

STUDI TRANSFORMASI FASA SISTEM BESI KARBON DENGAN PENGAMATAN THERMAL DIFERENSIAL

Pontas Sialagan dan Azwar Manaf

Program Studi Ilmu Material, Program Pascasarjana, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,
Universitas Indonesia, Jalan Salemba Raya No. 4, Jakarta, 10430

E-mail: azwar@makara.cso.ui.ac.id

Abstrak

Telah dilakukan pengamatan transformasi fasa pada sistem besi-karbon (Fe-C) melalui pengamatan penganalisa perubah panas (*Differential Thermal Analyzer*, DTA). Sampel Fe-C dipersiapkan dengan metode metalurgi serbuk menggunakan serbuk besi dan karbon murni (> 99 %), meliputi komposisi nominal paduan karbon rendah (0,1 wt.%), hypoeutectoid (0,4 wt.%), dan eutectoid (0,8 wt.%). Hasil pengukuran DTA dalam jangkauan temperatur antara 25 °C-1100 °C menunjukkan bahwa pada sampel Fe murni diamati dua temperatur transisi endotermik masing-masing pada 773,8 °C berkaitan dengan transformasi feromagnet (α) menjadi paramagnet (β) dan pada temperatur 930 °C berkaitan dengan transformasi fasa β menjadi fasa austenit (γ). Kedua temperatur transisi ini juga secara konsisten teramati untuk kesemua sampel Fe-C yang dipelajari, namun dengan penambahan satu temperatur transisi sekitar 753 °C. Temperatur transisi tambahan ini berasal dari transformasi fasa pearlit menjadi austenit. Data pengukuran perubahan panas dalam jangkauan temperatur 25 °C-1100 °C digunakan untuk menentukan nilai kapasitas panas, C_p sampel untuk jangkauan temperatur tersebut. Hasil regresi polinomial terhadap kurva C_p sebagai fungsi T menghasilkan koefisien regresi yang cukup baik berkisar di antara 0,8 dan 1,0.

Abstract

Phase Transformation Studies of Fe-C System with Differential Thermal Analyzer: Phase transformation studies for iron-carbon (Fe-C) system have been done by means of Differential Thermal Analyzer, DTA. Fe-C samples of nominal compositions for respectively low carbon containing alloy (0.1 wt.%), hypo eutectoid (0.4 wt.%), and eutectoid (0.8 wt.%) were prepared by powder metallurgy process using pure Fe and C powder materials (>99 %) as the feed stock. Measurement by DTA in the temperature range 25 °C–1100 °C for the samples indicated that there are two endothermic temperatures transition in pure Fe sample respectively at 773.8 °C associated with phase transformation of ferromagnetic (α) to paramagnetic (β) and at 930 °C due to a phase transformation of β -ferrite to austenite (γ). The two transition temperature was also consistently observed in all Fe-C samples but with one additional temperature transition at about 753 °C associated with a phase transformation of pearlite to austenite. Data of heat change measurement in the temperature range 25 °C-1100 °C were subsequently used for determination of heat capacity, C_p for the Fe-C samples as the function of T. C_p (T) curves when fitted by polynomial regression have resulted in regression coefficients between 0.8 and 1.0.

Keywords: Pearlite, eutectoid, ferromagnetic, enthalpy, iron-carbon system, phase transformation

Pendahuluan

Baja adalah paduan antara unsur besi dan karbon serta beberapa unsur tambahan lain, seperti mangan, aluminium, silikon dan lain-lain. Dalam paduan ini, besi dan karbon dapat membentuk larutan interstisi di mana atom-atom karbon terdistribusi pada ruang kosong di sela-sela antara atom-atom besi di dalam struktur kristalnya [1-3]. Seperti diketahui bahwa, di dalam baja karbon

