



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**ANALISIS LAPISAN BESI BORIDA PADA ST37 DAN S45C  
YANG DIBORONISASI DENGAN TEKNIK *POWDER PACK***

**TESIS**

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Magister Sains

**JAN SETIAWAN  
0806420650**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM STUDI ILMU MATERIAL  
SALEMBA  
MEI 2010**

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Tesis ini adalah hasil karya saya sendiri,  
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk  
telah saya nyatakan dengan benar.



**Nama : Jan Setiawan**  
**NPM : 0806420650**  
**Tanda Tangan :**  
**Tanggal : 15 Mei 2010**

## HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh

Nama : Jan Setiawan  
NPM : 0806420650  
Program Studi : Ilmu Material  
Judul : Analisis lapisan besi borida pada ST37 dan S45C yang diboronisasi dengan teknik *powder pack*

**Telah dipertahankan dihadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Magister Sains pada Program Studi Ilmu Material Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia**

### DEWAN PENGUJI

Ketua Program Studi : Dr. Bambang Soegijono ( )  
Pembimbing : Dr. Bambang Soegijono ( )  
Penguji I : Dr. Azwar Manaf, M.Met ( )  
Penguji II : Dr. Muhammad Hikam, M.Sc ( )  
Penguji III : Dr. Suhardjo Poertadji ( )

Ditetapkan di : Jakarta

Tanggal : 15 Mei 2010

## KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Allah SWT, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan tesis ini. Penulisan tesis ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Magister Sains Program Studi Ilmu Material pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia. Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan tesis ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan tesis ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Dr. Bambang Soegijono, selaku pembimbing dan selaku Ketua Program Studi Ilmu Material dengan penuh kesabaran memberikan inspirasi, motivasi, bimbingan dan semangat serta mengizinkan penggunaan fasilitas untuk menyelesaikan tesis ini.
2. Bapak Budi Briyatmoko, selaku Kepala Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN yang telah mengizinkan penggunaan fasilitas untuk menyelesaikan tesis ini.
3. Bapak Soegondo, M.Eng, selaku pembimbing teknis dengan penuh semangat memberikan inspirasi, motivasi, dan bimbingan.
4. Ibu Ratih Langgenati yang memberikan motivasi dan membantu dalam kemudahan penyediaan bahan untuk menyelesaikan tesis ini.
5. Bapak Dr. Azwar Manaf, M.Met yang memberikan inspirasi, bimbingan dan sebagai penguji sidang.
6. Bapak Dr. Muhammad Hikam, M.Sc sebagai penguji sidang yang sudah memberikan masukan yang membangun.
7. Bapak Dr. Suhardjo Poertadji sebagai penguji sidang yang sudah memberikan masukan yang membangun.
8. Ibu Futichah yang memberikan inspirasi dan bimbingan.
9. Mr. Martin atas korespondensinya dalam memberikan inspirasi dan berbagi pengalaman.
10. Bapak Edi Indarto, Bapak Ali Akbar, Bapak Slamet Pribadi, Bapak Isfandi dan Bapak Martoyo sebagai operator alat-alat pembuatan sampel dan

karakterisasi di Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN atas keikhlasannya membantu.

11. Mba Siti dan Staf Tata Usaha Program Studi Ilmu Material yang luar biasa membantu dalam segala hal administrasi.
12. Noni, istri tercinta, yang selalu berdoa dan memberi motivasi yang tak kenal lelah.
13. Haarits, anakku tersayang yang selalu menjadi pelepas lelah dan memberikan keceriaan setiap saat.
14. Orang tua, kakak dan keluarga besar atas doa dan dukungannya.
15. Teman-teman Ilmu Material seangkatan yang penuh keriang dan canda tawanya yang selalu memberikan warna tersendiri selama perkuliahan.
16. Bapak Nusin, Bapak Yusuf Nampira, Bapak Supriyono dan seluruh teman-teman di Pusat Teknologi Pusat Bahan Bakar Nuklir yang tidak bisa sebutkan satu persatu atas dukungannya.

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu persatu, yang telah membantu dalam penyelesaian tesis ini. Semoga amal dan budi baik yang diberikan mendapat balasan kebaikan dan keberkahan dari Allah SWT, Amin.

Saya menyadari masih banyak kekurangan dalam penyusunan tesis ini, untuk itu saya mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari semua pihak. Semoga tesis ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Salemba, 15 Mei 2010

Penulis

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA  
ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMISI**

---

---

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Jan Setiawan  
NPM : 0806420650  
Program Studi : Ilmu Material  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Jenis Karya : Tesis

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul:

“Analisis lapisan besi borida pada ST37 dan S45C yang diboronisasi dengan teknik *powder pack*”

beserta perangkat yang ada (bila diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Jakarta  
Pada tanggal : 15 Mei 2010

Yang menyatakan

( Jan Setiawan )

## ABSTRAK

Nama : Jan Setiawan  
Program Studi : Ilmu Material  
Judul : Analisis lapisan besi borida pada ST37 dan S45C yang diboronisasi dengan teknik *powder pack*

Boronisasi pada baja karbon ST37 dan S45C telah dilakukan menggunakan teknik *powder pack*. Komposisi serbuk yang digunakan terdiri atas 5% B<sub>4</sub>C, 5% KBF<sub>4</sub> dan 90% SiC. Boronisasi dilakukan pada temperatur 1000 °C selama 8 jam dalam kondisi atmosfer inert menggunakan gas argon. Boronisasi yang dilakukan pada kedua baja menghasilkan lapisan borida diluar permukaan baja dan pada permukaannya. Ketebalan lapisan borida diluar permukaan pada baja ST37 setebal 43 µm yang lebih tebal dibandingkan pada baja S45C yang hanya setebal 31 µm. Kedalaman lapisan borida yang terbentuk pada baja ST37 sedalam 250 µm yang lebih dalam dan runcing dibandingkan lapisan borida yang terbentuk pada baja S45C yang hanya sedalam 243 µm. Analisis fasa pada permukaan lapisan borida untuk beberapa kedalaman dilakukan menggunakan XRD dan aplikasi GSAS. Dari pola difraksi teridentifikasi fasa FeB, Fe<sub>2</sub>B dan CrB pada kedua jenis baja yang digunakan. Hasil analisis GSAS menunjukkan fasa FeB merupakan fasa dengan fraksi berat yang dominan sampai kedalaman 55 µm dari permukaan baja untuk baja ST37 dan sampai kedalaman 41 µm dari permukaan baja untuk baja S45C. Semakin kedalam, fraksi berat fasa FeB semakin berkurang seiring dengan peningkatan fraksi berat Fe<sub>2</sub>B dan CrB. Kekerasan mikro lapisan borida dari penampang lintang diperoleh berkisar antara 1300-1800HV. Sedangkan kekesaran mikro lapisan borida dari permukaan lapisan borida diperoleh berkisar 750-4500HV. Kekerasan mikro dari permukaan yang tertinggi pada kedua baja terukur pada saat fraksi berat fasa FeB yang tertinggi. Semakin ke dalam, kekerasan mikro lapisan borida relatif berkurang tetapi tetap lebih tinggi dari kekerasan mikro matriks dan fasa CrB masih teridentifikasi. Dapat disimpulkan, kekerasan mikro lapisan borida dari permukaan terluar sampai kedalaman 50 µm dipengaruhi oleh fasa FeB. Kekerasan mikro lapisan borida kedalaman lebih dari 50 µm lebih dipengaruhi oleh fasa CrB.

Kata kunci : boronisasi, *powder pack*, XRD, kekerasan mikro.

## ABSTRACT

Name : Jan Setiawan  
Study Program : Ilmu Material  
Title : Analysis iron boride layer on *powder pack* boronized ST37 and S45C

Boronizing on ST37 and S45C carbon steel has been done through powder pack technique using powder of 5% B<sub>4</sub>C, 5% KBF<sub>4</sub> and 90% SiC. The process carried out at isothermal temperature at 1000 °C for 8 hours in an inert atmosphere. The boride layers formed in outside and on the surface both of steels. The thickness of boride layer outside the surface on ST37 steel was 43 μm and 31 μm on the S45C steel. The depth of boride layers that formed on the surface ST37 steel was 250 μm. It was deeper than the depth of boride layers that formed on S45C steel which only 243 μm. The boride layers phases analysis for some depths carried out using XRD and GSAS application. The diffraction pattern identified that the FeB, Fe<sub>2</sub>B and CrB phases formed on both steels. Analysis results from GSAS showed the dominant phases was the FeB. Its weight fraction raised until 55 μm from the surface for ST37 steel and until 41 μm from the surface for S45C steel. The weight fraction of FeB phase showed decreasing as long as the increasing weight fraction of Fe<sub>2</sub>B and CrB phases. The crosssection boride layers microhardness ranged from 1300-1800HV for both steels. The boride layers microhardness from top of the surface ranged from 750-4500HV for both steels. The highest microhardness from top of the surface for both steels identified at the highest weight fraction of the FeB phase. The boride layers microhardness was relatively decreasing but it was still higher than the matrix microhardness and the CrB phase still identified. We can say that the boride layers microhardness from the outer surface until 50 μm is influence by the FeB phase. The boride layers microhardness below 50 μm is more influenced by the CrB phase.

Key words : boronizing, powder-pack, XRD, mircohardness.

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
LEMBAR ORISINALITAS .....	ii
LEMBAR PENGESAHAN .....	iii
KATA PENGANTAR .....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI.....	vi
ABSTRAK .....	vii
DAFTAR ISI .....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	xi
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
<b>1 PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Batasan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian .....	2
1.4 Sistematika Penulisan.....	3
<b>2 TINJAUAN LITERATUR .....</b>	<b>4</b>
2.1 Difusi.....	4
2.1.1 Difusi Pada Zat Padat.....	4
2.1.2 Mekanisme Difusi .....	5
2.1.3 Hukum Fick.....	6
2.1.4 Difusi Dalam Boronisasi.....	7
2.2 Boronisasi <i>Powder Pack</i> .....	8
2.2.1 Proses Boronisasi <i>Powder Pack</i> .....	8
2.2.2 Mekanisme Pembentukan Lapisan Besi Borida .....	10
2.3 Karakteristik Lapisan Besi Borida .....	16
<b>3 METODE PENELITIAN .....</b>	<b>18</b>
3.1 Bahan dan Metode Penelitian.....	18
3.2 Preparasi Sampel Baja.....	19
3.3 Persiapan <i>Powder Pack</i> .....	19
3.4 Pemanasan Pada Tungku.....	20
3.5 Karakterisasi dan Pengujian Lapisan Besi Borida .....	21
3.5.1 Persiapan Sampel Baja yang Sudah Diboronisasi.....	21
3.5.2 Pengamatan Struktur Mikro .....	23
3.5.3 Pengukuran Kedalaman .....	24
3.5.4 Pengujian Kekerasan Mikro .....	24
3.5.5 Karakterisasi Difraksi Sinar-X (XRD) .....	26
3.6 Pengolahan dan Analisis Data.....	31
<b>4 HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>33</b>
4.1 Karakterisasi Baja ST37 dan Baja S45C Sebelum Proses Boronisasi .....	33

4.1.1	Komposisi, Pola Difraksi Sinar-X, Ukuran Kristalit dan Analisis GSAS .....	33
4.1.2	Struktur Mikro dan Kekerasan Mikro .....	37
4.2	Struktur Lapisan Borida .....	39
4.2.1	Struktur Lapisan Borida Pada Baja ST37 .....	39
4.2.2	Struktur Lapisan Borida Pada Baja S45C.....	41
4.3	Pola Difraksi Sinar-X dan Analisis GSAS Lapisan Borida .....	43
4.3.1	Pola Difraksi Sinar-X dan Analisis GSAS Lapisan Borida Baja ST37 .....	43
4.3.2	Pola Difraksi Sinar-X dan Analisis GSAS Lapisna Borida Baja S45C.....	46
4.4	Kekerasan Mikro Lapisan Borida .....	48
4.5	Hubungan Antara Komposisi Fasa Dengan Kekerasan Mikro Pada Lapisan Borida .....	51
<b>5</b>	<b>KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>54</b>
5.1	Kesimpulan .....	54
5.2	Saran .....	55
	DAFTAR REFERENSI .....	56
	LAMPIRAN.....	58

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Ilustrasi difusi kekosongan (Callister, 2007).....	5
Gambar 2.2	Ilustrasi difusi celahan (Callister, 2007).....	6
Gambar 2.3	Perubahan energi bebas Gibbs terhadap temperatur pada reaksi dekomposisi $\text{KBF}_4$ menjadi gas $\text{BF}_3$ (Spence et.al, 2005).....	11
Gambar 2.4	Perubahan energi bebas Gibbs terhadap temperatur pada reaksi langsung besi dengan gas $\text{BF}_3$ (Spence et.al, 2005)..	13
Gambar 2.5	Skema untuk memberikan ilustrasi proses pertumbuhan dua lapisan borida dalam kondisi difusi terkendali. Pada permukaan 2, kedua lapisan menipis, pada permukaan 1 dan 3 tidak terjadi reaksi disebabkan tidak adanya atom yang mampu berdifusi (Dybkov et.al, 2007).....	14
Gambar 2.6	Pengaruh unsur pepadu dalam baja terhadap ketebalan lapisan borida (Sinha, 1991) .....	17
Gambar 3.1	Alur penelitian boronisasi ST37 dan S45C dengan teknik <i>powder pack</i> .....	18
Gambar 3.2	Sampel dan kontainer SS yang digunakan. (a) Sampel dan kontainer SS, dan (b) sampel dan serbuk di dalam kontainer SS.....	19
Gambar 3.3	Tungku <i>annealing</i> K2/H Nabertherm.....	20
Gambar 3.4	Sampel untuk karakterisasi lapisan besi borida. Potongan penampang lintang (a) ST37 yang di- <i>mounting</i> , (b) S45C yang di- <i>mounting</i> , (c) ST37 dan (d) S45C yang digunakan untuk karakterisasi dan pengujian permukaan lapisan borida.....	21
Gambar 3.5	Mesin abrasif/poles DAP-U Struers .....	22
Gambar 3.6	Skema lapisan borida yang akan terabrasif dari sampel.....	22
Gambar 3.7	Mikroskop optik Nikon Epihot type 114 yang dilengkapi kamera digital .....	23
Gambar 3.8	Skema pengukuran kedalaman lapisan borida (Jain et.al, 2002).....	24
Gambar 3.9	Alat uji kekerasan mikro Leitz Miniload.....	25
Gambar 3.10	Skema indentor Vickers pengujian kekerasan mikro (ASTM 384).....	25
Gambar 3.11	Diagram untuk sumber sinar-X (Dinnebier et.al, 2008).....	27
Gambar 3.12	Geometri peralatan XRD refleksi. (a) foto dari difraktometer Bragg-Brentano. (b) skema difraktometer Bragg-Brentano (Dinnebier et.al, 2008).....	28
Gambar 3.13	Geometri peralatan XRD transmisi (Dinnebier et.al, 2008)	29
Gambar 3.14	Ilustrasi difraksi yang terjadi pada bidang-bidang yang terpapar oleh sinar-X (Dinnebier et.al, 2008).....	29
Gambar 4.1	Pola difraksi sinar-X baja ST37 .....	35
Gambar 4.2	Pola difraksi sinar-X baja S45C .....	35

Gambar 4.3	Struktur mikro baja sebelum boronisasi menggunakan mikroskop optik (a) baja ST37 (b) baja S45C.....	37-38
Gambar 4.4	Struktur mikro lapisan borida pada baja ST37 dengan menggunakan mikroskop optik .....	40
Gambar 4.5	<i>Secondary electron image</i> (SEI) lapisan borida pada baja ST37 dengan menggunakan SEM JEOL/JSM 6510 pada perbesaran 250x.....	40
Gambar 4.6	Struktur mikro lapisan borida pada baja S45C dengan menggunakan mikroskop optik. ....	41
Gambar 4.7	<i>electron image</i> (SEI) lapisan borida pada baja S45C dengan menggunakan SEM JEOL/JSM 6510 pada perbesaran 250x.....	42
Gambar 4.8	Pola difraksi lapisan borida dikedalaman tertentu pada baja ST37.....	44
Gambar 4.9	Inset pola difraksi lapisan borida baja ST37, (a) fasa Fe <sub>2</sub> B pada sudut 49.5° sampai 50.5° dan (b) fasa FeB pada sudut 74.5° sampai 76.0° .....	45
Gambar 4.10	Pola difraksi lapisan borida dikedalaman tertentu pada baja S45C.....	47
Gambar 4.11	Inset pola difraksi lapisan borida baja ST37, (a) fasa Fe <sub>2</sub> B pada sudut 49.0° sampai 51.0° dan (b) fasa FeB pada sudut 74.0° sampai 75.5° .....	48
Gambar 4.12	Profil kekerasan mikro pada permukaan lapisan borida.....	49
Gambar 4.13	Profil kekerasan mikro pada penampang lintang lapisan borida.....	50
Gambar 4.14	Grafik hubungan antara fraksi berat fasa dengan kekerasan mikro lapisan borida dikedalaman tertentu pada baja ST37	52
Gambar 4.15	Grafik hubungan antara fraksi berat fasa dengan kekerasan mikro lapisan borida dikedalaman tertentu pada baja S45C	53

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Karakteristik Lapisan Besi Borida (Sinha, 1991).....	16
Tabel 2.2	Data termodinamika FeB dan Fe <sub>2</sub> B (Binnewies et.al, 2002).....	16
Tabel 3.1	Panjang gelombang prinsip untuk unsur target sumber sinar-X (Dinnebier et.al, 2008).....	27
Tabel 3.2	Persamaan untuk menghitung $d_{hkl}$ berbagai sistem kristal (Dinnebier et.al, 2008).....	30
Tabel 4.1	Komposisi baja ST37 .....	33
Tabel 4.2	Komposisi baja S45C .....	34
Tabel 4.3	Ukuran Kristalit dan keluaran aplikasi GSAS.....	36
Tabel 4.4	Fraksi berat fasa dan nilai <i>chi-square</i> hasil <i>refinement</i> dari GSAS lapisan borida untuk baja ST37.....	45
Tabel 4.5	Fraksi berat fasa dan nilai <i>chi-square</i> hasil <i>refinement</i> dari GSAS lapisan borida untuk baja S45C.....	47
Tabel 4.6	Kekerasan mikro pada permukaan lapisan borida untuk kedalaman tertentu.....	49
Tabel 4.7	Kekerasan mikro lapisan borida dari penampang lintang ...	51

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Keluaran Karakterisasi XRF.....	58
Lampiran 2	Keluaran Pencarian Puncak Aplikasi APD dan Perhitungan Ukuran Kristalit.....	60
Lampiran 3	Data Kristalografi IuCr/ COD /AMCSD 22.01.10 untuk <i>Refinement</i> Aplikasi GSAS .....	64
Lampiran 4	Keluaran Aplikasi GSAS .....	69
Lampiran 5	Perhitungan Kedalaman Lapisan Borida.....	81
Lampiran 6	Diagram Fasa Fe-C, Fe-B, Fe-C-B.....	83



# BAB 1 PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Permukaan suatu bahan (logam) sangat berperan dalam menentukan masa pakai logam tersebut. Ketahanan aus, ketahanan korosi dan ketahanan oksidasi menjadi faktor yang sangat penting. Sangat banyak teknik untuk meningkatkan performa permukaan logam. Secara umum untuk meningkatkan performa permukaan logam dapat dilakukan dengan teknik (1) mendifusikan atom-atom yang kecil pada permukaan logam agar terbentuk lapisan interstisial larutan padat atau (2) mereaksikan secara kimiawi atom-atom yang didifusikan dengan logam dasar sehingga terbentuk fasa baru pada lapisan *superficial* (Ozdemir et.al, 2009). Peningkatan performa dengan mereaksikan secara kimiawi atom-atom yang didifusikan dengan logam dasar sangat umum dilakukan di dunia industri (Petrova et.al, 2008). Proses perlakuan reaksi kimia ini dilakukan pada temperatur tertentu, sehingga perlakuan semacam ini dikenal sebagai perlakuan termokimia. Perlakuan termokimia untuk peningkatan performa permukaan logam yang sangat populer adalah teknik karbonisasi, nitridasi dan boronisasi.

Boronisasi merupakan perlakuan termokimia yang mampu membentuk lapisan yang sangat keras dan tahan aus pada permukaan logam. Teknik boronisasi dapat dilakukan pada berbagai macam bahan, seperti *ferrous metal*, *non-ferrous metal* dan bahan *cermet*. Teknik boronisasi pada bahan logam, umumnya dilakukan pada temperatur 700 sampai 1000 °C selama 1 sampai 10 jam (Ozdemir et.al, 2009; Petrova et.al 2008; Jain et.al, 2002). Proses boronisasi dapat dilakukan dalam media padat, cair ataupun gas. Pada baja, hasil boronisasi akan terbentuk lapisan besi borida yang komposisinya mungkin fasa tunggal FeB, Fe<sub>2</sub>B atau gabungan FeB dan Fe<sub>2</sub>B. Selain itu, unsur-unsur pepadu pada baja memiliki kemungkinan untuk terbentuk sebagai fasa borida.

Dalam penelitian ini dilakukan pelapisan boron pada baja karbon ST37 dan S45C dengan teknik *powder pack*. ST37 merupakan baja karbon rendah

dengan sifat mekanik yang lebih rendah dibandingkan baja S45C yang merupakan baja karbon sedang. Setelah diboronisasi diharapkan baja ST37 mengalami peningkatan sifat mekanik sehingga mampu menggantikan penggunaan baja S45C. Proses boronisasi dilakukan pada temperatur 1000 °C selama 8 jam dengan kondisi atmosfer inert. Dari kedua baja karbon tersebut diharapkan akan terbentuk lapisan borida dengan kekerasan yang sangat besar dibandingkan kekerasan matriks sebelum diboronisasi. Pada lapisan borida tersebut akan diamati fasa yang terbentuk dan kekerasannya dari permukaan terluar sampai kedalaman tertentu. Fasa yang terbentuk pada matriks yang didominasi unsur Fe adalah fasa tunggal FeB, Fe<sub>2</sub>B atau keduanya. Dengan diketahui komposisi dan fraksi berat fasa pada lapisan borida tersebut akan menunjukkan komposisi fasa yang memberikan pengaruh terbesar pada kekerasan lapisan borida.

## 1.2 Batasan Penelitian

Dalam penelitian ini dilakukan analisis komposisi lapisan besi borida yang terbentuk saat pelapisan boron pada baja karbon ST37 dan S45C dengan teknik *powder pack* pada temperatur 1000 °C selama 8 jam. Analisis yang dilakukan pada lapisan borida dengan melakukan karakterisasi pola difraksi XRD dan karakterisasi kekerasan mikronya mulai dari permukaan terluar sampai kedalaman 100 µm.

## 1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan uraian di atas, penelitian ini dilakukan untuk mengetahui hasil boronisasi yang dilakukan, yaitu:

1. Mengetahui morfologi, kedalaman dan perubahan kekerasan mikro pada lapisan borida yang terbentuk.
2. Mengetahui komposisi lapisan borida dan kekerasan mikronya kedalaman tertentu.
3. Mempelajari hubungan antara komposisi lapisan borida terhadap kekerasan mikro kedalaman tertentu.

## 1.4 Sistematika Penulisan

Sistematika di dalam penulisan tesis ini adalah

### Bab 1 Pendahuluan

Dalam bab ini disampaikan latar belakang penelitian, batasan penelitian, tujuan penelitian, dan sistematika penulisan.

### Bab 2 Tinjauan Literatur

Dalam bab ini disampaikan mengenai metode boronisasi *powder pack*, karakterisasi lapisan borida, karakterisasi dengan sinar-X, karakterisasi kekerasan mikronya dan analisis pola difraksi menggunakan GSAS.

### Bab 3 Metode Penelitian

Dalam bab ini dijelaskan alur penelitian, proses preparasi, karakterisasi sampel dan pengolahan data.

### Bab 4 Hasil dan Pembahasan

Dalam bab ini disampaikan hasil-hasil karakterisasi dan analisisnya serta pembahasannya.

### Bab 5 Kesimpulan dan Saran

Dalam bab ini disampaikan inti sari dari seluruh kegiatan penelitian dan merupakan jawaban dari tujuan yang ingin dicapai.

## BAB 2 TINJAUAN LITERATUR

### 2.1 Difusi

Perlakuan panas atau melakukan *doping* dengan temperatur tinggi pada permukaan bahan mampu merubah struktur dan komposisi kimia bahan tersebut. Sifat permukaan tersebut akan berubah dari sifat bahan sebelumnya. Tujuan dari perlakuan panas berbeda-beda, seperti membentuk pembatas radiasi, panas dan difusi atau mengurangi korosi, gesekan dan kehilangan massa. Perlakuan panas pada permukaan dikendalikan oleh 1) kekasaran permukaan bahan, 2) pembentukan unsur yang akan didifusikan, 3) karakteristik difusivitas unsur yang didifusikan dan 4) parameter proses difusi.

#### 2.1.1 Difusi Pada Zat Padat

Proses difusi merupakan proses perpindahan dalam skala molekul atau atom yang mengarah ke homogenan atau percampuran komponen kimia dalam suatu fasa. Difusi mengarahkan suatu sistem menuju kesetimbangan kimia. Secara alamiah difusi merupakan proses yang terjadi secara spontan, dengan demikian selalu terjadi dengan berkurangnya energi bebas Gibbs. Difusi merupakan satu-satunya proses perpindahan yang mungkin terjadi pada zat padat. Pada zat padat, difusi merujuk pada gerakan atom-atom atau molekul molekul yang tercampur di dalam suatu fasa yang dipengaruhi oleh kesimetrian kisi. Difusi merupakan proses yang teraktivasi secara termal. Proses ini bertambah secara eksponensial seiring dengan peningkatan temperatur proses. Koefisien difusi  $D$ , yang sesuai dengan hubungan Arrhenius dituliskan pada persamaan 2.1:

$$D = D_0 \exp \left( \frac{-E_a}{R_g T} \right) \quad (2.1)$$

dimana:

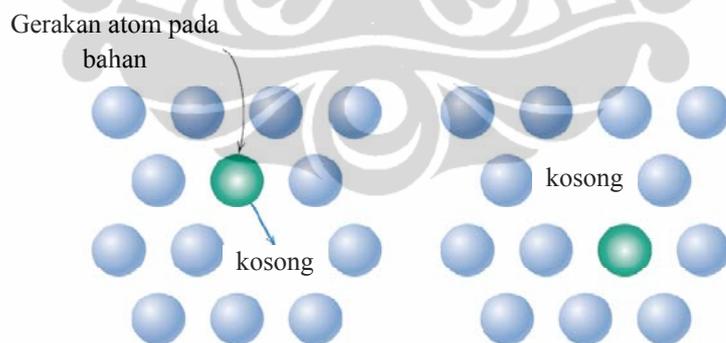
$D$  : koefisien difusi.

- $D_0$  : konstanta untuk proses difusi tertentu.  
 $E_a$  : energi aktivasi untuk proses difusi.  
 $R_g$  : konstanta gas.  
 $T$  : temperatur.

### 2.1.2 Mekanisme Difusi

Difusi dapat dipandang sebagai perpindahan atom-atom dari satu kisi ke kisi yang lain. Pada kenyataannya atom-atom pada zat padat bergerak secara konstan dalam merubah posisi dengan sangat cepat. Atom-atom yang mampu bergerak demikian harus memenuhi dua kondisi berikut 1) harus tersedia lokasi kosong yang didekatnya, 2) atom harus memiliki energi yang cukup untuk memecah ikatan dengan atom-atom tetangganya dan hal ini mampu membuat distorsi kisi seiring perpindahan atom tersebut. Ada dua mekanisme difusi yang mendominasi untuk difusi metalik yaitu:

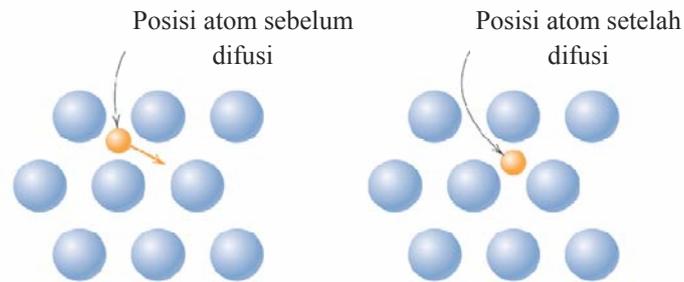
1. Difusi kekosongan (*vacancy diffusion*), mekanisme yang melibatkan sebuah atom dari posisi kisi normal ke lokasi kisi terdekat yang kosong.



Gambar 2.1 Ilustrasi difusi kekosongan (Callister, 2007).

2. Difusi celahan (*interstitial diffusion*), mekanisme yang melibatkan atom-atom yang bergerak dari satu posisi celahan ke celahan kosong yang terdekat. Dalam paduan logam, mekanisme ini lebih sering terjadi daripada difusi kekosongan, hal ini disebabkan oleh atom-atom

yang mampu berdifusi celahan umumnya berukuran lebih kecil dan mampu bergerak lebih bebas.



Gambar 2.2 Ilustrasi difusi celahan (Callister, 2007).

### 2.1.3 Hukum Fick

Hukum pertama Fick mengkaitkan antara fluks massa, koefisien difusi dan gradien konsentrasi dituliskan pada persamaan 2.2:

$$J = -D \frac{\partial C}{\partial x} \quad (2.2)$$

dimana:

- J : fluks massa.
- D : koefisien difusi.
- C : konsentrasi.
- x : kedalaman.

Persamaan 2.2 menggambarkan proses difusi yang *steady state* dimana konsentrasi unsur yang didifusikan tidak bergantung waktu dan hanya bergantung pada perubahan kedalaman. Tanda negatif pada persamaan 2.2 menunjukkan arah gradien konsentrasi proses difusi yang menurun, dari konsentrasi tinggi ke konsentrasi rendah.

Hukum kedua Fick menggambarkan perubahan konsentrasi terhadap waktu yang dituliskan pada persamaan 2.3:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (2.3)$$

dimana:

$\frac{\partial C}{\partial t}$  : perubahan konsentrasi terhadap waktu.

D : koefisien difusi.

C : konsentrasi.

x : kedalaman.

