

**KETAHANAN OKSIDASI LAPISAN ALUMUNIUM SILICIDE
PADA SUBSTRAT INCONEL 625**

TUGAS AKHIR



**SURYA
UNIVERSITY**

**EDWARD EDBERG HALIM
1400510026**

**PROGRAM STUDI TEKNIK FISIKA
FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS SURYA
TANGERANG
2018**

LEMBAR PERNYATAAN BEBAS PLAGIAT

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Edward Edberg Halim
Program Studi : Teknik Fisika
Judul Proposal Skripsi : Ketahanan Oksidasi Lapisan Alumunium Silicide pada Substrat Inconel 625

Dengan ini menyatakan bahwa proposal Skripsi/TA yang telah saya tulis merupakan hasil karya saya sendiri dan belum pernah dipublikasikan sebelumnya. Adapun bagian-bagian tertentu dalam penulisan proposal Skripsi/TA yang saya kutip dari hasil karya orang lain telah dituliskan dalam sumbernya secara jelas sesuai dengan panduan penulisan dari Universitas Surya.

Sesuai dengan Permendiknas Republik Indonesia Nomor 17 Tahun 2010 tentang Pencegahan dan Penanggulangan Plagiat di Perguruan Tinggi, apabila pernyataan ini terbukti tidak benar maka saya bersedia menerima sanksi dan konsekuensi yang telah diputuskan oleh Universitas Surya. Demikian surat pernyataan ini saya buat untuk dipergunakan sebagaimana mestinya.

Tangerang, 27 Juli 2018

Edward Edberg Halim

ABSTRAK

EDWARD EDBERG HALIM. Ketahanan Oksidasi Lapisan Aluminium Silicide pada Substrat Inconel 625. Dibimbing oleh Niki Prastomo, Eni Sugiarti, dan Robi Sobirin.

Pack Cementation merupakan salah satu metode pelapisan tahan panas untuk meningkatkan ketahanan oksidasi temperatur tinggi komponen turbin gas. Substrat yang umumnya digunakan Ni-base superalloys. Untuk meningkatkan ketahanan oksidasi pada substrat digunakan lapisan Al-Si. Selain itu, perlakuan *heat treatment* membantu untuk memperbaiki struktur permukaan agar semakin homogen atau semakin tahan oksidasi. Pada penelitian ini, substrat yang digunakan adalah Inconel 625 dengan ukuran 15x15x1,5 mm. Komposisi campuran serbuk yang digunakan Al (2,6 wt%), Si (10 wt%), NH₄Cl (4 wt%), dan Al₂O₃ (83,4 wt%). Proses *pack cementation* menggunakan *horizontal heated furnace* pada temperatur 900°C dengan waktu tahan 5 jam. Perlakuan *heat treatment* diaplikasikan pada temperatur 1000°C dengan variasi waktu 6, 9, 12 jam. Dilanjutkan dengan uji oksidasi pada temperatur 1000°C dengan total durasi 100 jam. Sampel dengan *heat treatment* selama 6 jam pada suhu 1000°C memiliki ketahanan oksidasi paling baik dengan 2 konstanta parabolik : $3.3 \times 10^{-12} \text{ gr}^2\text{cm}^{-4}\text{s}^{-1}$ dan $9.3 \times 10^{-12} \text{ gr}^2\text{cm}^{-4}\text{s}^{-1}$. Hasil FESEM menunjukkan morfologi lapisan setelah oksidasi terbentuk butiran secara merata. Data XRD menunjukkan fasa yang terbentuk setelah oksidasi adalah SiO₂, Al₂O₃, dan NiAl. Lapisan oksida protektif yang terbentuk adalah Al₂O₃ dan SiO₂ dengan ketebalan rata-rata 12 μm .

Kata kunci: oksidasi, *pack cementation*, *heat treatment*, Inconel 625, Al-Si.

ABSTRACT

EDWARD EDBERG HALIM. Oxidation Resistance of Aluminium Silicide Coating on Inconel 625 Substrate. Supervised by Niki Prastomo, Eni Sugiarti, and Robi Sobirin.

Pack Cementation is a method to improve oxide protection in gas turbine application. Ni-base superalloys is used as common materials in *Surface Coatings*. In order to improve oxide protection, Al-Si coating is used. Heat treatment is also important to rebuild surface structure, so that the surface is more homogenous. In this research, Inconel 625 is utilized as substrate with dimentions 15x15x1,5 mm. Composition of the powder mixture are Al (2,6 wt%), Si (10 wt%), NH₄Cl (4 wt%), dan Al₂O₃ (83,4 wt%). Pack cementation utilized horizontal heated furnace with 900⁰C for 5 hours. Heat Treatment at temperature 1000⁰C with time variations : 6, 9, and 12 hours. Followed by oxidation test for total 100 hours at 1000⁰C. Sample with heat treatment for 6 hours at 1000⁰C had the best oxidation resistance with 2 parabolic constant: $3.3 \times 10^{-12} \text{ gr}^2\text{cm}^{-4}\text{s}^{-1}$ and $9.3 \times 10^{-12} \text{ gr}^2\text{cm}^{-4}\text{s}^{-1}$. FESEM result shows coatings morphology after oxidation test formed evenly granules. XRD data shows that the phases formed after oxidation are SiO₂, Al₂O₃, and NiAl. The protective oxide layer formed is Al₂O₃ and SiO₂ with an average thickness 12 μm .

Key words: oxidation, pack cementation, heat treatment, Inconel 625, Al-Si.

**KETAHANAN OKSIDASI LAPISAN ALUMUNIUM SILICIDE
PADA SUBSTRAT INCONEL 625**

TUGAS AKHIR

sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik
pada Program Studi Teknik Fisika Energi



**SURYA
UNIVERSITY**

**EDWARD EDBERG HALIM
1400510026**

**PROGRAM STUDI TEKNIK FISIKA
FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS SURYA
TANGERANG
2018**

LEMBAR PENGESAHAN

Judul Proposal Skripsi : Uji Performa Lapisan Alumunium Silicide pada Substrat Inconel 625

Nama : Edward Edberg Halim

NIM : 1400510026

sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk dapat mengikuti ujian sidang skripsi pada Program Studi Teknik Fisika, Fakultas Teknik, Universitas Surya.

Pembimbing I : Dr. Eng. Niki Prastomo ()

Pembimbing II : Dr. Eni Sugiarti, M. Eng ()

Pembimbing II : Robi Sobirin, M. Si ()

Penguji : Agie Maliki Akbar, M. Si ()

Penguji : M. Nanda Setiawan, M. Sc ()

PRAKATA

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah Yang Maha Kuasa atas segala karunia-Nya sehingga proposal skripsi/tugas akhir ini berhasil diselesaikan. Tema yang dipilih dalam penelitian yang dilaksanakan sejak bulan Januari 2018 ini adalah Ketahanan Oksidasi Lapisan Aluminium Silicide pada Substrat Inconel 625.

Terima kasih penulis ucapkan kepada Bapak Niki Prastomo dan Ibu Eni Sugiarti selaku pembimbing. Di samping itu, penghargaan penulis sampaikan kepada Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia yang telah bersedia membantu proses penelitian tugas akhir. Kepada Safitry Ramandhany, Astria Nurhermaya, dan Ibu Sri Hastuty yang telah membantu penulis selama proses penelitian.

Ungkapan terima kasih juga disampaikan kepada ayah, ibu, kakak, serta seluruh keluarga dan rekan, atas segala doa dan dukungan.

Semoga karya ilmiah ini dapat bermanfaat bagi para pembacanya.

Tangerang, 27 Juli 2018

Edward Edberg Halim

1400510026

DAFTAR ISI

LEMBAR PERNYATAAN BEBAS PLAGIAT	i
ABSTRAK/ABSTRACT	ii
HALAMAN JUDUL	iv
LEMBAR PENGESAHAN	v
PRAKATA	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR TABEL	viii
 BAB I PENDAHULUAN	 1
Latar Belakang	1
Rumusan Masalah	4
Tujuan Penelitian	5
Ruang Lingkup Penelitian	5
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	 6
<i>Surface Coating</i>	6
Inconel 625	6
<i>Pack Cementation</i>	7
<i>Heat Treatment</i>	11
Pengujian Oksidasi Temperatur Tinggi	11
<i>X-ray Diffraction (XRD)</i>	12
<i>Scanning Microscopy Electron (SEM)</i>	13
Kerangka Pemikiran	13
Hipotesis	14
 BAB III METOLOGI PENELITIAN	 15
Waktu dan Tempat Penelitian	15
Diagram Alir Penelitian	15
Alat dan Bahan	16
Prosedur Penelitian	17
 BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	 21
Hasil Pack Cementation	21
Perbandingan Hasil Uji Oksidasi	23
Karakterisasi setelah Uji Oksidasi	28
 BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	 32
Kesimpulan	32
Saran	32
 DAFTAR PUSTAKA	 33

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.	Struktur atom <i>face centered cubic</i>	1
Gambar 2.	Tekanan parsial Al dan Si <i>chloride</i>	3
Gambar 3.	Ilustrasi 4 lapisan TBC	6
Gambar 4.	Laju Oksidasi	12
Gambar 5.	Kerangka Pemikiran	14
Gambar 6.	Diagram Alir Penelitian	15
Gambar 7.	Grafik pemanasan <i>pack cementation</i>	18
Gambar 8.	Komponen utama <i>pack cementation</i>	18
Gambar 9.	Grafik pemanasan proses <i>heat treatment</i>	19
Gambar 10.	Bagian <i>cross section</i> lapisan setelah <i>pack cementation</i>	21
Gambar 11.	FESEM - permukaan sampel setelah <i>pack cementation</i>	23
Gambar 12.	Kurva perubahan massa uji oksidasi HT 1000 °C 6 jam	24
Gambar 13.	Kurva perubahan massa uji oksidasi HT 1000 °C 9 dan 12 jam	25
Gambar 14.	Kurva perubahan massa uji oksidasi dengan HT dan tanpa HT	26
Gambar 15.	Kurva konstanta parabolik sampel HT dan tanpa HT	27
Gambar 16.	Permukaan lapisan setelah oksidasi	28
Gambar 17.	Hasil XRD setelah oksidasi	29
Gambar 18.	Hasil (a) FESEM dan (b) EDS setelah oksidasi	30
Gambar 19.	Hasil <i>cross section</i> dan <i>line</i> EDS setelah (a) PC; (b) Oksidasi	30
Gambar 20.	Distribusi Al-Si setelah oksidasi pada permukaan lapisan	31

DAFTAR TABEL

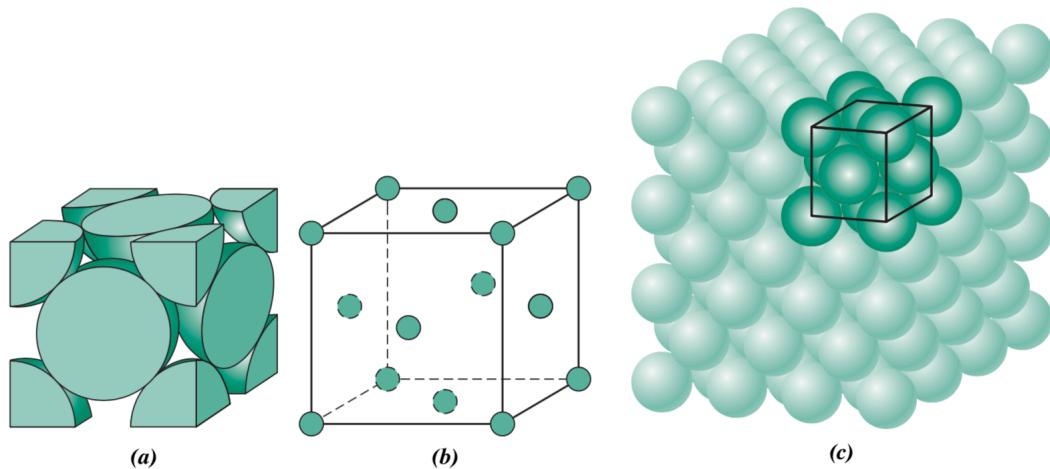
Tabel 1.	Komposisi Inconel 625	6
Tabel 2.	Laju perubahan massa sampel dengan HT dan tanpa HT	24

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Turbin merupakan salah satu komponen terpenting pada pembangkit listrik tenaga gas sebagai penggerak untuk menghasilkan daya listrik. Terdapat 4 bagian dari turbin yaitu: *air intake*, *compressor*, *combuster*, dan *turbine blade* dengan temperatur operasi sekitar $750\text{ }^{\circ}\text{C} - 1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Lai , 2014). *Nickel-base superalloys* (seperti *Inconel* dan *Hastelloy*) sering digunakan sebagai material utama untuk komponen *combuster* dan bilah turbin (Muktinutalapati, 2011), material ini dapat digunakan pada lingkungan temperatur tinggi karena *nickel-base superalloys* memiliki stabilitas yang baik dibandingkan dengan logam lainnya. Struktur kristal *nickel-base superalloys* adalah *Face Center Cubic* (FCC). Stabilitas struktur mikro tinggi dan tingkat *creep* yang rendah pada temperatur tinggi disebabkan oleh laju difusi yang rendah pada struktur FCC (Palmert, 2009).