terdapat ferit, pearlit, dan cementit yang merupakan fasa-fasa yang terbentuk selama proses pemanasan maupun pendinginan. Fasa ferit (α) merupakan fasa yang dapat melarutkan karbon maksimum sampai dengan 0,025wt% [1-4]. Fasa cementit merupakan fasa di mana 6,67wt% karbon larut dalam besi membentuk senyawa Fe_3C [1-4]. Sedangkan pearlit merupakan fasa yang terbentuk dari gabungan antara ferit dan cementit, membentuk susunan yang berselang-seling (*lamelar*) [1-5]. Fasa pearlit

terbentuk pada komposisi 0,8wt%C, dan disebut sebagai komposisi *eutectoid* [5]. Untuk komposisi lebih kecil dari 0,8wt%C disebut komposisi *hypo-eutectoid* dan fasa ferit ada pada komposisi ini. Sedangkan lebih besar dari 0,8wt%C disebut komposisi *hyper-eutectoid*, di mana fasa cementit terbentuk pada komposisi ini. Selain komposisi di atas, baja karbon dapat dibedakan atas baja karbon rendah, yaitu lebih kecil dari 0,2wt%C dan baja karbon tinggi, yaitu lebih besar dari 0,5wt%C dan lebih kecil dari 2,0 wt%C. Pada penelitian ini paduan besi-karbon didapat melalui metode metalurgi serbuk. Dengan metode ini, campuran bubuk besi-karbon dipadatkan dalam suatu cetakan, kemudian dipanaskan sampai temperatur austenisasi selama beberapa jam. Setelah itu didinginkan di dalam tungku. Seperti diketahui fasa yang terbentuk selama pemanasan dan pendinginan memiliki hubungan erat dengan proses transformasi fasanya. Transformasi ini diakibatkan adanya perubahan kapasitas panas dan entalpi [6,7]. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari perubahan kapasitas panas dan entalpi akibat transformasi fasa untuk berbagai komposisi. Untuk tujuan ini, diamati pengaruh kadar karbon terhadap fasa yang terbentuk serta menghitung kapasitas panas dan entalpi formasinya melalui data pengukuran *Differential Thermal Analyzer, DTA*.

Eksperimental

Serbuk besi dan karbon yang digunakan berdasarkan spesifikasi dari *Merck* memiliki tingkat kemurnian > 99 %. Kedua jenis serbuk dicampur dengan perbandingan berat sesuai dengan komposisi nominal paduan. Serbuk campuran dihaluskan kembali melalui *disk mill* selama 1 jam sebelum dimasukkan ke dalam suatu cetakan untuk pemadatan.

Cetakan yang digunakan berbentuk silinder dengan diameter dalam ~ 10 mm. Pemadatan dilakukan dengan penekanan pada satu arah dengan gaya tekan sebesar 5 ton. Proses ini menghasilkan sampel berupa pelet dengan densitas ~ 80 % (*green compact*). Sampel yang didapat dengan cara ini selanjutnya dimasukkan ke dalam kapsul quartz dan udara di dalam dievakui sampai mencapai tingkat vakum $1,5 \times 10^{-2}$ mbar. Sampel yang berada di dalam

kapsul kemudian menjalani proses sintering pada temperatur ~ 1100 °C selama 6 jam di dalam dapur Thermolyne 6000. Proses ini menghasilkan sampel paduan Fe-C yang padat. Untuk tujuan pengamatan mikrostruktur sampel, semua sampel yang akan diamati terlebih dahulu dibuat pegangan sampel yang terbuat dari campuran resin dan katalis, menghasilkan sampel dalam pegangan yang padat dan keras. Semua sampel dipoles sampai permukaannya rata dan halus dengan amplas ukuran 400, 600, 800, 1000, 1200, 1500, dan 2000 mesh. Untuk mendapatkan permukaan yang sangat halus, digunakan pasta alumina dengan ukuran 0,3 mikron, 0,1 mikron, dan 0,05 mikron.