Persamaan 2.3 menggambarkan proses *non-steady state* dimana konsentrasi unsur yang didifusikan sangat bergantung waktu, dan juga merupakan fungsi dari kedalaman. Solusi analitik dari persamaan 2.3 untuk bahan *semi infinite*, dengan ketentuan jika  $t=0$ ,  $C_x$  pada sampel =  $C_o$  dan jika  $t>0$ ,  $C(x=0)$  dipermukaan dipertahankan =  $C_s$  dan  $C(x=\infty)$  dipermukaan =  $C_o$  dituliskan pada persamaan 2.4 berikut:

$$\frac{C_x - C_o}{C_s - C_o} = 1 - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (2.4)$$

dimana:

$C_x$  : konsentrasi unsur yang didifusikan pada kedalaman x.

$C_s$  : konsentrasi unsur yang didifusikan pada permukaan.

$C_o$  : konsentrasi unsur yang didifusikan di dalam bahan.

$\operatorname{erf}(z)$  : *Gaussian error function*.

x : kedalaman x dari permukaan.

D : koefisien difusi.

t : waktu difusi.

#### 2.1.4 Difusi Dalam Boronisasi

Dalam boronisasi ada dua reaksi yang terjadi. Reaksi pertama terjadi antara media boronisasi dengan permukaan bahan. Laju nukleasi partikel pada permukaan merupakan fungsi dari waktu dan temperatur boronisasi. Reaksi ini menghasilkan lapisan borida yang tipis dan padat. Reaksi kedua merupakan reaksi difusi, dan pertumbuhan lapisan borida pada temperatur proses tertentu dapat dihitung dengan persamaan 2.5 berikut:

$$d = k' \sqrt{t} \quad (2.5)$$

dimana:

$d$  : kedalaman lapisan borida.

$k'$  : konstanta laju pertumbuhan yang bergantung temperatur.

$t$  : waktu proses boronisasi.

Difusivitas boron untuk lapisan borida pada temperatur 950 °C sebesar  $1.82 \times 10^{-8} \text{ cm}^2/\text{s}$  dan untuk daerah difusi sebesar  $1.53 \times 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{s}$  (Sinha, 1991).

## 2.2 Boronisasi *Powder Pack*

Boronisasi bertujuan untuk meningkatkan kekerasan permukaan suatu bahan. Proses boronosasi serupa dengan proses peningkatan permukaan lainnya, dimana terjadi difusi termal oleh boron menuju lapisan permukaan sampel melalui perlakuan termokimia. Media pendonor boron pada proses boronisasi secara termokimia dapat berupa serbuk, pasta, gas atau cairan. Tetapi saat ini, dikembangkan juga proses boronisasi yang non-termokimia. Proses seperti *physical* dan *chemical vapor deposition* (PVD dan CVD), *plasma spraying* dan implantasi ion merupakan proses boronisasi yang non-termokimia. Yu et.al (2005) menuliskan proses boronisasi secara termokimia dengan media boron berupa serbuk, merupakan proses boronisasi pada baja dan paduan besi yang paling sering digunakan di dunia industri.

### 2.2.1 Proses Boronisasi *Powder Pack*

Proses boronisasi yang dilakukan menggunakan serbuk yang terdiri atas campuran serbuk pendonor boron, aktivator dan diluen. Bahan yang diboronisasi diletakan di dalam serbuk ini dalam sebuah kontainer. Selanjutnya keseluruhan kontainer dipanaskan pada temperatur antara 700 °C sampai 1000 °C selama 1 jam sampai 10 jam (Ozdemir et.al, 2009; Petrova et.al, 2008; Jain et.al, 2002). Pemanasan pada proses boronisasi dilakukan dalam kondisi gas inert. Pemanasan dilakukan sampai temperatur yang diinginkan dalam jangka waktu yang

ditentukan. Kemudian didinginkan mencapai temperatur ruangan atau bila menginginkan pendinginan yang lebih cepat dapat menggunakan media pendingin tertentu.

Teknik *powder pack* lebih mudah dilakukan dan lebih efektif dari segi pembiayaan dibanding teknik boronisasi lainnya (Ozdemir et.al, 2009). Dalam skala industri, teknik ini akan menjadi lebih sulit dan mahal dibandingkan dengan teknik boronisasi gas atau plasma. Namun, bila menggunakan teknik boronisasi gas, penanganan gas pendonor boron yang sifatnya beracun (*diborane*, *boron trichloride* atau *boron triflouride*) akan lebih sulit. Selain itu masalah kendali kondisi proses dan komposisi dan porositas lapisan besi borida yang terbentuk menjadi pertimbangan mengapa teknik ini tidak digunakan dalam skala industri. Alasan-alasan ini yang menjadi dasar bahwa teknik boronisasi gas atau plasma belum bisa digunakan secara komersial.

Berikut ini komposisi serbuk boronisasi yang tersedia secara komersial (Sinha, 1991):

- 5% B<sub>4</sub>C, 90% SiC, 5% KBF<sub>4</sub>
- 50% B<sub>4</sub>C, 45% SiC, 5% KBF<sub>4</sub>
- 85% B<sub>4</sub>C, 15% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>
- 95% B<sub>4</sub>C, 5% Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>
- Boron amorf (mengandung 95% sampai 97% B)
- 95% boron amorf dan 5% KBF<sub>4</sub>

Penelitian yang menggunakan komposisi serbuk yang berbeda dari komposisi serbuk komersial sudah dilakukan. Seperti, Martini et.al (2004) melakukan boronisasi pada besi murni 99.9% dengan temperatur 850 °C selama 15 jam, menggunakan tiga macam komposisi serbuk, yaitu: 1) 10% B<sub>4</sub>C, 90% SiC, 2) 100% B<sub>4</sub>C dan 3) 90% B<sub>4</sub>C, 10% KBF<sub>4</sub>. Berikutnya, Bejar (2006) melakukan boronisasi pada SAE 1020, 1040, 4140, dan 4340 menggunakan tungku tahanan listrik. Proses dilakukan pada interval temperatur 1223 sampai 1323 K dengan lama pemanasan 2 dan 8 jam. Komposisi serbuk yang digunakan, yaitu: 1) 88.26% borax, 1.22% NH<sub>4</sub>Cl, 46% NaCl, dan 9.06% SiC, 2) 73.26% borax, 1.22% NH<sub>4</sub>Cl, 46% NaCl, dan 24.06% SiC dan 3) 63.26% borax, 1.22% NH<sub>4</sub>Cl, 46% NaCl, dan 34.06% SiC.

Berbeda dengan Gopalakrishnan et.al (2002), yang melakukan perbandingan hasil pada proses boronisasi dengan temperatur proses yang kontinu terhadap temperatur proses yang disikluskan. Perlakuan ini dilakukan untuk mengembangkan proses boronisasi yang murah dan bahan dasar yang mudah diperoleh. Diperolehnya parameter proses untuk mendapatkan lapisan borida satu fasa  $Fe_2B$  saja, dengan harapan memiliki ketangguhan yang tinggi dan meningkatkan morfologi struktur mikro.

Pada proses boronisasi kontinu, dilakukan pada temperatur 1223 K selama 4 jam. Setelah tercapai, temperatur diturunkan kembali ke temperatur ruangan secara alami. Sedangkan termperatur proses boronisasi yang disikluskan, temperatur tungku dinaikan ke 1223 K, setelah tercapai ditahan selama 1 jam. Kemudian, tungku didinginkan sampai 873 K, saat tercapai temperatur tungku dinaikan kembali ke 1223 K. Bila sudah tercapai ditahan selama 1 jam pada temperatur tersebut. Siklus ini diulangi sampai siklus ke-empat. Diakhir siklus, saat diturunkan ke temperatur 873 K, temperatur ditahan terlebih dahulu selama 1 jam. Setelah tercapai, temperatur juga diturunkan kembali ke temperatur ruangan secara alami.

### 2.2.2 Mekanisme Pembentukan Lapisan Besi Borida

Boronisasi *powder pack* pada baja merupakan proses termokimia yang dikendalikan oleh reaksi permukaan dan difusi untuk membentuk lapisan besi borida yang tahan aus pada permukaan baja. Lapisan besi borida yang terbentuk bisa berupa fasa tunggal FeB, fasa  $Fe_2B$  atau gabungan antara keduanya. Begitu juga dengan unsur pemadu pada baja, dapat terbentuk sebagai fasa borida.

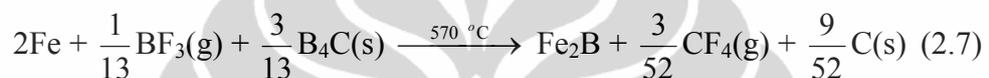
Berikut ini mekanisme yang disampaikan oleh Spence et.al(2005) mengenai proses boronisasi *powder pack*. Informasi umum mengenai boronisasi *powder pack*:

1. Lapisan  $Fe_2B$  terbentuk pada potensial boron yang cukup rendah, dan berada diantara lapisan FeB (bila terbentuk) dengan matriks (logam dasar). Kemampuan difusi yang rendah pada lapisan FeB membatasi fluks boron yang

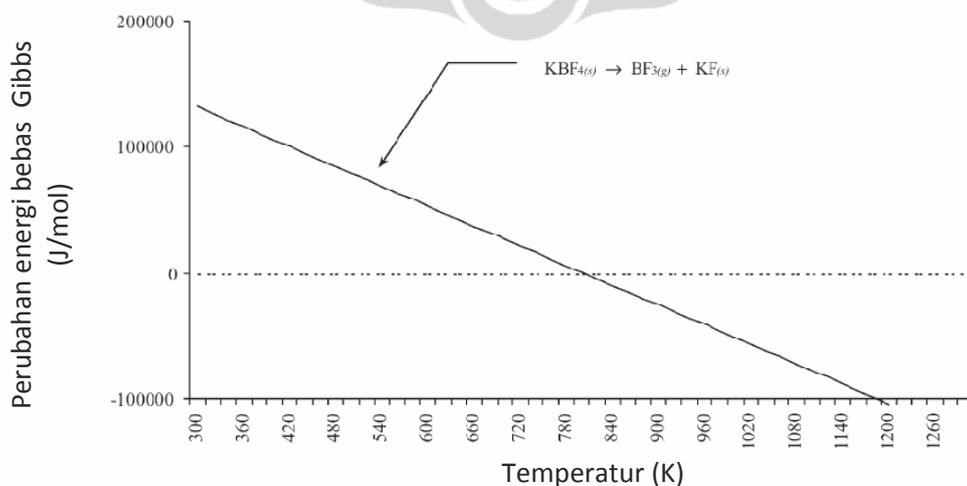
bergerak menuju baja dan memicu terbentuknya pertumbuhan  $\text{Fe}_2\text{B}$  yang terarah.

2. Konsentrasi boron karbida dalam campuran mempengaruhi jenis lapisan borida yang terbentuk. Dengan demikian, konsentrasi boron karbida ini dapat diasumsikan sebagai komponen yang aktif dalam mekanisme reaksi.

Informasi ini digunakan sebagai dasar untuk menjelaskan bagaimana  $\text{KBF}_4$  dapat mengaktivasi boron karbida dalam proses boronisasi pada baja. Mekanisme aktivasi dapat dibagi menjadi tiga tahap. Tahapan mekanisme aktivasi digambarkan oleh persamaan 2.6, 2.7 dan 2.8, berikut ini:



Persamaan 2.6, merupakan reaksi kimia yang menjelaskan terjadinya proses boronisasi yang diawali dengan pelepasan gas  $\text{BF}_3$  pada temperatur  $530\text{ }^\circ\text{C}$ . Setelah terbebas, gas  $\text{BF}_3$  dapat dengan bebas untuk bereaksi dengan unsur lain dalam *powder pack* dan baja. Berdasarkan analisis termodinamika reaksi antara  $\text{BF}_3$  dengan baja ataupun dengan  $\text{SiC}$  tidak dapat langsung terjadi.



Gambar 2.3 Perubahan energi bebas Gibbs terhadap temperatur pada reaksi dekomposisi  $\text{KBF}_4$  menjadi gas  $\text{BF}_3$  (Spence et.al, 2005).

Persamaan 2.7, merupakan reaksi kimia yang menjelaskan pembentukan besi borida pada permukaan baja yang disebabkan oleh reaksi antara  $\text{BF}_3$  dengan  $\text{B}_4\text{C}$  dan besi. Lapisan besi borida yang terbentuk pertama kali adalah  $\text{Fe}_2\text{B}$ , dan setelah terbentuk, lapisan ini akan menjadi pembatas antara matriks dengan serbuk dan menghambat reaksi lebih lanjut antara serbuk dengan baja. Oleh karena,  $\text{BF}_3$  tidak dapat bereaksi langsung dengan lapisan besi borida. Pertumbuhan lapisan besi borida berikutnya terjadi melalui mekanisme reaksi yang berbeda.

Persamaan 2.8, merupakan reaksi kimia yang menggambarkan bagaimana pertumbuhan lapisan borida selanjutnya. Reaksi ini didukung data empiris dan analisis termodinamika, dimana pertumbuhan lapisan besi borida disebabkan reaksi antara besi borida dengan  $\text{B}_4\text{C}$ . Reaksi ini akan melepaskan boron dan karbon. Fasa  $\text{FeB}$  dan  $\text{Fe}_2\text{B}$  dapat terjadi, kemungkinan tersebut sangat dipengaruhi konsentrasi boron yang berada diluar. Sepanjang reaksi pada persamaan 2.8 berlangsung, boron mampu berdifusi melalui lapisan  $\text{Fe}_2\text{B}$  sampai batas lapisan  $\text{Fe}_2\text{B}$  dengan matriks. Bila konsentrasi boron diluar permukaan  $\text{Fe}_2\text{B}$  berkisar 9%, hanya fasa  $\text{Fe}_2\text{B}$  yang akan terus tumbuh. Bila konsentrasi boron mencapai 16%, fasa  $\text{FeB}$  akan terbentuk dan tumbuh di atas lapisan  $\text{Fe}_2\text{B}$  menghasilkan lapisan besi borida dengan dua fasa. Kelebihan boron yang mampu berdifusi melewati lapisan borida akan membentuk zona difusi di bawah lapisan borida. SiC sebagai diluen  $\text{B}_4\text{C}$  membantu dalam mempertahankan konsentrasi boron yang bebas tetap rendah. Selain itu, SiC mencegah pengerasan dan *sintering* pada *powder pack*.

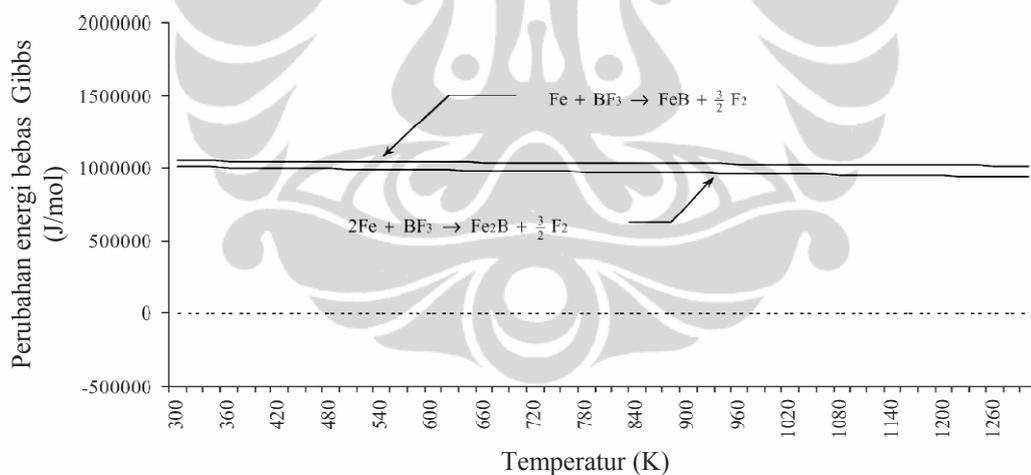
Reaksi pada persamaan 2.9 dapat terjadi bila kondisi proses yang dilakukan pada kondisi atmosfer yang tidak inert. Pembentukan *oxygenyl boron flouride* dapat menghambat proses boronisasi. *Oxygenyl boron flouride* akan menghambat pembebasan gas  $\text{BF}_3$ . Pembentukan gas  $\text{BF}_3$  yang terhambat akan menghambat pembentukan boron bebas didalam *powder pack*. Dengan demikian pembentukan lapisan besi borida pada permukaan baja akan terhambat dan hampir mungkin tidak akan terjadi.

Persamaan 2.10 dan 2.11 yang menggambarkan reaksi yang mungkin terjadi antara  $\text{B}_4\text{C}$  dengan Fe pada proses boronisasi *powder pack*.



Reaksi pada persamaan 2.10 dan 2.11 sangat mungkin terjadi, tetapi reaksi ini akan menghasilkan endapan C dan tidak akan membentuk pertumbuhan lapisan borida seperti kenyataannya. Sehingga mekanisme pelepasan gas  $\text{BF}_3$  lebih direkomendasikan dalam menjelaskan mekanisme boronisasi *powder pack*.

Selanjutnya gas  $\text{BF}_3$  yang bebas sangat mungkin untuk bereaksi juga dengan Fe, reaksi tersebut digambarkan pada persamaan 2.12 dan 2.13 berikut ini:

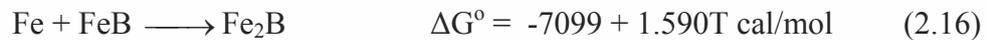
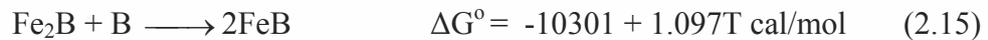


Gambar 2.4 Perubahan energi bebas Gibbs terhadap temperatur pada reaksi langsung besi dengan gas  $\text{BF}_3$  (Spence et.al, 2005).

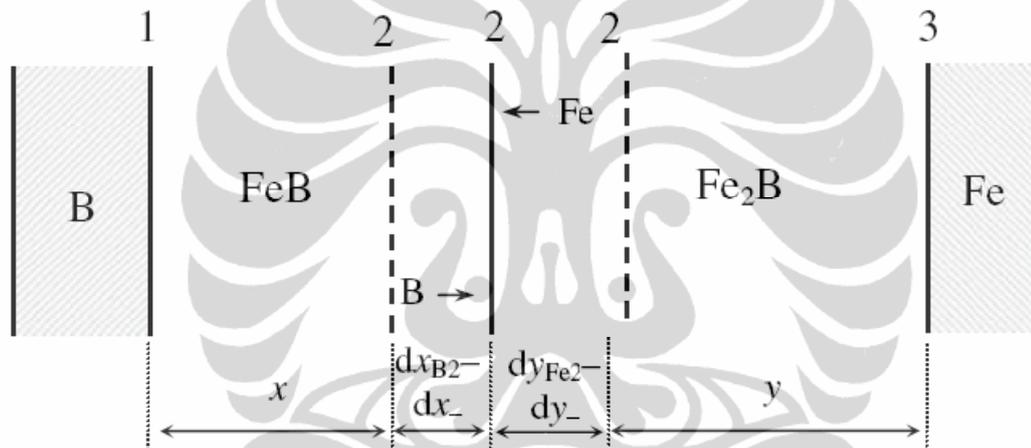
Reaksi ini akan menghasilkan gas  $\text{F}_2$  yang tidak memenuhi proses reduksi pada energi bebas Gibbs. Gambar 2.4 menunjukkan bagaimana perubahan energi bebas Gibbs dari persamaan 2.12 dan 2.13 dimana reaksi kedua persamaan ini tidak akan terjadi secara spontan pada rentang temperatur 300 K sampai 1260 K.

Bindal et.al (1999) menggambarkan pembentukan lapisan borida pada permukaan baja yang pertama kali pada persamaan 2.14. Pertumbuhan lapisan

borida selanjutnya setelah terbentuk dipermukaan baja dituliskan pada persamaan 2.15 dan 2.16. Berikut ini persamaan 2.14, 2.15 dan 2.16:



Persamaan 2.15 dan persamaan 2.16 menggambarkan reaksi B dengan lapisan  $Fe_2B$  yang akan membentuk  $FeB$  dan juga reaksi  $Fe$  dengan  $FeB$  yang akan membentuk  $Fe_2B$  dapat terjadi dengan spontan. Gambar 2.5 memberikan ilustrasi bagaimana mekanisme pertumbuhan lapisan borida di dalam matriks.



Gambar 2.5 Skema untuk memberikan ilustrasi proses pertumbuhan dua lapisan borida dalam kondisi difusi terkendali. Pada permukaan 2, kedua lapisan menipis, pada permukaan 1 dan 3 tidak terjadi reaksi disebabkan tidak adanya atom boron yang mampu berdifusi (Dybkov et.al, 2007).

Pada awal proses boronisasi, konsentrasi boron yang cukup untuk membentuk dua lapisan borida berdifusi ke dalam baja. Saat itu terbentuk lapisan  $Fe_2B$  pada permukaan 3 sesuai dengan reaksi pada persamaan 2.14. Selama proses boronisasi berlangsung dan konsentrasi boron yang cukup, reaksi terus berlangsung sesuai dengan reaksi pada persamaan 2.15, membentuk lapisan  $FeB$  di atas permukaan 2, sehingga lapisan  $Fe_2B$  tidak mendapatkan sumber boron dari diluar untuk tumbuh.

Seperti yang dituliskan oleh Yu et.al (2005), pada saat konsentrasi efektif boron pada *powder pack* cukup tinggi untuk membentuk fasa  $FeB$ , maka fasa  $FeB$

dan  $\text{Fe}_2\text{B}$  akan terbentuk dan pertumbuhan terus terjadi. Selama proses boronisasi terjadi, ada kemungkinan lapisan  $\text{FeB}$  terdekomposisi menjadi  $\text{Fe}_2\text{B}$  dengan melepaskan boron pada permukaan 2. Namun, konsentrasi boron ini tidak cukup untuk menembus lapisan  $\text{Fe}_2\text{B}$  menuju ke permukaan 3. Pada kondisi ini boron akan bereaksi dengan  $\text{Fe}_2\text{B}$  membentuk  $\text{FeB}$  kembali seperti dituliskan pada persamaan 2.15.

Meskipun total reaksi terlihat seimbang antara pembentukan  $\text{FeB}$  dan  $\text{Fe}_2\text{B}$ , ternyata kondisi permukaan antara lapisan  $\text{FeB}$  dengan permukaan lapisan  $\text{Fe}_2\text{B}$  dalam kondisi yang dipenuhi (*oversaturated*) oleh atom boron. Dengan demikian boron yang ada selain bereaksi dengan  $\text{Fe}_2\text{B}$  ada juga yang mampu berdifusi ke permukaan 3. Atom-atom boron ini yang akan menjadi satu-satunya sumber untuk pertumbuhan kedua lapisan. Proses ini berlangsung sampai satu ketika pertumbuhan lapisan  $\text{FeB}$  terhenti dan cenderung berkurang dengan bertambahnya lapisan  $\text{Fe}_2\text{B}$ . Serupa dengan atom  $\text{Fe}$  yang mampu berdifusi ke permukaan 2 dan bereaksi dengan  $\text{FeB}$  menjadi  $\text{Fe}_2\text{B}$ . Tetapi, atom  $\text{Fe}$  ini tidak bisa bereaksi dengan  $\text{FeB}$  yang berada di permukaan 1. Reaksi ini digambarkan oleh persamaan 2.16. Dengan demikian setiap lapisan hanya akan tumbuh di masing-masing permukaannya dengan mendorong lapisan yang lain ke arah yang berlawanan.

Proses pertumbuhan  $\text{Fe}_2\text{B}$  akan terus bertambah bila konsentrasi efektif boron berkisar antara batas atas konsentrasi boron pada fasa  $\text{Fe}_2\text{B}$  dengan batas bawah konsentrasi boron pada fasa  $\text{FeB}$ , fasa  $\text{FeB}$  akan cenderung berkurang, tetapi total keseluruhan lapisan borida terus bertambah sampai konsentrasi efektif boron lebih rendah dari batas bawah konsentrasi boron pada fasa  $\text{Fe}_2\text{B}$  atau fasa  $\text{FeB}$  sudah berubah seluruhnya bergantung mana yang lebih dulu terpenuhi. Bila kondisi ini terjadi, akhirnya pertumbuhan lapisan borida akan terhenti (Yu et.al, 2005).

### 2.3 Karakteristik Lapisan Besi Borida

Pembentukan lapisan tunggal fasa  $Fe_2B$  lebih diinginkan daripada lapisan dua fasa  $FeB$  dan  $Fe_2B$ . Lapisan fasa  $FeB$  memiliki karakteristik yang lebih getas dibanding dengan  $Fe_2B$ . Selain itu bila terbentuk lapisan dua fasa, fasa  $FeB$  dan  $Fe_2B$  memungkinkan terbentuknya retakan diantara kedua fasa tersebut yang disebabkan karena perbedaan tingkat tegangan. Menurut Bindal et. al (2008) fasa  $FeB$  terbentuk akibat tegangan tarik dan fasa  $Fe_2B$  terbentuk akibat tegangan kompresi. Tabel 2.1 dan tabel 2.2 memberikan beberapa perbandingan sifat-sifat umum antara lapisan fasa  $FeB$  dengan  $Fe_2B$ :

Tabel 2.1 Karakteristik Lapisan Besi Borida ( $FeB$  dan  $Fe_2B$ ) (Sinha, 1991).

Sifat	$FeB$	$Fe_2B$
Kekerasan mikro	19-21 GPa	18-20 Gpa
Modulus elastis	590 GPa	285-295 Gpa
Densitas	6.75 g/cm <sup>3</sup>	7.43 g/cm <sup>3</sup>
Koef. muai panjang*	23 ppm/°C	7.65 ppm/°C
Komposisi	16.23 wt%B	8.83 wt%B
Struktur kristal	Orthorombik	Tetragonal
Parameter kisi	a=4.053 Å b=5.495 Å c=2.946 Å	a=5.078 Å c=4.249 Å

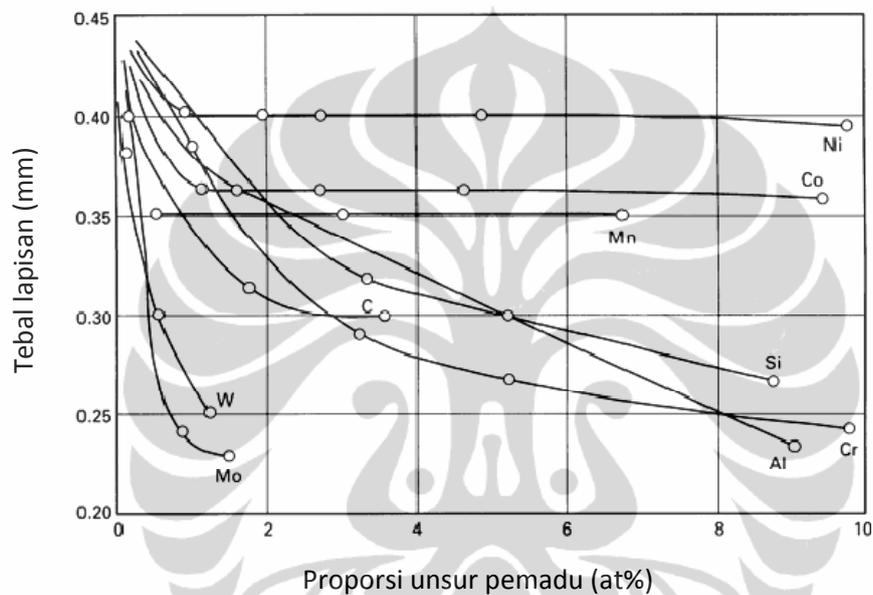
\* pada temperatur 200 °C sampai 600 °C.

Tabel 2.2 Data termodinamika  $FeB$  dan  $Fe_2B$  (Binnewies et.al, 2002).

	$FeB$	$Fe_2B$
$\Delta H^{\circ}_{298}$ (padat)	-72.8 kJ / mol	-102.5 kJ / mol
$S^{\circ}_{298}$ (padat)	31 J / (mol K)	51.7 J / (mol K)
$C_p$ (298K– titik leleh)	49.96 + 10x10 <sup>-3</sup> T - 1.06x10 <sup>6</sup> T <sup>-2</sup> J / (mol K)	78.87 + 14.14x10 <sup>-3</sup> T - 1.46x10 <sup>6</sup> T <sup>-2</sup> J / (mol K)
Titik leleh	1863 K	1662 K

Dalam Sinha (1991), sifat-sifat mekanik dari besi borida sangat ditentukan oleh komposisi matriksnya. Bentuk gigi gergaji sangat dominan terbentuk pada matriks besi murni, baja karbon rendah tanpa pepadu, dan baja paduan rendah. Karbon, silikon dan aluminium tidak terlarut di dalam lapisan borida. Unsur-unsur ini akan terdorong ke dalam oleh boron, dari permukaan dan keluar dari lapisan borida menuju matriks. Unsur-unsur ini akan menurunkan ketahanan aus lapisan borida. Unsur nikel akan menurunkan kedalaman lapisan

borida dan memperhalus stuktur gigi gergaji dari lapisan borida. Unsur nikel juga ditemukan sebagai presipitat  $\text{Ni}_3\text{B}$  pada lapisan fasa FeB. Keberadaan krom mampu merubah struktur dan sifat besi borida. Mn, W, Mo dan W akan menurunkan kedalaman lapisan borida dan memperhalus stuktur gigi gergaji lapisan borida. Gambar 2.6 di bawah ini menggambarkan bagaimana unsur-unsur pepadu pada baja mempengaruhi ketebalan lapisan borida yang akan terbentuk dari proses boronisasi.