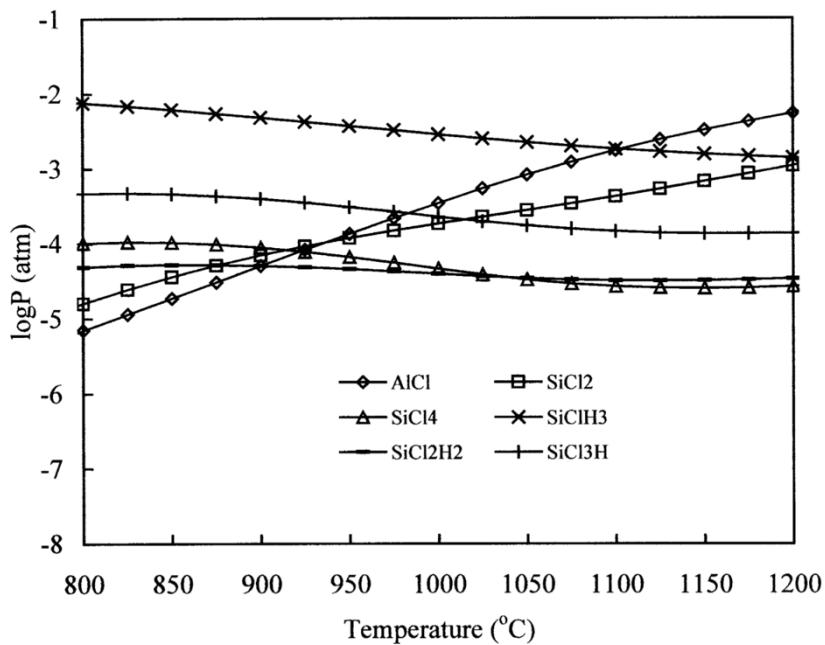
Gambar 1. Struktur atom *face centered cubic* (a) bentuk bola besar
(b) bentuk bola kecil; (c) gumpalan (Callister, 2015)

Proses pelapisan (*protective coating*) dilakukan untuk meningkatkan durasi penggunaan (*service life*) *nickel-base superalloys*. Alumunium paling umum digunakan sebagai unsur pelapis (Xiang dan Datta, 2003). Saat terjadi oksidasi, unsur ini membentuk lapisan protektif Al_2O_3 yang stabil (Lai, 2014; Tong, dkk., 2010). Metode pelapisan ini disebut *aluminide coating*.

Menurut Rani (2016), *aluminide coating* saja tidak cukup kuat untuk menahan korosi temperatur tinggi oleh Na_2SO_4 . Ketahanan terhadap oksidasi dan korosi temperatur tinggi dapat ditingkatkan dengan cara ditambahkan unsur silikon pada *aluminide coating* (Mansuri, dkk., 2015). Proses yang menghasilkan lapisan Al-Si ini disebut *Si modified aluminide coating*. Menurut Cao (2014), unsur Si mendorong difusi keluar unsur Al untuk membentuk Al_2O_3 saat terjadi proses oksidasi sehingga meningkatkan ketahanan oksidasi. Lapisan luar yang kaya unsur Si dapat mendorong pembentukan lapisan SiO_2 secara *continuous* di bawah lapisan oksida sehingga dapat mencegah difusi ke dalam oleh oksigen.

Metode *pack cementation* dengan prinsip *diffusion coating* digunakan untuk membentuk lapisan Al-Si. Terdapat 4 bagian penting dari proses *pack cementation* yaitu: serbuk Al_2O_3 sebagai *inert filler* untuk mencegah penggumpalan, serbuk NH_4Cl sebagai aktuator untuk mendepositikan *masteralloy*, serbuk *masteralloy* (unsur-unsur yang akan didepositikan), dan substrat yang akan dilapisi.

NH_4Cl merupakan salah satu aktuator yang tepat untuk *co-deposition* Al dan Si. Sekitar 2-5 wt% NH_4Cl yang digunakan sebagai aktuator. Kadar NH_4Cl untuk deposisi dan ko-deposisi yang paling sering digunakan oleh para peneliti adalah 4 wt% (Mansuri, dkk., 2015; Fu, dkk., 2014). Pada aktuator NH_4Cl , gas AlCl berperan untuk mendepositikan Al, variasi gas Si dan Cl berperan untuk mendepositikan Si karena memiliki tekanan parsial sama dengan AlCl pada temperatur 900-950 °C.



Gambar 2. Tekanan parsial Al dan Si chloride dengan menggunakan garam NH_4Cl 4 wt% dan Alumunium 2,67 wt% (Xiang dan Datta, 2003)

Berdasarkan Xiang dan Datta (2003), pada *co-deposition* Al-Si, komposisi serbuk Al yang cocok dengan menggunakan aktivator NH_4Cl adalah 1,6-2,7 wt% karena pada jarak tersebut tekanan parsial $\text{AlCl}_{(g)}$ dan Si chloride berada pada keadaan seimbang. Ko-deposisi akan sangat sulit terjadi apabila tekanan parsial $\text{AlCl}_{(g)}$ jauh lebih besar atau lebih kecil dibandingkan dengan tekanan parsial Si chloride. Perbedaan tekanan parsial membuat hanya salah satu unsur Al atau Si yang dapat terdeposisi. Temperatur optimum didapatkan 900-1100 °C untuk proses ko-deposisi Al-Si dengan *pack mixture* yang berisi 2,67 wt% Al. Hal ini dapat terjadi karena kurva tekanan parsial $\text{AlCl}_{(g)}$ memotong kurva tekanan parsial SiCl_2 pada rentang temperatur tersebut, artinya unsur Al dan Si dapat terdeposisi secara bersamaan.

Fu (2014) melaporkan penelitian lapisan Al-Si dengan komposisi Al (2 wt%); Si (2; 4; 6; 8; 10 wt%); NH_4Cl (4 wt%); Al_2O_3 (bal. wt%) pada substrat DZ417G melalui proses *pack cementation* 900 °C selama 2 jam dan dilanjutkan dengan *heat treatment* 1000 °C selama 6 jam. Kombinasi Si 10 wt% paling baik bertahan pada uji oksidasi.

Berdasarkan penelitian sebelumnya oleh Torang (2017), yang mengaplikasikan ko-deposisi Al-Si pada substrat *nickel chrome* dengan komposisi Al (2.6 wt%); Si (10 wt%); NH₄Cl (4 wt%); Al₂O₃ (83.4 wt%) menghasilkan hasil terbaik *pack cementation* pada temperatur 900 °C selama 5 jam karena lapisan alumina yang terbentuk setelah oksidasi bersifat padat.

Lapisan oksida pelindung yang tidak homogen atau banyak retak berpotensi menjadi jalur masuk oksigen ke substrat untuk beroksidasi yang dapat menimbulkan *crack*. *Heat treatment* penting dilakukan untuk membentuk lapisan yang homogen (Kreitberg, dkk., 2017). Penelitian lapisan Al-Si yang telah dilakukan (Mansuri, dkk., 2015; Fu, dkk., 2014) tentang aplikasi *heat treatment* 3-6 jam pada suhu 1000 °C masih belum membentuk lapisan yang sepenuhnya homogen.

Maka dari itu, penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh *heat treatment* dan struktur mikro lapisan melalui uji oksidasi Inconel 625 berlapis Al-Si. Melalui proses *pack cementation* 900 °C selama 5 jam dan *heat treatment* selama 6-12 jam pada temperatur 1000 °C serta uji oksidasi, diharapkan penambahan *heat treatment* dapat menghasilkan lapisan oksida protektif yang lebih baik dengan cara memperbaiki struktur lapisan dengan cara membentuk lapisan yang lebih homogen.

1.2. Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Bagaimana ketahanan oksidasi pada suhu 1000°C selama 100 jam terhadap sampel setelah dilakukan pelapisan dan perlakuan *heat treatment* dengan variasi suhu 6, 9, 12 jam?
2. Bagaimana struktur mikro dan *crystal phase* lapisan Al-Si yang terbentuk setelah proses ko-deposisi dan setelah pengujian oksidasi 1000°C selama 100 jam?

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui ketahanan oksidasi pada suhu 1000°C selama 100 jam terhadap sampel setelah dilakukan pelapisan dan perlakuan *heat treatment* dengan variasi suhu 6, 9, 12 jam.
2. Mengetahui struktur mikro dan *crystal phase* lapisan Al-Si yang terbentuk setelah proses ko-deposisi dan setelah pengujian oksidasi 1000°C selama 100 jam.

1.4. Ruang Lingkup Penelitian

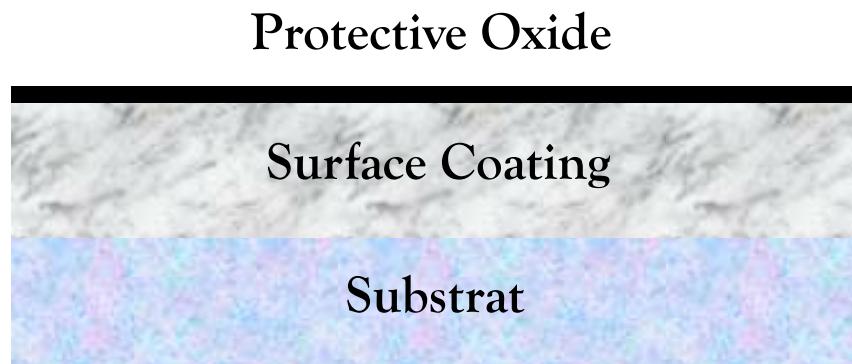
Pada penelitian ini, proses *pack cementation* dilakukan pada temperatur 900 °C dengan waktu tahan 5 jam. Komposisi campuran serbuk Al (2,6 wt%); Si (10 wt%); NH₄Cl (4 wt%); Al₂O₃ (83,4 wt%) untuk tiap proses. Perlakuan *heat treatment* selama perlakuan *heat treatment* selama 6-12 jam pada temperatur 1000 °C. Uji Oksidasi dilakukan selama 100 jam dengan temperatur 1000 °C. X-Ray Diffraction (XRD) dan Scanning Electron Microscopy (SEM) yang dilengkapi dengan perangkat EDS digunakan untuk mengkarakterisasi sampel yang telah dilapisi, diperlakukan *heat treatment*, dan diuji oksidasi.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. *Surface Coating* (SC)

Surface Coating adalah sistem lapisan pelindung agar oksigen tidak bereaksi dengan substrat pada suhu tinggi. Sistem konvensional SC terdiri dari 3 lapisan : (1) substrat *superalloy*, (2) *surface coating*, dan (3) *protective oxide*. Semua lapisan memiliki sifat fisik, mekanik, dan panas yang berbeda, dipengaruhi oleh kondisi pengolahan dan perlakuan. SC digunakan pada komponen mesin turbin seperti : *combustors*, bilah turbin, dan *nozzles* agar mencapai suhu operasi yang lebih tinggi untuk meningkatkan efisiensi (Kumar, 2016).