Untuk melihat batas butir, sampel dietsa dengan larutan picral dengan komposisi larutan ini terdiri dari 4 gram asam pikrat ($C_6H_3N_3O_7$) dan 96 cm³ ethanol dengan waktu celup dari 30 detik sampai 1 menit. Pengambilan foto mikro sampel dilakukan dengan menggunakan mikroskop optik Zeiss dan perangkat lunak KS 300 ver 3.0, yang juga dilengkapi dengan penganalisa fraksi fasa. Untuk mendukung analisa terhadap struktur mikro, dilakukan analisa dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope, SEM JEOL JSM-5310 LV* yang dilengkapi dengan penganalisa energi sinar-x .

Di samping pengamatan mikrostruktur seperti tersebut di atas juga dilakukan pengukuran temperatur transisi *Curie* (T_c) dan transformasi fasa yang terjadi dengan *DTA-50*. Sampel dibersihkan dengan aseton dan ditempatkan pada cawan (*crucible*) platina kanan. Sedangkan cawan platina kiri diisi dengan bubuk alumina murni. Selama beroperasi dialirkan gas Nitrogen sebagai pengontrol atmosfer sample, dengan kecepatan 30ml/menit. Laju pemanasan diatur 25°C/menit dan temperatur sampel dinaikkan dari temperatur kamar sampai 1100°C. Pengukuran sampel dengan *DTA* menghasilkan beberapa puncak transisi yang kemudian dapat digunakan untuk menentukan kapasitas panas. Adapun penentuan kapasitas panas, C_p menggunakan persamaan 1 [8,9]:

$$\rho = \frac{\Delta q}{b} \frac{1}{m} \frac{\theta}{\text{min}}$$

dengan:

Gambar 1. Diagram fasa sistem besi-karbon [5]

β = laju pemanasan ($^{\circ}\text{C}/\text{min}$)
 m = massa sampel (mg)
 Δq = panas transformasi (mW)
 Besarnya panas transformasi dapat dihitung dari laju panas untuk interval waktu yang kecil ($\Delta t \ll \ll$) sesuai dengan persamaan 2.

$$\Delta q = (dq/dt)\Delta t \quad (2)$$

Hasil dan Pembahasan

1. Temperatur Transformasi

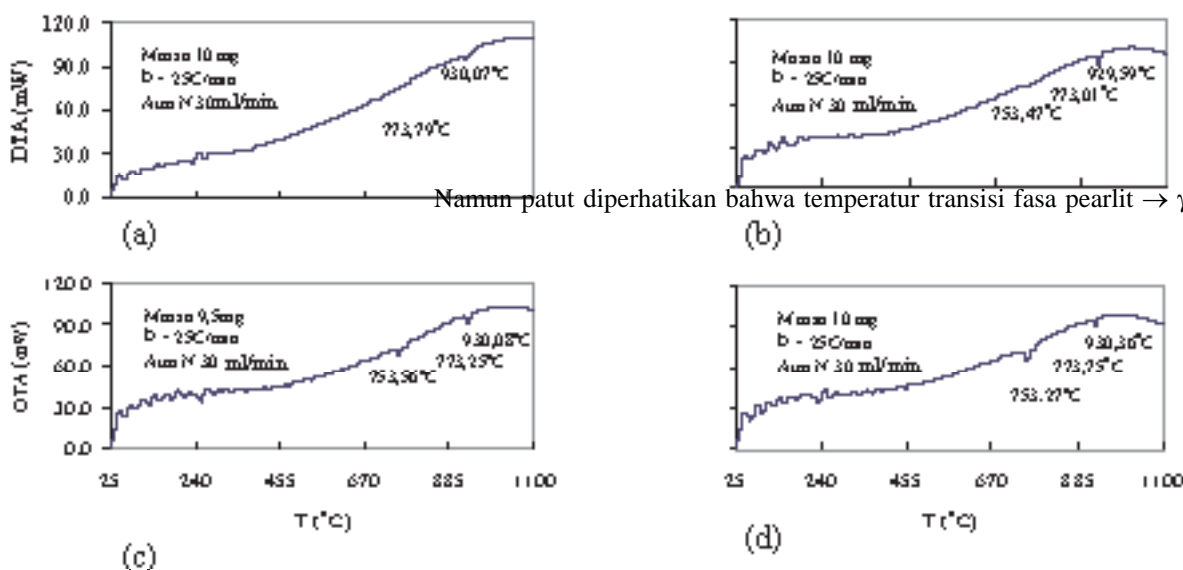
Pada Gambar 2 diperlihatkan hasil pengukuran DTA-50 untuk besi murni dan besi-karbon dengan berbagai komposisi pada jangkau temperatur 25°C - 1100°C .

