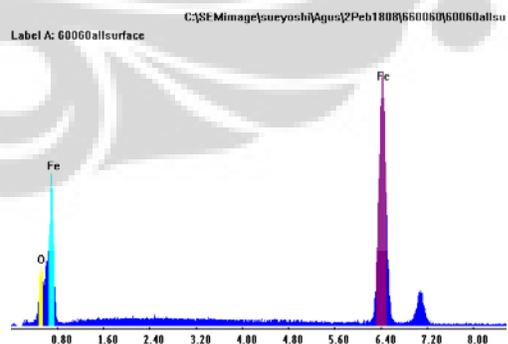
OK	8.22	23.82	0.0429	1.1492	0.4522	1.0048
FeK	91.78	76.18	0.9040	0.9834	1.0016	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

OK	68.36	1.59	1.95	43.10
FeK	519.98	5.35	0.70	97.12

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.81 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 40



Untitled:36

Label :1460020black

Acquisition Time : 16:03:09 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

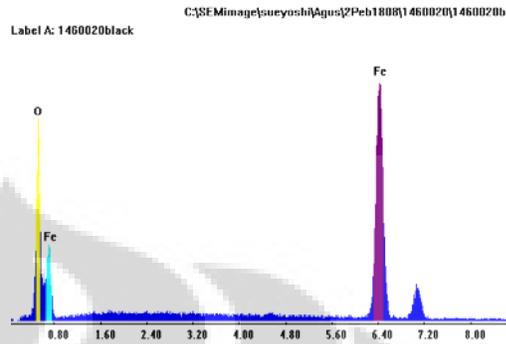
O K	20.89	47.96	0.1161	1.1236	0.4931	1.0034
FeK	79.11	52.04	0.7621	0.9594	1.0041	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	177.46	1.85	1.19	95.74
FeK	420.44	4.99	0.78	84.22

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.89 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 40



Untitled:37

Label :1460020white

Acquisition Time : 16:04:50 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

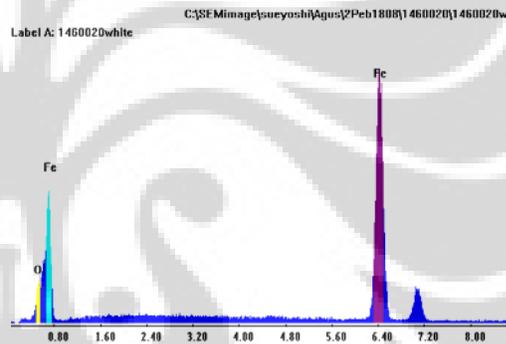
O K	6.23	18.83	0.0323	1.1534	0.4466	1.0051
FeK	93.77	81.17	0.9270	0.9874	1.0012	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	50.73	1.41	2.23	35.99
FeK	526.01	6.31	0.68	83.39

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.89 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 41



Untitled:35

Label :1460020allsurface

Acquisition Time : 16:01:15 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

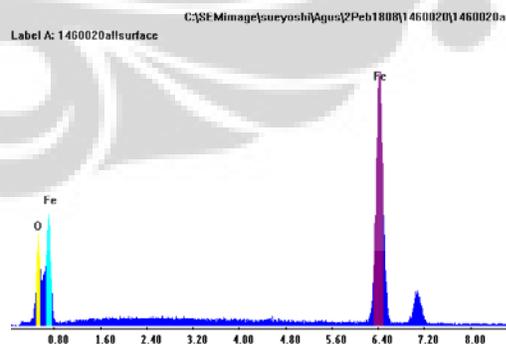
O K	11.55	31.31	0.0613	1.1422	0.4626	1.0044
FeK	88.45	68.69	0.8660	0.9769	1.0023	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	93.94	1.79	1.63	52.57
FeK	479.03	5.75	0.72	83.35

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.89 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 41



Untitled:3

Label :1-4 black

Acquisition Time : 12:49:17 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

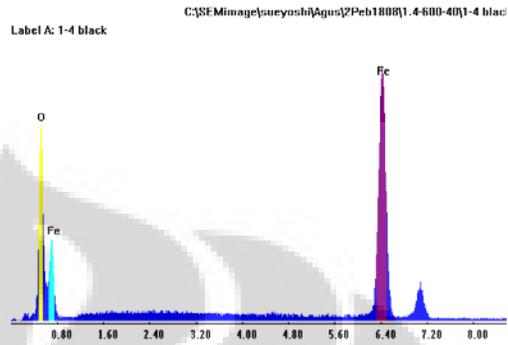
O K	21.25	48.50	0.1183	1.1229	0.4942	1.0033
FeK	78.75	51.50	0.7582	0.9588	1.0042	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	173.09	1.33	1.09	130.45
FeK	400.54	4.87	0.72	82.33

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.86 Tc: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 49



Untitled:2

Label :1-4 withe

Acquisition Time : 12:45:34 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