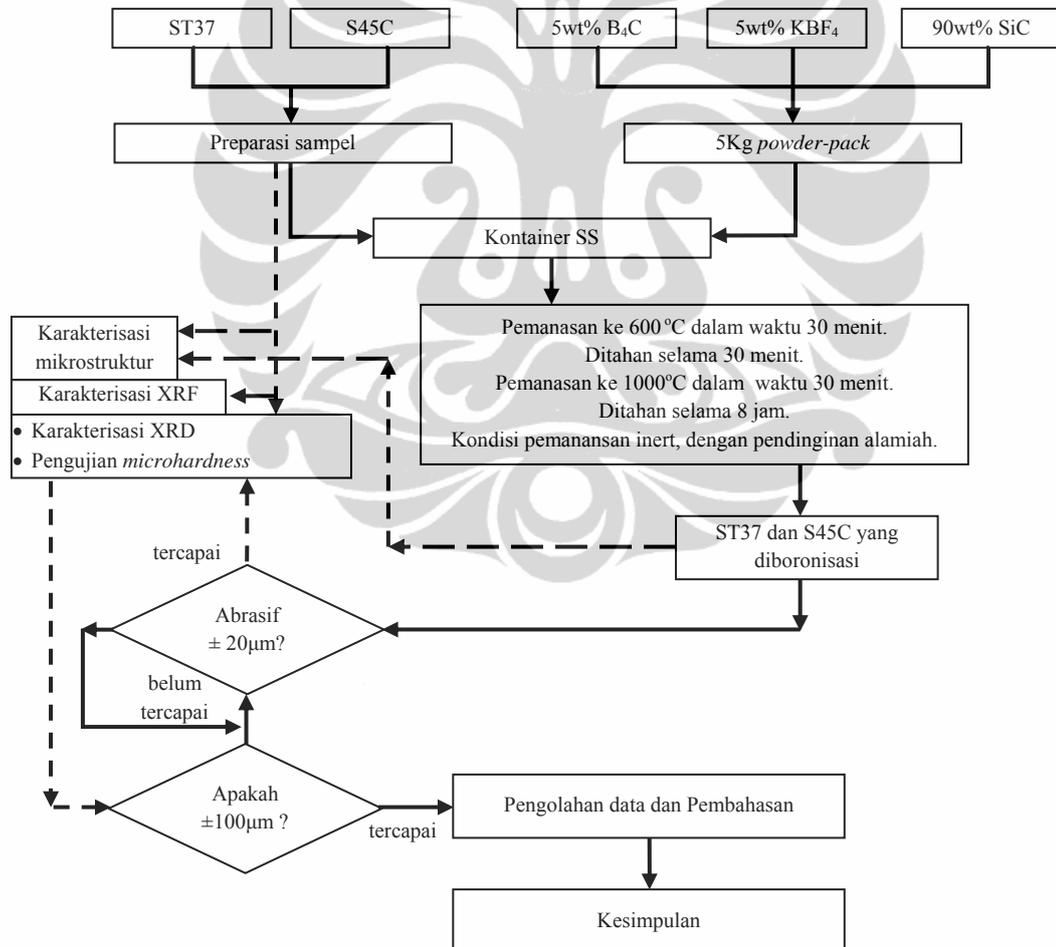
Gambar 2.6 Pengaruh unsur pepadu dalam baja terhadap ketebalan lapisan borida (Sinha, 1991).

Bejar et.al (2006) menuliskan peningkatan konsentrasi karbon di dalam baja akan menurunkan ketebalan lapisan borida dan meningkatkan kekerasannya. Unsur karbon tidak terlarut di dalam FeB dan  $\text{Fe}_2\text{B}$  sehingga akan terdorong oleh lapisan borida, membentuk zona poli-fasa yang terdiri atas karbida dan borokarbida antara lapisan  $\text{Fe}_2\text{B}$  dengan matriks. Pengaruh unsur krom sebagai unsur pepadu dalam baja saat boronisasi salah satunya adalah mendorong terbentuknya fasa FeB. Pengaruh lainnya adalah meningkatkan kekerasan dan kegetasan lapisan permukaan. Bejar et.al (2006) juga menuliskan bahwa boron memiliki afinitas yang lebih besar terhadap krom dibanding terhadap besi. Sedangkan untuk nikel, afinitas boron terhadap besi lebih besar dibandingkan terhadap nikel.

## BAB 3 METODE PENELITIAN

### 3.1 Bahan dan Metode Penelitian

Penelitian boronisasi *powder pack* ini dilakukan di Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir-BATAN, Serpong, dan di Laboratorium Fisika Universitas Indonesia, Salemba. Bahan yang digunakan untuk penelitian ini adalah batang silinder baja ST37, batang silinder baja S45C, serbuk  $B_4C$ , serbuk  $KBF_4$  dan serbuk SiC. Pada gambar 3.1 diperlihatkan alur penelitian boronisasi yang dilakukan.



Gambar 3.1 Alur penelitian boronisasi ST37 dan S45C dengan teknik *powder pack*.

### 3.2 Preparasi Sampel Baja

Baja ST37 dan S45C yang digunakan sebagai sampel dibuat dalam beberapa potong dengan bentuk silinder. Dimensi silinder yang disiapkan berdiameter 1.5 cm dan tinggi 3 cm. Untuk memastikan komposisi dari baja yang diperoleh, dilakukan karakterisasi XRF menggunakan DX4-95 dan XRD menggunakan sumber sinar-X dengan unsur target Co dan difraktometer PW3710. Untuk karakterisasi morfologi dan pengujian kekerasan mikro, baja di-*mounting*. Sebelum dilakukan boronisasi, permukaan silinder baja yang sudah disiapkan dihaluskan dan dibersihkan dari lemak agar hasil boronisasi bisa lebih maksimal. Beberapa sampel yang dibuat ditampilkan pada gambar 3.2 (a).



Gambar 3.2 Sampel dan kontainer SS yang digunakan. (a) Sampel dan kontainer SS, dan (b) sampel dan serbuk di dalam kontainer SS.

Sumber : dokumentasi PTBN-BATAN.

### 3.3 Persiapan *Powder Pack*

Campuran serbuk yang digunakan terdiri atas serbuk 5wt%  $B_4C$ , 5wt%  $KBF_4$  dan 90wt%  $SiC$ . Serbuk yang dibuat seberat 5Kg untuk mengisi kontainer SS seperti pada gambar 3.2 (a). kontainer SS yang digunakan berukuran 21cm x 18 cm x 20 cm. Pengisian serbuk dan peletakan sampel di dalam kontainer SS diilustrasikan pada gambar 3.2 (b).

### 3.4 Pemanasan Pada Tungku

Kontainer SS yang telah siap, dimasukan ke dalam tungku *annealing* K2/H Nabertherm. Gambar 3.3 menunjukkan bentuk dari tungku tersebut. Pemanasan pada tungku ini dapat terprogram dan gas dapat dialirkan ke dalam tungku. Pada proses boronisasi yang dilakukan, gas yang digunakan adalah argon (Ar).



Gambar 3.3 Tungku *annealing* K2/H Nabertherm.

Sumber : dokumentasi PTBN-BATAN.

Pemrograman pemanasan yang diberikan dimulai dengan menaikkan temperatur tungku dari temperatur kamar, ke temperatur 600 °C dalam waktu 30 menit dan gas argon dialirkan. Setelah tercapai, pada temperatur 600 °C ditahan selama 30 menit. Setelah 30 menit dari temperatur 600 °C, temperatur dinaikan ke temperatur 1000 °C dalam waktu 30 menit. Setelah tercapai, pada temperatur 1000 °C ditahan selama 8 jam. Setelah tercapai, program pemberian temperatur di dalam tungku dihentikan. Pendinginan yang terjadi secara alamiah di dalam tungku, tanpa menggunakan media pendingin tambahan dan aliran gas argon juga dihentikan. Kontainer SS dikeluarkan dari tungku, bila indikator temperatur di dalam tungku sudah menunjukkan temperatur kamar.

### 3.5 Karakterisasi dan Pengujian Lapisan Besi Borida

Baja ST37 dan baja S45C yang sudah diboronisasi, dikarakterisasi dan diuji untuk mengetahui perubahannya. Karakterisasi yang dilakukan meliputi pengamatan mikrostruktur dan pengujian kekerasan mikro penampang lintang lapisan borida. Karakterisasi XRD dan pengujian kekerasan mikro permukaan lapisan borida. Pola difraksi XRD yang diperoleh dianalisis menggunakan aplikasi GSAS untuk mengetahui komposisi fasa pada lapisan borida.

#### 3.5.1 Preparasi Sampel Baja yang Sudah Diboronisasi

Baja ST37 dan baja S45C yang sudah diboronisasi dipotong menjadi 2 bagian yang sama besar. Satu sisi di potong menjadi dua bagian dan di *mounting* untuk keperluan metalografi, seperti pada gambar 3.4 (a) dan gambar 3.4 (b). sisi baja lainnya akan digunakan untuk keperluan karakterisasi permukaan lapisan borida, seperti pada gambar 3.4 (c) dan gambar 3.4 (d).



(a)



(b)



(c)



(d)

Gambar 3.4 Sampel untuk karakterisasi lapisan besi borida. Potongan penampang lintang (a) ST37 yang di-*mounting*, (b) S45C yang di-*mounting*, (c) ST37 dan (d) S45C yang digunakan untuk karakterisasi dan pengujian permukaan lapisan borida.

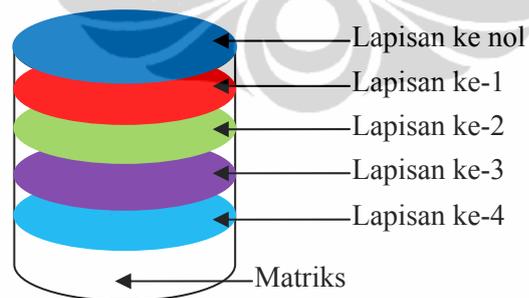
Untuk metalografi sampel pada gambar 3.4 (a) dan gambar 3.4 (b) di abrasif menggunakan *emery paper* mulai dari grit 600, 800, 1000 sampai 1200. Terakhir dilakukan pemolesan menggunakan pasta alumina 1 mikron. Mesin abrasif/poles yang digunakan adalah DAP-U Struers, seperti pada gambar 3.5. Bahan etsa yang digunakan adalah larutan Nital 2% (1 ml HNO<sub>3</sub> dan 49-50 ml etanol).



Gambar 3.5 Mesin abrasif/poles DAP-U Struers.

Sumber : dokumentasi PTBN-BATAN.

Sedangkan untuk sampel pada gambar 3.4 (c) dan (d) abrasif dilakukan menurut skema pada gambar 3.6 berikut ini.



Gambar 3.6 Skema lapisan borida yang akan terabrasif dari sampel.

Dari skema pada gambar 3.6 tiap-tiap lapisan dari lapisan nol sampai lapisan ke-4 sebelum lapisan tersebut diabrasif terlebih dahulu dilakukan pengujian kekerasan mikro dan karakterisasi XRD.

Abrasif yang dilakukan menggunakan *emery paper* dengan grit 180, sampai kedalaman yang diinginkan tercapai. Setiap kedalaman yang diinginkan adalah  $\pm 20 \mu\text{m}$ , dengan pengukuran kedalamannya menggunakan mikrometer digital dari Mitutoyo. Pengukuran kedalaman ini menggunakan metode selisih, sehingga ketinggian awal sampel diukur, lalu proses abrasif dilakukan. Pengukuran ketinggian sampel dilakukan kembali setelah proses abrasif, yang sebelumnya sampel dibersihkan dahulu dengan etanol.

### 3.5.2 Pengamatan Struktur Mikro

Sampel 3.4 (a) dan (b) dilakukan pengamatan struktur mikronya. Terutama pengamatan morfologi dari lapisan borida yang terbentuk. Mikroskop optik Nikon pada gambar 3.7 digunakan untuk pengamatan struktur mikro ini. Pengamatan dilakukan pada pembesaran 200 kali. Sebagai tambahan, SEM JEOL 6510 digunakan untuk memperjelas morfologi dari lapisan borida yang terbentuk pada kedua sampel.

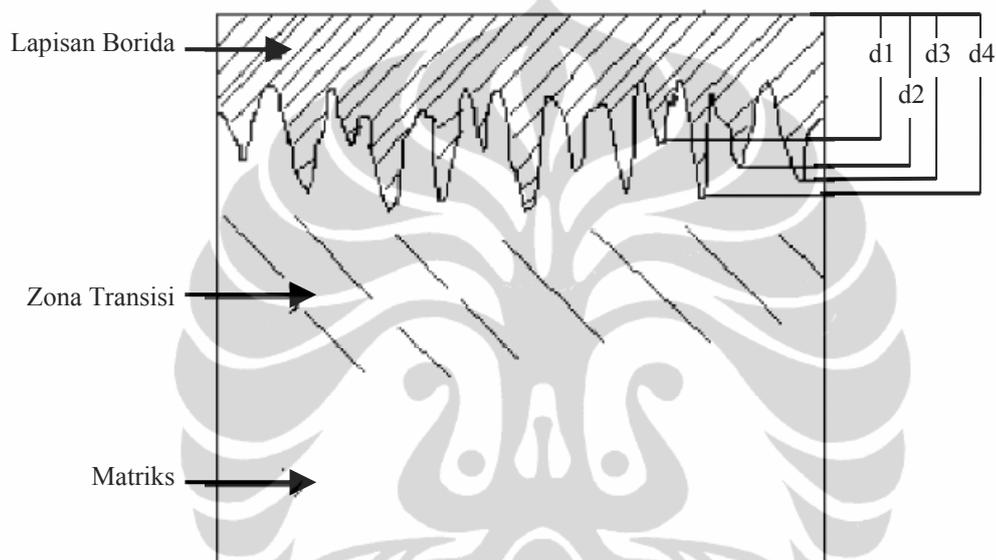


Gambar 3.7 Mikroskop optik Nikon Epiphot type 114 yang dilengkapi kamera digital.

Sumber : dokumentasi PTBN-BATAN.

### 3.5.3 Pengukuran Kedalaman

Setelah morfologi lapisan borida dilihat menggunakan mikroskop optik, pengukuran kedalam lapisan borida dapat dilakukan. Jain et.al (2002), mengemukakan perhitungan kedalaman lapisan borida hasil boronisasi sebagai rata-rata dari kedalaman bentuk gigi gergaji yang dituliskan pada persamaan 3.1. Pengambilan data untuk kedalamannya diilustrasikan pada gambar 3.8 berikut:



Gambar 3.8 Skema pengukuran kedalaman lapisan borida (Jain et.al, 2002).

$$d = \frac{\sum_{i=1}^n d_i}{n} \quad (3.1)$$

dimana:

- d : rata-rata hitung panjang gigi gergaji lapisan borida.
- $d_i$  : panjang gigi gergaji.
- n : banyaknya data yang diambil.

### 3.5.4 Pengujian Kekerasan Mikro

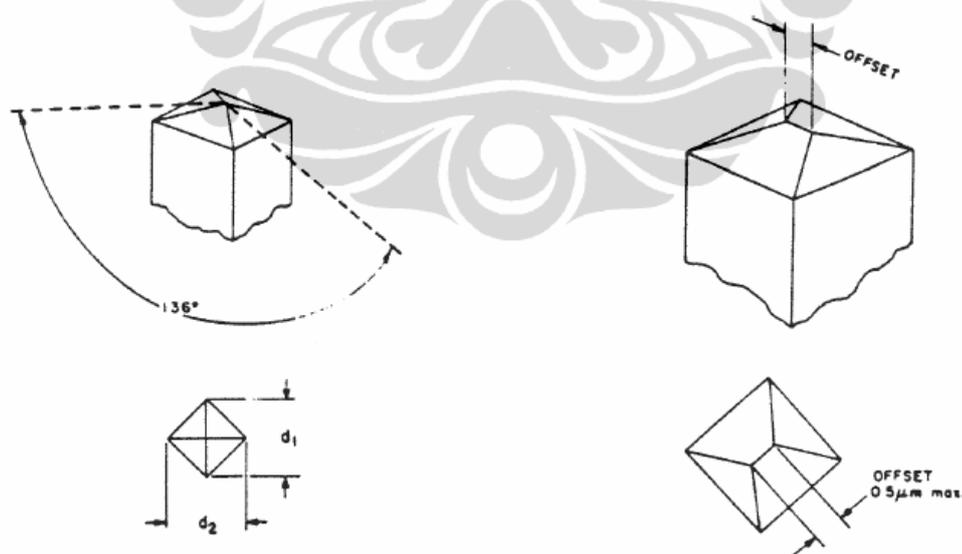
Semua sampel pada gambar 3.4 diuji kekerasannya menggunakan alat uji kekerasan Leitz Miniload pada gambar 3.9 dengan beban 300 gf atau 2.942 N.

Indentor yang digunakan adalah indentor Vickers, skema dari indentor ini ditunjukkan pada gambar 3.10.



Gambar 3.9 Alat uji kekerasan mikro Leitz Miniload.

Sumber : dokumentasi PTBN-BATAN.



Gambar 3.10 Skema indentor Vickers pengujian kekerasan mikro (ASTM 384).

Sudut bentuk permukaan piramida dari indentor Vickers sebesar  $136^{\circ}$ . Dalam pengujiannya pemberian gaya dilakukan dengan perlahan, tanpa

tumbukan. Saat bersentuhan ditahan selama 10 sampai 15 detik. Gaya yang diberikan sesuai dengan beban yang dipasang pada alat pengujian kekerasan mikro. Setelah gaya dihilangkan, kemudian kedua diagonal jejak dari indenter pada sampel diukur. Kekerasan mikro material dihitung menurut persamaan 3.2, berikut:

$$HV = \frac{2000P \sin(\alpha/2)}{d^2} = \frac{1854.4P}{d^2} \quad (3.2)$$

dimana:

- HV : kekerasan mikro Vickers.
- P : gaya yang diberikan (gf).
- d : rata-rata jejak indenter ( $\mu\text{m}$ )

Pengujian kekerasan mikro untuk sampel pada gambar 3.4 (a) dan (b) dilakukan sebanyak 5 titik yang berbeda untuk melihat gradasi kekerasan lapisan borida yang terbentuk. Asumsi yang diambil dalam pengujian kekerasan mikro pada kedalaman tertentu nilai kekerasan yang dimiliki sama besarnya. Sedangkan sampel pada gambar 3.4 (c) dan 3.4 (d) dilakukan sebanyak 3 titik untuk tiap-tiap lapisan permukaan sebelum dilakukan proses abrasif.

### 3.5.5 Karakterisasi Difraksi Sinar-X (XRD)

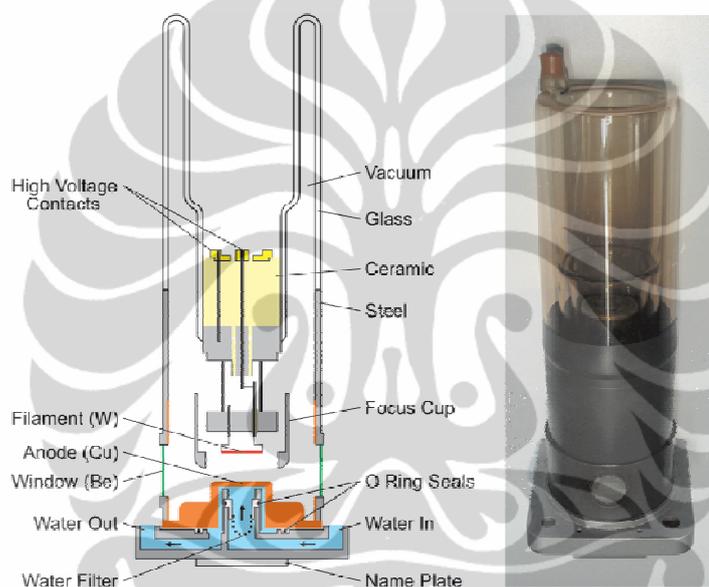
Difraksi sinar-X merupakan metode yang sangat luas digunakan dengan ketidakpastian yang sangat rendah dalam penentuan posisi atom dalam molekul dan padatan. Informasi spektroskopi (NMR, IR dan spektroskopi massa) yang mampu digunakan untuk kimia organik, tidak dapat memberikan gambaran yang utuh untuk bahan inorganik, yang memiliki keanekaragaman struktur dalam artian geometri dan bilangan koordinasi. Umumnya dalam kimia organik, jarak yang ditentukan dari struktur memberikan informasi lebih mengenai ikatan yang terjadi di dalam molekul dan diantara molekul.

Sumber sinar-X yang digunakan untuk karakterisasi difraksi sinar-X berkisar 0.6 sampai 1.9 Å. Umumnya unsur target yang digunakan adalah Cu dan

Mo, sedangkan untuk aplikasi tertentu digunakan unsur target Cr, Fe, Co, Ag dan W. Panjang gelombang prinsip radiasi dari beberapa unsur yang digunakan sebagai target ditunjukkan pada tabel 3.1 sedangkan gambar 3.11 menunjukkan diagram untuk sumber sinar-X.

Tabel 3.1 Panjang gelombang prinsip untuk unsur target sumber sinar-X (Dinnebier et.al, 2008).

Anoda	Cu	Mo	Cr	Fe	Co	Ag	W
$\lambda(K\alpha)(\text{\AA})$	1.54	0.71	2.29	1.94	1.79	0.56	0.21



Gambar 3.11 Diagram untuk sumber sinar-X (Dinnebier et.al, 2008).

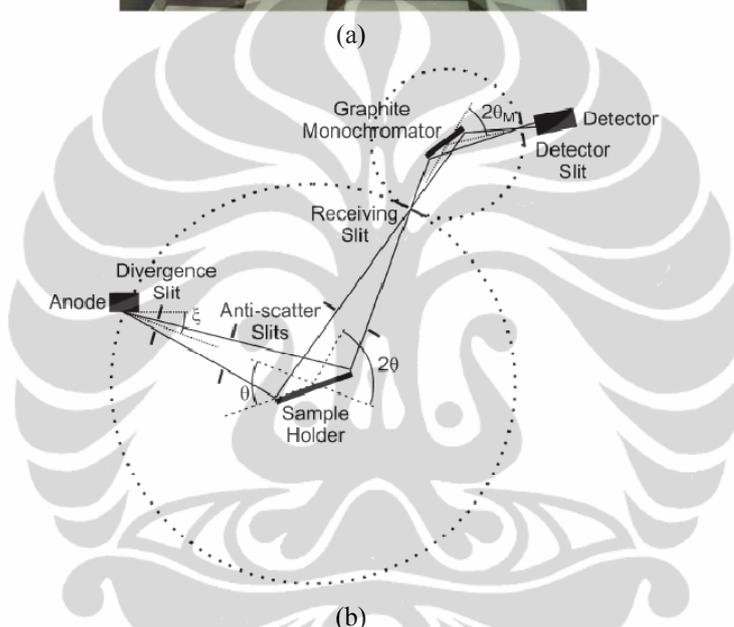
Detektor sinar-X dapat diklasifikasikan sebagai detektor titik, linear atau luasan, bergantung bagaimana cara merekam pola difraksi pada nol, satu atau dua dimensi. Detektor titik harus men-*scanning* (pindai/larikan) untuk mengukur pola difraksi, sedangkan untuk detektor linear dan luasan bisa dalam posisi tetap. Detektor linear dan luasan mampu memperoleh data lebih cepat, tapi karena sistemnya lebih terbuka memungkinkan kemunculan hamburan oleh udara atau lingkungan sampel.

Dalam karakterisasi pola difraksi, ada dua tipe prinsip geometri peralatan untuk difraktometer di laboratorium, yaitu: refleksi dan transmisi. Skema geometri refleksi ditunjukkan pada gambar 3.12 dimana sampel dipreparasi berbentuk pelat

datar. Sedangkan skema geometri transmisi ditunjukkan pada gambar 3.13 dimana sampel dipreparasi berbentuk gelas kapilaritas atau kawat tipis.



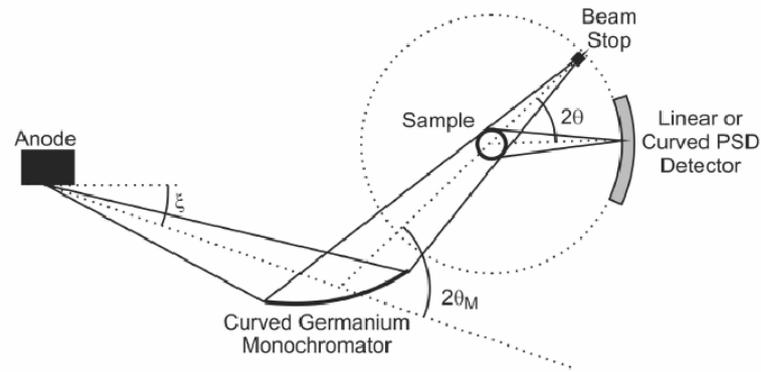
(a)



(b)

Gambar 3.12 Geometri peralatan XRD refleksi. (a) foto dari difraktometer Bragg-Brentano. (b) skema difraktometer Bragg-Brentano (Dinnebier et.al, 2008).

Gambar 3.12 (b) memperlihatkan sinar-X yang menuju sampel tidak dipantulkan, sedangkan yang keluar dari sampel dipantulkan ke sebuah monokromator dan diterima oleh detektor. Gambar 3.13 memperlihatkan sinar-X yang menuju sampel dipantulkan pada monokromator dan melewati sampel. Selanjutnya sinar-X yang keluar dari sampel dideteksi oleh detektor.



Gambar 3.13 Geometri peralatan XRD transmisi (Dinnebier et.al, 2008).

Dalam pengukuran difraksi sinar-X, persamaan Bragg digunakan sebagai dasar perhitungannya. Persamaan Bragg dituliskan pada persamaan 3.3, yaitu :

$$n \lambda = 2 d \sin\theta \quad (3.3)$$

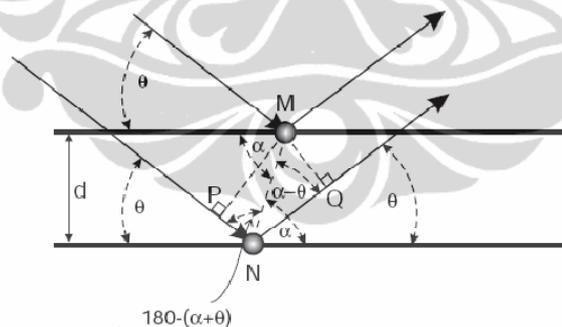
dimana:

$n$  : bilangan bulat.

$\lambda$  : panjang gelombang sinar-X (Å).

$d$  : jarak kisi (Å).

$\theta$  : sudut difraksi.



Gambar 3.14 Ilustrasi difraksi yang terjadi pada bidang-bidang yang terpapar oleh sinar-X (Dinnebier et.al, 2008).

Gambar 3.14 mengilustrasikan bagaimana terjadinya difraksi sinar-X yang akan ditinjau berasal dari atom-atom yang tersusun teratur secara periodik sesuai posisi tertentu di dalam kristal. Atom-atom di dalam kristal dapat dipandang berada pada bidang-bidang yang sejajar satu sama lain yang dipisahkan oleh jarak bidang ( $d$ ). Sinar-X yang datang pada bahan hanya mempunyai satu panjang

gelombang ( $\lambda$ ) dan dengan sudut datang terhadap bidang difraksi dinyatakan dengan  $\theta$  (sudut Bragg). Besar sudut Bragg mempunyai nilai yang berbeda untuk tiap-tiap bidang. Tabel 3.2 menyajikan persamaan-persamaan untuk menghitung  $d_{hkl}$  berbagai sistem kristal.

Tabel 3.2 Persamaan untuk menghitung  $d_{hkl}$  berbagai sistem kristal (Dinnebier et.al, 2008)

Sistem Kristal	$1/d_{hkl}^2$
<b>Cubic</b>	$(h^2 + k^2 + l^2)/a^2$
<b>Tetragonal</b>	$\frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$
<b>Orthorombik</b>	$\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$
<b>Hexagonal dan Trigonal (P)</b>	$\frac{4}{3a^2}(h^2 + k^2 + hk) + \frac{l^2}{c^2}$
<b>Trigonal (R)</b>	$\frac{1}{a^2} \left( \frac{(h^2 + k^2 + l^2) \sin^2 \alpha + 2(hk + hl + kl)(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}{1 + 2 \cos^3 \alpha - 3 \cos^2 \alpha} \right)$
<b>Monoclinic</b>	$\frac{h^2}{a^2 \sin^2 \beta} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2 \sin^2 \beta} - \frac{2hl \cos \beta}{ac \sin^2 \beta}$
<b>Triclinic</b>	$(1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta - \cos^2 \gamma + 2 \cos \alpha \cos \beta \cos \gamma)^{-1} \left( \frac{h^2}{a^2} \sin^2 \alpha + \frac{k^2}{b^2} \sin^2 \beta + \frac{l^2}{c^2} \sin^2 \gamma + \frac{2kl}{bc} (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha) + \frac{2lh}{ca} (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta) + \frac{2hk}{ab} (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma) \right)$

Dari pola difraksi yang diperoleh dapat dihitung ukuran kristalitnya (ukuran partikel). Ukuran kristalit dapat dihitung menggunakan persamaan Debye Scherrer. Persamaan tersebut dituliskan pada persamaan 3.4 berikut:

$$\beta_{hkl} = \frac{K \cdot \lambda}{L_{hkl} \cdot \cos \theta} \quad (3.4)$$

dimana:

- K : faktor bentuk, bernilai 0.9 untuk bentuk bola.
- $\lambda$  : panjang gelombang sinar-X ( $\text{\AA}$ ).
- $\beta_{hkl}$  : FWHM (rad)

$L_{hkl}$  : ukuran kristalit ( $\text{\AA}$ ).

$\theta$  : sudut difraksi.

### 3.6 Pengolahan dan Analisis Data

Dari pengujian dan karakterisasi yang dilakukan, diperoleh data kekerasan mikro lapisan borida dari sisi penampang lintang, data kekerasan mikro dan pola difraksi dari atas permukaan tiap-tiap lapisan yang terabrasi. Data-data yang diperoleh diolah menggunakan aplikasi Microsoft Excel agar dapat memberikan gambaran mengenai karakteristik kekerasan mikro pada lapisan borida yang terbentuk pada baja ST37 dan S45C. Sedangkan pola difraksi XRD diolah menggunakan aplikasi APD yang digunakan untuk menentukan puncak-puncak difraksi. Kemudian aplikasi Bella digunakan untuk melakukan konversi format file dari aplikasi APD ke aplikasi GSAS. Aplikasi Match! digunakan untuk mengidentifikasi komposisi yang ada kecocokan dengan puncak-puncak yang sudah ditentukan oleh aplikasi APD. *Database* yang digunakan adalah IuCr/ COD /AMCSD 22.01.10. Dari *database* ini diperoleh data kristalografi yang selanjutnya dapat digunakan untuk analisis pola difraksi yang diperoleh. Untuk analisis pola difraksi XRD digunakan aplikasi GSAS agar diperoleh data kristalografi dan data komposisi dari fasa-fasa yang mungkin terbentuk pada lapisan borida.