Berdasarkan diagram fasa sistem Fe-C (Gambar 1), pada temperatur kamar untuk paduan komposisi 0,1wt% C memiliki fasa ferit, α dan pearlit. Kehadiran kedua fasa ini dalam paduan yang dipelajari sangat jelas terlihat pada Gambar 3a. Fasa ferit hadir sebagai fasa mayor atau dominan. Sedangkan fasa pearlit sebagai fasa minor. Pearlit pada Gambar 3a secara visual terlihat sebagai bagian yang berwarna gelap. Bila fasa gelap ini dilihat dengan perbesaran yang lebih tinggi dengan menggunakan SEM, maka di dalam fasa pearlit ini terlihat jelas adanya struktur lamelar (lihat Gambar 3b dan Gambar 3c). Jadi dapatlah dipastikan bahwa pada jangkauan temperatur $744,6^{\circ}\text{C}$ - $761,2^{\circ}\text{C}$ telah terjadi transisi fasa pearlit menjadi austenit dengan reaksi fasa sebagai berikut:



Pada besi murni diperoleh dua puncak endotermis seperti terlihat pada Gambar 2a. Puncak endotermis pertama terjadi pada jangkau temperatur $753,3^{\circ}\text{C}$ - $793,3^{\circ}\text{C}$ dengan temperatur puncak $773,8^{\circ}\text{C}$. Pada jangkauan ini terjadi transisi ferromagnetik menjadi paramagnetik, yaitu transisi fasa α menjadi β . Temperatur transisi ini cukup sesuai dengan nilai literatur, yaitu 770°C . [10-11] Sedangkan puncak kedua terlihat pada jangkau temperatur $907,0^{\circ}\text{C}$ - $957,9^{\circ}\text{C}$ dan posisi puncak pada temperatur $930,0^{\circ}\text{C}$. Pada jangkauan ini terjadi transisi fasa β menjadi fasa austenit (γ). Nilai transisi ini cukup sesuai dengan nilai literatur, yaitu 907°C [10].

Pada sistem Fe-C dengan komposisi karbon rendah (0,1wt% C), diperoleh tiga puncak endotermis seperti terlihat pada Gambar 2b. Puncak temperatur transformasi pertama terjadi pada jangkau temperatur $744,6^{\circ}\text{C}$ - $761,2^{\circ}\text{C}$ yaitu pada temperatur $753,5^{\circ}\text{C}$. literatur $\sim 723^{\circ}\text{C}$. Puncak transisi kedua terjadi pada jangkauan $761,7^{\circ}\text{C}$ - $779,5^{\circ}\text{C}$ dengan temperatur puncak $773,0^{\circ}\text{C}$. Nilai ini mirip dengan temperatur transisi fasa α menjadi fasa β pada besi murni, yaitu $773,8^{\circ}\text{C}$. Jadi dapat disimpulkan bahwa puncak transisi kedua ini pada sistem Fe-C berkaitan dengan transisi ferromagnetik menjadi paramagnetik dari fasa α sebagaimana halnya transisi yang terjadi pada sampel besi murni. Nilai terukur temperatur transisi ini ($773,0^{\circ}\text{C}$) cukup sesuai dengan temperatur A_2 pada diagram fasa Fe-C (Gambar 1), yaitu 770°C . Puncak endotermis ketiga pada jangkauan $916,0^{\circ}\text{C}$ - $940,0^{\circ}\text{C}$ terjadi pada temperatur $929,6^{\circ}\text{C}$. Transisi ini dapat dipastikan berkaitan dengan transisi $\alpha + \gamma$ menjadi fasa tunggal (γ).