Gambar 3. Ilustrasi lapisan Surface Coating

2.2 Inconel 625

Inconel 625 berbasis Ni-Cr-Mo dimanfaatkan sebagai komponen penting dalam industri kimia, nuklir, *aerospace* seperti pompa, pipa, *heat exchangers* dikarenakan Inconel 625 memiliki resistansi korosi tinggi. Material ini melebihi resistansi yang signifikan dalam proses lingkungan kimia, termasuk air laut, klorin, media kontaminasi panas, dan *strong oxidizers* (Zhang 2016). Namun, penelitian lain menunjukkan bahwa material paduan Ni tidak terlepas dari masalah korosi (Wang, 2017).

Tabel 1. Komposisi Inconel 625 (Eiselstein dan Tillack, 1991)

Unsur	wt%
Cr	20-30
Ni	Remainder
Mo	8.0-10.0
Co+Nb	1 max
Ta	3.15-4.15
Al	0.4 max
Ti	0.4 max
Co+Nb	0.1 max
Fe	5 max
Mn	0.5 max
Si	0.5 max
P	0.15 max
S	0.15 max

2.3. Pack Cementation (PC)

Pack Cementation merupakan proses pelapisan difusi yang sering digunakan untuk menghasilkan lapisan pada substrat yang memiliki ketahanan yang baik terhadap korosi. Proses ini dapat melapiskan beberapa unsur ke permukaan substrat secara bersamaan. Pelapisan Al dan Si telah dilakukan pada paduan Ni-base selama lebih dari 10 tahun dan layak secara termodinamika (tekanan Al dan Si perlu diseimbangkan). Pada nikel-base superalloy telah diterapkan lapisan *aluminized/siliconized* menggunakan campuran serbuk yang mengandung Al murni dan Si, aktuator NH₄F dan *inert filler* Al₂O₃ serta *heat treatment* pada suhu 1050-1065 °C selama 4 jam. Lapisan yang dihasilkan terdiri dari lapisan β-NiAl dengan kandungan Si (3-6 wt%) sebagai endapan kaya Si (Bianco dan Rapp, 1996).

2.3.1. *Aluminizing*

Pada tahun 1911, Van Aller menciptakan proses *aluminizing*. Campuran serbuk Al, NH₄Cl, dan graphite digunakan untuk mengubur Fe atau Cu. Dilanjutkan dengan proses pemanasan selama 2 jam pada temperatur 450 °C, ditambah dengan *heat treatment* pada temperatur 700-800 °C. Pemilihan substrat, aktivator garam halida, dan sumber Al menentukan komposisi lapisan yang kaya akan Al atau senyawa intermetalik. *Aluminizing* pada awalnya digunakan untuk melapisi tabung Cu dalam aplikasi pembangkit listrik tenaga uap. Selain itu, *aluminizing* juga digunakan untuk melapisi kawat atau pita Fe dalam aplikasi *heating elements*. Lapisan Al₂O₃ terbukti dapat meningkatkan resistansi oksidasi pada suhu tinggi.

Pelapisan *superalloy* berbasis Co dan Ni, tergantung aktivitas sumber Al dan mekanisme pembentukan lapisan. Campuran serbuk *pack* yang mengandung Al dipanaskan pada temperatur 700-900 °C menghasilkan lapisan alumina. Perkembangan lapisan ke arah dalam oleh Al menghasilkan Ni₂Al₃ dengan penyebaran presipitat Cr dan Mo. *Heat Treatment* dilakukan untuk mengubah Ni₂Al₃ menjadi β-NiAl pada temperatur 1000-1100 °C. Transformasi ini membutuhkan difusi Al ke dalam untuk membentuk Ni₂Al₃ dan difusi Ni ke luar dari substrat. Proses *aluminizing* aktivitas rendah meliputi pergerakan ke luar Ni, dilengkapi dengan elemen lain yang berdifusi ke luar dalam larutan padatan atau sebagai presipitat.

2.3.2. *Siliconizing*

Proses pelapisan *silicide* pada substrat *alloys* berbasis Ni dan Fe dapat dilakukan dengan beragam cara, seperti: *pack cementation*, *fusion slurry*, dan *chemical vapor deposition*. Pada awalnya, untuk melapisi *carbon steels* dan Fe digunakan metode aktivasi garam halida *pack cementation*. *Pack* mengandung 6-20% *masteralloy* Si, aktivator garam NH₄Cl dan *filler* Al₂O₃; dipanaskan selama 5-30 jam pada temperatur

1500 °C. Lapisan *silicide* ini terbukti untuk meningkatkan resistansi korosi suhu tinggi (tipe I) dan suhu rendah (tipe II) dari Na₂SO₄.

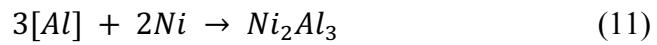
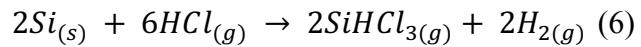
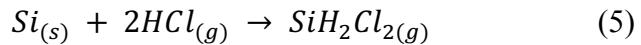
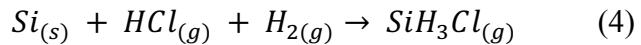
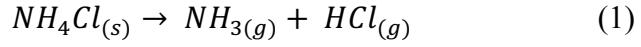
Menurut diagram *crystal phase* Ni-Si, substrat Ni yang ditambahkan dengan Si membentuk senyawa kompleks intermetalik. *Crystal phase* yang terbentuk adalah pada bagian dalam Ni₃Si dan NiSi pada bagian luar. Substrat Fe dengan lapisan Si membentuk *crystal phase* tunggal ferit yang diperkaya dengan 6-11 wt% Si pada bagian luar lapisan. Lapisan ini tidak praktis karena rentan terhadap tekanan dan sangat rapuh. Untuk merasakan efek positif Si diperlukan kombinasi pelapisan lain seperti *aluminide*.

2.3.3. *Co-deposition Al-Si*

Untuk ketahanan oksidasi, kombinasi 2 unsur tahan oksidasi lebih baik daripada paduan metal. Saat paduan Fe-20Cr-5Al dipanaskan pada lingkungan oksidasi, lapisan Cr₂O₃ mulai terbentuk secara kontinu di permukaan paduan. Lapisan ini mencegah oksidasi Fe dengan cara menghalangi oksigen agar tidak berdifusi ke dalam paduan. Selanjutnya, lapisan yang lebih protektif terbentuk dari hasil atom Al yang berdifusi ke luar untuk membentuk Al₂O₃. Kombinasi lapisan Cr₂O₃ dan Al₂O₃ sangat tipis, sekitar 0,5 mg/cm² pertambahan massa oksigen atau 1 - 5 μm. Maka dari itu, dibutuhkan proses *pack cementation* untuk membentuk lapisan dari 2 elemen secara serentak. Diketahui alumina dan silica memiliki daya resistansi korosi lebih tinggi daripada kromia pada lingkungan gas seperti sulfur.

Dalam proses pelapisan, bubuk Al-Si bereaksi dengan garam NH₄Cl untuk membentuk gas Al- dan Si-klorida seperti AlCl, SiCl₂ dan SiH₄ . _xCl_x (x = 1, 2, 3, 4) pada temperatur tinggi. Dari semua gas itu, dipercaya AlCl dan SiCl₂ berpengaruh langsung untuk memindahkan dan mendepositkan Al-Si. Titik ekuilibrium tekanan gas AlCl dan SiCl₂ lebih tinggi dari SiCl₄, SiH₂Cl₂, dan SiHCl₃ di atas 900 °C dan tekanan parsial AlCl dan SiCl₂ bertemu pada saat komposisi Al 2,67 wt%. Gas Al- dan Si-

klorida berdifusi ke arah substrat dan melepas atom aktif Al dan Si untuk membentuk lapisan Al-Si. Berikut adalah reaksi kimia yang mungkin terjadi pada proses ko-deposisi Al-Si:



2.4. *Heat Treatment* (HT)

Heat Treatment (perlakuan panas) bertujuan untuk mengubah struktur logam melalui proses memanaskan sampel dengan tungku pada temperatur rekristalisasi (pembentukan padatan) selama durasi waktu tertentu, kemudian didinginkan pada media pendingin seperti udara. Proses perubahan Ni_2Al_3 menjadi β -NiAl terjadi pada temperatur 1000 - 1100 °C (Bianco dan Rapp, 1996).



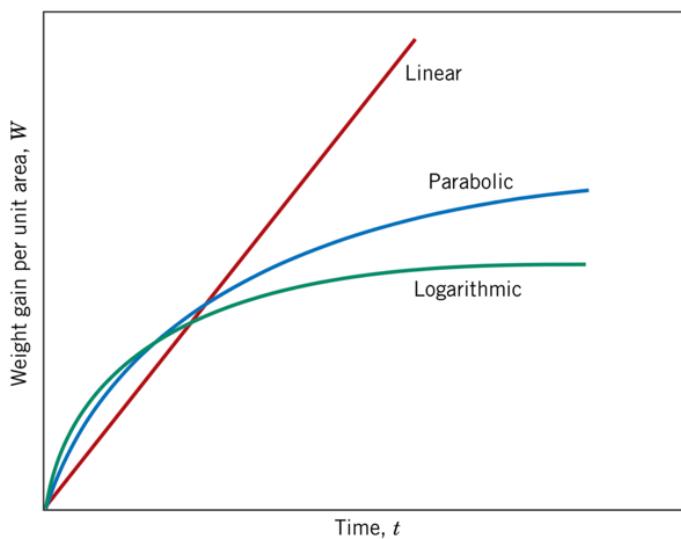
Struktur mikro logam sangat mempengaruhi sifat-sifat logam terutama sifat mekanik, logam murni atau paduan akan memiliki sifat mekanis yang berbeda-beda apabila struktur mikronya diubah. Kecepatan dan percepatan pemanasan atau pendinginan menghasilkan struktur yang bervariasi. Bukan hanya perlakuan panas ini dapat memperbaiki struktur kompleks, tetapi metode ini juga sangat ekonomis sehingga siap untuk diaplikasikan secara komersial.

2.5. Pengujian Oksidasi Temperatur Tinggi

Adsorpsi oksigen membentuk oksida pada permukaan material merupakan proses oksidasi. Lapisan proteksi terbentuk dari proses nukleasi dan pertumbuhan lapisan. Persyaratan lapisan proteksi adalah daya lekat tinggi, homogen, tidak ada kerusakan mikro atau makro seperti retak atau terkelupas. Lapisan oksida Al_2O_3 biasanya menjadi lapisan pelindung. Apabila lapisan oksida retak / hilang tidak memberikan proteksi. Pada bagian retak, oksigen dapat masuk melewati celah lapisan oksida dan mengoksidasi metal. Lapisan oksida yang tebal dengan daya lekat tinggi akan melindungi metal dari oksidasi (Callister, 2015).

Hukum logaritma, linier, dan parabola menggambarkan tingkat oksidasi untuk logam secara umum dan paduan. Oksida terbentuk melalui reaksi oksidasi pada permukaan logam, diukur dengan penambahan berat. Selama oksidasi, penambahan berat pada setiap waktu (t) sebanding dengan ketebalan oksida (x). Hukum parabolik digunakan saat oksida yang terbentuk tidak berpori dan melekat

pada permukaan metal. Hubungan parabolik muncul antara perubahan massa per unit area dan waktu. Saat oksida yang terbentuk berpori atau lapisan terkelupas, laju oksida yang digunakan adalah linier. Hukum logaritma hanya digunakan apabila lapisan oksida yang terbentuk sangat tipis (di bawah 100 nm).