Aplikasi GSAS merupakan aplikasi yang berguna untuk melakukan analisis kristalografi pola difraksi XRD. Aplikasi ini dapat melakukan analisis untuk data difraksi kristal tunggal ataupun serbuk yang diperoleh dari sinar-X atau neutron. Aplikasi ini mampu menangani secara simultan dari data yang diberikan, dengan kata lain, aplikasi ini mampu menangani data difraksi serbuk dari sebuah campuran dan mampu melakukan *refining* parameter struktur dari tiap-tiap fasa. GSAS dibuat dengan desain untuk memudahkan penggunaannya dan sebuah menu *editor* (EXPEDT) yang dilengkapi dengan fitur bantuan dan penunjuk kesalahan. EXPEDT digunakan untuk mempersiapkan keseluruhan masukan untuk perhitungan pada GSAS. Untuk melakukan *refining* data difraksi serbuk dengan GSAS, yang diperlukan adalah: 1) Data difraksi dari sinar-X atau

netron, 2) Dugaan awal fasa-fasa yang mungkin ada pada data difraksi yang diperoleh dan 3) Data parameter kisi, *space group* dan posisi atom, tiap-tiap fasa yang diduga.

Seluruh aplikasi GSAS ditulis menggunakan bahasa FORTRAN dengan menggunakan beberapa fitur sistem yang yang mampu dipanggil sebagai modul tersendiri. GSAS tersedia untuk sistem operasi Windows, Linux dan Mac OS (Larson et.al, 2004). Aplikasi GSAS dapat diunduh dari <http://www.ccp14.ac.uk/solution/gsas/>.



## BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Karakteristik Baja ST37 dan Baja S45C Sebelum Proses Boronisasi

Berikut ini disampaikan hasil komposisi unsur dari standar SAE, DIN dan/atau JIS, karakterisasi pola difraksi menggunakan XRD beserta hasil analisis GSAS, struktur mikro menggunakan mikroskop optik, dan kekerasan mikro baja ST37 dan S45C yang belum diboronisasi.

#### 4.1.1 Komposisi, Pola Difraksi Sinar-X, Ukuran Kristalit dan Analisis GSAS

Baja ST37 dan S45C yang belum diboronisasi, dikarakterisasi untuk mengetahui karakteristik awal kedua bahan tersebut. Karakterisasi yang dilakukan meliputi karakterisasi komposisi unsur menggunakan XRF, karakterisasi jenis dan bentuk kristal menggunakan XRD dan kekerasan mikronya. Hasil karakterisasi ini digunakan sebagai pembandingan terhadap karakteristik lapisan borida yang akan terbentuk setelah proses boronisasi. Berikut ini hasil karakterisasi XRF, XRD beserta data kristalografi yang digunakan pada aplikasi GSAS.

Data XRF dapat dilihat pada lampiran 1 dan komposisi dari ASM *Handbook Volume 1* baja ST37 dan baja S45C disajikan pada tabel 4.1 dan tabel 4.2 berikut ini:

Tabel 4.1 Komposisi baja ST37 (ASM *Handbook Vol.1*, 1990).

SAE	DIN	Komposisi, wt%					
		C	Si	Mn	P	S	Lainnya
1013	1.0036, Ust37-2	0.17		0.20-0.50	0.050	0.050	0.007N
	1.0037, St37-2	0.17	0.30	0.20-0.50	0.050	0.050	0.009N
	1.0038, RSt37-2	0.17	0.03-0.30	0.20-0.50	0.050	0.050	0.009N
	1.0116, St37-3	0.17	0.03-0.30	0.20-0.50	0.040	0.040	
	1.0315, St37.8	0.17	0.10-0.35	0.40-0.80	0.040	0.040	

Sumber : telah diolah kembali.

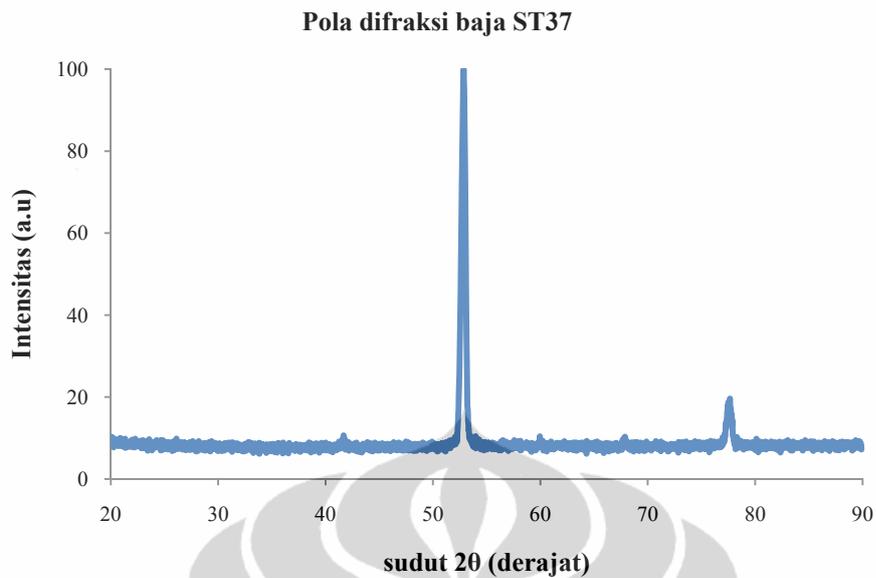
Tabel 4.2 Komposisi baja S45C (ASM *Handbook Vol.1*, 1990).

SAE	JIS	Komposisi, wt%					
		C	Si	Mn	P	S	Lainnya
1045	S45C	0.42-0.48	0.15-0.45	0.60-0.90	0.030	0.035	

Sumber : telah diolah kembali.

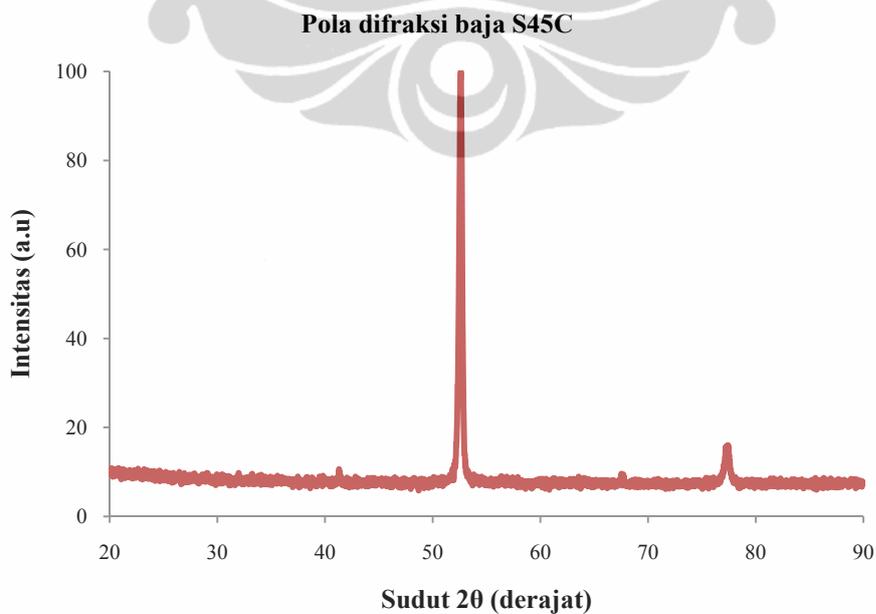
Terlihat perbedaan kandungan unsur antara standar ASM pada tabel 4.1 dan tabel 4.2 dengan hasil karakterisasi XRF pada lampiran 1. Hal ini sangat mungkin terjadi, sebab sangat bergantung pada kemurnian bahan yang diperoleh, kemampuan operator dan alat karakterisasinya. Pengukuran XRF yang dilakukan secara kualitatif sehingga fraksi berat ataupun fraksi atom dari komposisi unsur yang terdeteksi tidak dihitung. Dari kedua baja ini, perbedaan kandungan unsur antara hasil XRF dengan standar SAE adalah kemunculan Cr dan Ca. Kedua unsur ini memang ditambahkan dalam proses pembuatan baja. Unsur Cr ditambahkan untuk meningkatkan kekerasan dan titik lebur, atau untuk meningkatkan ketahanan terhadap korosi. Unsur Ca digunakan dalam bentuk  $\text{CaCO}_3$  (*limestone*) yang berfungsi untuk membentuk *slag* dari bahan-bahan mineral yang tidak terlarut selama proses peleburan besi. Penggunaan *limestone* yang berlebihan dapat menurunkan temperatur tungku. Dengan demikian kemunculan kandungan Ca diduga kesalahan deteksi dari alat atau kurangnya pengetahuan operator tentang bahan yang dikarakterisasi. Dari hasil XRF pada lampiran 1, unsur Fe dan Cr digunakan untuk menduga komposisi fasa lapisan borida yang terbentuk.

Pola difraksi yang ditampilkan pada gambar 4.1 terlihat terdapat dua buah puncak tertinggi yang dapat langsung teridentifikasi. Dari aplikasi APD, dua puncak tertinggi tersebut berada pada sudut  $2\theta$  sama dengan  $52.89^\circ$  dan  $77.65^\circ$ . Lebih lengkapnya keluaran dari aplikasi APD dapat dilihat pada lampiran 2. Dengan bantuan aplikasi Match! dilakukan pencocokan pola difraksi sampel dengan pola difraksi di dalam *database* untuk mengetahui fasa yang mungkin terdapat pada baja ST37. Proses pencocokan pola difraksi sampel didasari dari hasil karakterisasi komposisi unsur XRF pada lampiran 1.



Gambar 4.1 Pola difraksi sinar-X baja ST37.

Pencocokan pola dilakukan menggunakan aplikasi Match! dengan *database* IuCr/ COD /AMCSD 22.01.10. Berdasarkan hasil XRF, unsur terbesarnya adalah Fe, sehingga pencocokan pola difraksi diberatkan pada fasa-fasa Fe. Pola difraksi sampel teridentifikasi pada fasa Fe dengan nomor kartu 99-100-7795. Lebih lengkapnya data kartu ini dapat dilihat pada lampiran 3.



Gambar 4.2 Pola difraksi sinar-X baja S45C.

Seperti pada baja ST37, pola difraksi pada gambar 4.2 untuk baja S45C juga memiliki dua buah puncak tertinggi yang dapat langsung teridentifikasi. Dari aplikasi APD, dua puncak tertinggi tersebut berada pada sudut  $2\theta$  sama dengan  $52.58^\circ$  dan  $77.33^\circ$ . Lebih lengkapnya keluaran dari aplikasi APD dapat dilihat pada lampiran 2. Proses pencocokan pola difraksi sampel serupa dengan baja ST37 yaitu menggunakan aplikasi Match!. Identifikasi fasa pada baja S45C juga berdasarkan data hasil karakterisasi unsur dari XRF pada lampiran 1. Unsur terbesarnya adalah Fe, serupa dengan baja ST37, sehingga pencocokan pola difraksi juga diberatkan pada fasa-fasa Fe. Hasilnya, pola difraksi sampel teridentifikasi pada fasa Fe dengan nomor kartu 99-100-7787. Selengkapnya Data kartu ini dapat dilihat pada lampiran 3. Pencocokan pola difraksi dengan fasa-fasa Fe didasari pada pengamatan pola difraksi baja ST37 dan baja S45 yang intensitas tertingginya muncul pada sudut-sudut yang serupa dengan fasa Fe dari *database*. Fasa-fasa lain dari unsur Mn, Cr, Si, S dan bahkan Ca yang juga terdeteksi dari XRF tidak teramati pada pola difraksi baja ST37 dan S45C yang diperoleh.

Hasil perhitungan ukuran kristalit menggunakan persamaan 3.4 dari bidang yang intensitas pola difraksinya tertinggi untuk kedua baja tersebut dan hasil analisis aplikasi GSAS, disajikan pada tabel 4.3 berikut:

Tabel 4.3 Ukuran kristalit dan keluaran aplikasi GSAS

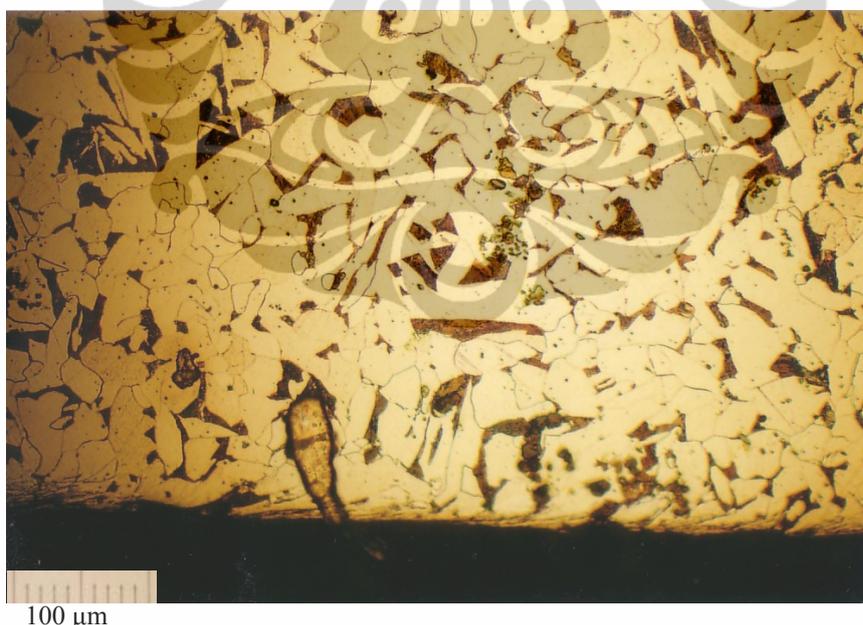
	Baja	
	ST37	S45C
Ukuran kristalit (nm)		
(110)	47	47
(200)	118	27
Parameter kisi dari GSAS (Å)		
a=b=c=	2.8660	2.8662
<i>Chi-square</i> GSAS	1.157	1.182

Dari tabel 4.3, terlihat besar ukuran kristalit pada bidang (110) antara kedua baja relatif sama besar. Ukuran kristalit untuk bidang (200) terlihat jauh berbeda. Ukuran kristalit pada bidang (200) baja ST37 hampir 5 kali lebih besar daripada ukuran kristalit pada bidang (200) baja S45C. Ukuran ini akan menunjukkan morfologi pada baja S45C yang fraksi berat C berkisar 0.45wt% terdiri dari fasa pearlit dan  $\alpha$ -Fe. Fasa pearlit pada baja S45C lebih didominasi  $\alpha$ -Fe dibandingkan  $Fe_3C$  dan ini sesuai dengan pola difraksi yang diperoleh. Satu

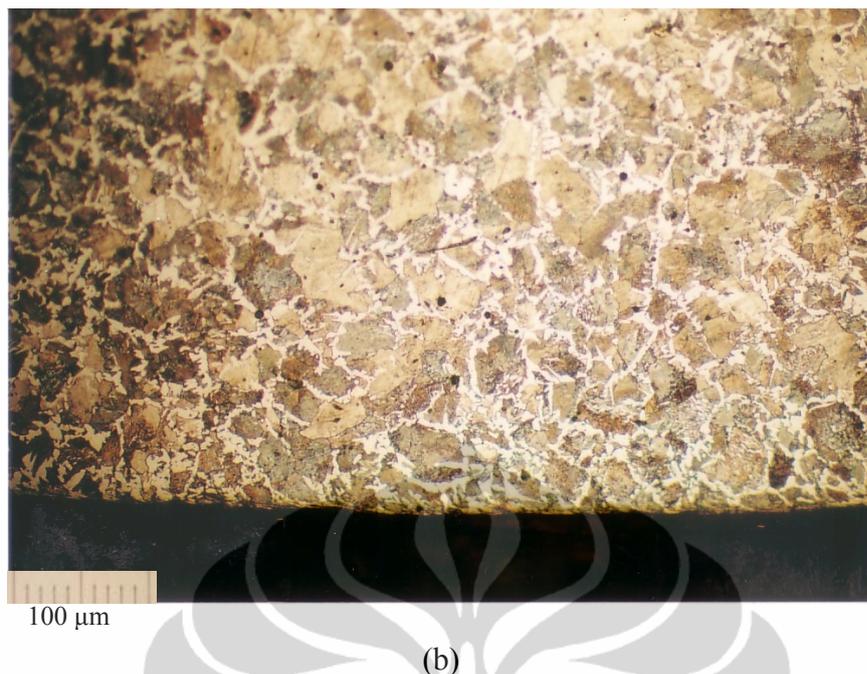
kesamaan yang terlihat dari pola difraksi kedua baja tersebut dimana keduanya terarah pada bidang (110). Hasil *refine* untuk parameter kisi dari analisis GSAS untuk kedua baja, tidak berbeda. Parameter kisi baja ST37 bernilai 2.8660 Å dan baja S45C bernilai 2.8662 Å.

#### 4.1.2 Struktur Mikro dan Kekerasan Mikro

Struktur mikro baja ST37 dan S45C sebelum dilakukan boronisasi diperlihatkan pada gambar 4.3. Pengamatan struktur mikro menggunakan mikroskop optik pada perbesaran 200 kali. Gambar 4.3 (a) sangat jelas menampilkan struktur mikro  $\alpha$ -Fe pada baja ST37. Bila dilihat dari fraksi berat karbon yang tidak lebih dari 0.2wt%, fasa  $\alpha$ -Fe akan mendominasi struktur baja ST37. Analisis struktur dengan perhitungan menggunakan persamaan 3.3 dan persamaan pada tabel 3.2 untuk sistem kristal kubik diperoleh parameter kisi sebesar 2.8469 Å dengan struktur kristalnya adalah kristal kubik BCC.



(a)



Gambar 4.3 Struktur mikro baja sebelum boronisasi menggunakan mikroskop optik (a) baja ST37 (b) baja S45C.

Berbeda dengan baja ST37, baja S45C memiliki struktur mikro yang sudah didominasi oleh fasa perlit. Hal ini juga bisa dijelaskan bila dilihat dari fraksi berat karbon baja S45C yang besarnya mencapai 0.45wt%. Fasa  $\alpha$ -Fe akan lebih sedikit dibanding fasa perlit. Analisis struktur yang dihitung menggunakan persamaan 3.3 dan persamaan pada tabel 3.2 untuk sistem kristal kubik diperoleh parameter kisi sebesar 2.8597 Å dengan strukturnya adalah kristal kubik BCC. Hasil perhitungan parameter kisi dari persamaan 3.3 dan persamaan pada tabel 3.2 untuk sistem kristal kubik dibandingkan dengan keluaran aplikasi GSAS yang disajikan pada tabel 4.3 terdapat perbedaan yang nyata. Hal ini sangat mungkin terjadi karena, pada analisis GSAS proses pencocokan dilakukan hanya untuk fasa Fe dan menganggap sebagai fasa yang dominan dengan asumsi faktor okupansi atom-atom Fe dianggap ideal. Keluaran analisis GSAS akan menjadi sedikit lebih besar dari hasil perhitungan parameter kisi secara langsung. Hasil pengujian kekerasan mikro pada baja ST37 dan baja S45C menghasilkan nilai sebesar 123.82 HV untuk baja ST37 dan sebesar 196.39 HV untuk baja S45C.

## 4.2 Struktur Lapisan Borida

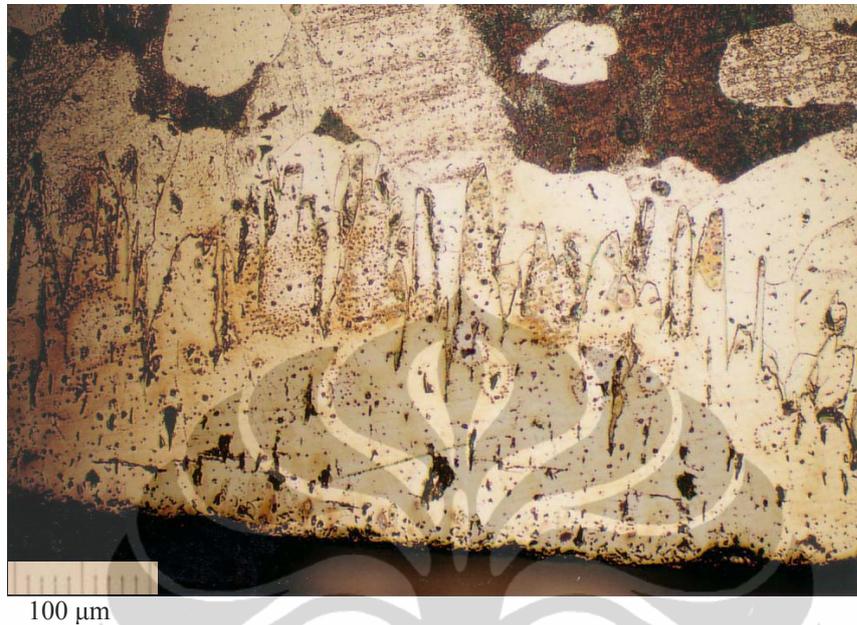
Proses boronisasi *powder pack* dilakukan pada temperatur 1000 °C selama 8 jam. Struktur lapisan borida yang terbentuk untuk baja umumnya berbentuk gigi gergaji, yang keruncingan dan kedalamannya sangat dipengaruhi oleh proses boronisasi serta unsur-unsur yang terkandung di dalam baja. Berikut ini ditampilkan struktur lapisan borida yang terbentuk pada permukaan baja ST37 dan S45C.

### 4.2.1 Struktur Lapisan Borida Pada Baja ST37

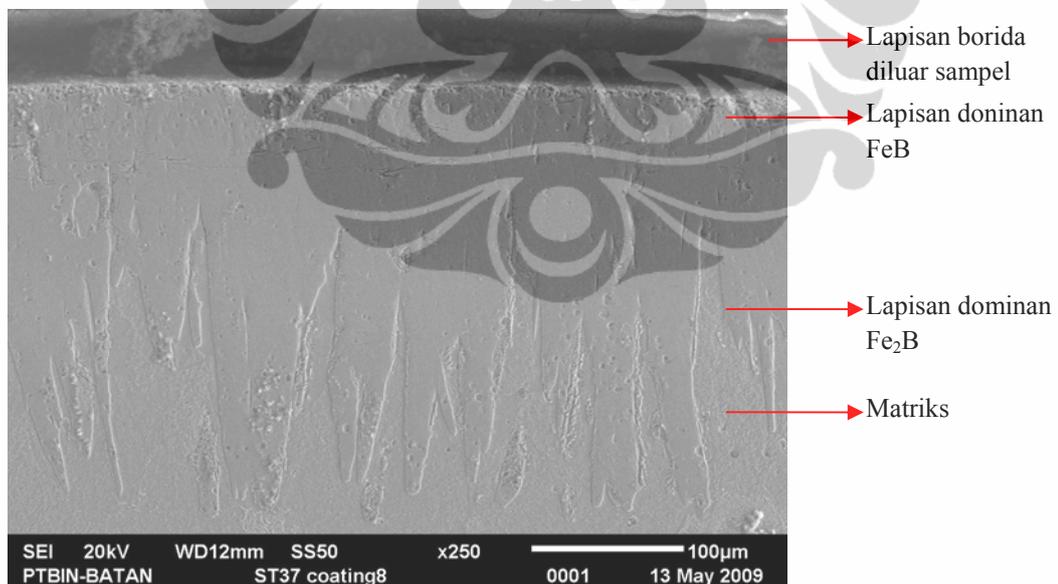
Lapisan borida baja ST37 yang diamati menggunakan mikroskop optik pada perbesaran 200x diperlihatkan pada gambar 4.4. Pada gambar tersebut terlihat dengan jelas morfologi lapisan borida yang berbentuk gigi gergaji. Kedalaman lapisan borida relatif merata, meskipun pada titik-titik tertentu ada yang tidak terlalu dalam. Kedalaman lapisan borida pada baja ST37 yang dihitung menggunakan persamaan 3.1 diperoleh sebesar 250  $\mu\text{m}$ . Dari gambar 4.4 terlihat matriks yang berada disekitar lapisan borida mengalami perubahan struktur mikro. Fasa perlit pada daerah tersebut menjadi lebih banyak dari pada fasa  $\alpha\text{-Fe}$ . Hal ini terjadi diakibatkan selama proses boronisasi terjadi pemanasan dan desakan dari unsur-unsur seperti C dan Ni yang tidak dapat bereaksi dengan fasa borida. Pada saat temperatur 1000 °C fasa  $\alpha\text{-Fe}$  yang dekat dengan permukaan berubah menjadi fasa  $\gamma\text{-Fe}$ , pada saat itupun terjadi desakan dari unsur karbon karena adanya dorongan dari boron dan fasa borida yang mulai terbentuk dipermukaan baja. Dengan demikian konsentrasi karbon dibawah lapisan borida semakin meningkat. Saat proses pendinginan ke temperatur ruangan, fasa  $\gamma\text{-Fe}$  tersebut akan berubah menjadi perlit.

Pada gambar 4.5 ditampilkan gambar SEI lapisan borida baja ST37. Gambar ini memberikan informasi gradasi lapisan borida yang berbeda fasa. Pada gambar 4.5 terlihat satu lapisan di atas permukaan baja ST37, lapisan ini merupakan lapisan borida yang berada diluar baja ST37. Lapisan borida yang di

dalam baja, tergradasi menjadi dua bagian dimana lapisan pertama didominasi oleh fasa FeB, dan lapisan berikutnya didominasi oleh fasa Fe<sub>2</sub>B.



Gambar 4.4 Struktur mikro lapisan borida pada baja ST37 dengan menggunakan mikroskop optik.



Gambar 4.5 *Secondary electron image* (SEI) lapisan borida pada baja ST37 dengan menggunakan SEM JEOL/JSM 6510 pada perbesaran 250x.

Gambar 4.5, kurang menunjukkan gradasi kedua lapisan dengan baik. Di lapisan borida terluar rata-rata ketebalannya sebesar 43 μm. Lapisan borida ini sangat

umum terjadi pada baja karbon rendah dan medium (Goeuriot, 1982). Pada gambar 4.5, tampak agak samar lapisan fasa FeB di bawah lapisan borida diluar sampel. Lapisan ini memiliki ketebalan mencapai 100  $\mu\text{m}$  di bawah lapisan borida diluar sampel. Selanjutnya lapisan berikutnya adalah lapisan fasa Fe<sub>2</sub>B sampai ke ujung gigi gergaji yang ketebalannya mencapai 180  $\mu\text{m}$  dari lapisan FeB.

#### 4.2.2 Struktur Lapisan Borida Pada Baja S45C

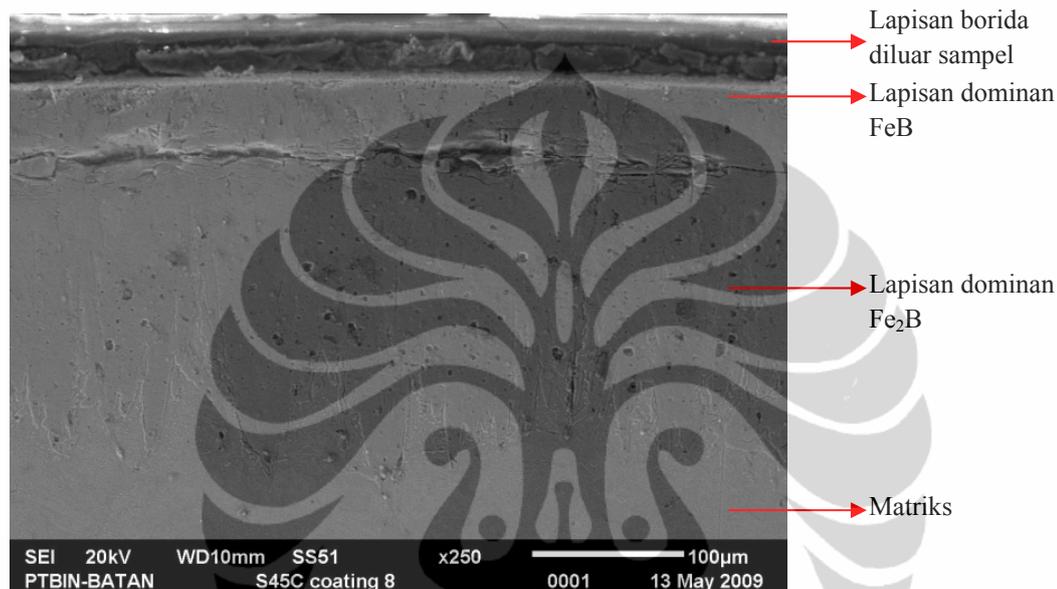
Struktur mikro baja S45C yang diboronisasi dapat dilihat pada gambar 4.6. Serupa dengan yang terjadi pada baja ST37, fasa pearlit pada matriks yang dekat dengan lapisan borida semakin terlihat jelas dan membesar dibanding sebelum proses boronisasi. Lapisan borida juga terbentuk diluar sampel. Rata-rata ketebalannya pada baja S45C sebesar 31  $\mu\text{m}$ . Ketebalan ini lebih rendah daripada lapisan borida diluar sampel yang terbentuk pada baja ST37 .



Gambar 4.6 Struktur mikro lapisan borida pada baja S45C dengan menggunakan mikroskop optik.

Gambar 4.6 menunjukkan perubahan morfologi matriks disekitar lapisan borida serupa dengan yang terjadi pada baja ST37. Batas butir fasa pearlit pada

matriks menjadi lebih besar dibanding sebelum diboronisasi. Proses boronisasi pada baja S45C serupa dengan yang terjadi dengan baja ST37. Desakan karbon yang tidak terlarut pada lapisan borida kedalam matriks membuat fraksi berat karbon disekitar lapisan borida bertambah selama proses boronisasi. Ketika proses pendinginan ke temperatur ruangan, fasa  $\gamma$ -Fe yang terbentuk saat temperatur boronisasi akan berubah menjadi fasa perlit.



Gambar 4.7 *Secondary electron image* (SEI) lapisan borida pada baja S45C dengan menggunakan SEM JEOL/JSM 6510 pada perbesaran 250x.