Namun patut diperhatikan bahwa temperatur transisi fasa pearlit $\rightarrow \gamma$ terukur ini sedikit le

Gambar 2. Hasil analisa DTA-50 Fe-C_x (a) Fe 0,0wt% C ; (b) Fe-0,1wt% C ; (c) Fe-0,4wt% C ; (d) Fe-0,8wt% C

Untuk komposisi *hypo-eutectoid* (0,4wt%C), diperoleh tiga puncak endotermis seperti terlihat pada Gambar 2c. Puncak pertama pada jangkauan temperatur 741,0°C-766,6°C terjadi pada temperatur 753,6°C. Berdasarkan diagram fasa sistem Fe-C (Gambar 1), untuk komposisi 0,4wt%C pada temperatur kamar paduan memiliki fasa α dan pearlit. Kedua fasa ini dalam paduan yang dipelajari sangat jelas terlihat pada Gambar 3d dan Gambar 3e. Fasa ferit secara visual terlihat sebagai bagian yang berwarna terang, dan pearlit hadir sebagai bagian yang berselang-seling. Jadi dapatlah dipastikan bahwa pada jangkauan temperatur 741,0°C-766,6°C telah terjadi transisi fasa pearlit menjadi austenit dengan reaksi fasa sebagai berikut:



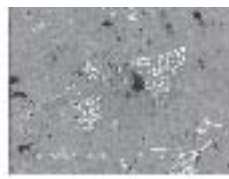
Perhatikan pula bahwa temperatur transisi fasa pearlit $\rightarrow \gamma$ terukur ini sedikit lebih tinggi dibandingkan nilai literatur $\sim 723^\circ\text{C}$. Terdapat perbedaan sekitar 18°C . Puncak transisi kedua terjadi pada jangkauan 767,0°C-780,6°C dengan temperatur puncak $773,2^\circ\text{C}$. Nilai ini mirip dengan temperatur transisi fasa α menjadi fasa β pada besi murni, yaitu $773,8^\circ\text{C}$. Jadi dapat disimpulkan bahwa puncak transisi kedua ini pada sistem Fe-C berkaitan dengan transisi ferromagnetik menjadi paramagnetik. Nilai terukur temperatur transisi ini ($773,2^\circ\text{C}$) cukup sesuai dengan temperatur A_2 pada diagram fasa Fe-C (Gambar 1), yaitu 770°C . Puncak endotermis ketiga pada jangkauan $918,0^\circ\text{C}$ - $943,0^\circ\text{C}$ terjadi pada temperatur $930,1^\circ\text{C}$. Transisi ini dapat dipastikan berkaitan dengan transisi $\alpha + \gamma$ menjadi fasa tunggal (γ).

Untuk komposisi nominal *eutectoid* yaitu 0,8wt%C diperoleh tiga puncak endotermis seperti terlihat pada Gambar 2d. Paduan pada komposisi ini seharusnya menghasilkan 100% fasa pearlit. Namun berdasarkan pengamatan dengan mikroskop optik, meskipun masih ditemukan fasa ferit pada paduan tetapi berdasarkan hasil analisa kuantitatif fasa ferit hadir dalam fraksi berat (volume) hanya 3,09% (lihat Gambar 3f).