Gambar 4. Laju Oksidasi (Callister, 2015)

2.6. X-Ray Diffraction (XRD)

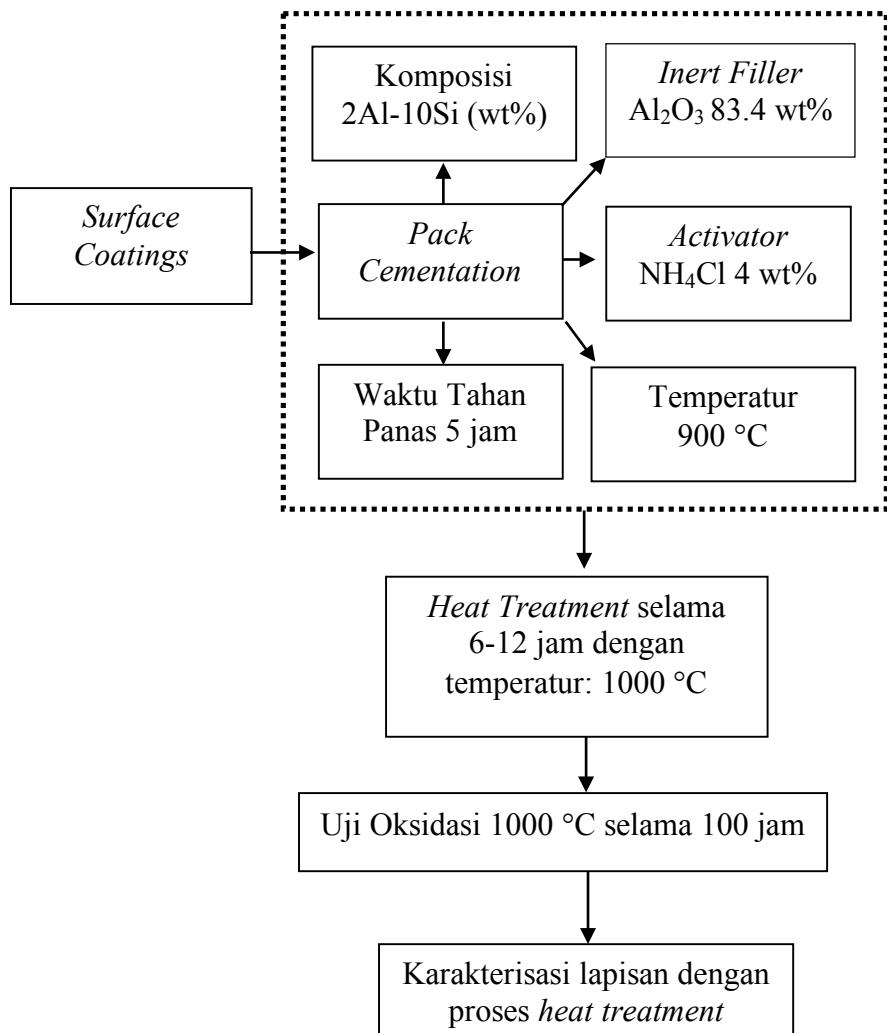
XRD merupakan alat yang memanfaatkan prinsip kerja difraksi sinar X. Sinar ini dapat menjalar pada medium apapun dengan kecepatan cahaya. Sinar X tidak dapat dibelokkan oleh lensa, tetapi dapat dipantulkan oleh cermin. XRD terdiri dari tiga bagian utama, yaitu: tabung sinar X, tempat objek yang diteliti, dan detektor sinar X. Tabung sinar X berisi filamen yang dipanaskan untuk menghasilkan elektron. Ketika elektron mempunyai tingkat energi yang tinggi dan menumbuk objek, pancaran sinar X dihasilkan. Objek dan detektor berputar untuk menangkap intensitas refleksi sinar X. Detektor merekam dan memproses sinyal sinar X menjadi grafik (Suryanarayana dan Norton, 1998). Setelah itu, pola difraksi dibandingkan dengan *database* difraksi internasional pada *software High Score Plus*. Melalui pencocokan *d-spacing crystal phase* dapat diketahui struktur kristal apa yang terbentuk.

2.7. Scanning Microscopy Electron (SEM)

SEM adalah sebuah mikroskop elektron untuk menyelidiki permukaan objek solid. SEM memiliki perbesaran 10 - 3.000.000 kali, *depth of field* 4 - 0.4 mm, dan resolusi sebesar 1 - 10 nm. SEM terdiri dari tiga bagian, yaitu: *electron beam*, tempat objek, dan detektor. *Electron gun* berisi lilitan tungsten sebagai katoda. Tegangan diberikan kepada lilitan yang mengakibatkan pemanasan. Anoda kemudian membentuk gaya tarik elektron. Kemudian *electron beam* difokuskan pada permukaan sampel dengan menggunakan dua buah lensa kondenser. Hamburan elektron, seperti: *Secondary Electron* (SE) dan *Back Scattered Electron* (BSE) dari permukaan sampel akan dideteksi oleh detektor dan diproses untuk menghasilkan gambar. Detektor EDS berfungsi untuk menangkap informasi komposisi sampel pada skala mikro. *Backscatter detector* berfungsi untuk menangkap informasi mengenai nomor atom. *Secondary detector* berfungsi menangkap informasi tentang topografi (Oatley, 2004).

2.6. Kerangka Pemikiran

Berdasarkan latar belakang dan dasar teori yang telah disusun, didapatkan diagram kerangka pemikiran pada gambar 5. Proses pelapisan Al-Si menggunakan metode *pack cementation*. Terdapat lima faktor yang digunakan, yaitu: bahan dasar pelapis, *inert filler*, *activator*, temperatur pemanasan, dan durasi pembentukan. Setelah sampel terlapisi, dilakukan proses *heat treatment*. Uji oksidasi dilakukan pada temperatur 1000 °C selama 100 jam. Proses karakterisasi XRD, SEM, dan EDS dilakukan untuk mengetahui struktur mikro dan *crystal phase* apa yang terbentuk pada sampel.



Gambar 5. Kerangka Pemikiran

2.7. Hipotesis

Berdasarkan landasan teori dan kerangka pemikiran yang telah dipaparkan, dapat ditarik 2 buah hipotesis yang akan dibuktikan dalam penelitian ini:

1. Performa sampel yang menerima perlakuan HT lebih tahan oksidasi daripada sampel lain karena lapisan yang terbentuk sangat rapat sehingga oksigen sulit masuk ke dalam lapisan.
2. Struktur mikro sampel dengan perlakuan HT memiliki lapisan yang lebih homogen karena durasi pemanasan mempengaruhi homogenitas permukaan. Oksida protektif yang terbentuk adalah Al₂O₃ dan SiO₂.

BAB III

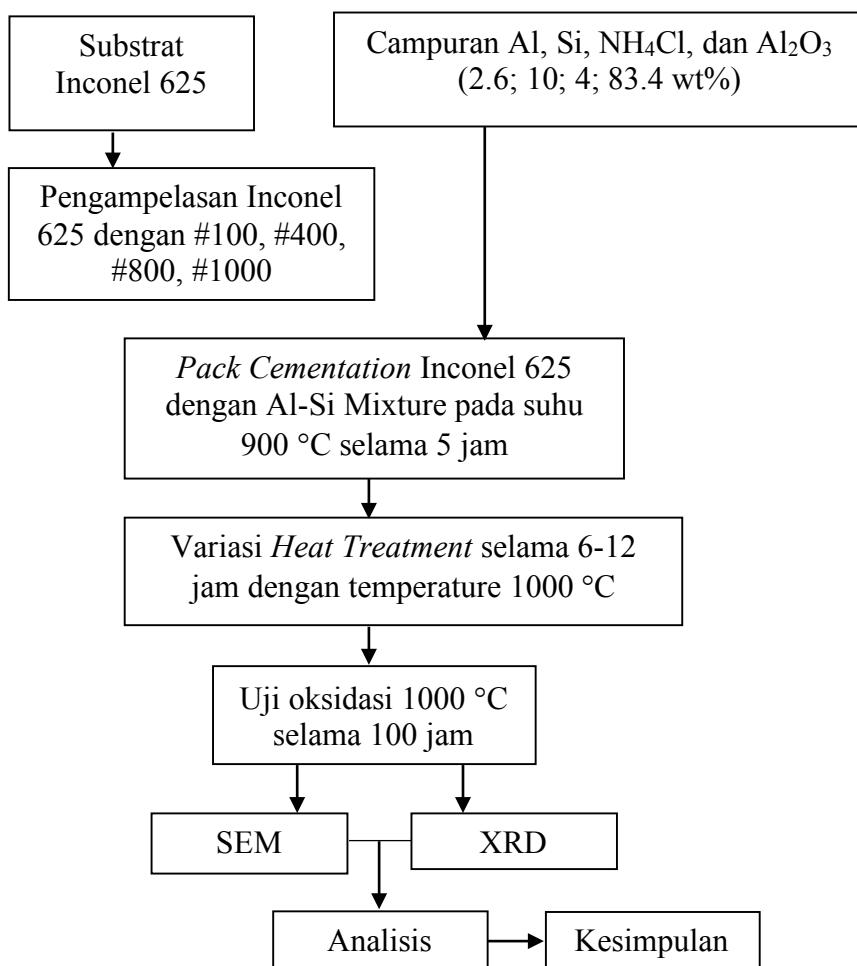
METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada laboratorium *High Temperature Material Coatings* Pusat Penelitian Fisika, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (P2F-LIPI) selama 6 bulan dari tanggal 2 Januari 2018 hingga 6 Juni 2018.

3.2. Diagram Alir Penelitian

Diagram alir dari eksperimen *pack cementation* Al-Si dengan *heat treatment* sebagai berikut :



Gambar 6. Diagram Alir Penelitian

3.3. Alat dan Bahan

3.3.1. Alat

Peralatan yang digunakan dalam eksperimen :

1. Neraca Digital
2. *Ultrasonic Cleaner*
3. *Polisher Machine*
4. *Oven*
5. Jangka Sorong
6. *Hair Dryer*
7. Spatula
8. *Scanning Electron Microscopy (SEM)*
9. *X-Ray Diffractometer (XRD)*
10. Gelas Beker
11. Alat pemotong
12. *Ceramic Crucible*
13. *Horizontal Heated Furnace*
14. *Muffle Furnace*
15. *Furnace HT*
16. Kertas Ampelas
17. Pinset

3.3.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam eksperimen:

1. Inconel 625
2. Serbuk Al
3. Serbuk Si
4. Serbuk NH₄Cl
5. Serbuk Al₂O₃
6. *Aquades*
7. *Alumina Polisher*

3.4. Prosedur Penelitian

3.4.1. Persiapan Awal

Eksperimen dimulai dengan memotong substrat *nickel chrome* sampai berdimensi 15x15x1,5 mm. Mengampelas permukaan substrat dengan kertas ampelas #100, #360, #600, #800, dan #1000 secara runtun sampai mengkilap, agar lapisan mudah menempel. Pengampelasan dilakukan di dalam air dan dilakukan dengan menggosok searah agar struktur substrat tidak rusak. Sebelum mengambil foto permukaan substrat, mengukur dimensi dan massa substrat dengan jangka sorong dan neraca digital. Larutan *aquades* digunakan dalam proses pencucian substrat menggunakan *ultrasonic cleaner*.