Serupa dengan baja ST37, di dalam baja, terbentuk dua lapisan, yaitu lapisan dominan fasa FeB dan lapisan dominan fasa Fe<sub>2</sub>B. Morfologi lapisan borida pada baja S45C berbeda dengan baja ST37. Gambar 4.7 memperlihatkan struktur gigi gergaji lapisan borida baja S45C yang lebih halus daripada baja ST37. Pada kedalaman 50  $\mu$ m dari permukaan baja terdapat retakan, yang terjadi merata disekeliling baja. Retakan yang terbentuk terlihat dengan jelas pada gambar 4.7. Terbentuknya fasa FeB dan Fe<sub>2</sub>B menjadi penyebab terjadinya retakan pada boronisasi baja S45C. Fasa FeB lebih keras dan getas dibandingkan fasa Fe<sub>2</sub>B. Fasa FeB memiliki koefisien ekspansi termal 3 kali lebih besar dibanding fasa Fe<sub>2</sub>B (Spence, 2005). Retakan ini memisahkan fasa FeB dengan fasa Fe<sub>2</sub>B. Kedalaman lapisan borida yang dihitung dengan persamaan 3.1 untuk

baja S45C diperoleh sebesar 243  $\mu\text{m}$ . Konsentrasi C dan Cr yang lebih besar pada baja S45C dari baja ST37 menjadi faktor kedalaman lapisan borida yang lebih rendah. Konsentrasi Cr yang besar juga menjadi salah satu faktor yang mendorong terbentuknya fasa FeB dan fasa Fe<sub>2</sub>B.

### 4.3 Pola Difraksi Sinar-X dan Analisis GSAS Lapisan Borida

Pola difraksi yang diperoleh, ditentukan puncak-puncaknya menggunakan aplikasi APD. Ukuran kristalit dihitung menggunakan persamaan 3.4. Identifikasi fasa dari pola difraksi menggunakan aplikasi Match! dengan *database* IuCr/ COD /AMCSD 22.01.10. Fasa yang teridentifikasi adalah fasa FeB dengan nomor kartu 99-100-9836, Fe<sub>2</sub>B dengan nomor kartu 99-200-3534 dan CrB dengan nomor kartu 99-101-0921. Setiap pola difraksi yang diperoleh dianalisis terhadap keberadaan fasa FeB, Fe<sub>2</sub>B dan CrB menggunakan aplikasi GSAS.

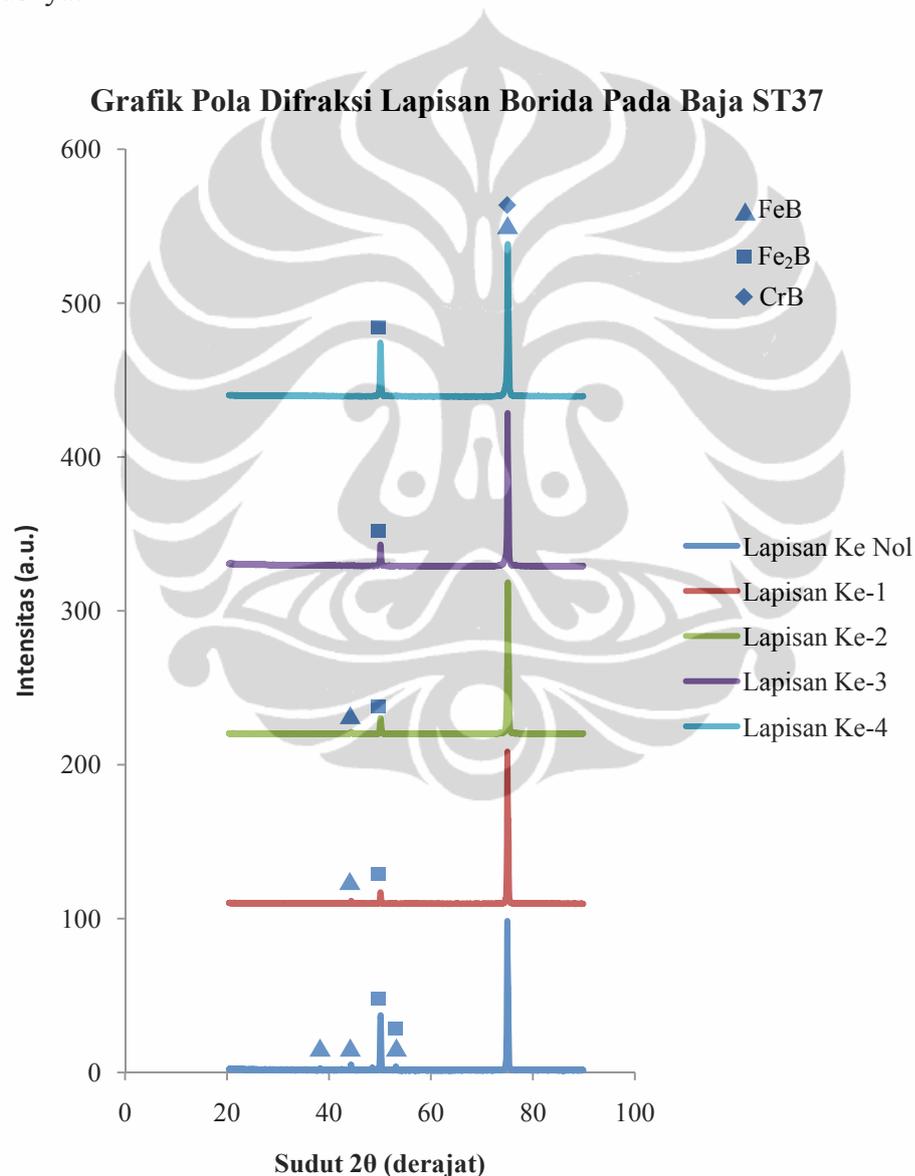
#### 4.3.1 Pola Difraksi Sinar-X dan Analisis GSAS Lapisan Borida Baja ST37

Setiap proses abrasi selesai dilakukan, permukaan baja dikarakterisasi pola difraksinya. Hasil karakterisasi tersebut dirangkumkan pada gambar 4.8. Dari gambar 4.8, setiap lapisan yang dikarakterisasi teramati ada dua puncak yang tertinggi. Puncak disudut 49.5° hingga 50.5° diidentifikasi sebagai fasa Fe<sub>2</sub>B (002) sedangkan puncak disudut 74.5° hingga 76.0° diidentifikasi sebagai fasa FeB (002).

Pada gambar 4.9 diperlihatkan pola difraksi pada sudut 49.5° sampai 50.5° dan sudut 74.5° sampai 76.0°. Tabel 4.4 menyajikan fraksi berat fasa hasil analisis aplikasi GSAS untuk baja ST37. Gambar 4.9 (a) menggambarkan perubahan pola difraksi untuk fasa Fe<sub>2</sub>B yang terorientasi di (002). Intensitas fasa Fe<sub>2</sub>B berubah di tiap-tiap lapisan diiringi dengan perubahan fraksi beratnya. Dari lapisan ke nol ke lapisan ke-1 intensitas fasa Fe<sub>2</sub>B menurun, begitu juga dengan fraksi beratnya. Intensitas fasa Fe<sub>2</sub>B meningkat mulai dari lapisan ke-1 sampai lapisan ke-4. Fraksi berat fasa Fe<sub>2</sub>B di lapisan ke-2 tidak sebesar di lapisan ke-1 dan lapisan ke-3. Selain fasa FeB dan Fe<sub>2</sub>B pada lapisan ke-2 teridentifikasi juga fasa CrB.

Universitas Indonesia

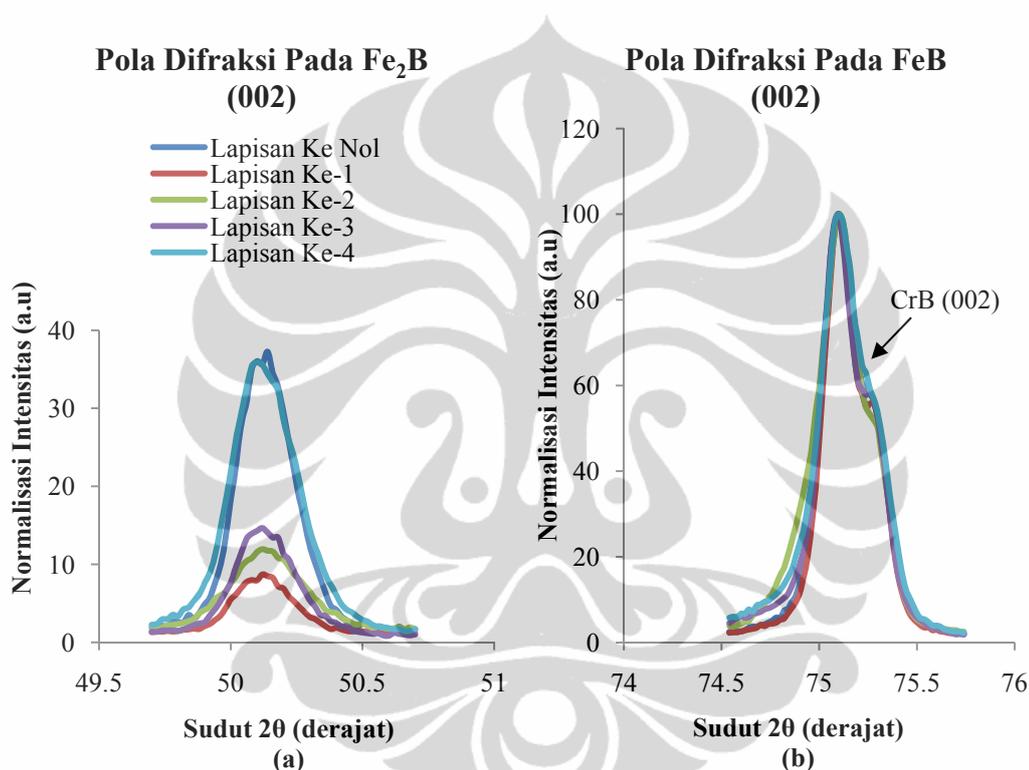
Fraksi berat fasa  $\text{Fe}_2\text{B}$  dan  $\text{CrB}$  pada lapisan ke-3 dan ke-4 terus meningkat. Ukuran kristalit fasa  $\text{Fe}_2\text{B}$  pada lapisan ke nol dan lapisan ke-1 tidak berbeda. Pada lapisan ke-2 dan lapisan ke-4 ukuran kristalit fasa ini lebih kecil daripada lapisan ke nol dan lapisan ke-1. Sedangkan pada lapisan ke-3 ukuran kristalit fasa  $\text{Fe}_2\text{B}$  ini sangat besar. Dari analisis aplikasi GSAS pada lapisan ke-3 ini terjadi teridentifikasi fasa  $\text{CrB}$  yang orientasi (200) dan (200). Volume unit sel fasa  $\text{Fe}_2\text{B}$  dari lapisan ke nol sampai lapisan ke-4 cenderung meningkat diiringi penurunan densitasnya.



Gambar 4.8 Pola difraksi lapisan borida dikedalaman tertentu pada baja ST37.

Tabel 4.4 Fraksi berat fasa dan nilai *chi-square* hasil *refinement* dari GSAS lapisan borida untuk baja ST37.

lapisan ke-	Kedalaman ( $\mu\text{m}$ )	wt%			<i>Chi-Square</i>
		FeB	Fe <sub>2</sub> B	CrB	
0	0	81.693	18.307	0	1.195
1	35	93.746	6.254	0	1.284
2	55	87.427	0.674	11.899	1.055
3	77	26.529	48.688	24.783	1.123
4	97	24.982	52.977	22.041	1.227



Gambar 4.9 Inset pola difraksi lapisan borida baja ST37, (a) fasa Fe<sub>2</sub>B pada sudut 49.5° sampai 50.5° dan (b) fasa FeB pada sudut 74.5° sampai 76.0°.

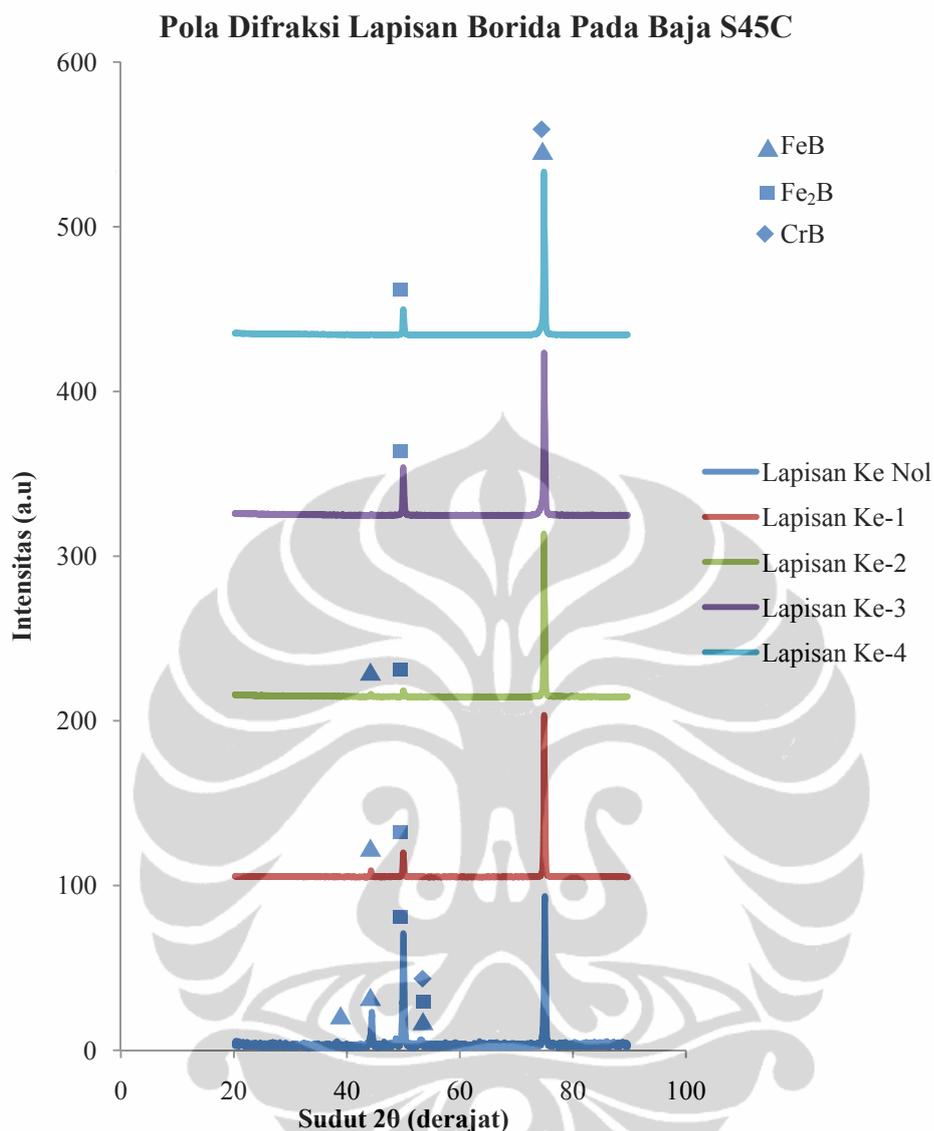
Gambar 4.9 (b) menggambarkan perubahan pola difraksi untuk fasa FeB yang terorientasi di (002). Intensitas FeB dari lapisan ke-1 sampai lapisan ke-4 tidak berubah. Fraksi berat fasa FeB di lapisan ke nol cukup besar. Fraksi berat fasa FeB di lapisan ke-1 teramati yang paling tinggi. Semakin dalam lapisan, fraksi berat fasa FeB terus menurun. Penurunan yang sangat besar terjadi pada lapisan ke-3 dan lapisan ke-4 dimana pada lapisan tersebut teranalisa fasa CrB yang terorientasi di (200). Untuk perubahan ukuran kristalit, pada fasa FeB dari lapisan ke nol sampai lapisan ke-2 tidak berbeda, tetapi besar volume sel unit fasa

FeB terus meningkat. Ukuran kristalit pada lapisan ke-3 dan lapisan ke-4 terjadi pembesaran, tetapi pada kedua lapisan ini volume sel unit fasa FeB semakin menurun.

#### 4.3.2 Pola Difraksi Sinar-X dan Analisis GSAS Lapisan Borida Baja S45C

Karakterisasi pola difraksi untuk baja S45C setiap lapisan dirangkum pada gambar 4.10. Seperti baja ST37, setiap lapisan yang karakterisasi terdapat dua puncak tertinggi yang dapat diamati. Pada sudut  $49.0^\circ$  hingga  $51.0^\circ$  diidentifikasi sebagai fasa  $\text{Fe}_2\text{B}$  (002) dan sudut  $74.0^\circ$  hingga  $75.5^\circ$  diidentifikasi sebagai fasa FeB (002). Pada lapisan ke nol hingga lapisan ke-2 fasa FeB (101) terlihat dengan jelas. Sedangkan pada lapisan ke-3 dan lapisan ke-4 fasa FeB (101) sudah tidak terlihat. Lapisan ke nol pada baja S45C memiliki pola difraksi yang lebih kompleks dibanding lapisan ke nol pada baja ST37 dengan teridentifikasinya fasa CrB.

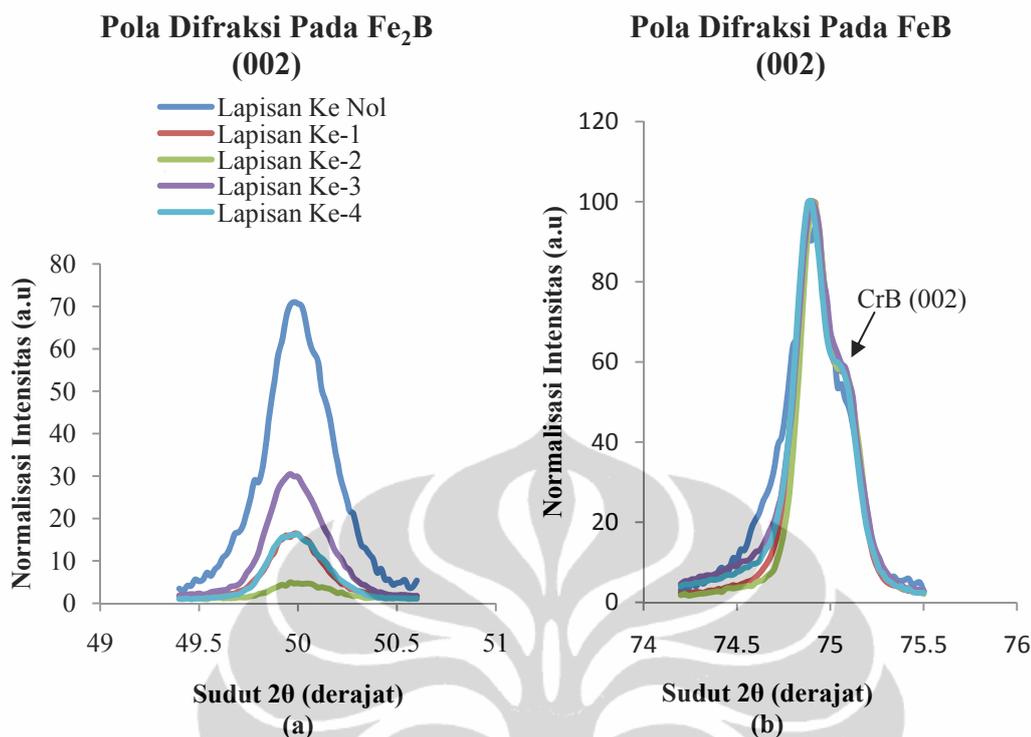
Gambar 4.11 memberikan gambaran yang lebih jelas mengenai perubahan pola difraksi pada dua puncak tertinggi pada lapisan borida baja S45C. Gambar 4.11 (a) menggambarkan perubahan pola difraksi untuk fasa  $\text{Fe}_2\text{B}$  yang terorientasi di (002). Intensitas fasa  $\text{Fe}_2\text{B}$  menurun dari lapisan ke nol sampai lapisan ke-2, begitu juga dengan fraksi beratnya. Selanjutnya intensitas fasa  $\text{Fe}_2\text{B}$  pada lapisan ke-3 dan lapisan ke-4 meningkat kembali yang diikuti juga terjadi peningkatan fraksi beratnya. Tabel 4.5 menyajikan fraksi berat fasa hasil analisis aplikasi GSAS untuk baja S45C. Ukuran kristalit fasa  $\text{Fe}_2\text{B}$  dari lapisan ke nol sampai lapisan ke-2 cenderung meningkat. Pada lapisan ke-2 sampai lapisan ke-4 ukuran kristalit fasa  $\text{Fe}_2\text{B}$  cenderung menurun. Sedangkan volume unit sel fasa  $\text{Fe}_2\text{B}$  dari lapisan ke nol sampai lapisan ke-4 tidak ada perbedaan.



Gambar 4.10 Pola difraksi lapisan borida dikedalaman tertentu pada baja S45C.

Tabel 4.5 Fraksi berat fasa dan nilai *chi-square* hasil *refinement* dari GSAS lapisan borida untuk baja S45C.

lapisan ke-	Kedalaman (μm)	wt%			<i>Chi-Square</i>
		FeB	Fe <sub>2</sub> B	CrB	
0	0	25.484	48.596	25.920	1.190
1	29	28.288	50.970	20.742	1.082
2	41	99.367	0.633	0	1.174
3	55	29.307	52.336	18.357	1.193
4	74	26.316	48.668	25.016	1.182



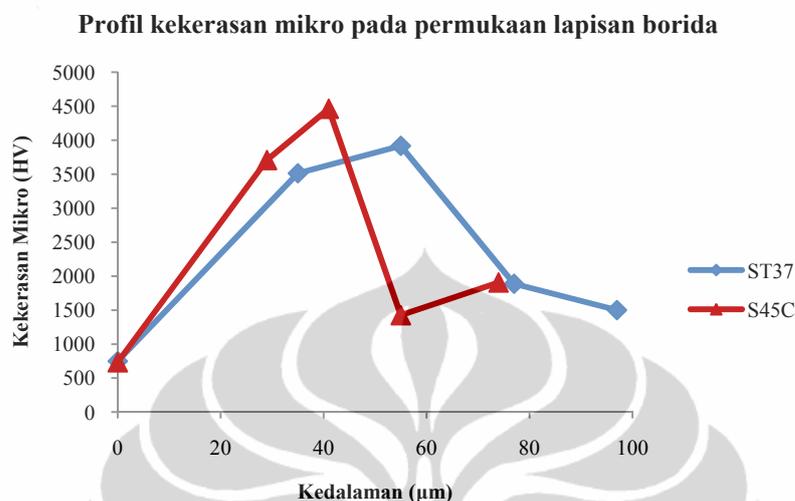
Gambar 4.11 Inset pola difraksi lapisan borida baja S45C, (a) fasa Fe<sub>2</sub>B pada sudut 49.0° sampai 51.0° dan (b) fasa FeB pada sudut 74.0° sampai 75.5°.

Gambar 4.11 (b) menggambarkan perubahan pola difraksi untuk fasa FeB yang terorientasi di (002). Intensitas FeB pada lapisan ke-1 sampai lapisan ke-4 tidak berubah. Fraksi berat fasa FeB meningkat mulai dari lapisan ke nol dan lapisan ke-2. Di lapisan ke nol dan lapisan ke-1 fasa CrB sudah teridentifikasi. Munculnya fasa FeB pada lapisan terluar baja S45C dikarenakan fraksi berat Cr yang besar dan afinitas Cr ke B yang lebih besar daripada Fe ke B (Bejar et.al, 2006). Fraksi berat yang besar ini memungkinkan Cr untuk bergerak menuju permukaan baja selama proses boronisasi berlangsung. Ukuran kristalit fasa FeB cenderung meningkat tetapi volume unit sel fasa FeB tidak berubah.

#### 4.4 Kekerasan Mikro Lapisan Borida

Pengujian kekerasan mikro menggunakan indentor Vickers dengan beban 300 gf. Kekerasan mikro dilakukan pada permukaan atas lapisan borida yang diabrasif dan pada penampang lintang lapisan borida. Tabel 4.6 dan gambar 4.12 menunjukkan hasil pengujian kekerasan mikro pada permukaan atas lapisan borida

untuk kedua baja. Tabel 4.7 dan gambar 4.13 menunjukkan hasil pengujian kekerasan mikro pada penampang lintang lapisan borida untuk kedua baja.



Gambar 4.12 Profil kekerasan mikro pada permukaan lapisan borida.

Tabel 4.6 Kekerasan mikro pada permukaan lapisan borida untuk kedalaman tertentu.

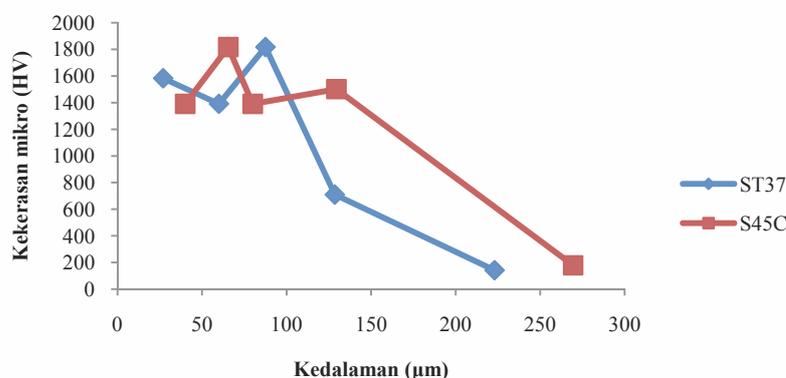
lapisan ke-	ST37		S45C	
	Kekerasan mikro (HV)	Kedalaman (µm)	Kekerasan mikro (HV)	Kedalaman (µm)
0	749.19	0	732.96	0
1	3,513.45	35	3,707.26	29
2	3,917.55	55	4,461.47	41
3	1,887.79	77	1,426.23	55
4	1,501.29	97	1,906.25	74

Pengukuran kekerasan mikro ini dimulai dari permukaan lapisan borida diluar sampel. Kekerasan mikro pada lapisan tersebut pada kedua baja tidak berbeda jauh. Dari tabel 4.6 terlihat, pada baja ST37 kekerasan mikro sebesar 749.19 HV dan pada baja S45C 732.96 HV. Setelah lapisan borida diluar sampel baja terabrasif, dikedalaman 30 µm, kekerasan mikro yang diperoleh sangat besar, mencapai 3513.45 HV untuk baja ST37 dan mencapai 3707.26 HV untuk baja S45C. Kekerasan mikro tertinggi diperoleh dikedalaman 55 µm untuk baja ST37 dan 41 µm untuk baja S45C, dimana kekerasan mikro untuk baja ST37 sebesar 3,917.55 HV dan pada baja S45C mencapai 4,461.47 HV.

Proses abrasif berikutnya dilakukan lebih dalam lagi. Kedalaman pada baja ST37 sedalam 77  $\mu\text{m}$  atau sekitar 32  $\mu\text{m}$  dari permukaan baja. Kedalaman abrasif pada baja S45C sedalam 55  $\mu\text{m}$  atau sekitar pada 23  $\mu\text{m}$  dari permukaan baja. Kekerasan mikro untuk kedua baja menurun. Penurunan yang signifikan terjadi pada baja S45C. Kekerasan mikro baja ST37 mencapai 1887.79 HV dan baja S45C mencapai 1426.23 HV. Abrasif lapisan borida dilanjutkan kembali, kedalaman yang dicapai cukup berbeda. Pada baja ST37 kedalaman mencapai 97  $\mu\text{m}$  diperoleh nilai kekerasan mikronya menurun menjadi 1501.29 HV, tetapi berbeda dengan baja S45C yang kedalamannya hanya mencapai 74  $\mu\text{m}$  kekerasan mikronya meningkat mencapai 1906.25 HV.

Hasil pengujian kekerasan mikro lapisan borida pada penampang lintang disajikan pada tabel 4.7. Pengujian untuk baja ST37 dimulai pada kedalaman 27  $\mu\text{m}$  dari permukaan baja, dengan hasilnya sebesar 1582.42 HV. Kedalaman lapisan borida untuk baja S45C dimulai pada kedalaman 40  $\mu\text{m}$  dari permukaan baja, dengan hasilnya sebesar 1390.80 HV. Pengujian berikutnya pada kedalaman 60  $\mu\text{m}$  dari permukaan baja. Pada baja ST37 terjadi penurunan kekerasan mikro mencapai 1390.80 HV, berbeda dengan baja S45C yang terjadi peningkatan kekerasan mikro mencapai 1816.56 HV. Dikedalaman 80  $\mu\text{m}$ , kekerasan mikro pada baja ST37 meningkat mencapai 1816.56 HV, sedangkan pada baja S45C menurun kembali menjadi 1390.80 HV.

**Profil kekerasan mikro pada penampang lintang lapisan borida**



Gambar 4.13 Profil kekerasan mikro pada penampang lintang lapisan borida.

Tabel 4.7 Kekerasan mikro lapisan borida dari penampang lintang.

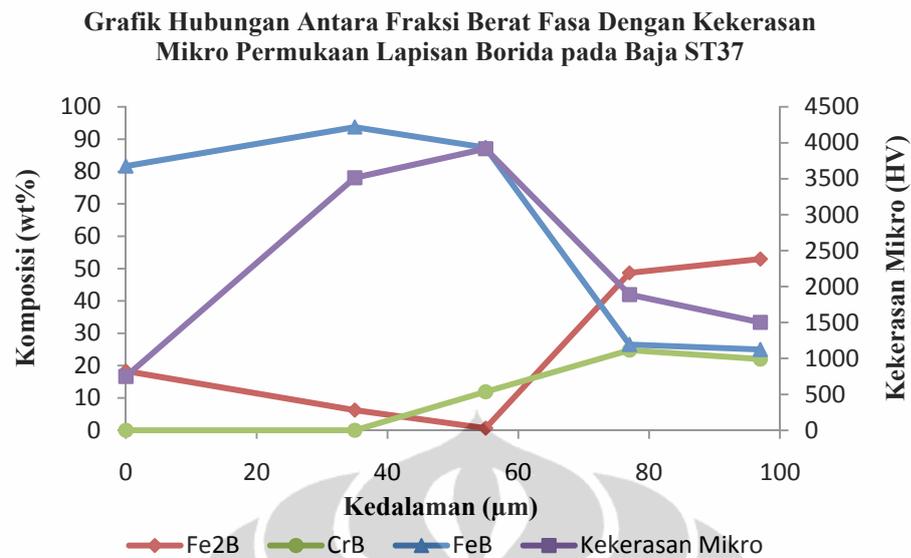
	ST37		S45C	
	Kekerasan mikro (HV)	Kedalaman ( $\mu\text{m}$ )	Kekerasan mikro (HV)	Kedalaman ( $\mu\text{m}$ )
1	1582.42	27.0	1390.80	40.0
2	1390.80	60.0	1816.56	65.5
3	1816.56	87.5	1390.80	80.0
4	709.59	128.5	1501.29	129.5
5	142.42	223	178.99	269.5

Dikedalaman selanjutnya, kekerasan mikro pada baja ST37 terus menurun mencapai 709.5 HV pada kedalaman 128.5  $\mu\text{m}$  dan mencapai 142.42 HV pada kedalaman 223  $\mu\text{m}$  yang sudah mencapai matriks baja ST37. Untuk kekerasan mikro baja S45C, pada kedalaman 129.5  $\mu\text{m}$  meningkat sampai 1816.56 HV.