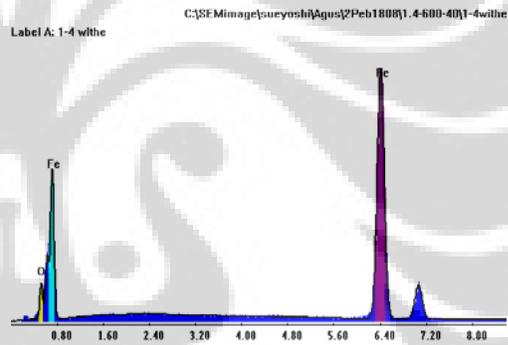
O K	4.88	15.19	0.0251	1.1563	0.4425	1.0054
FeK	95.12	84.81	0.9426	0.9901	1.0010	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	38.94	1.63	2.37	23.91
FeK	527.79	5.95	0.62	88.69

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.86 Tc: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 49



Untitled:1

Label :1.4allsurface

Acquisition Time : 12:39:55 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

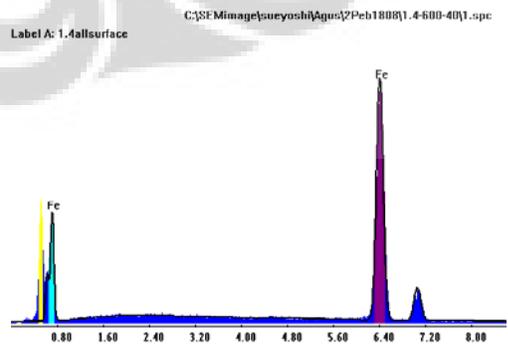
O K	10.94	30.02	0.0579	1.1435	0.4606	1.0045
FeL	31.09	24.43	0.2280	0.9800	0.7483	1.0000
FeK	57.96	45.55	0.5682	0.9781	1.0022	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	120.94	1.30	1.24	92.96
FeL	102.50	1.94	1.36	52.77
FeK	428.59	5.66	0.66	75.70

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.86 Tc: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 54



Untitled:6

Label :1460060black

Acquisition Time : 13:14:51 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

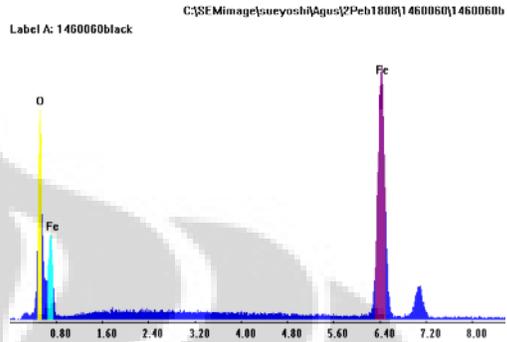
O K	22.11	49.76	0.1237	1.1212	0.4974	1.0033
FeK	77.89	50.24	0.7488	0.9572	1.0043	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	184.18	1.48	1.05	124.87
FeK	402.51	4.68	0.71	85.93

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.90 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 50



Untitled:5

Label :1460060white

Acquisition Time : 13:11:56 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

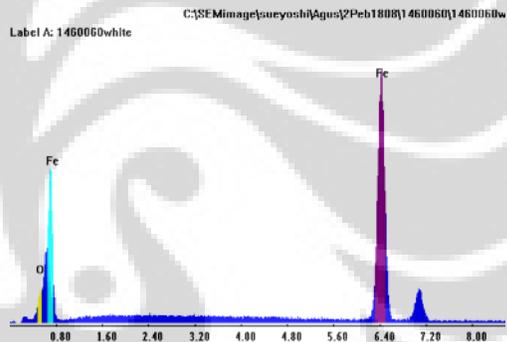
O K	4.96	15.40	0.0255	1.1561	0.4429	1.0054
FeK	95.04	84.60	0.9418	0.9899	1.0010	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	40.24	1.51	2.03	26.61
FeK	536.16	6.39	0.54	83.93

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.90 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 64



Untitled:4

Label :1460060surfaceall

Acquisition Time : 13:08:25 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

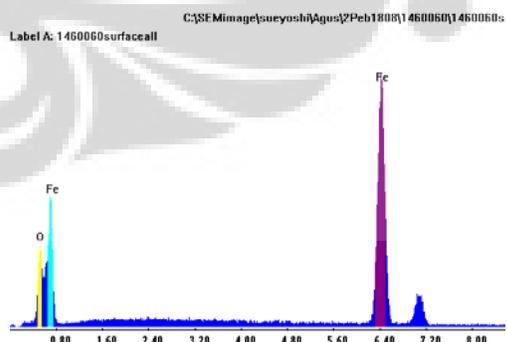
O K	11.05	30.26	0.0585	1.1433	0.4611	1.0044
FeK	88.95	69.74	0.8717	0.9779	1.0022	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	88.14	1.67	1.53	52.78
FeK	473.80	5.23	0.65	90.61

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.90 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 50



Untitled:25

Label :1470060black2

Acquisition Time : 14:48:37 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

O K	17.19	42.02	0.0937	1.1308	0.4805	1.0037
FeK	82.81	57.98	0.8029	0.9662	1.0034	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