2. Analisa Kapasitas Panas dan Entalpi Formasi



(a) Fe-C_{0.1}, Optik 1000X



(b) Fe-C_{0.1}, SEM 1000X

Gambar 3. Mikrostruktur Fe_{1-x}C_x (x=0,1-0,8wt%C)

Tabel 2. Entalpi formasi fasa austenit sistem Fe-C_x

No	wt%C	Q _w (J/g)
1.	0,1	17,94
2.	0,4	47,90
3.	0,8	80,61

komposisi *eutectoid*. Puncak pertama pada jangkauan $735,5^\circ\text{C}$ - $766,6^\circ\text{C}$ terjadi pada temperatur $753,3^\circ\text{C}$. Pada jangkauan ini terjadi transisi fasa pearlit menjadi fasa austenit. Puncak kedua pada jangkauan $766,9^\circ\text{C}$ - $783,6^\circ\text{C}$ terjadi pada temperatur $773,7^\circ\text{C}$. Nilai terukur temperatur transisi ini ($773,7^\circ\text{C}$) cukup sesuai dengan temperatur A_2 pada diagram fasa Fe-C (Gambar 1), yaitu 770°C . Sedangkan puncak ketiga pada jangkauan $914,9^\circ\text{C}$ - $940,7^\circ\text{C}$ terjadi pada temperatur $930,4^\circ\text{C}$.

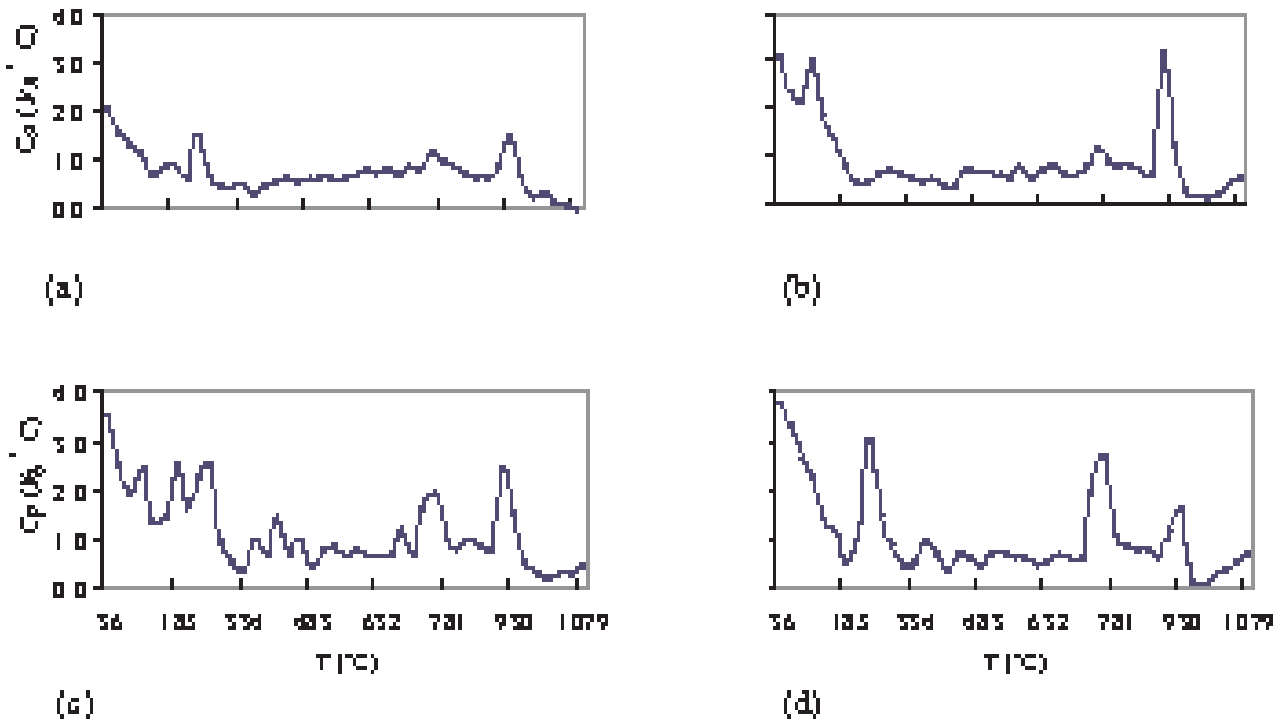
Transisi ini dapat dipastikan berkaitan dengan transisi $\alpha + \gamma$ menjadi fasa tunggal (γ)