3.4.2. *Pack Cementation*

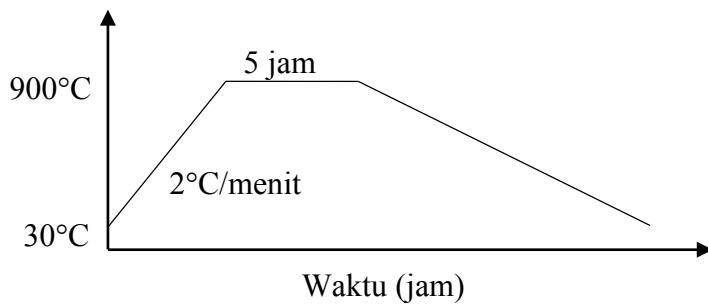
A. Persiapan Al-Si *Pack Mixture*

Menyiapkan serbuk Al (2,6 wt%), Si (10 wt%), NH₄Cl (4 wt%), dan Al₂O₃ (83,4 wt%). Serbuk Al dan Si sebagai sumber pelapis, serbuk garam halida NH₄Cl sebagai media pelapisan Al-Si, dan Al₂O₃ berfungsi untuk menjaga campuran serbuk agar tidak menggumpal pada saat dipanaskan. Menimbang massa masing-masing serbuk, lalu mengaduk sampai homogen ditandai dengan perubahan warna berhenti. Al-Si *pack mixture* siap digunakan setelah campuran homogen (Xiang dan Datta, 2003).

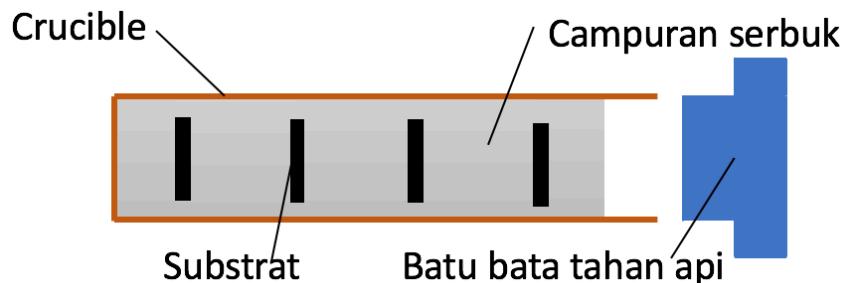
B. *Pack Cementation* Al-Si

Seluruh bagian substrat ditutupi dengan Al-Si *pack mixture* di dalam *ceramic crucible*. Penutupan *ceramic crucible* menggunakan bata tahan api, menempelkannya dengan semen putih. *Ceramic crucible* dipanaskan dengan *oven* bertemperatur 80 °C agar kandungan *moisture* dalam *pack mixture* hilang dan mengeringkan semen putih. Setelah itu, *ceramic crucible* dimasukan ke dalam *horizontal heated furnace*, mengalirkan gas argon dan memanaskan tungku. Temperatur *furnace* yang diaplikasikan yakni: 900 °C

selama 5 jam. Setelah durasi waktu terpenuhi, *ceramic crucible* didinginkan sampai 100 °C di dalam *horizontal heated furnace*. Sampel dikeluarkan dan gas argon berhenti dialirkan, dicuci dengan *ultrasonic cleaner*, mengukur massa, dan menangkap foto sampel.



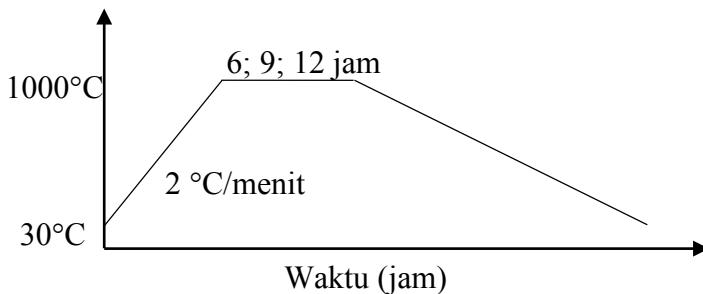
Gambar 7. Grafik pemanasan *pack cementation*



Gambar 8. Komponen utama *Pack Cementation*

3.4.3. Heat Treatment

Sampel yang sudah terlapis Al-Si, diberi perlakuan panas agar permukaan lapisan semakin homogen, mempersulit oksigen untuk berikatan dengan substrat. Proses pemanasan ini (*annealing*) dilakukan sebanyak tiga kali dengan variasi durasi 6, 9 , dan 12 jam dengan temperatur 1000 °C dalam keadaan vacuum, dilanjutkan proses pendinginan secara perlahan (Fu, 2014).



Gambar 9. Grafik pemanasan proses *heat treatment*

3.4.4. Oksidasi

Ketahanan sampel terhadap korosi suhu tinggi diketahui melalui proses oksidasi. Proses ini memakan waktu 100 jam dengan durasi yang bervariasi pada temperatur 1000 °C. Dimulai dari *muffle furnace* yang memanaskan sampel dari temperatur ruang (30 °C) sampai temperatur 1000 °C selama 1 jam. Menurunkan temperatur *muffle furnace* kembali ke suhu ruang. Sampel dikeluarkan, ditimbang serta difoto untuk mengetahui perubahan yang terjadi. Mengulangi proses oksidasi sampai total durasi 100 jam dengan pola durasi 1; 2; 4; 8; 10; 12; 14; 15; 16; 18. Membuat kurva laju pertumbuhan oksidasi dengan menampilkan grafik durasi oksidasi terhadap perubahan massa sampel per satuan luas (Callister, 2015).

3.4.5. Karakterisasi Difraksi Sinar-X

Karakterisasi difraksi sinar-x (XRD) digunakan untuk menganalisa fase kristal yang menyusun sampel. Dengan menggunakan gelombang CuK α pada range panjang gelombang 2θ , 20-80°. Pola difraksi yang terbentuk akan dicocokkan dengan *Crystallography Open Database* (COD) dan *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD).

3.4.6. Karakterisasi SEM

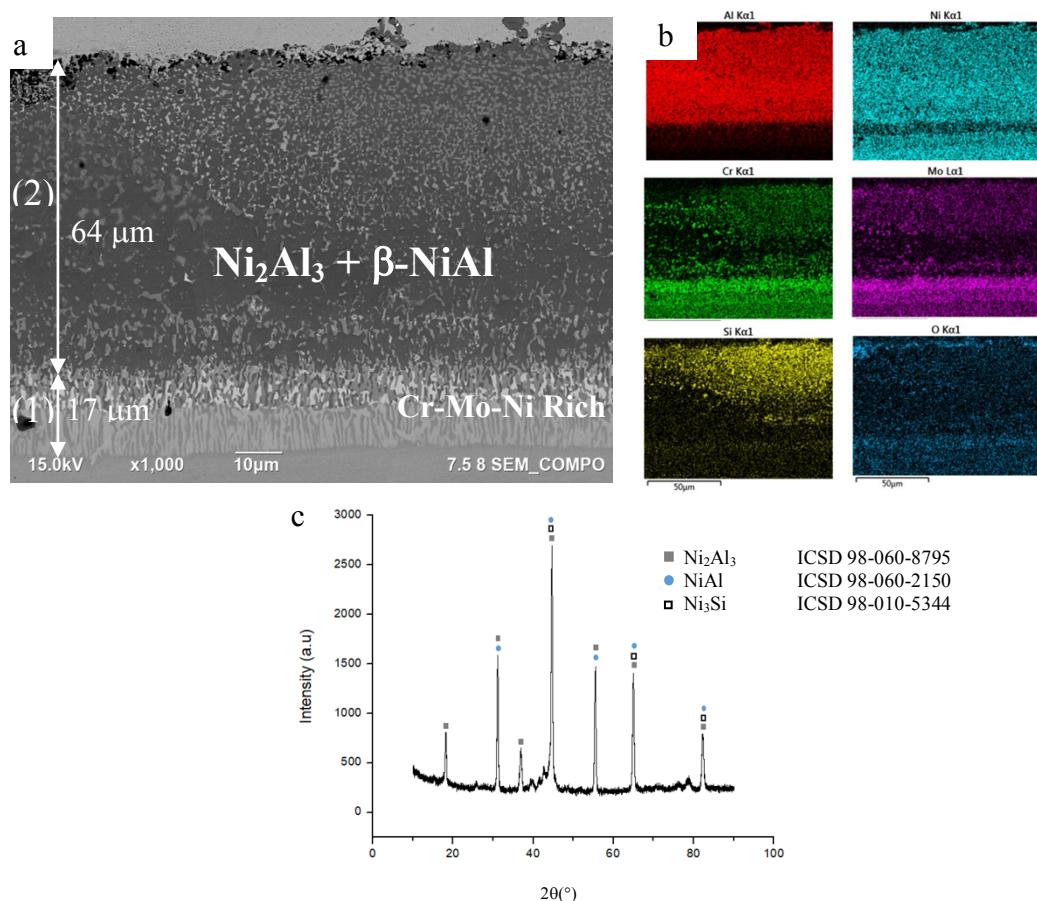
Bertujuan untuk menganalisa morfologi dan struktur dari permukaan sampel. Sebelum dikarakterisasi, sampel akan ditutupi pelapis karbon untuk mengurangi efek deposisi muatan (*charging*) pada sampel. Pengamatan dengan menggunakan *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (EDS) juga dilakukan untuk mengamati unsur yang terdapat pada partikel.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

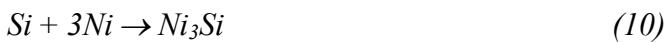
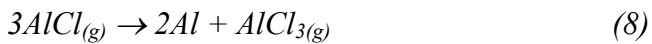
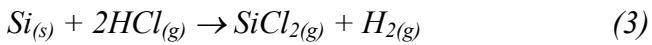
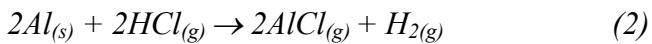
4.1. Hasil Pack Cementation

Gambar 10 merupakan bagian *cross section* hasil Pack Cementation 900 °C selama 5 jam. Konsentrasi unsur-unsur pada lapisan Al-Si didapatkan dari EDS. Lapisan terdiri dari 2 bagian, yaitu *interdiffusion layer* (1) dan *outer layer* (2) dengan ketebalan 17 μm dan 64 μm . Konsentrasi unsur-unsur dari hasil EDS menunjukkan pada bagian *outer layer* kaya akan unsur Si-Al-Ni dan *interdiffusion layer* kaya akan unsur Cr-Mo-Ni. Berdasarkan hasil XRD permukaan sampel pada gambar 10 dapat dilihat *crystal phase* yang terbentuk adalah Ni_2Al_3 , $\beta\text{-NiAl}$, dan Ni_3Si . *X-ray diffraction* (XRD) tidak dapat mendeteksi senyawa pada *interdiffusion layer* karena memiliki kedalaman penetrasi maksimum (Liu, dkk., 2010).



Gambar 10. Bagian *cross section* lapisan setelah *pack cementation* 900°C selama 5 jam (a) FESEM; (b) pemetaan unsur-unsur pelapis; (c) XRD

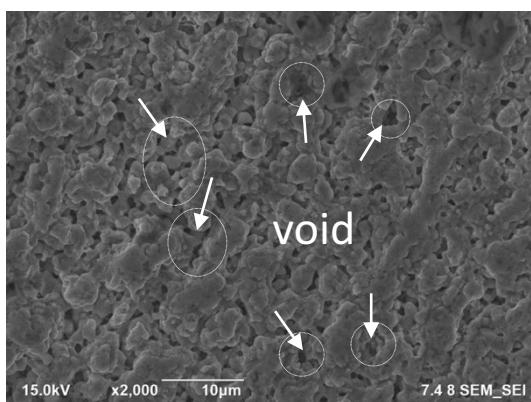
Dari data ini membuktikan bahwa unsur Al dan Si mampu membentuk ikatan dengan Ni dari substrat. Dalam proses ko-deposisi, serbuk Al dan Si bereaksi dengan garam NH_4Cl membentuk gas Al- dan Si-*chloride*. Pada temperatur 900°C , gas AlCl dan SiCl_2 memiliki tekanan parsial yang sama sehingga pelapisan Al dan Si dapat terjadi. Reaksi Al atau Si dengan Ni sangat kuat, maka Al dan Si dilepaskan dari bentuk gas *chloride*. Pergerakan difusi Si ke dalam substrat menghasilkan Ni_3Si , sedangkan pergerakan difusi Al ke dalam membuahkan salah satu lapisan yang terbentuk pada awal deposisi, yaitu: Ni_2Al_3 . Proses ini disebut sebagai aktivitas tinggi Al. *Heat Treatment* pada suhu 1000°C dapat mengubah Ni_2Al_3 menjadi $\beta\text{-NiAl}$ secara keseluruhan. Berikut adalah prediksi reaksi kimia yang terjadi pada proses ko-deposisi (Fu, dkk., 2014):



Gambar 11 merupakan morfologi permukaan lapisan terbentuk seperti gumpalan-gumpalan dan terlihat banyak ruang kosong. Rongga atau ruang kosong ini tidak diinginkan karena dapat menjadi jalan masuk oksigen untuk bereaksi di dalam lapisan. Apabila banyak oksida yang terbentuk di dalam lapisan, kegagalan lapisan terjadi dalam bentuk *crack* (Mvrel, dkk., 1986). Pecahnya lapisan membuka jalan baru untuk oksigen lewat, semakin banyak oksida yang terbentuk membentuk

crack pada bagian lapisan lain. Siklus ini berlanjut sampai seluruh lapisan terlepas dari substrat. Maka dari itu, diperlukan *heat treatment* untuk membuat lapisan lebih homogen sehingga menutup jalan oksigen untuk masuk ke dalam lapisan.