Dikedalaman yang terakhir yaitu pada 269.5  $\mu\text{m}$  dari permukaan dimana sudah mencapai matriks baja S45C kekerasannya sebesar 178.99 HV. Bila dibandingkan dengan nilai kekerasan mikro matriks sebelum diboronisasi, nilai kekerasan mikro baja ST37 lebih besar dibanding sebelum boronisasi. Berbeda dengan baja S45C yang nilai kekerasannya lebih rendah dibanding sebelum boronisasi.

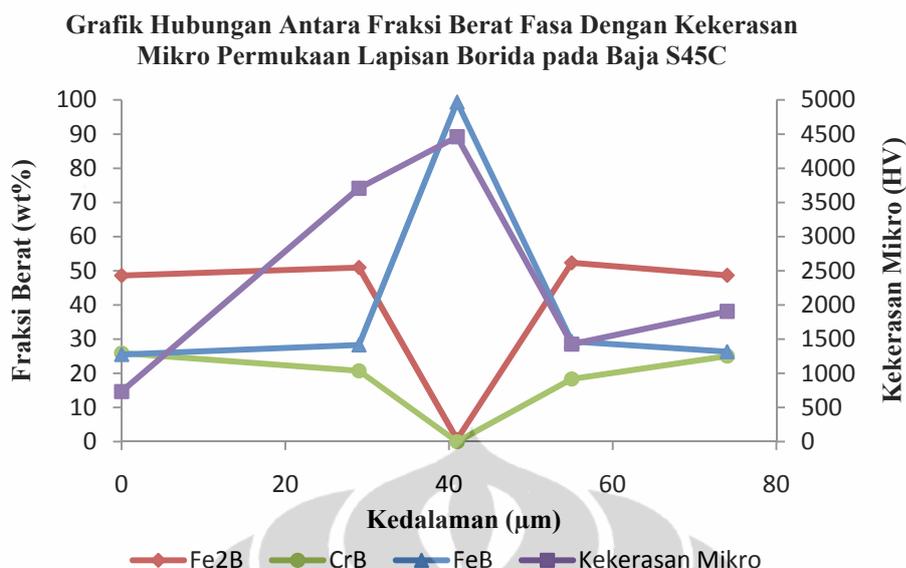
#### 4.5 Hubungan Antara Komposisi Lapisan Borida Dengan Kekerasan Mikronya

Dari uraian diatas, komposisi lapisan borida dengan kekerasan mikro dapat dirangkum dalam satu grafik. Grafik tersebut ditampilkan pada gambar 4.14 dan gambar 4.15 di bawah ini. Dari kedua gambar ini dapat dilihat bagaimana kecenderungan fraksi berat fasa FeB, Fe<sub>2</sub>B dan CrB mempengaruhi nilai kekerasan mikro lapisan boridanya. Dari gambar 4.14 dan gambar 4.15, terlihat bahwa kekerasan mikro pada lapisan borida diluar sampel selain dipengaruhi komposisi lapisannya ada faktor lain yang mempengaruhinya. Pada lapisan borida diluar sampel, untuk baja ST37 fasa CrB tidak teridentifikasi, hal ini berbeda sekali dengan baja S45C dimana fasa CrB teridentifikasi. Kemunculan fasa CrB menimbulkan konsekuensi berkurangnya fasa FeB pada lapisan borida yang bersangkutan.



Gambar 4.14 Grafik hubungan antara fraksi berat fasa dengan kekerasan mikro lapisan borida dikedalaman tertentu pada baja ST37.

Dari gambar 4.14, terlihat fasa FeB menunjukkan pengaruh yang nyata terhadap kekerasan mikro lapisan borida. Peningkatan fraksi berat fasa FeB akan diikuti juga dengan peningkatan kekerasan mikro pada permukaan yang bersangkutan. Penurunan kekerasan terjadi pada kedalaman 77  $\mu\text{m}$  dari permukaan lapisan borida diluar sampel. Pada kedalaman ini teridentifikasi fasa CrB yang kemunculannya membuat fraksi berat fasa FeB menurun. Untuk menggambarkan fasa yang mempengaruhi kekerasan mikro pada kedalaman tertentu, dapat dibagi ke dalam tiga zona. Zona 1 pada kedalaman dengan rentang 0 sampai 40  $\mu\text{m}$ , terlihat pada zona ini fasa FeB (002) berpengaruh positif terhadap kekerasan mikro pada zona tersebut. Zona 2 pada kedalaman dengan rentang 40  $\mu\text{m}$  sampai 80  $\mu\text{m}$ , fasa FeB (002) yang berpengaruh positif terhadap kekerasan mikro pada zona tersebut. Terakhir zona 3 pada kedalaman dengan rentang 80  $\mu\text{m}$  sampai 100  $\mu\text{m}$  fasa FeB (002) dan CrB (200) yang berpengaruh positif terhadap kekerasan mikro pada zona tersebut.



Gambar 4.15 Grafik hubungan antara fraksi berat fasa dengan kekerasan mikro lapisan borida dikedalaman tertentu pada baja S45C.

Dari gambar 4.15, terlihat fasa FeB menunjukkan pengaruh yang nyata terhadap kekerasan mikro lapisan borida sampai kedalaman 55  $\mu\text{m}$  dari permukaan lapisan borida diluar sampel. Peningkatan fraksi berat fasa FeB akan diikuti juga dengan peningkatan kekerasan mikro pada permukaan ini. Hal ini tidak ditemukan pada kedalaman 74  $\mu\text{m}$  dari permukaan lapisan borida diluar sampel, yang memperlihatkan fasa FeB dan fasa Fe<sub>2</sub>B berpengaruh negatif pada kekerasan mikronya. Sedangkan fasa CrB pada kedalaman ini berpengaruh positif terhadap kekerasan mikronya. Pada kedalaman ini teridentifikasi fasa CrB yang kemunculannya membuat fraksi berat fasa FeB menurun. Serupa pada baja ST37, untuk menggambarkan fasa yang mempengaruhi kekerasan mikro pada kedalaman tertentu, dapat dibagi ke dalam tiga zona. Zona 1 pada kedalaman dengan rentang 0 sampai 40  $\mu\text{m}$ , terlihat pada zona ini fasa FeB (002) berpengaruh positif terhadap kekerasan mikro pada zona tersebut. Zona 2 pada kedalaman dengan rentang 40  $\mu\text{m}$  sampai 60  $\mu\text{m}$ , fasa FeB (002) yang berpengaruh positif terhadap kekerasan mikro pada zona tersebut. Terakhir zona 3 pada kedalaman dengan rentang 60  $\mu\text{m}$  sampai 80  $\mu\text{m}$  fasa FeB (002) dan CrB (200) yang berpengaruh positif terhadap kekerasan mikro pada zona tersebut.

## BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1. Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, berikut ini beberapa kesimpulan yang dapat ditarik:

1. Proses boronisasi yang dilakukan pada baja ST37 dan baja S45C menghasilkan lapisan borida dipermukaannya. Lapisan borida yang terbentuk pada kedua baja menyerupai bentuk gigi gergaji. Pada baja ST37 bentuk gigi gergaji lapisan borida lebih runcing dan kedalamannya lebih panjang dibanding pada baja S45C.
2. Pada baja ST37 dan baja S45C lapisan borida yang terbentuk dapat dibagi menjadi tiga bagian yaitu:
  - a. Lapisan borida yang terbentuk diluar baja. Lapisan ini mengikat sangat lemah pada permukaan baja. Pada baja ST37, lapisan borida diluar permukaannya lebih tebal daripada yang terbentuk pada baja S45C.
  - b. Lapisan borida pada permukaan baja adalah lapisan borida yang fasa dominannya adalah fasa FeB. Ketebalan lapisan fasa FeB ini tidak cukup jelas untuk diamati. Tetapi, hasil dari pola difraksi XRD cukup menyakinkan untuk memastikan lapisan tersebut adalah lapisan FeB.
  - c. Lapisan berikutnya adalah lapisan yang dominannya fasa Fe<sub>2</sub>B, yang terbentuk memanjang kedalam dan berbentuk gigi gergaji sampai bertemu dengan matriks.
3. Kekerasan mikro yang diukur dari permukaan lapisan borida menunjukkan, terjadi peningkatan kekerasan mikro dibandingkan matriksnya. Peningkatan kekerasan mikro sampai nilai tertinggi terjadi pada lapisan dominan fasa FeB. Ketika memasuki lapisan dominan Fe<sub>2</sub>B, kekerasan mikro mengalami penurunan. Hal ini diakibatkan oleh kandungan FeB yang berkurang pada lapisan tersebut.

4. Komposisi fasa FeB dan fasa CrB merupakan komposisi yang mempengaruhi secara nyata terhadap nilai kekerasan lapisan borida yang bersangkutan pada baja ST37 dan S45C.

## 5.2. Saran

1. Perlu dilakukan penelitian dengan waktu proses dan/atau temperatur proses yang berbeda agar dapat dilakukan perhitungan kinetika difusi boron pada baja ST37 dan S45C.
2. Untuk penelitian selanjutnya, diperlukan optimasi proses boronisasi agar diperoleh hanya lapisan tunggal fasa Fe<sub>2</sub>B .
3. Untuk memperoleh lapisan borida yang tunggal, dapat dilakukan dengan memperpanjang waktu proses boronisasinya, atau melakukan *post-treatment* untuk menghilangkan fasa FeB yang terbentuk.

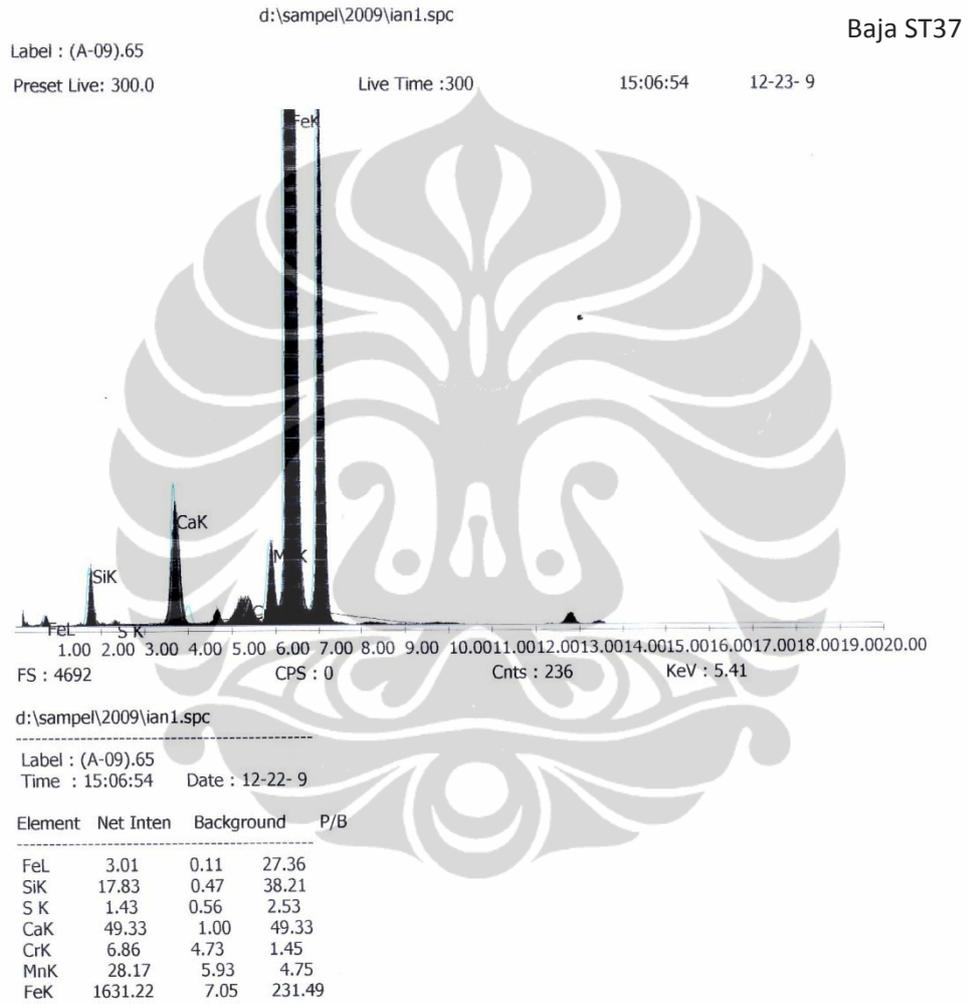
## DAFTAR REFERENSI

- ASTM Committee. (2008). *ASTM E384-08a: Standard Test Method For Microindentation Hardness of Materials*. West Conshohocken: ASTM International.
- ASM Handbook Committee. (1990). *ASM Handbook Volume 1: Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys*. USA: ASM International.
- ASM Handbook Committee. (1992). *ASM Handbook Volume 3: Alloys Phase Diagrams*. USA: ASM International.
- Bejar, M.A., E. Moreno. (2006). *Abrasive Wear Resistance of Boronized Carbon and Low-Alloy Steels*. *Journal of Materials Processing Technology*, 173, 352-358.
- Bindal, C., A.H. Ucisik. (1999). *Characterization of Borides Formed On Impurity-Controlled Chromium-Based Low Alloy Steels*. *Surface and Coatings Technology*, 122, 208-213.
- Bindal, C., A.H. Ucisik. (2008). *Characterization of Boriding of 0.3% C, 0.02% P Plain Carbon Steel*. *Vaccum*, 82, 90-94.
- Binnewies, M., E. Milke. (2002). *Thermochemical Data of Elements and Compounds*. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH.
- Callister, W.D. (2007). *Material Science and Engineering: An Introduction* (7th ed.). USA, John Wiley and Sons, Inc.
- Dinnebier, R., S.J.L. Billinge. (2008). *Powder Diffraction: Theory and Practice*. United Kingdom: RSC Publishing.
- Dybkov, V. I. (2007). *Growth of Boride layers On The 13% Cr Steel Surface In A Mixture of Amorphous Boron and  $KBF_4$* . *J. Mater Sci*, 42, 6614-6627.

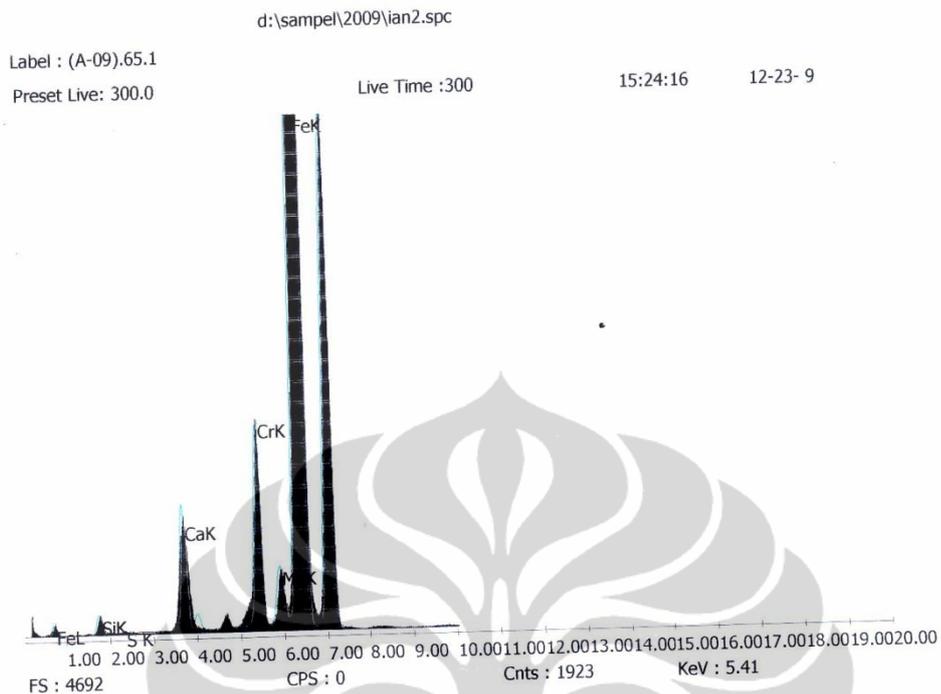
- Goeuriot, P., R. Fillit, F. Thevenot, J.H. Driver, H. Bruyas. (1982). *The Influence of Alloying Element Additions On The Boriding of Steels*. Materials Science and Engineering, 55, 9-19.
- Gopalakrishnan, P., P. Shankar, M. Palaniappa, S.S.Ramakrishnan. (2002). *Interrupted Boriding of Medium-Carbon Steels*. Metallurgical and Material Transactions A, 33A, 1475-1485.
- Jain, Vipin, G. Sundararajan. (2002). *Influence of The Pack Thickness of The boronizing Mixture On The Boriding of Steel*. Surface and Coatings Technology, 149, 21-26.
- Larson, A.C., R. B. Von Dreele (2004). *GSAS (General Structure Analysis System)*, USA, Los Alamos National Laboratory.
- Martini, C.,G. Palombarini, G. Poli, M. Carbucicchio. (2004). *Mechanism of Thermochemical Growth of Iron Borides On Iron*. Journal of Materials Science, 39, 933-937.
- Ozdemir, O., M.A. Omar, M.Usta, S. Zeytin, C.Bindal, A.H. Ucisik. (2009). *An Investigation On Boriding Kinetics of AISI 316 Stainless Steel*. Vaccum, 83, 175-179.
- Petrova, Roumina S., Naruemon Suwattananont, Veljko Samardzic. (2008). *The Effect of Boronizing On Metallic Alloys For Automotive Applications*. JMEPEG, 17, 340-345.
- Sinha, A.K. (1991). *Boriding (Boronizing) of Steels*, ASM Handbook Vol 4: Heat Treating, USA, ASM International.
- Spence, T.W., M.M. Makhlof. (2005). *Characterization of The Operative mechanism In Pottasium Flouborate Activated Pack Boriding of Steels*. Journal of Material processing Technology, 168, 127-136.
- Yu, L.G., X.J. Chen, K.A. Khor, G. Sundararajan. (2005). *FeB/Fe<sub>2</sub>B Phase Transformation During SPS Pack-Boriding: Boride Layer Growth Kinetics*. Acta Materialia, 53, 2361-2368.

# LAMPIRAN

## Lampiran 1 Keluaran Karakterisasi XRF



## Baja S45C



d:\sampel\2009\ian2.spc

Label : (A-09).65.1  
Time : 15:24:16 Date : 12-22- 9

Element	Net Inten	Background	P/B
FeL	3.13	0.04	85.45
SiK	5.96	0.40	15.02
S K	0.85	0.62	1.37
CaK	44.52	1.30	34.33
CrK	79.40	3.09	25.72
MnK	14.30	2.98	4.80
FeK	1581.32	2.12	747.08

## Lampiran 2 Keluaran Pencarian Puncak Aplikasi APD dan Perhitungan Ukuran Kristalit

### Keluaran APD Untuk Sampel Blanko Baja ST37

Angle	FWHM	Peak int	Back. int	Rel. int	Signif.	Ukuran Kristalit	Parameter Kisi
[20]	[20]	[counts]	[counts]	[%]		(nm)	(Å)
20.565	0.96	5	253	0.2	1.55	8	
41.705	0.12	67	225	2.6	1.97	82	
52.78	0.1	2401	243	93.8	0.92	103	
52.895	0.22	2560	243	100	13.79	47	(110) 2.84026
60.045	0.32	24	228	0.9	0.88	33	
66.075	0.24	10	225	0.4	0.79	46	
67.875	0.12	72	228	2.8	1.29	93	
77.45	0.12	269	237	10.5	0.79	99	
77.65	0.1	328	237	12.8	1.05	118	(200) 2.85346

### Keluaran APD Untuk Sampel Baja ST37 Lapisan Nol – 0 µm

Angle	FWHM	Peak int	Back. int	Rel. int	Signif.	Ukuran Kristalit	HKL
[20]	[20]	[counts]	[counts]	[%]		(nm)	
38.13	0.1	104	320	1	0.94	98	020 FeB
44.2	0.16	357	317	3.6	5.84	62	101 FeB
46.515	0.2	22	317	0.2	0.78	50	120 FeB
48.305	0.08	149	320	1.5	0.76	126	111 FeB
49.9	0.24	3069	324	30.6	56	42	002 Fe <sub>2</sub> B
52.955	0.1	253	320	2.5	1.48	103	021 FeB
56.09	0.16	36	310	0.4	0.76	65	210 FeB
59.77	0.48	28	313	0.3	1.53	22	220 Fe <sub>2</sub> B
66.385	0.96	5	313	0.1	1.07	11	220 FeB
68.225	0.48	24	313	0.2	0.87	23	211 FeB
74.82	0.14	10040	335	100	27.97	83	002 FeB
75.05	0.1	4998	335	49.8	5.45	116	002 FeB
83.665	0.96	21	313	0.2	1.07	13	112 FeB
87.09	0.2	35	320	0.3	0.78	64	022 FeB

### Keluaran APD Untuk Sampel Baja ST37 Lapisan 1 – 44.25 $\mu\text{m}$

Angle	FWHM	Peak int	Back. int	Rel. int	Signif.	Ukuran Kristalit	HKL
[2 $\theta$ ]	[2 $\theta$ ]	[counts]	[counts]	[%]		(nm)	
44.125	0.12	380	256	1.9	3.39	83	101 FeB
48.35	0.48	24	250	0.1	0.97	21	111 FeB
49.935	0.24	1452	250	7.3	31.93	42	002 Fe <sub>2</sub> B
52.92	0.48	22	246	0.1	0.83	21	211 Fe <sub>2</sub> B
74.795	0.14	19796	286	100	41.76	83	002 FeB
75.005	0.1	9920	286	50.1	10.7	116	002 FeB

### Keluaran APD Untuk Sampel Baja ST37 Lapisan 2 – 80.88 $\mu\text{m}$

Angle	FWHM	Peak int	Back. int	Rel. int	Signif.	Ukuran Kristalit	HKL
[2 $\theta$ ]	[2 $\theta$ ]	[counts]	[counts]	[%]		(nm)	
44.49	0.32	146	286	0.9	5.43	31	021 CrB
48.81	0.48	13	292	0.1	1.2	21	200 FeB
50.125	0.26	1772	292	10.5	30.46	39	002 Fe <sub>2</sub> B
66.92	0.32	23	286	0.1	0.85	35	041 CrB
75.105	0.14	16952	346	100	30.59	83	002 FeB
75.315	0.08	7482	342	44.1	4.09	146	002 CrB

### Keluaran APD Untuk Sampel Baja ST37 Lapisan 3 – 162.88 $\mu\text{m}$

Angle	FWHM	Peak int	Back. int	Rel. int	Signif.	Ukuran Kristalit	HKL
[2 $\theta$ ]	[2 $\theta$ ]	[counts]	[counts]	[%]		(nm)	
49.685	0.1	1354	86	13.1	3.48	102	002 Fe <sub>2</sub> B
74.665	0.12	10363	100	100	21.31	97	002 FeB
74.88	0.1	5373	98	51.8	6.75	116	002 FeB

### Keluaran APD Untuk Sampel Baja ST37 Lapisan 4 – 203.21 $\mu\text{m}$

Angle	FWHM	Peak int	Back. int	Rel. int	Signif.	Ukuran Kristalit	HKL
[2 $\theta$ ]	[2 $\theta$ ]	[counts]	[counts]	[%]		(nm)	
49.82	0.26	5300	172	34.6	68.33	39	002 Fe <sub>2</sub> B
74.81	0.14	15302	219	100	30.95	83	002 FeB
75.035	0.12	7465	219	48.8	8.61	97	002 FeB
80.87	0.12	31	164	0.2	0.85	101	022 CrB

### Keluaran APD Untuk Sampel Blanko Baja S45C

Angle	FWHM	Peak int	Back. int	Rel. int	Signif.	Ukuran Kristalit	Parameter Kisi
[2 $\theta$ ]	[2 $\theta$ ]	[counts]	[counts]	[%]		(nm)	( $\text{\AA}$ )
41.325	0.12	90	262	2.9	1.29	82	
52.58	0.22	3158	282	100	29.76	47	(110) 2.85605
56.345	0.24	29	262	0.9	0.78	44	
67.515	0.12	69	259	2.2	1.36	92	
77.335	0.44	289	259	9.2	12.14	27	(200) 2.86325

### Keluaran APD Untuk Sampel Baja S45C Lapisan Nol – 0 $\mu\text{m}$

Angle	FWHM	Peak int	Back. int	Rel. int	Signif.	Ukuran Kristalit	HKL
[2 $\theta$ ]	[2 $\theta$ ]	[counts]	[counts]	[%]		(nm)	
38.425	0.24	45	216	2	1.94	41	020 FeB
44.635	0.06	449	219	20.5	1.01	166	021 CrB
48.855	0.16	76	228	3.5	1.06	63	111 FeB
50.185	0.18	1648	228	75.3	10.81	57	002 Fe <sub>2</sub> B
53.41	0.16	64	225	2.9	0.81	65	040 CrB
59.075	0.96	10	219	0.5	0.75	11	220 Fe <sub>2</sub> B
75.24	0.18	2190	234	100	16.04	65	002 FeB
75.44	0.08	999	234	45.6	1.29	146	002 FeB
84.145	0.96	16	234	0.7	0.93	13	321 Fe <sub>2</sub> B
86.115	0.32	14	234	0.7	0.79	39	310 FeB

### Keluaran APD Untuk Sampel Baja S45C Lapisan 1 – 43.75 $\mu\text{m}$

Angle	FWHM	Peak int	Back. int	Rel. int	Signif.	Ukuran Kristalit	HKL
[2 $\theta$ ]	[2 $\theta$ ]	[counts]	[counts]	[%]		(nm)	
44.25	0.14	581	225	4.1	4.99	71	101 FeB
49.905	0.14	1866	237	13.3	7.45	73	002 Fe <sub>2</sub> B
53.015	0.24	53	228	0.4	0.9	43	211 Fe <sub>2</sub> B
74.89	0.14	14042	262	100	36.3	83	002 FeB
75.1	0.1	7242	262	51.6	7.36	116	002 FeB

### Keluaran APD Untuk Sampel Baja S45C Lapisan 2 – 74.88 $\mu\text{m}$

Angle	FWHM	Peak int	Back. int	Rel. int	Signif.	Ukuran Kristalit	HKL
[20]	[20]	[counts]	[counts]	[%]		(nm)	
44.135	0.2	132	125	1.3	3.34	50	101 FeB
49.945	0.2	372	121	3.6	6.08	51	002 Fe <sub>2</sub> B
52.975	0.24	21	117	0.2	0.84	43	211 Fe <sub>2</sub> B
74.76	0.14	10404	144	100	35.07	83	002 FeB
74.975	0.12	5446	144	52.3	10.76	97	002 FeB

### Keluaran APD Untuk Sampel Baja S45C Lapisan 3 – 157.88 $\mu\text{m}$

Angle	FWHM	Peak int	Back. int	Rel. int	Signif.	Ukuran Kristalit	HKL
[20]	[20]	[counts]	[counts]	[%]		(nm)	
44.135	0.24	28	135	0.3	1.02	42	101 FeB
49.76	0.22	2694	142	27.5	27.98	46	002 Fe <sub>2</sub> B
74.735	0.14	9781	159	100	27.18	83	002 FeB
74.945	0.1	5213	156	53.3	5.83	116	002 FeB

### Keluaran APD Untuk Sampel Baja S45C Lapisan 4 – 187.16 $\mu\text{m}$

Angle	FWHM	Peak int	Back. int	Rel. int	Signif.	Ukuran Kristalit	HKL
[20]	[20]	[counts]	[counts]	[%]		(nm)	
44.09	0.16	28	123	0.2	0.87	62	101 FeB
49.76	0.28	1884	130	13.5	43.33	36	002 Fe <sub>2</sub> B
52.75	0.48	9	121	0.1	0.76	22	211 Fe <sub>2</sub> B
74.72	0.12	13924	149	100	24.86	97	002 FeB
74.935	0.1	7362	146	52.9	7.28	116	002 FeB

Lampiran 3 Data Kristalografi IuCr/ COD /AMCSD 22.01.10 untuk  
Refinement Aplikasi GSAS.

Entry # 99-100-7795

**Phase classification**

**Name**  
**Mineral Name** Iron  
**Formula** Fe  
**I/Icor** 13.21  
**Sample Name** amcsd\_180909  
**Quality** C (calculated)

References

**Publication**

**Bibliography** Zhang J, Guyot F, "Thermal equation of iron and Fe<sub>0.91</sub>Si<sub>0.09</sub>Sample: P = 5.3 GPa, T = 774 K", Physics and Chemistry of Minerals **26**, 206-211 (1999)

**Origin of data**

**Source of entry** AMCSD (American Mineralogist Crystal Structure Database)

**Source reference** R.T. Downs, M. Hall-Wallace, "The American Mineralogist Crystal Structure Database", American Mineralogist **88**, 247-250 (2003).