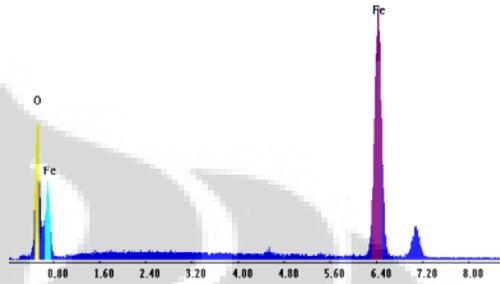
O K	146.36	1.34	1.11	109.20		
FeK	452.57	6.15	0.63	73.53		

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.85 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 56

Label A: 1470060black2

C:\SEMImage\sueyoshi\Agus\2Feb1808\1470060\1470060b



Untitled:24

Label :1470060white

Acquisition Time : 14:46:55 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

O K	5.45	16.76	0.0281	1.1550	0.4442	1.0053
FeK	94.55	83.24	0.9360	0.9889	1.0011	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

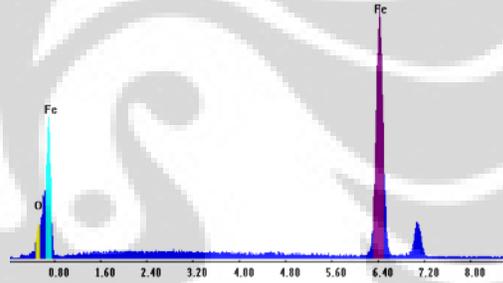
O K	45.61	1.94	2.43	23.55		
FeK	548.03	6.46	0.68	84.89		

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.85 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 40

Label A: 1470060white

C:\SEMImage\sueyoshi\Agus\2Feb1808\1470060\1470060b



Untitled:23

Label :1470060allsurface

Acquisition Time : 14:44:48 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

O K	11.83	31.89	0.0628	1.1417	0.4633	1.0043
FeK	88.17	68.11	0.8629	0.9764	1.0023	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

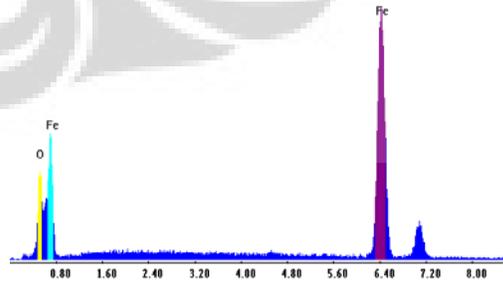
O K	97.23	1.89	1.63	51.43		
FeK	482.15	5.52	0.73	87.31		

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.85 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 40

Label A: 1470060allsurface

C:\SEMImage\sueyoshi\Agus\2Feb1808\1470060\1470060b



Untitled:28

Label :1480060black

Acquisition Time : 15:07:21 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

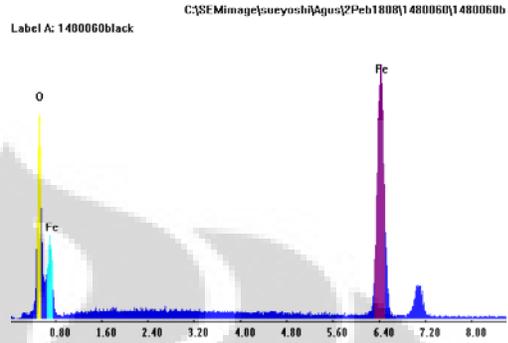
O K	22.06	49.69	0.1234	1.1213	0.4972	1.0033
FeK	77.94	50.31	0.7494	0.9573	1.0043	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	179.42	1.16	1.14	155.32
FeK	393.42	5.41	0.78	72.77

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.89 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 43



Untitled:27

Label :1480060white

Acquisition Time : 15:05:27 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

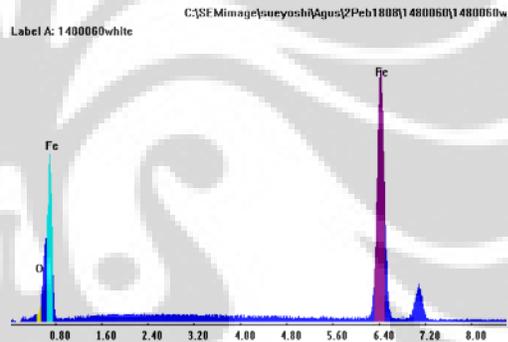
O K	2.44	8.02	0.0124	1.1616	0.4357	1.0058
FeK	97.56	91.98	0.9712	0.9950	1.0005	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	19.54	1.50	3.81	13.01
FeK	552.20	6.23	0.68	88.63

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.89 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 40



Untitled:26

Label :1480060allsurface

Acquisition Time : 15:03:37 Date : 18-Feb-2008

Elem Wt % At % K-Ratio Z A F

O K	12.64	33.57	0.0675	1.1400	0.4660	1.0042
FeK	87.36	66.43	0.8537	0.9748	1.0025	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element Net Inte. Backgrd Inte. Error P/B

O K	101.11	1.56	1.58	64.61
FeK	461.83	4.69	0.74	98.37

kV: 20.00 Tilt: 6.90 Take-off: 39.89 Te: 17.0

Det Type:SUTW, Sapphire Res: 133.60 Lsec: 40