Hasil EDS, XRD, dan FESEM pada penelitian ini sesuai dengan analisis yang dilakukan Torang (2017). *Mapping EDS* menunjukkan bagian *outer layer* dipenuhi dengan unsur Ni dan Al. Data XRD menunjukkan *crystal phase* yang terbentuk adalah Ni_2Al_3 dan $\beta\text{-NiAl}$. Morfologi permukaan lapisan terbentuk gumpalan-gumpalan dan memiliki rongga.



Gambar 11. FESEM - permukaan sampel setelah pack cementation

4.2. Perbandingan Hasil Uji Oksidasi

Sampel dari proses *pack cementation* ditambahkan *heat treatment* (HT) pada suhu 1000°C dan durasi yang berbeda yaitu: 6, 9, dan 12 jam. Setelah itu dilanjutkan dengan uji oksidasi pada suhu 1000°C selama 100 jam. Terdapat 2 formula yang akan digunakan, yaitu: konstanta parabolik untuk lapisan yang tidak berpori, dan konstanta linier untuk lapisan yang terkelupas (Callister, 2015).

Konstanta Parabolik

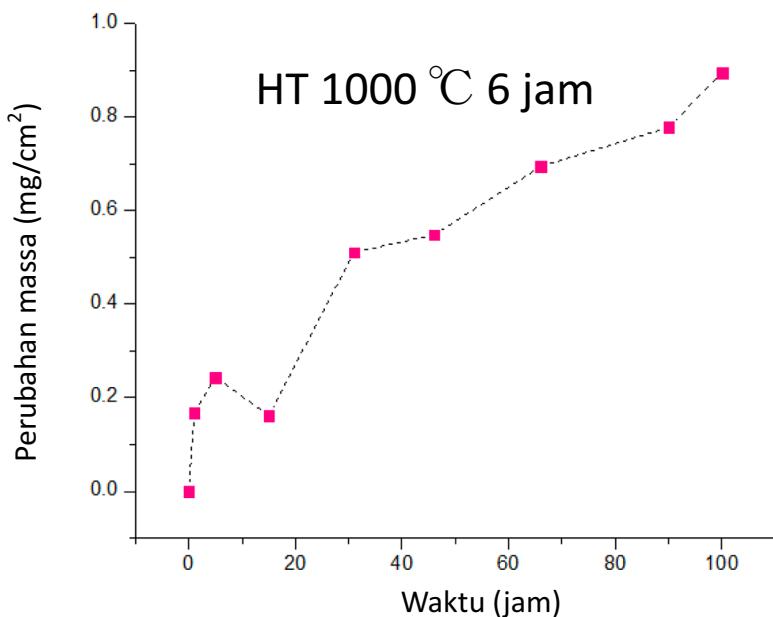
$$(t_n - t_{n-1}) \cdot 3600 \cdot k_p = \left(\frac{p_n - p_{n-1}}{A} \right)^2$$

Konstanta Linier

$$(t_n - t_{n-1}) \cdot 3600 \cdot k_l = \frac{p_n - p_{n-1}}{A}$$

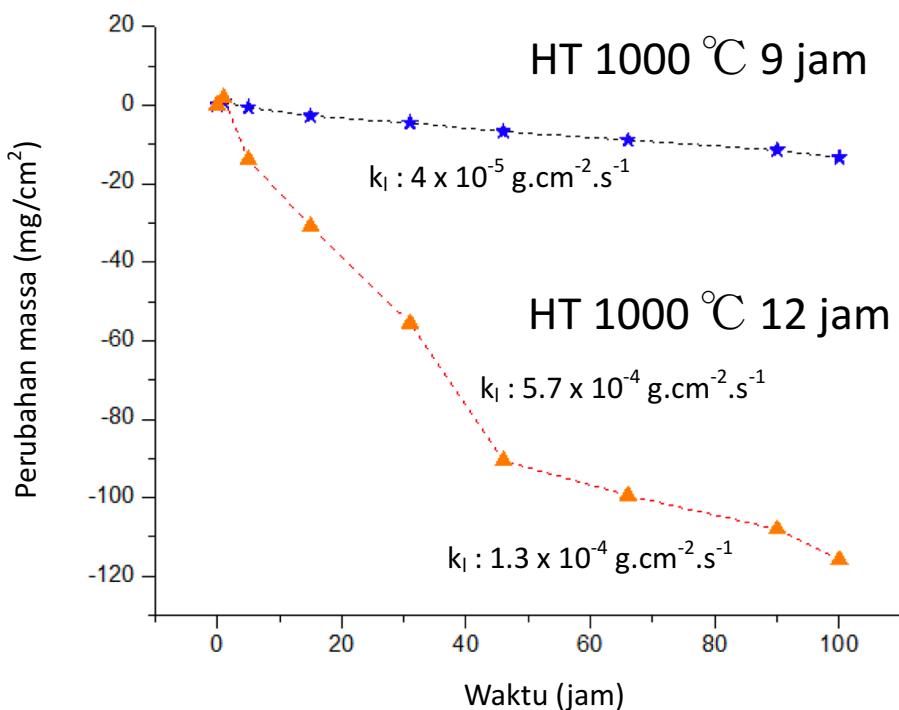
- k_p : konstanta parabolik ($\text{g}^2 \cdot \text{cm}^{-4} \cdot \text{s}^{-1}$)
 k_l : konstanta linier ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$)
 p_n : perubahan massa di titik n (g)
 p_{n-1} : perubahan massa di titik n-1 (g)
 t_n : waktu di titik n (h)
 t_{n-1} : waktu di titik n-1 (h)
 A : total luas (cm^2)

Gambar 12 menunjukkan perubahan massa selama proses oksidasi sampel dengan HT 1000°C selama 6 jam. Secara umum, perubahan massa meningkat secara parabolik. Pada titik 15 jam, perubahan massa mengalami penurunan karena pembentukan lapisan belum stabil sehingga lapisan terkelupas pada bagian lokal. Hal ini tidak mempengaruhi ketahanan oksidasi sampel.



Gambar 12. Kurva ketahanan oksidasi sampel HT 1000°C 6 jam

Gambar 13 menunjukkan perubahan massa selama proses oksidasi sampel HT 1000 °C 9 jam dan 12 jam. Lapisan sampel HT 1000 °C 9 jam rontok dengan konstanta linier sebesar $4 \times 10^{-5} \text{ g.cm}^{-2}.\text{s}^{-1}$ dari durasi waktu 1 jam. Sampel HT 1000 °C 12 jam mengalami penurunan perubahan massa yang curam pada waktu 1 jam sampai 46 jam dengan konstanta linier $5.7 \times 10^{-4} \text{ g.cm}^{-2}.\text{s}^{-1}$ disebabkan oleh lapisan yang terkelupas.

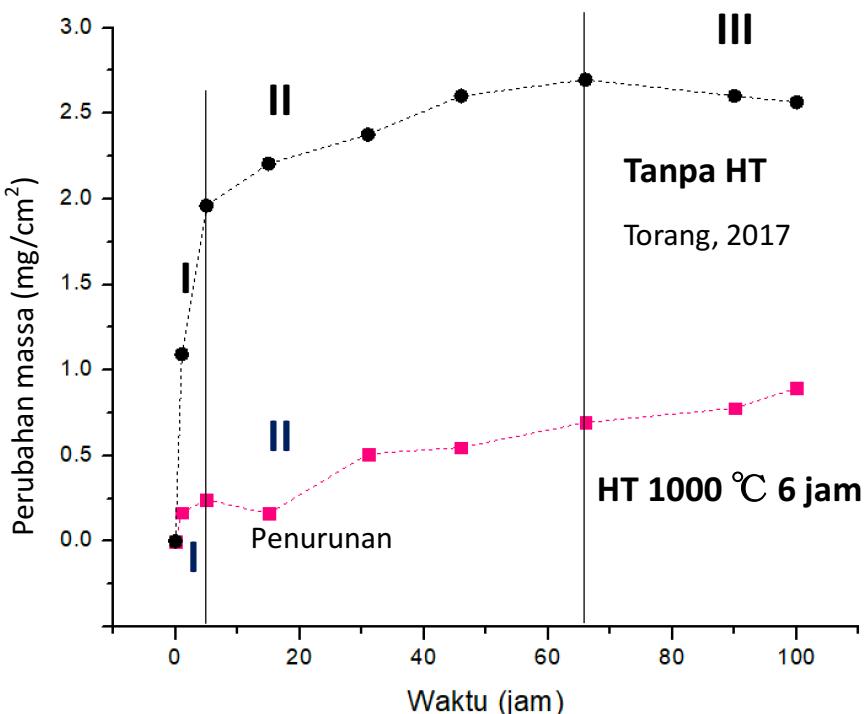


Gambar 13. Kurva ketahanan oksidasi sampel HT 1000 °C 9 dan 12 jam

Setelah durasi oksidasi 46 jam, konstanta linier selanjutnya $1.3 \times 10^{-4} \text{ g.cm}^{-2}.\text{s}^{-1}$ merupakan proses rontoknya substrat. Diduga fenomena ini terjadi karena presipitat yang terbentuk pada saat HT menyebabkan *crack* pada fondasi lapisan (Mittra, dkk., 2013). Semakin lama proses HT, presipitat yang terbentuk semakin besar (Osorio, dkk., 2013).

Dari ketiga sampel, hanya sampel HT 1000 °C 6 jam yang dapat bertahan setelah oksidasi selama 100 jam dan membentuk kurva parabolik. Maka dari itu, sampel HT 1000 °C 6 jam akan dibandingkan dengan sampel tanpa HT dari penelitian sebelumnya.

Gambar 14 merupakan data uji oksidasi terhadap sampel tanpa HT dan dengan HT. Terdapat 3 tahap dalam grafik perubahan massa, tahap I: laju perubahan massa sangat cepat karena pembentukan lapisan oksida protektif, tahap II: laju perubahan massa yang mulai stabil menandakan lapisan oksida melindungi lapisan di bawahnya, dan tahap III: merupakan titik awal kegagalan lapisan ditandai dengan laju perubahan massa mengalami penurunan (Fu, dkk., 2015).