Crystal structure

**Crystallographic data**

**Space group** I m -3 m (229)

**Crystal system** cubic

**Cell parameters** a=2.8515 Å

Atom coordinates	Element	Oxid.	x	y	z	Bi	Focc
	Fe		0.000	0.000	0.000	1.000000	1.000000

Diffraction data

**Diffraction lines**

d [Å]	Int.
2.0163	1000.0
1.4258	129.2
1.1641	219.2
1.0082	67.2

Experimental

**Physical Properties**

**Calc. density** 7.99800 g/cm<sup>3</sup>

Remarks

**Remarks**

**Comments** - Diffraction pattern calculated by Match!.  
- I/Icor calculated by Match!.

Entry # 99-100-7787

**Phase classification**

**Name**  
**Mineral Name** Iron  
**Formula** Fe  
**I/Icor** 13.24  
**Sample Name** amcsd\_180909  
**Quality** C (calculated)

## References

**Publication**

**Bibliography** Zhang J, Guyot F, "Thermal equation of iron and Fe<sub>0.91</sub>Si<sub>0.09</sub>Sample: P = 1.8 GPa, T = 573 K", Physics and Chemistry of Minerals **26**, 206-211 (1999)

**Origin of data**

**Source of entry** [AMCSD \(American Mineralogist Crystal Structure Database\)](#)

**Source reference** R.T. Downs, M. Hall-Wallace, "The American Mineralogist Crystal Structure Database", American Mineralogist **88**, 247-250 (2003).

## Crystal structure

**Crystallographic data**

**Space group** I m -3 m (229)

**Crystal system** cubic

**Cell parameters** a=2.8652 Å

Atom coordinates	Element	Oxid.	x	y	z	Bi	Focc
	Fe		0.000	0.000	0.000	1.000000	1.000000

## Diffraction data

**Diffraction lines**

d [Å]	Int.
2.0260	1000.0
1.4326	129.6
1.1697	219.8
1.0130	66.9

## Experimental

**Physical Properties**

**Calc. density** 7.88400 g/cm<sup>3</sup>

## Remarks

**Remarks**

**Comments** - Diffraction pattern calculated by Match!.  
 - I/Icor calculated by Match!.

Entry # 99-100-9836

**Phase classification**

**Name**  
**Mineral Name** FeB  
**Formula** FeB  
**I/Icor** 3.07  
**Sample Name** amcsd\_180909  
**Quality** C (calculated)

**References**

**Publication**  
**Bibliography** Hendricks S B, Kosting P R, "The crystal structure of Fe<sub>2</sub>P, Fe<sub>2</sub>N, Fe<sub>3</sub>N and FeB", Zeitschrift fur Kristallographie **74**, 511-533 (1930)  
**Origin of data**  
**Source of entry** AMCSDB (American Mineralogist Crystal Structure Database)  
**Source reference** R.T. Downs, M. Hall-Wallace, "The American Mineralogist Crystal Structure Database", American Mineralogist **88**, 247-250 (2003).

**Crystal structure**

**Crystallographic data**  
**Space group** P b n m (62)  
**Crystal system** orthorhombic  
**Cell parameters** a=4.0530 Å b=5.4950 Å c=2.9460 Å  
**Atom coordinates**

Element	Oxid.	x	y	z	Bi	Focc
Fe		0.125	0.180	0.250	1.000000	1.000000
B		0.700	-0.130	0.250	1.000000	1.000000

**Diffraction data****Diffraction lines**

d [Å]	Int.
3.2617	272.6
2.7475	480.0
2.3830	501.7
2.2742	568.3
2.1863	1000.0
2.0265	4.3
2.0093	350.8
1.9013	499.6
1.8002	220.7
1.6691	180.7
1.6309	0.0
1.5975	157.4
1.4730	157.0
1.4522	11.0
1.4268	4.0
1.3737	8.7
1.3589	15.3
1.3425	25.8
1.3119	8.4
1.3010	74.4
1.2982	61.0
1.2450	114.7
1.2363	103.9
1.2339	247.5
1.2280	70.2
1.2124	24.5
1.1985	106.1
1.1915	1.0
1.1902	0.1
1.1644	134.9
1.1371	0.9
1.1211	33.3
1.1044	65.1
1.0931	0.0
1.0872	26.3
1.0608	0.0
1.0607	23.4
1.0200	1.4
1.0132	26.5

**Experimental****Physical Properties**

**Calc. density** 6.74800 g/cm<sup>3</sup>

**Remarks**

**Remarks**  
**Comments** - Diffraction pattern calculated by Matchl.  
 - I/Icor calculated by Matchl.

Entry # 99-200-3534

**Phase classification**

**Name** Iron boride (2/1)  
**Formula** BFe<sub>2</sub>  
**I/Icor** 7.47  
**Sample Name** 1010474  
**Quality** C (calculated)

## References

**Publication**

**Bibliography** , "Roentgenanalyse der Systeme Eisen-Bor, Kobalt-Bor und Nickel-Bor", Arkiv foer Kemi, Mineralogi och Geologi, A **11**, 1-12 (1933)

**Origin of data**

**Source of entry** [COD \(Crystallography Open Database\)](#)  
**Link to orig. entry** [1010474](#)

## Crystal structure

**Crystallographic data**

**Space group** I -4 2 m (121)  
**Crystal system** tetragonal  
**Cell parameters** a=5.0990 Å c=4.2400 Å

**Z**

4

**Atom coordinates**

Element	Oxid.	x	y	z	Bi	Focc
Fe		0.167	0.167	0.250	1.000000	1.000000
B		0.500	0.000	0.000	1.000000	1.000000

## Diffraction data

**Diffraction lines**

d [Å]	Int.
3.6055	76.1
2.5495	185.5
2.1200	236.0
2.0083	1000.0
1.8275	60.1
1.8028	29.5
1.6301	128.6
1.6124	120.7
1.3734	7.5
1.3416	0.0
1.2834	57.1
1.2747	13.5
1.2018	49.7
1.2013	126.3
1.1872	122.1
1.1402	8.8
1.0925	24.1
1.0600	19.9
1.0455	76.3
1.0170	2.1

## Experimental

**Physical Properties**

**Calc. density** 7.38100 g/cm<sup>3</sup>

## Remarks

**Remarks**

**Comments** - Diffraction pattern calculated by Match!.  
 - I/Icor calculated by Match!.

## Entry # 99-101-0921

**Phase classification**

**Name**  
**Mineral Name** CrB  
**Formula** CrB  
**I/Icor** 3.07  
**Sample Name** amcsd\_180909  
**Quality** C (calculated)

## References

**Publication**

**Bibliography** Wyckoff R W G, "Second edition. Interscience Publishers, New York, New York", Crystal Structures **1**, 85-237 (1963)

**Origin of data**

**Source of entry** AMCSD (American Mineralogist Crystal Structure Database)  
**Source reference** R.T. Downs, M. Hall-Wallace, "The American Mineralogist Crystal Structure Database", American Mineralogist **88**, 247-250 (2003).

## Crystal structure

**Crystallographic data**

**Space group** C m c m (63)  
**Crystal system** orthorhombic  
**Cell parameters** a=2.9690 Å b=7.8580 Å c=2.9320 Å

Atom coordinates	Element	Oxid.	x	y	z	Bi	Focc
	Cr		0.000	0.144	0.250	1.000000	1.000000
	B		0.000	0.435	0.250	1.000000	1.000000

## Diffraction data

**Diffraction lines**

d [Å]	Int.
3.9290	40.2
2.7774	454.4
2.3498	894.0
2.0163	1000.0
1.9645	254.1
1.9642	589.9
1.6320	113.0
1.6319	174.8
1.4845	134.1
1.4660	127.1
1.3890	1.9
1.3887	3.6
1.3735	3.4
1.3097	19.5
1.2965	56.0
1.2553	150.6
1.2550	153.0
1.1958	56.9
1.1844	62.9
1.1749	60.9
1.1748	141.8
1.0982	44.7
1.0500	66.1
1.0431	65.8
1.0083	1.0
1.0082	1.8

## Experimental

**Physical Properties**

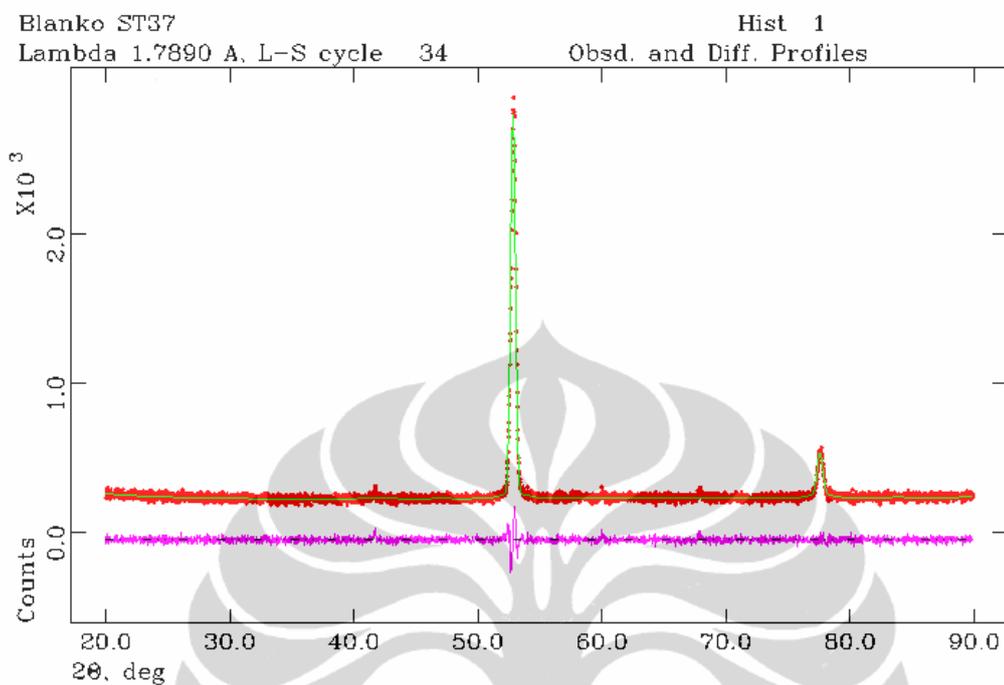
**Calc. density** 6.09900 g/cm<sup>3</sup>

## Remarks

**Remarks**

**Comments** - Diffraction pattern calculated by Match!.  
 - I/Icor calculated by Match!.

## Lampiran 4 Keluaran Aplikasi GSAS.



The slope & intercept of the normal probability plot are **1.6635** **0.1050**

## Fasa Fe

## Parameter Kisi

a=b=c (Å) 2.8660 Å  
 $\alpha=\beta=\gamma$  90.0  
 Space group I m -3 m

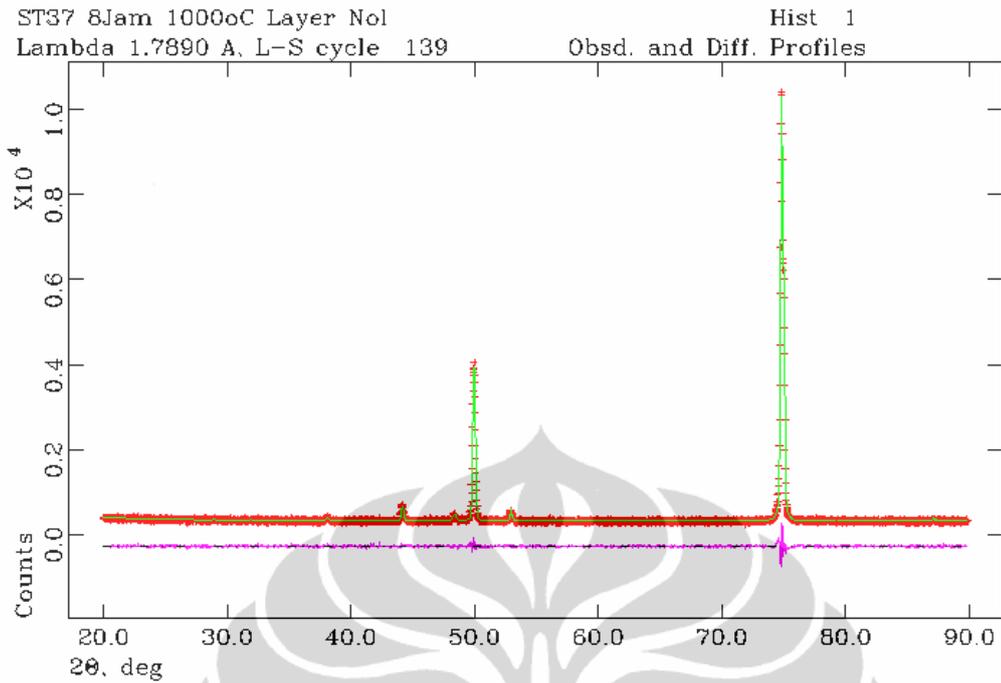
## Posisi Atom

FE1  
 X 0.0  
 Y 0.0  
 Z 0.0  
 Occ 1.0  
 Uiso 0.0158

Densitas (gr/cm<sup>3</sup>) 7.879

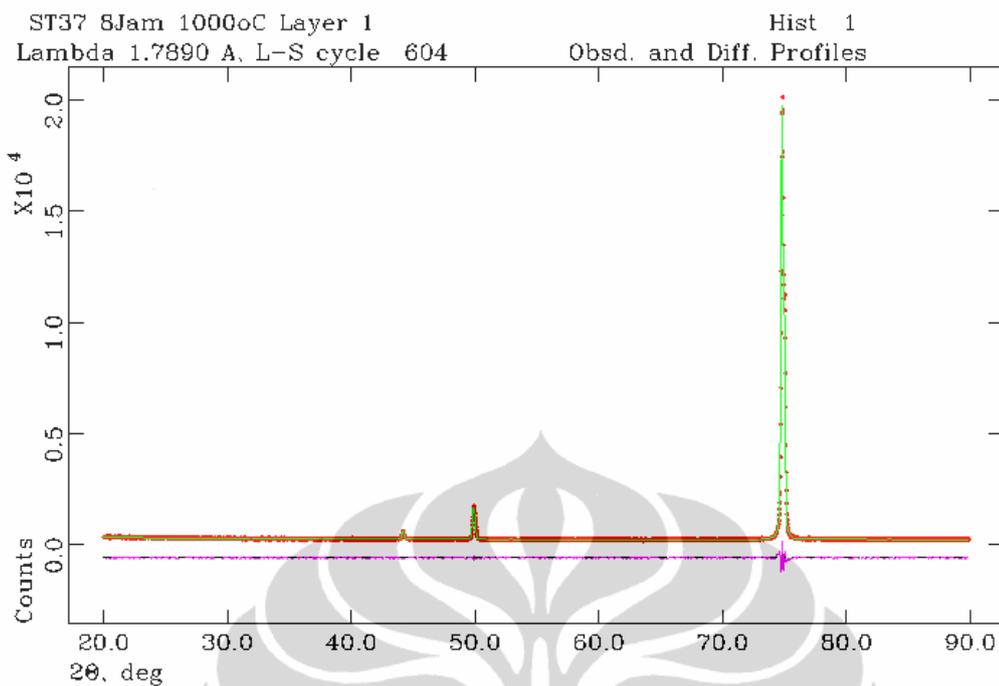
Volume [(Å)<sup>3</sup>] 23.541

Chi Square 1.157



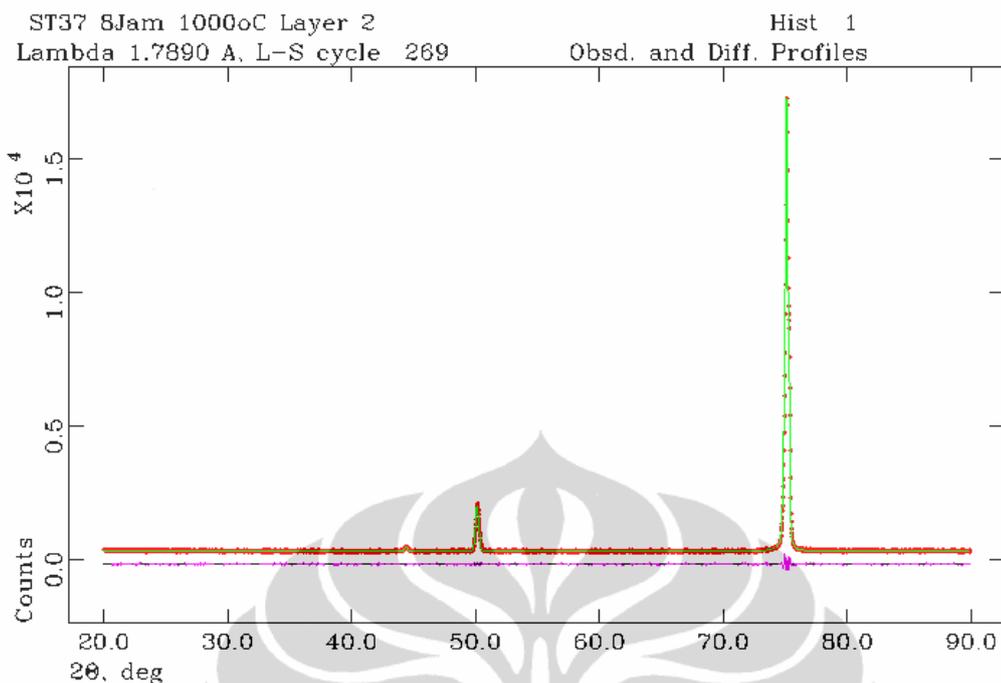
The slope & intercept of the normal probability plot are **1.0843** **0.0241**

	Fasa FeB		Fasa Fe <sub>2</sub> B	
<b>Parameter Kisi</b>				
a (Å)	4.0630		5.0655	
b (Å)	5.5015		-	
c (Å)	2.9499		4.2136	
$\alpha=\beta=\gamma$	90.0		90.0	
Space group	P b n m		I -4 2 m	
<b>Posisi Atom</b>	FE1	B1	FE1	B1
X	0.12019	1.09199	0.167	0.5
Y	0.18228	-0.25753	0.167	0.0
Z	0.25	0.25	0.25	0.0
Occ	1.0	1.0	1.0	1.0
Uiso	0.02452	0.06752	0.025	0.025
<b>MD Pref. Orient.</b>	(002) 0.2071		(002) 0.3061	
<b>Densitas (gr/cm<sup>3</sup>)</b>	6.715		7.526	
<b>Fraksi (wt%)</b>	81.693		18.307	
<b>Volume [(Å)<sup>3</sup>]</b>	65.938		108.118	
<b>Massa unit sel</b>	266.628		490.016	
<b>Chi Square</b>	1.195			



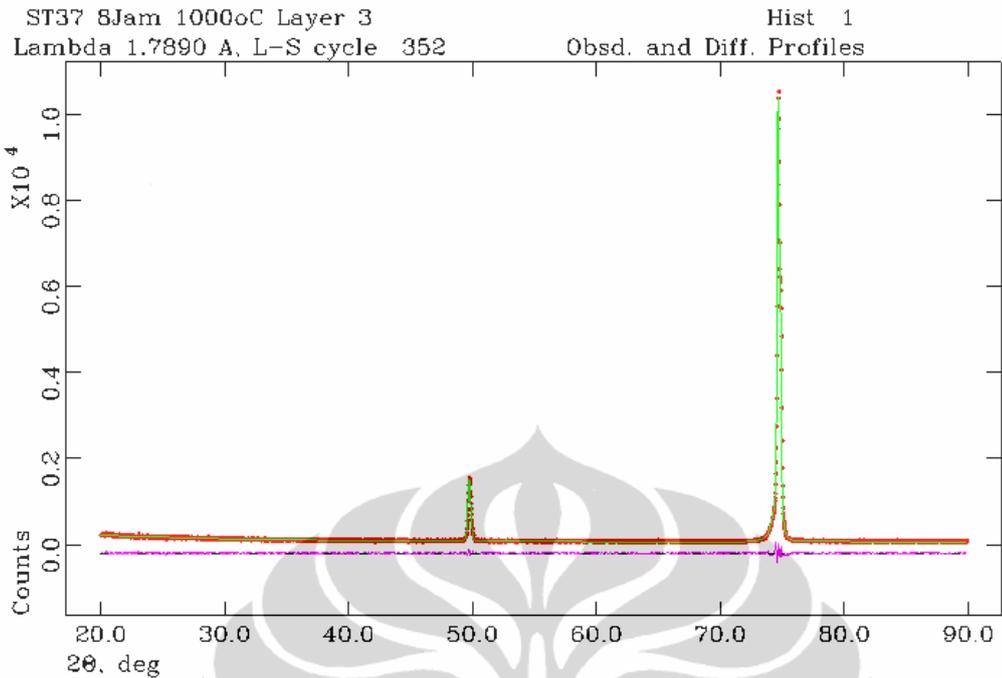
The slope & intercept of the normal probability plot are **1.0628** **0.0085**

	Fasa FeB		Fasa Fe <sub>2</sub> B	
<b>Parameter Kisi</b>				
a (Å)	4.1107		5.072	
b (Å)	5.5726		-	
c (Å)	2.9791		4.2137	
α=β=γ	90.0		90.0	
Space group	P b n m		I-4 2 m	
<b>Posisi Atom</b>	FE1	B1	FE1	B1
X	0.17192	1.17359	0.167	0.5
Y	0.32842	-1.42511	0.167	0.0
Z	0.25	0.25	0.25	0.0
Occ	1.0	1.0	1.0	1.0
Uiso	0.07545	-0.07696	0.025	0.025
<b>MD Pref. Orient.</b>	(002) 0.1543 ; 0.9859 (101) 2.3349 ; 0.0141		(002) 0.2755	
<b>Densitas (gr/cm<sup>3</sup>)</b>	6.488		7.506	
<b>Fraksi (wt%)</b>	93.746		6.254	
<b>Volume [(Å)<sup>3</sup>]</b>	68.243		108.398	
<b>Massa unit sel</b>	266.628		490.016	
<b>Chi Square</b>	1.284			



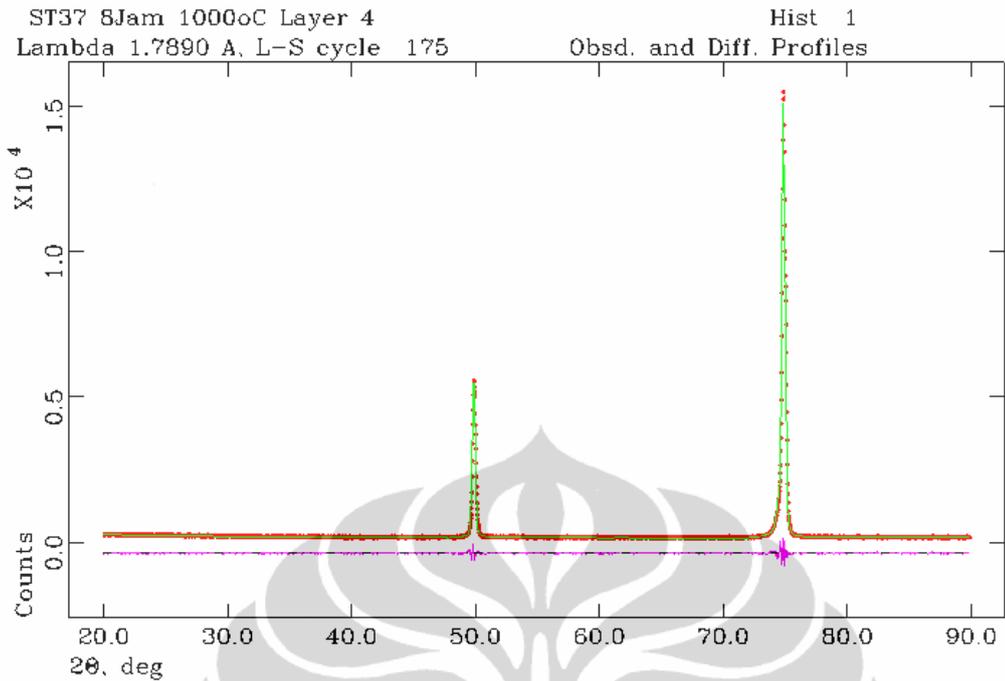
The slope & intercept of the normal probability plot are **1.0195** **0.0212**

	Fasa FeB		Fasa Fe <sub>2</sub> B		Fasa CrB	
<b>Parameter Kisi</b>						
a (Å)	4.318		5.099		2.963	
b (Å)	5.670		-		7.823	
c (Å)	2.986		4.24		2.932	
α=β=γ	90.0		90.0		90.0	
Space group	P b n m		I -4 2 m		C m c m	
<b>Posisi Atom</b>						
	FE1	B1	FE1	B1	CR1	B1
X	0.14189	0.42747	0.167	0.5	0.0	0.0
Y	0.18377	0.03018	0.167	0.0	-0.208	0.81247
Z	0.25	0.25	0.25	0.0	0.25	0.25
Occ	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Uiso	0.025	0.025	0.025	0.025	0.025	0.025
<b>MD Pref. Orient</b>	(002) 0.1881		(002) 0.1000		(002) 0.0888	
<b>Densitas (gr/cm<sup>3</sup>)</b>	6.056		7.381		6.138	
<b>Fraksi (wt%)</b>	87.427		0.674		11.899	
<b>Volume [(Å)<sup>3</sup>]</b>	73.106		110.239		67.962	
<b>Massa unit sel</b>	266.628		490.016		251.224	
<b>Chi Square</b>	1.055					



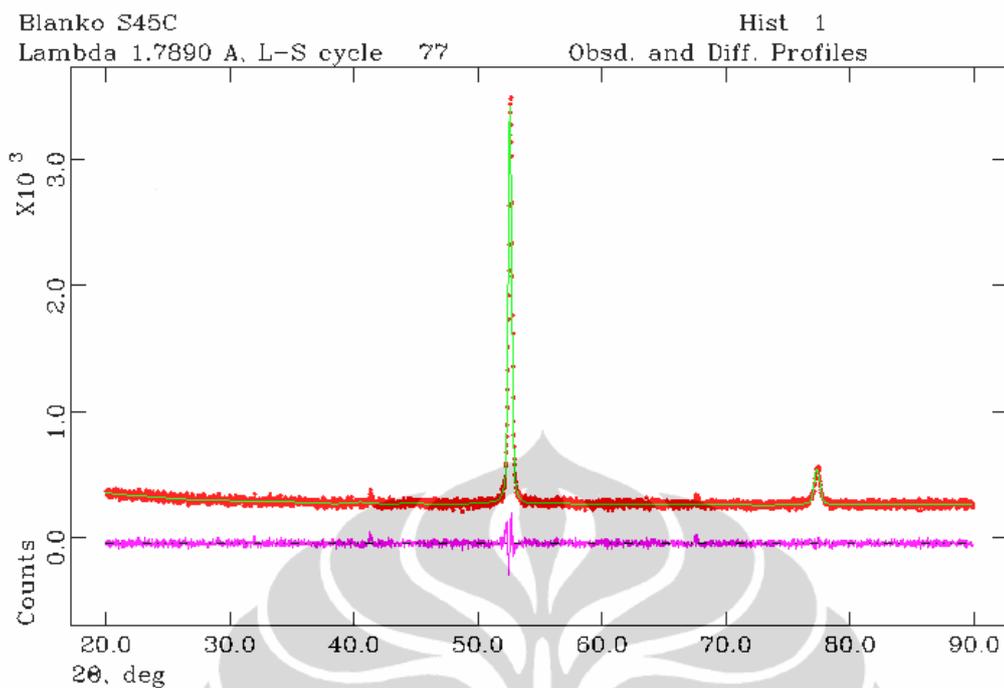
The slope & intercept of the normal probability plot are **1.0330 0.0579**

	Fasa FeB		Fasa Fe <sub>2</sub> B		Fasa CrB	
<b>Parameter Kisi</b>						
a (Å)	3.972		5.0946		2.96831	
b (Å)	5.862		-		7.854	
c (Å)	2.946		4.24		2.793	
α=β=γ	90.0		90.0		90.0	
Space group	P b n m		I -4 2 m		C m c m	
<b>Posisi Atom</b>						
	FE1	B1	FE1	B1	CR1	B1
X	0.125	6.62941	0.167	0.5	0.0	0.0
Y	0.18	9.9999	0.167	0.0	0.1445	0.435
Z	0.25	0.25	0.25	0.0	0.25	0.25
Occ	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Uiso	0.025	0.025	0.025	0.025	0.025	0.025
<b>MD Pref. Orient</b>	(002)	0.0693	(002)	0.2642	(200)	0.1354
<b>Densitas (gr/cm<sup>3</sup>)</b>	6.454		7.394		6.405	
<b>Fraksi (wt%)</b>	26.529		48.688		24.783	
<b>Volume [(Å)<sup>3</sup>]</b>	68.594		110.049		65.113	
<b>Massa unit sel</b>	266.628		490.016		251.224	
<b>Chi Square</b>	1.123					



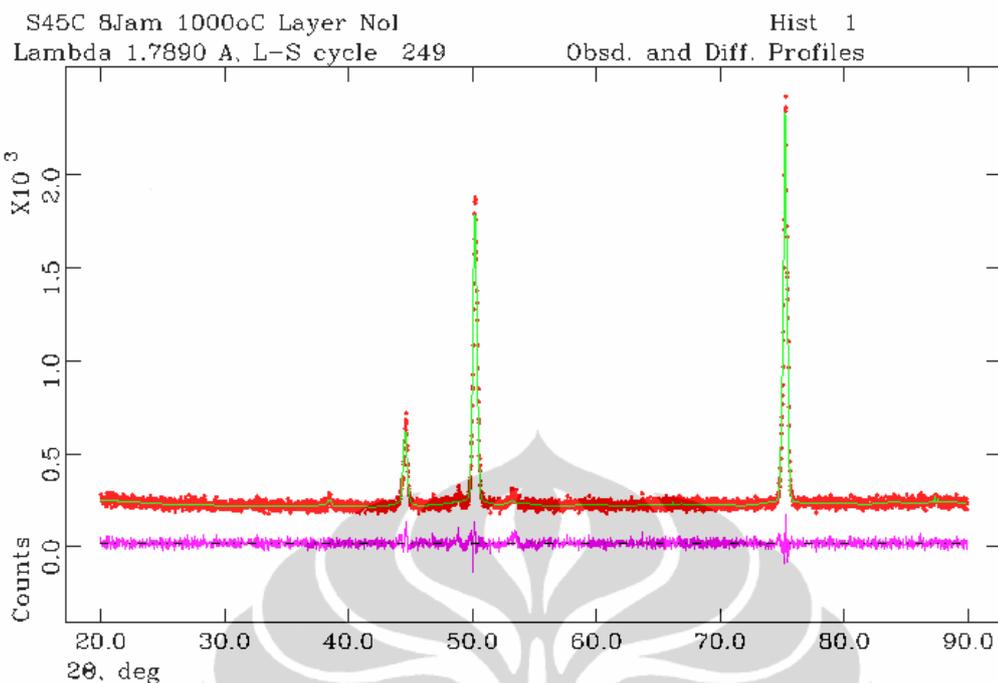
The slope & intercept of the normal probability plot are **1.0542** **0.0349**