Pada Tabel 2 disajikan entalpi formasi fasa pearlit-austenit untuk sistem Fe_{1-x}C_x dengan x=0,1;0,4; dan 0,8wt%, dihitung berdasarkan persamaan 3 :

$$\Delta H = + \int C_p dT$$

(3)

Dalam hal ini diperlukan data C_p yang diambil dari pengukuran dan perhitungan berdasarkan persamaan (1) dan persamaan (2), dengan interval waktu 1 menit. Khusus untuk komposisi *eutectoid* dimana terjadi transformasi fasa pearlit menjadi austenit diperoleh nilai entalpi formasi berdasarkan eksperimen ini sebesar 80,61 J/g. Sedangkan dari literatur [11] entalpi formasi pearlit adalah 85 J/g.



Gambar 4. Kapasitas panas Fe-C_x (a) Fe murni ; (b) Fe-0,1wt%C ; (c) Fe-0,4wt%C ; (d) Fe-0,8wt%C

Hasil perhitungan Cp fungsi T berdasarkan persamaan 1 pada jangkau temperatur 36°C-1100°C untuk paduan Fe-C kandungan karbon berbeda diperlihatkan pada Gambar 4.

Sedangkan persamaan kurva Cp terhadap temperatur dan koefisien regresi (R), dihitung dengan metode regresi polinom ke orde 2 seperti diperlihatkan pada Tabel 3. Hasil regresi polinom ini memberikan koefisien regresi yang cukup baik berkisar dari 80% sampai 90%.

Untuk memberikan gambaran kepada pembaca bagaimana penentuan persamaan Cp(T) untuk setiap komposisi, berikut ini dijelaskan dasar analisis yang dalam hal ini diambil untuk besi murni (Fe).

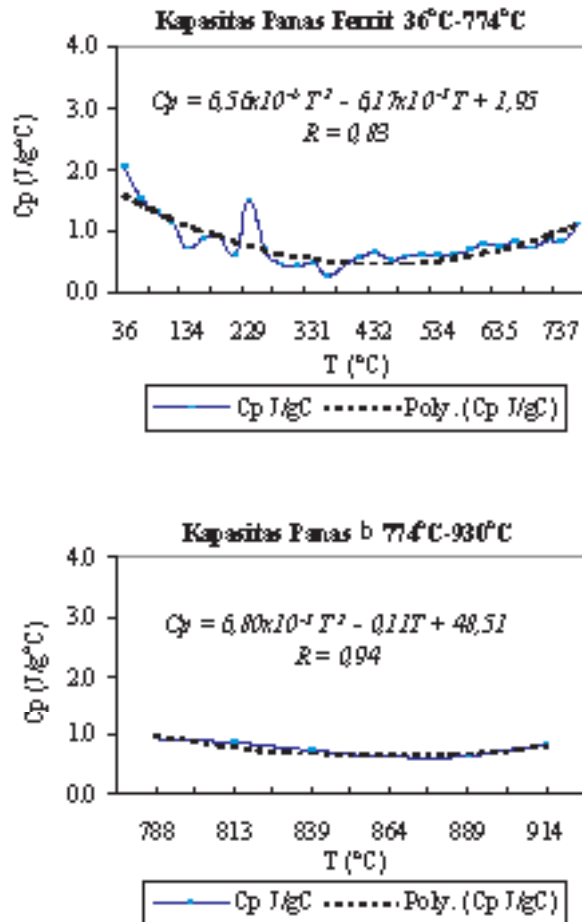
Diketahui bahwa dari hasil pengukuran DTA (Gambar 2a) data untuk serbuk besi murni adalah sebagai berikut:

Pada $T_1=660^\circ\text{C}$, $q_1=62,94$ mW dan pada $T_2=661^\circ\text{C}$, $q_2=63,00$ mW. Dengan menggunakan Pers.2, untuk *sampling interval* (*dt*) 1 detik, dan interval waktu (Δt) 1 menit, diperoleh $\Delta q = 3,6$ mW. Dengan menggunakan Pers.1, dan data $\beta = 25$ °C/min, $m = 10\text{mg}$, maka diperoleh:

$$\phi = \frac{3,6 \text{ mW}}{2 \frac{\text{C}}{\text{min}} \cdot 10 \text{ mg}} \cdot \frac{60 \text{ det}}{\text{min}}$$

Tabel 3. Kapasitas panas Fe-C_x (x=0-0,8)

x wt%	$\phi = a+bx10^{-1}T+cx10^{-4}T^2$ (J/g°C)				R
	T _c (°C)	a (J/g°C)	b (J/g°C ²)	c (J/g°C ⁴)	
0	774	1,95	-4,17	6,54	0,83
	910	48,51	107,84	60,80	0,94
0,1	723	3,41	-12,33	12,48	0,89
	774	-8,39	12,80	-	1,00
0,4	910	250,99	-403,83	343,71	0,84
	723	3,41	-9,48	8,14	0,82
0,8	774	-4,27	10,80	-	1,00
	910	144,29	-394,31	237,49	0,84
0,8	723	3,83	-12,40	11,68	0,84
	774	-21,85	32,50	-	1,00
0,8	910	44,94	-154,74	92,71	0,84



Gambar 5. $C_p(T)$ hasil regresi polinomial besi murni pada jangkauan temperatur 36°C-774°C dan 788°C - 930°C

Kesimpulan

Berdasarkan studi transformasi fasa pada sistem Fe-C ini penulis dapat menarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Transformasi fasa yang terjadi pada jangkauan temperatur 25°C-1100°C berhasil dideteksi dengan DTA.
2. Temperatur transisi ferromagnetik menjadi paramagnetik berasal dari ferit untuk semua komposisi terjadi pada

temperatur ~774°C.

3. Temperatur transisi eutektoid untuk Fe-C_x (x=0,1-0,8) selalu konsisten terjadi pada T ~723°C.
4. Kapasitas panas (Cp) Fe-C sebagai fungsi T tergantung kepada komposisi telah berhasil ditentukan nilai Cp sebagai fungsi T untuk komposisi Fe-C_x (x=0-0,8) wt%.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima-kasih kepada program studi Material Science Pascasarjana FMIPA UI, tempat penulis mengecap pendidikan, atas segala bantuan bimbingan dan pemakaian alat-alat evaluasi material.

Daftar Pustaka

1. Callister, W.D., R. L. D. Leaver, R.D. Rawlings, J.M. Alexander. Materials Science, Fourth Edition: Chapman & Hall, London, 1990.
2. A. K. Jena, M.C. Chaturvedi. Phase Transformation in Materials, Prentice Hall. Inc., New Jersey, 1992.
3. D. A. Porter, K.E. Easterling. Phase Transformations in Metals and Alloys, Chapman & Hall, London, 1992.
4. W. F. Smith, Materials Science And Engineering Second Edition, Mc. Graw-Hill. Inc., New York, 1990.
5. W. D. Callister, Materials Science And Engineering Second Edition, John Wiley & Son, New York, 1991.
6. R. F. Spreyer, Thermal Analysis of Materials, Marcel Dekker Inc, New York, 1994.
7. D. V. Ragone. Thermodynamics of Materials Volume I, II, John Wiley & Sons. Inc, New York, 1995.
8. R. L. Blaine. Specific Heat Capacity Measurements Using 1090 Data Analysis: Du Pont Thermal Analysis, Wilmington, DE, 1989.
9. Thermal Analysis System TA-50WSI, Instruction Manual, Shimadzu Corporation Testing & Weigh Equipment Division, Kyoto Japan, 1993.
10. C. T. Lynch, Practical Handbook of Material Science, CRC Press Inc., Florida, 1989.