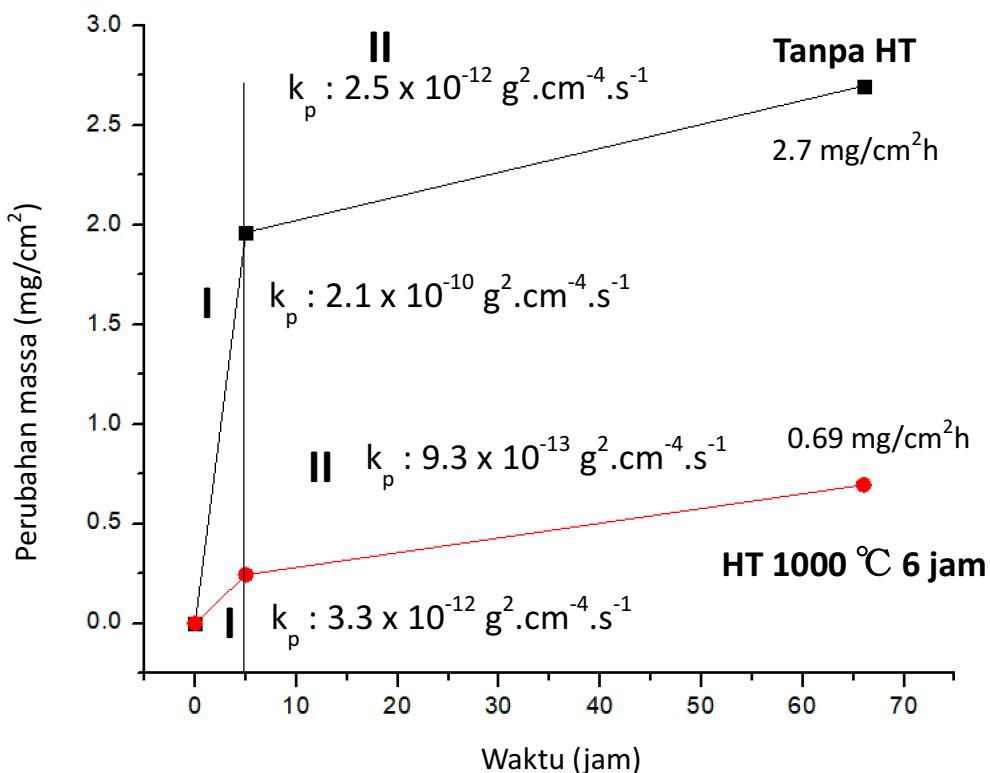


Gambar 14. Kurva perubahan massa uji oksidasi dengan *heat treatment* pada penelitian ini dan tanpa *heat treatment* oleh Torang.

Tabel 2 menyampaikan konstanta parabolik sampel dengan HT dan tanpa HT. Gambar 15 merupakan kurva konstanta parabolik sampel dengan HT dan tanpa HT.

Tabel 2. Konstanta parabolik sampel dengan HT dan tanpa HT

Tahap	Konstanta parabolik ($\text{g}^2 \cdot \text{cm}^{-4} \cdot \text{s}^{-1}$)	
	Tanpa HT	Dengan HT
I	2.1×10^{-10}	3.3×10^{-12}
II	2.5×10^{-12}	9.3×10^{-13}



Gambar 15. Kurva konstanta parabolik antara sampel *heat treatment* pada penelitian ini dan tanpa *heat treatment* oleh Torang.

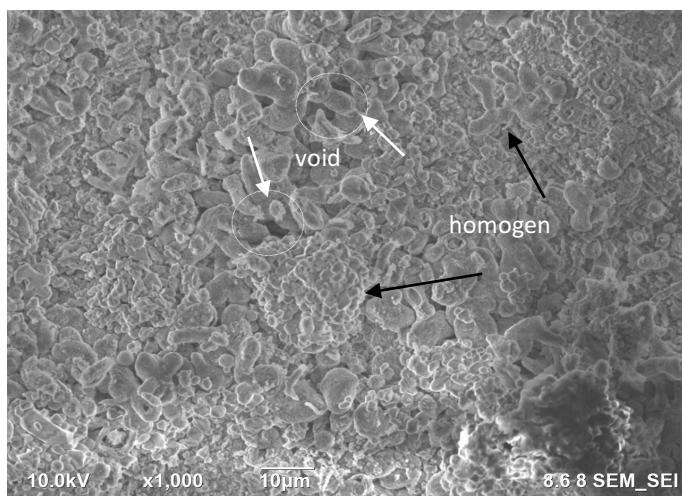
Perubahan massa pada durasi 0-5 jam (tahap I), sampel tanpa HT memiliki perbedaan konstanta parabolik yang sangat tinggi dibandingkan sampel dengan HT yaitu: $2.1 \times 10^{-10} \text{ g}^2 \cdot \text{cm}^{-4} \cdot \text{s}^{-1}$ dan $3.3 \times 10^{-12} \text{ gr}^2 \cdot \text{cm}^{-4} \cdot \text{s}^{-1}$. Pada tahap II (Durasi 5-66 jam), kedua sampel memiliki konstanta parabolik $9.3 \times 10^{-13} \text{ g}^2 \cdot \text{cm}^{-4} \cdot \text{s}^{-1}$ untuk tanpa HT dan $2.5 \times 10^{-12} \text{ gr}^2 \cdot \text{cm}^{-4} \cdot \text{s}^{-1}$ untuk sampel dengan HT. Dengan perubahan massa akhir (66 jam) $2.7 \text{ mg}/\text{cm}^2$ untuk sampel tanpa HT dan $0.69 \text{ mg}/\text{cm}^2$ dengan HT. Dapat dikatakan sampel dengan HT sekitar empat kali lebih baik daripada tanpa HT.

Morfologi sampel setelah PC (Gambar 11) memiliki banyak rongga menyebabkan pada saat oksidasi banyak oksigen yang masuk ke dalam untuk membentuk oksida. Ditunjukkan pada grafik tanpa HT, perubahan massa sangat tinggi. Sampel dengan HT memiliki perubahan massa yang sangat rendah dari awal

oksidasi, hal ini menunjukkan proses HT berfungsi untuk membuat lapisan lebih homogen sehingga oksida yang terbentuk sedikit.

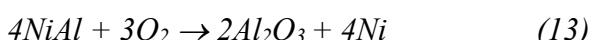
4.3. Karakterisasi setelah Uji Oksidasi

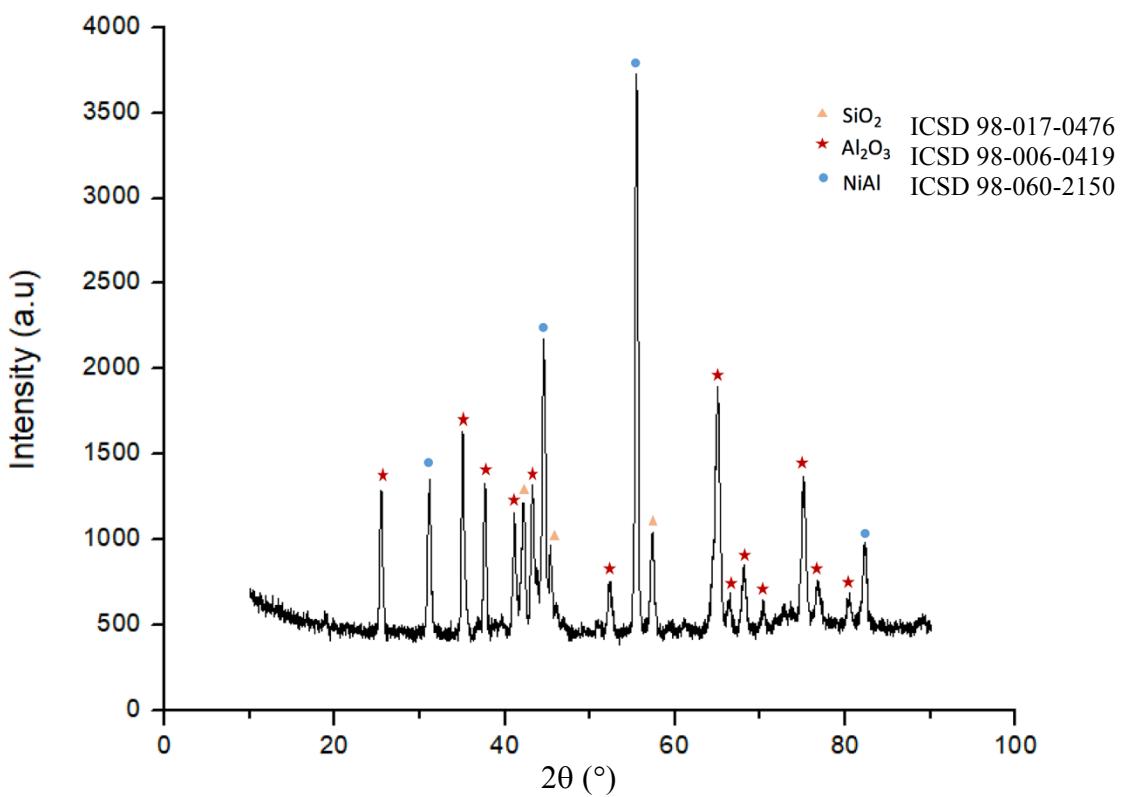
Dapat dilihat pada gambar 16 morfologi permukaan lapisan setelah uji oksidasi membentuk butir-butir secara merata dan hanya sedikit rongga yang terlihat. Hal ini sangat baik karena menutup jalur oksigen masuk yang dapat menyebabkan *crack* ditandai dengan perubahan massa yang bertambah secara perlahan pada gambar 13.



Gambar 16. Permukaan lapisan setelah oksidasi

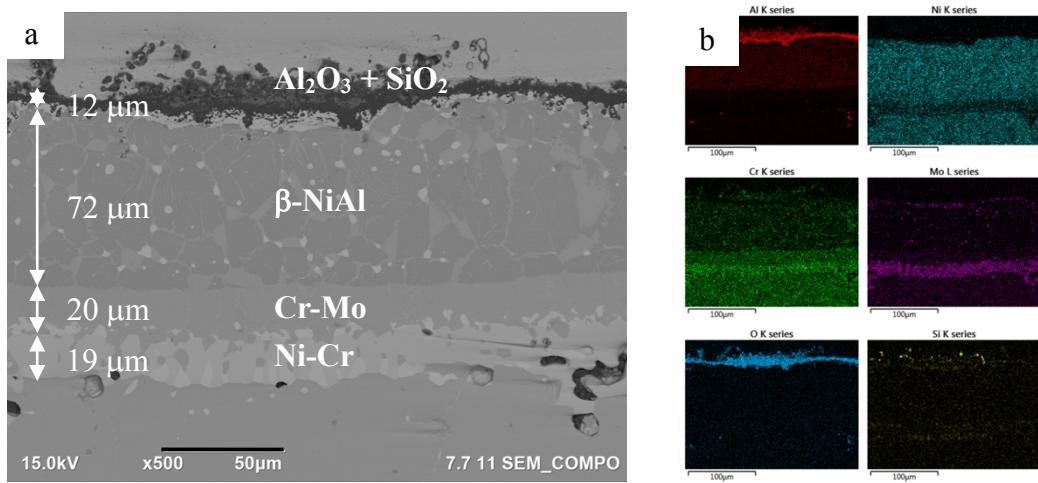
Gambar 17 menjelaskan tentang perubahan yang terjadi dari proses *pack cementation* sampai pengujian ketahanan oksidasi. Perubahan NiAl menjadi Al_2O_3 yang melindungi lapisan dari oksidasi. Ditemukan juga oksida protektif lain yaitu SiO_2 (Callister, 2015). Selain itu, senyawa NiAl juga terdeteksi. Reaksi pembentukan Al_2O_3 dan SiO_2 dapat dilihat sebagai berikut (Liu, dkk., 2010):