	Fasa FeB		Fasa Fe <sub>2</sub> B		Fasa CrB	
<b>Parameter Kisi</b>						
a (Å)	4.053		5.099		2.991	
b (Å)	5.495		-		8.02	
c (Å)	2.946		4.24		2.941	
$\alpha=\beta=\gamma$	90.0		90.0		90.0	
Space group	P b n m		I -4 2 m		C m c m	
<b>Posisi Atom</b>						
	FE1	B1	FE1	B1	CR1	B1
X	0.125	2.35118	0.167	0.5	0.0	0.0
Y	0.18	-3.91009	0.167	0.0	0.1445	0.435
Z	0.25	0.25	0.25	0.0	0.25	0.25
Occ	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Uiso	0.025	0.025	0.025	0.025	0.025	0.025
<b>MD Pref. Orient</b>	(002) 0.0897		(002) 0.2495		(002) 0.1969 ; 0.2646 (200) 0.1186 ; 0.7354	
<b>Densitas (gr/cm<sup>3</sup>)</b>	6.748		7.381		5.918	
<b>Fraksi (wt%)</b>	24.982		52.977		22.041	
<b>Volume [(Å)<sup>3</sup>]</b>	65.611		110.239		70.548	
<b>Massa unit sel</b>	266.628		490.016		251.224	
<b>Chi Square</b>	1.227					



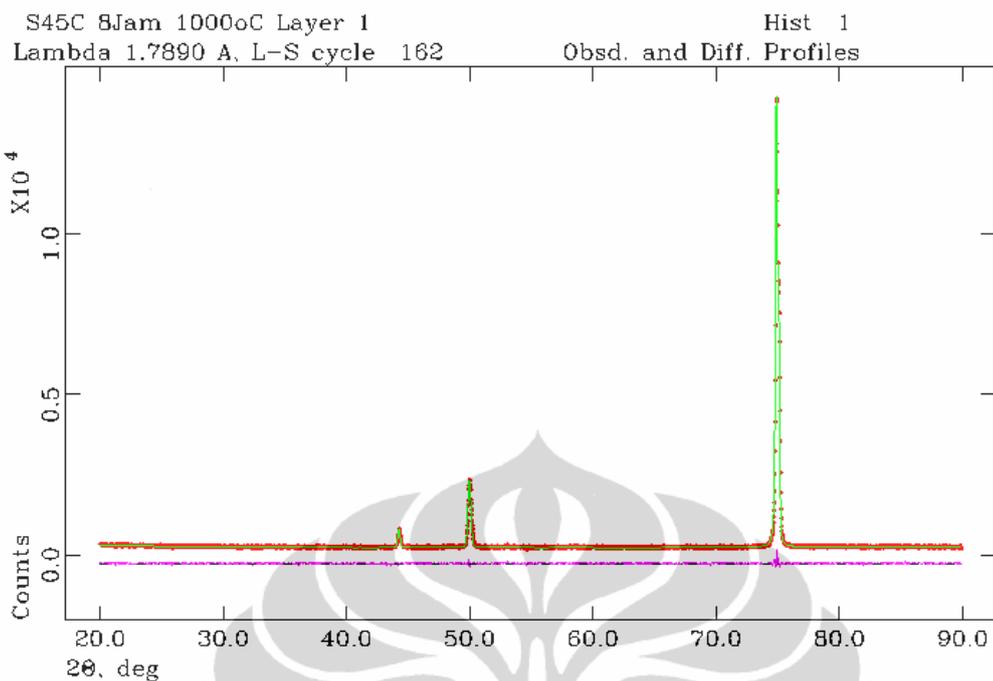
The slope & intercept of the normal probability plot are 1.1106 0.0194

Fasa Fe	
<b>Parameter Kisi</b>	
a=b=c (Å)	2.866293
$\alpha=\beta=\gamma$	90.0
Space group	I m -3 m
<b>Posisi Atom</b>	
	FE1
X	0.0
Y	0.0
Z	0.0
Occ	1.0
Uiso	0.00806
<b>Densitas (gr/cm<sup>3</sup>)</b>	7.876
<b>Volume [(Å)<sup>3</sup>]</b>	23.548
<b>Chi Square</b>	1.182



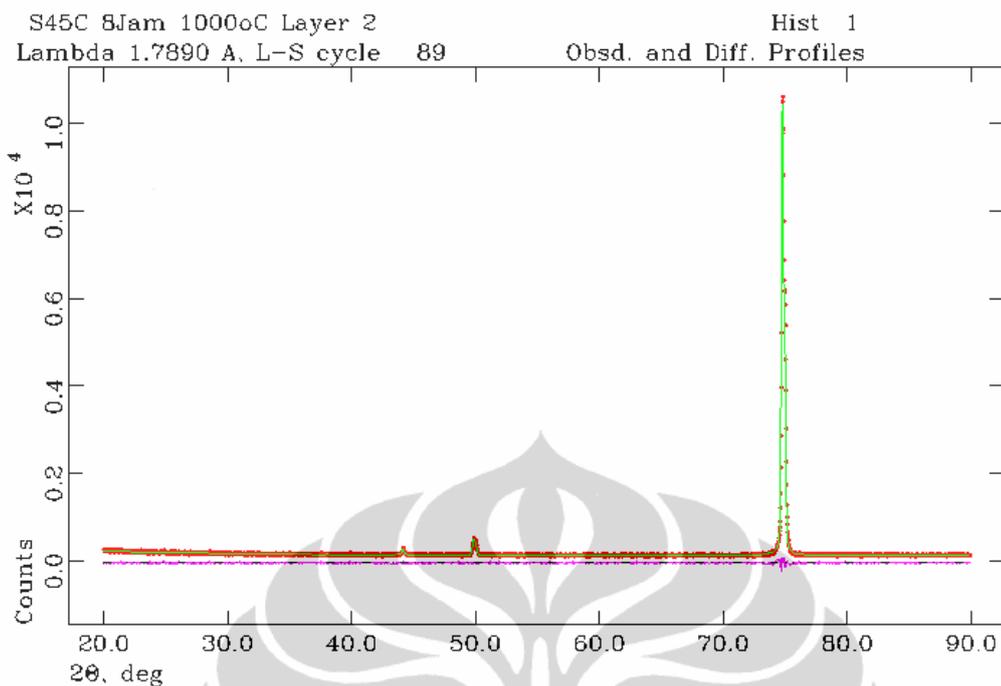
The slope & intercept of the normal probability plot are **1.0767** **0.0034**

	Fasa FeB		Fasa Fe <sub>2</sub> B		Fasa CrB	
<b>Parameter Kisi</b>						
a (Å)	4.0444		5.099		2.96144	
b (Å)	5.494		-		7.663	
c (Å)	2.94661		4.24		2.93191	
$\alpha=\beta=\gamma$	90.0		90.0		90.0	
Space group	P b n m		I -4 2 m		C m c m	
<b>Posisi Atom</b>						
	FE1	B1	FE1	B1	CR1	B1
X	0.125	0.7	0.167	0.5	0.0	0.0
Y	0.18	-0.13	0.167	0.0	0.1445	0.435
Z	0.25	0.25	0.25	0.0	0.25	0.25
Occ	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Uiso	0.025	0.026	0.025	0.025	0.025	0.025
<b>MD Pref. Orient</b>						
	(002) 0.1197 ; 0.7563		(002) 0.2367		(002) 0.1428 ; 0.9038	
	(101) 0.1444 ; 0.2087				(021) 0.2705 ; 0.0962	
	(020) 0.2296 ; 0.0350					
<b>Densitas (gr/cm<sup>3</sup>)</b>	6.762		7.381		6.031	
<b>Fraksi (wt%)</b>	25.484		48.596		25.920	
<b>Volume [(Å)<sup>3</sup>]</b>	65.474		110.239		66.535	
<b>Massa unit sel</b>	266.628		490.016		251.224	
<b>Chi Square</b>	1.190					



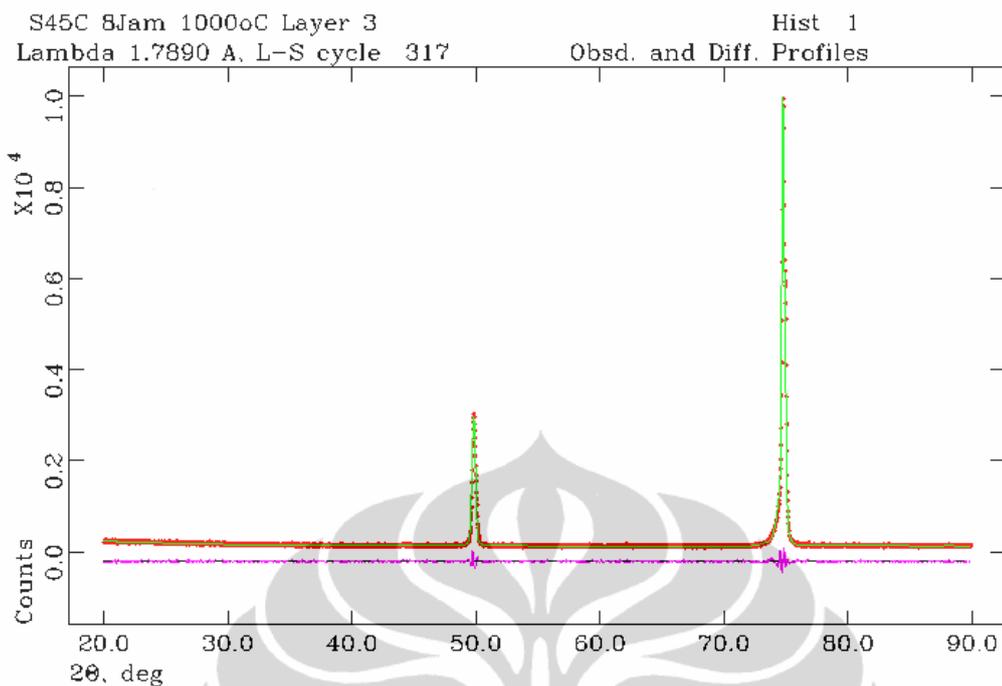
The slope & intercept of the normal probability plot are **1.0438** **0.0266**

	Fasa FeB		Fasa Fe <sub>2</sub> B		Fasa CrB	
<b>Parameter Kisi</b>						
a (Å)	4.0495		5.0969		2.989	
b (Å)	5.465		-		7.83	
c (Å)	2.946019		4.23999		2.93163	
α=β=γ	90.0		90.0		90.0	
Space group	P b n m		I -4 2 m		C m c m	
<b>Posisi Atom</b>						
	FE1	B1	FE1	B1	CR1	B1
X	0.125	0.5884	0.167	0.5	0.0	0.0
Y	0.18	0.36128	0.167	0.0	0.1445	0.435
Z	0.25	0.25	0.25	0.0	0.25	0.25
Occ	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Uiso	0.025	0.02441	0.025	0.025	0.025	0.025
<b>MD Pref. Orient</b>						
	(002) 0.0645 ; 0.8528		(002) 0.2340		(200) 0.1115	
	(101) 0.1394 ; 0.1472					
<b>Densitas (gr/cm<sup>3</sup>)</b>						
	6.790		7.387		6.084	
<b>Fraksi (wt%)</b>						
	28.288		50.969		20.742	
<b>Volume [(Å)<sup>3</sup>]</b>						
	65.197		110.148		68.612	
<b>Massa unit sel</b>						
	266.628		490.016		251.224	
<b>Chi Square</b>						
	1.082					



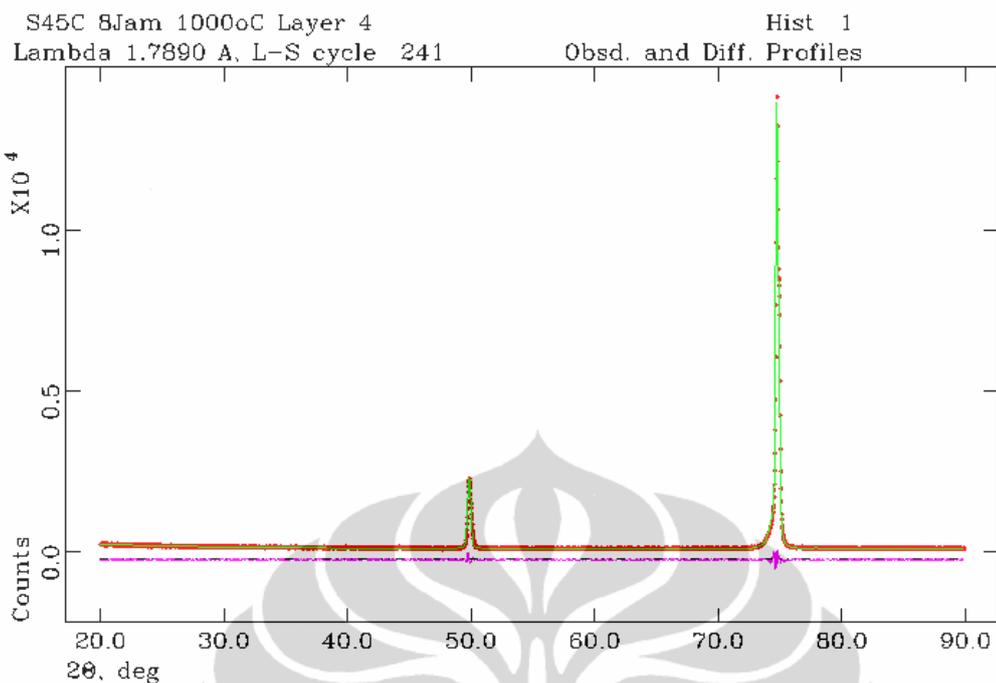
The slope & intercept of the normal probability plot are **1.0682** **0.0071**

	Fasa FeB		Fasa Fe <sub>2</sub> B	
<b>Parameter Kisi</b>				
a (Å)	4.053		5.099	
b (Å)	5.495		-	
c (Å)	2.946		4.24	
α=β=γ	90.0		90.0	
Space group	P b n m		I -4 2 m	
<b>Posisi Atom</b>	FE1	B1	FE1	B1
X	0.18556	0.71419	0.167	0.5
Y	0.17152	0.17369	0.167	0.0
Z	0.25	0.25	0.25	0.0
Occ	1.0	1.0	1.0	1.0
Uiso	0.04892	0.8	0.025	0.025
<b>MD Pref. Orient.</b>	(002) 0.1358		(002) 0.1457	
<b>Densitas (gr/cm<sup>3</sup>)</b>	6.748		7.381	
<b>Fraksi (wt%)</b>	99.367		0.633	
<b>Volume [(Å)<sup>3</sup>]</b>	65.611		110.239	
<b>Massa unit sel</b>	266.628		490.016	
<b>Chi Square</b>	1.174			



The slope & intercept of the normal probability plot are **1.0662** **0.0347**

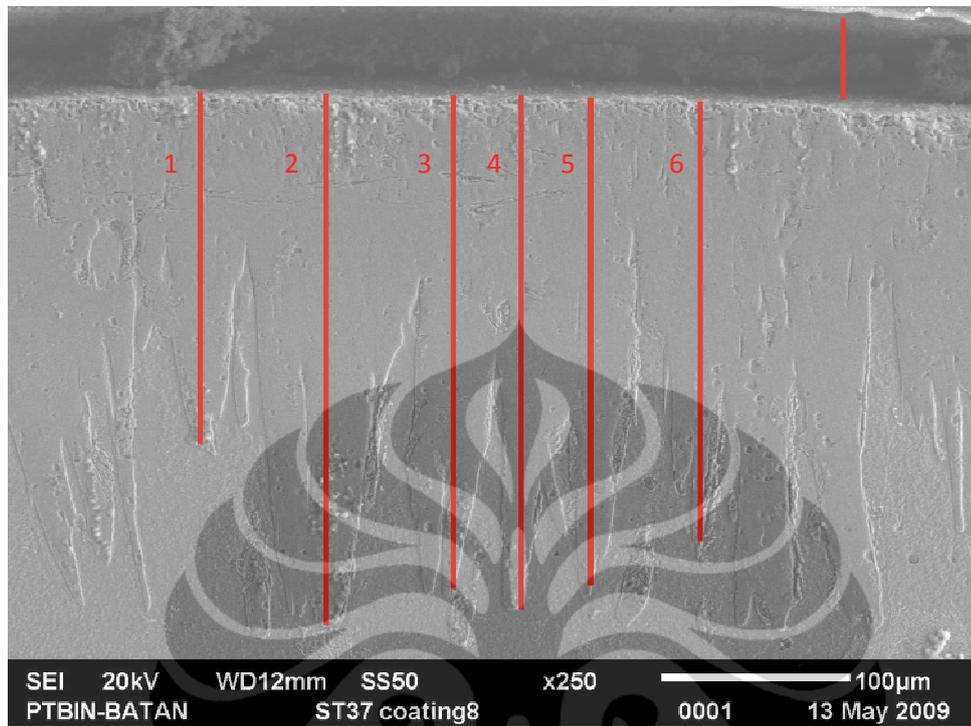
	Fasa FeB		Fasa Fe <sub>2</sub> B		Fasa CrB	
<b>Parameter Kisi</b>						
a (Å)	3.9681		5.099		2.969	
b (Å)	5.7755		-		6.546	
c (Å)	2.9460		4.24		2.9064	
$\alpha=\beta=\gamma$	90.0		90.0		90.0	
Space group	P b n m		I -4 2 m		C m c m	
<b>Posisi Atom</b>						
	FE1	B1	FE1	B1	CR1	B1
X	0.125	1.1082	0.167	0.5	0.0	0.0
Y	0.18	-1.9286	0.167	0.0	0.1445	0.2585
Z	0.25	0.25	0.25	0.0	0.25	0.25
Occ	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Uiso	0.025	0.02441	0.025	0.025	0.025	0.025
<b>MD Pref. Orient</b>	(002) 0.0718		(002) 0.1983		(002) 0.1568 ; 0.1024 (200) 0.1110 ; 0.8976	
<b>Densitas (gr/cm<sup>3</sup>)</b>	6.558		7.381		7.387	
<b>Fraksi (wt%)</b>	29.307		52.336		18.357	
<b>Volume [(Å)<sup>3</sup>]</b>	67.516		110.239		56.486	
<b>Massa unit sel</b>	266.628		490.016		251.224	
<b>Chi Square</b>	1.193					



The slope & intercept of the normal probability plot are **1.0601** **0.0506**

	Fasa FeB		Fasa Fe <sub>2</sub> B		Fasa CrB	
<b>Parameter Kisi</b>						
a (Å)	4.042		5.099		2.9643	
b (Å)	5.408		-		7.798	
c (Å)	2.946		4.24		3.047	
α=β=γ	90.0		90.0		90.0	
Space group	P b n m		I -4 2 m		C m c m	
<b>Posisi Atom</b>						
	FE1	B1	FE1	B1	CR1	B1
X	0.125	0.84945	0.167	0.5	0.0	0.0
Y	0.18	-0.2592	0.167	0.0	0.1445	0.4415
Z	0.25	0.25	0.25	0.0	0.25	0.25
Occ	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Uiso	0.25	0.025	0.025	0.025	0.025	0.04761
<b>MD Pref. Orient</b>	(002)	0.0640	(002)	0.2219	(200)	0.1177
<b>Densitas (gr/cm<sup>3</sup>)</b>	6.876		7.381		5.924	
<b>Fraksi (wt%)</b>	26.316		48.668		25.017	
<b>Volume [(Å)<sup>3</sup>]</b>	64.397		110.239		70.433	
<b>Massa unit sel</b>	266.628		490.016		251.224	
<b>Chi Square</b>	1.182					

### Lampiran 5 Perhitungan Kedalaman Lapisan Borida.

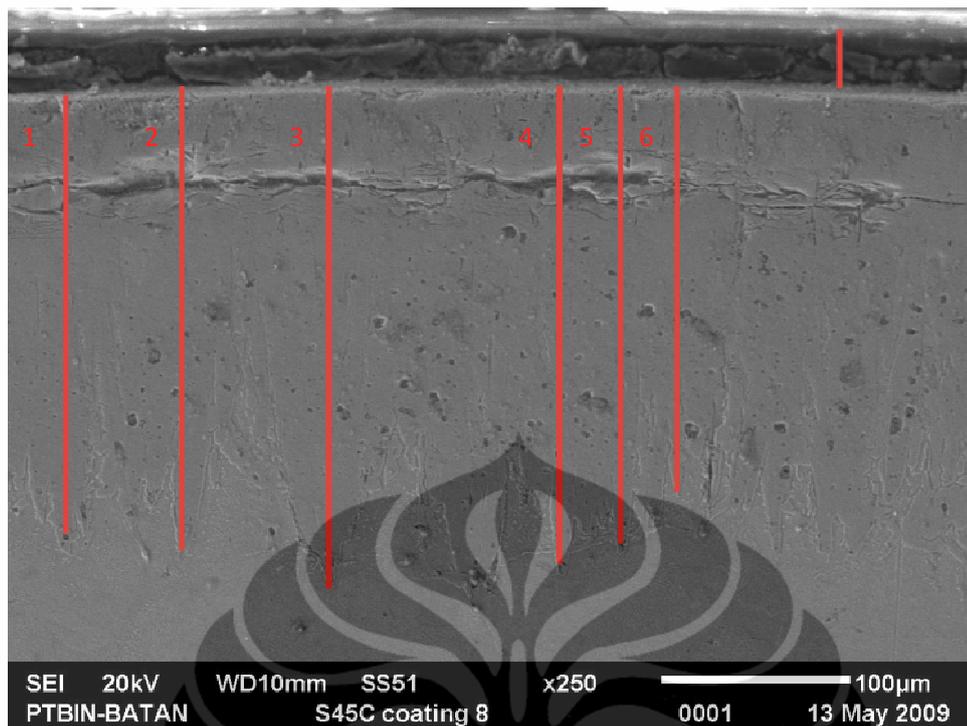


Lapisan Borida

	Kedalaman ( $\mu\text{m}$ )
1	187.1951
2	282.2154
3	262.0935
4	273.3740
5	259.3496
6	233.9431
Rataan	249.6951

Lapisan Borida di Luar Permukaan

	Kedalaman ( $\mu\text{m}$ )
1	42.88618



Lapisan Borida

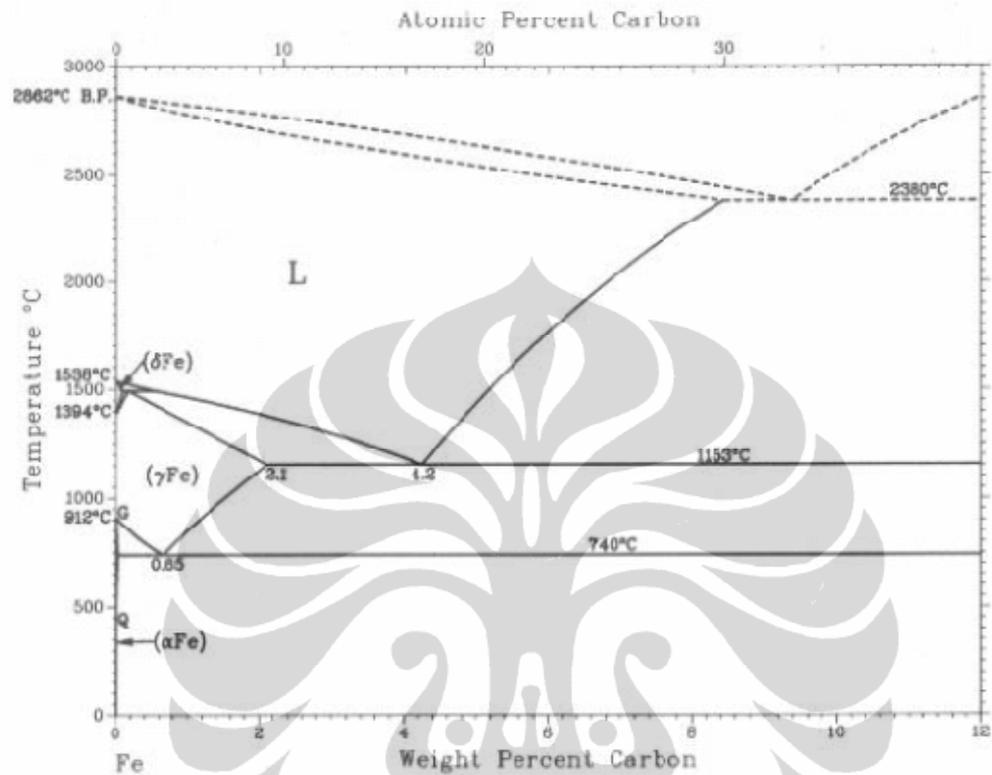
	Kedalaman ( $\mu\text{m}$ )
1	232.9268
2	246.9512
3	267.3780
4	254.0650
5	243.3943
6	215.8537
Rataan	243.4282

Lapisan Borida di Luar Permukaan

	Kedalaman ( $\mu\text{m}$ )
1	30.89431

## Lampiran 6 Diagram Fasa Fe-C, Fe-B dan Fe-C-B.

## Diagram Fasa C-Fe

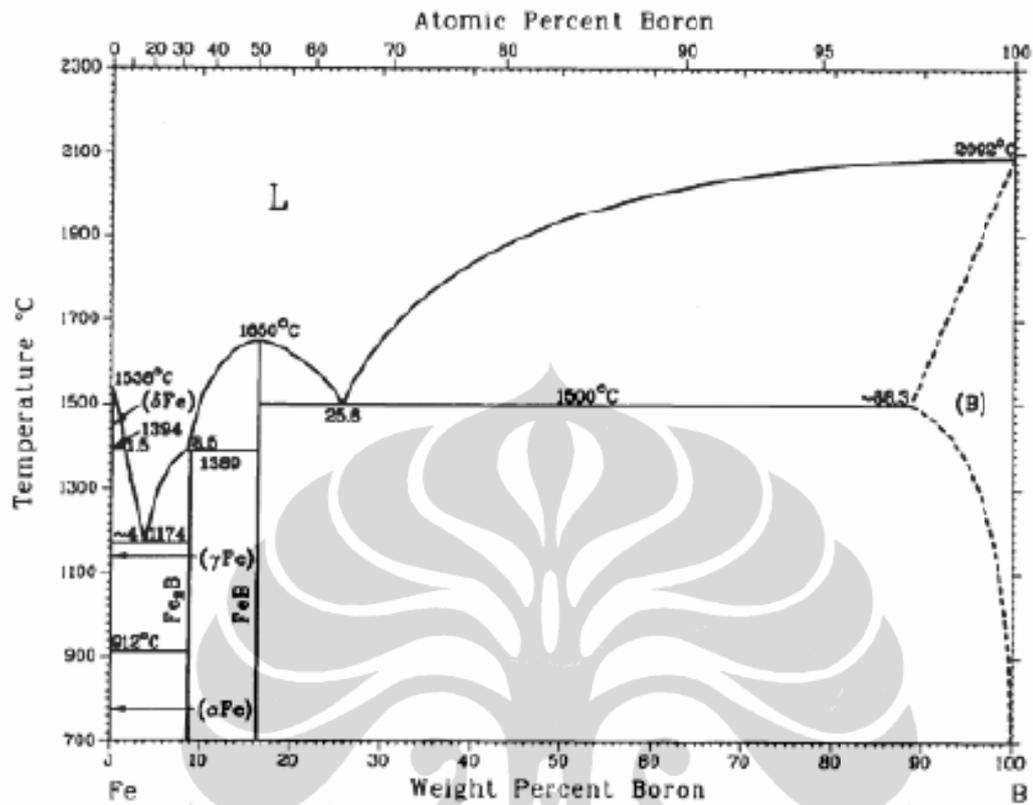


H. Okamoto, 1992

Phase	Composition, wt% C	Pearson symbol	Space group
(δFe)	0 to 0.09	<i>cI2</i>	<i>Im<math>\bar{3}m</math></i>
(γFe)	0 to 2.1	<i>cF4</i>	<i>Fm<math>\bar{3}m</math></i>
(αFe)	0 to 0.021	<i>cI2</i>	<i>Im<math>\bar{3}m</math></i>
(C)	100	<i>hP4</i>	<i>P6<math>_3</math>/mmc</i>
<b>Metastable/high-pressure phases</b>			
(εFe)	0	<i>hP2</i>	<i>P6<math>_3</math>/mmc</i>
Martensite	<2.1	<i>tI4</i>	<i>I4/mmm</i>
Fe <sub>4</sub> C	5.1	<i>cP5</i>	<i>P<math>\bar{4}3m</math></i>
Fe <sub>3</sub> C (θ)	6.7	<i>oP16</i>	<i>Pnma</i>
Fe <sub>5</sub> C <sub>2</sub> (χ)	7.9	<i>mC28</i>	<i>C2/c</i>
Fe <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	8.4	<i>hP20</i>	<i>P6<math>_3</math>mc</i>
Fe <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	8.4	<i>oP40</i>	<i>Pnma</i>
Fe <sub>2</sub> C (η)	9.7	<i>oP6</i>	<i>Pnmm</i>
Fe <sub>2</sub> C (ε)	9.7	<i>hP*</i>	<i>P6<math>_3</math>22</i>
Fe <sub>2</sub> C	9.7	<i>hP*</i>	<i>P<math>\bar{3}m1</math></i>
(C)	100	<i>cF8</i>	<i>Fd<math>\bar{3}m</math></i>

Universitas Indonesia

## Diagram Fasa B-Fe



P.K. Liao and K.E. Spear, unpublished

Phase	Composition, wt% Fe	Pearson symbol	Space group
( $\alpha$ Fe)	0	<i>cI2</i>	$Im\bar{3}m$
$Fe_2B$	8.8	<i>tI12</i>	$I4/mcm$
$FeB$	16.0 to 16.2	<i>oP8</i>	$Pbmn$
( $\beta$ B)	100	<i>hR108</i>	$R\bar{3}m$
<b>Metastable phases</b>			
$Fe_3B$	-6	<i>oP16</i>	$Pnma$
$Fe_3B(HT)$	-6	(a)	...
$Fe_3B(LT)$	-6	(b)	...

(a) bct. (b) Tetragonal

Diagram Fasa B-C-Fe Pada Temperatur 1000 °C