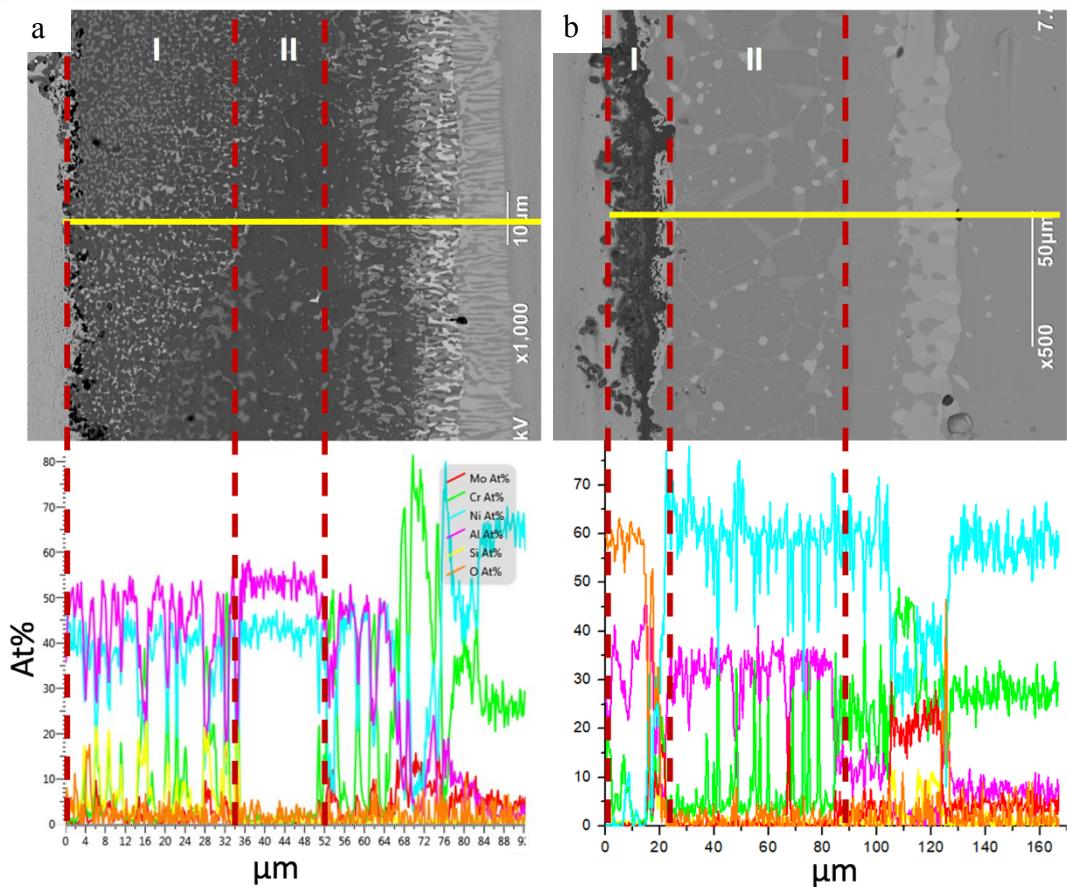
Gambar 17. Hasil XRD setelah PC dan oksidasi

Gambar 18 menampilkan hasil FESEM dan EDS dari sampel setelah oksidasi. Terdapat 3 hal penting yang perlu disampaikan terkait hasil oksidasi. Pertama, lapisan Al_2O_3 dan SiO_2 yang terbentuk memiliki ketebalan rata-rata 12 μm . Pemetaan unsur EDS juga mendukung adanya lapisan oksida protektif tersebut pada bagian paling atas. Kedua, NiAl berada di bawah lapisan oksida protektif. Berdasarkan gambar 14, perubahan massa masih meningkat, hal ini menandakan bahwa reaksi pembentukan oksida masih terjadi (Reaksi 13 dan 14). Padahal pada gambar 18 terlihat lapisan oksida sudah sepenuhnya menutupi lapisan di bawahnya. Gambar 16 menjelaskan masih terdapat sedikit rongga yang belum tertutup sehingga pembentukan oksida masih dapat terjadi (Fu, dkk., 2015). Ketiga, terdapat unsur Ni, Cr dan Mo tetapi tidak diketahui senyawa apa yang terbentuk. Keterbatasan penetrasi maksimum XRD menyebabkan senyawa pada bagian *interdiffusion layer* tidak terdeteksi (Liu, dkk., 2010).



Gambar 18. Hasil (a) FESEM dan (b) EDS setelah oksidasi

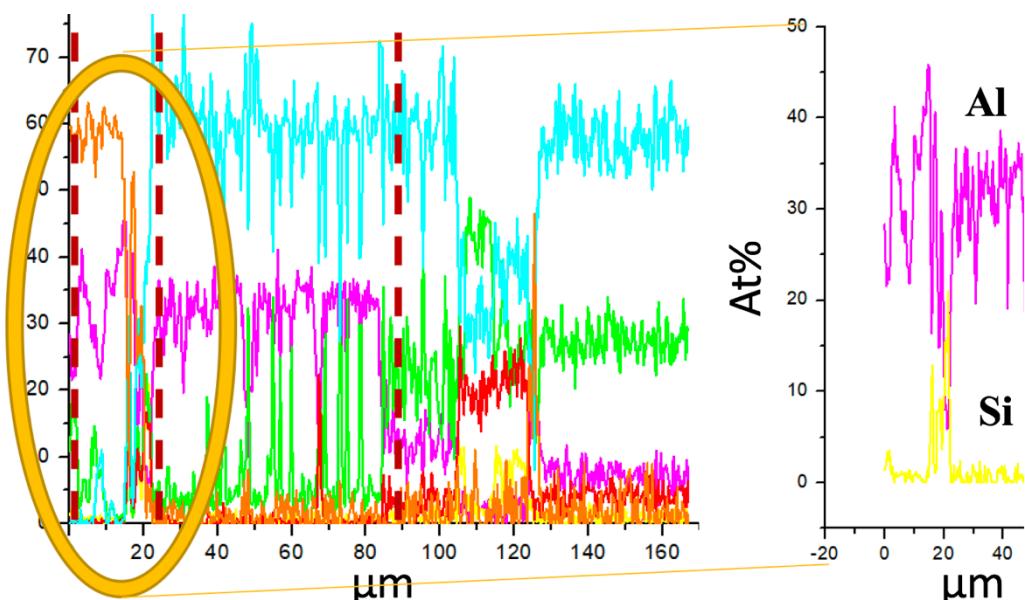
Gambar 19 merupakan *cross section* dan line EDS setelah PC dan oksidasi.



Gambar 19. Hasil (a) Cross Section setelah PC dan Line EDS; (b) Cross Section setelah Oksidasi dan Line EDS

Pada zona I sampel PC, didapatkan Ni 22-48 At%, Al 20-55 At%, Si 5-22 At%. Zona II mengandung Ni 38-45 At% dan Al 49-58%. Dari hasil ini membuktikan keberadaan Ni_3Si pada zona I. Selain itu, NiAl dan Ni_2Al_3 berada di zona I dan II. Untuk sampel HT, zona I memiliki Al 12-46 At%, Si 0-20 At%, dan O 8-63 At%. Zona II mengandung Al 20-42 At%, Ni 28-78 At%, dan Cr 3-42 At%. Dari hasil ini menunjukkan lapisan oksida protektif yang terbentuk adalah Al_2O_3 dan SiO_2 .

Gambar 20 membuktikan Si mendorong unsur Al ke permukaan lapisan untuk membentuk Al_2O_3 .



Gambar 20. Distribusi Al-Si setelah oksidasi pada permukaan lapisan

Fenomena ini sesuai dengan penelitian Cao (2014) dimana lapisan oksida protektif SiO_2 berada di bawah Al_2O_3 . Hasil distribusi elemen juga mendukung data XRD mengenai keberadaan senyawa NiAl pada zona II.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan tujuan yang telah dirumuskan dalam penelitian ini, maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Sampel dengan proses HT pada suhu 1000°C selama 6 jam memiliki 2 konstanta parabolik yaitu: $3.3 \times 10^{-12} \text{ g}^2\text{cm}^{-4}\text{s}^{-1}$ dan $9.3 \times 10^{-13} \text{ g}^2\text{cm}^{-4}\text{s}^{-1}$. Dibandingkan dengan sampel tanpa HT dari penelitian sebelumnya. Sampel dengan HT memiliki ketahanan oksidasi sekitar empat kali lebih baik daripada tanpa HT.
2. FESEM menunjukkan morfologi lapisan setelah PC membentuk gumpalan dan masih banyak rongga. Setelah pengujian oksidasi, lapisan terbentuk seperti butiran secara rata. XRD menunjukkan *crystal phase* yang terbentuk setelah PC adalah Ni₂Al₃, NiAl, dan Ni₃Si. Setelah oksidasi, *crystal phase* yang terbentuk adalah Al₂O₃, SiO₂, dan NiAl.

5.2. Saran

Berdasarkan pengalaman penelitian yang telah dilakukan, maka terdapat beberapa saran untuk penelitian selanjutnya, yaitu:

1. Mencoba variasi temperatur 1100°C pada proses *heat treatment* untuk mengetahui ketahanan oksidasi, struktur mikro, dan *crystal phase*.
2. Memastikan gas argon mengalir pada proses *pack cementation* dan *heat treatment* agar tidak terjadi oksidasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Aritonang, T. 2017. Pengaruh Temperatur Pack Cementation Pada Ko-deposisi Al dan Si terhadap Ketahanan Oksidasi Nickel Chrome. Universitas Sultan Ageng Tirtayasa.
- Bianco, R., dan Rapp, R.A. 1996. Pack Cementation Diffusion Coatings. *Metallurgical and Ceramic Protective Coatings*. 236-260.
- Cao, G.H., Fu, C., Yao, P.P., Russell, A.M. 2014. Microstructure and oxidation behavior of Al+Si co-deposited coatings on nickel-based superalloys. *Surface and Coatings Technology*. 224. 57–61.
- Callister, W.D., dan Rethwisch, D.G. 2015. *Fundamentals of Materials Science and Engineering : an Integrated Approach*. Hoboken. NJ: John Wiley & Sons.
- Eiselstein, H. L., dan Tillack, D. J. 1991. The Invention and Definition of Alloy 625. *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*. 1-14.
- Fu, C., Wang, C.H., Ren, Z.M., Cao, G.H. 2015. Comparison of microstructure and oxidation behavior between Pt-free and Pt-modified δ -Ni₂Si coatings on Ni-based superalloys. *Corrosion Science*, 98, 211-222.
- Kreitberg, A., Brailovski, V., Turenne, S. 2017. Effect of heat treatment and hot isostatic pressing on the microstructure and mechanical properties of Inconel 625 alloy processed by laser powder bed fusion. *Materials Science & Engineering: A*, 689, 1-10.
- Lai, H. 2014. High Temperature Oxidation and Corrosion of Ni-Based Superalloys for Industrial Gas Turbines. Goteborg: Chalmers University of Technology, 2-19.
- Li, C., Sun, J., Li, Z., Gao, Z., Liu, Y., Yu, L., Li, H. 2016. Microstructure and corrosion behavior of Al–10%Mg 2Si cast alloy after heat treatment. *Materials Characterization*, 122, 142-147.
- Muktinatalapati, N.R. 2011. Materials for Gas Turbines – An Overview. *Advances in Gas Turbine Technology*, 294-314.
- Mansuri, M., Hadavi, S.M.M., Zare, E. 2015. Effect of Al-Si Pack Cementation Diffusion Coating on High-Temperature Low-Cycle Fatigue Behaviour of Inconel 713LC. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 47(1), 293-300.

- Mittra, J., Banerjee, S., Tewari, R., Dey, G.K. 2013. Fracture behavior of Alloy 625 with different precipitate microstructures. *Materials Science & Engineering A*, 574, 86-93.
- Oatley, C. 2004. *Advances in Imaging and Electron Physics*. San Diego: Elsevier Academic Press.
- Osorio, J.D., Hernandez-Ortiz, J.P., Toro, A. 2013. Microstructure characterization of thermal barrier coating systems after controlled exposure to a high temperature. *Ceramics International* 40. 4663-4671.
- Palmert, P. 2009. Oxidation and Degradation of Nickel-base alloys at high temperatures. KTH Industrial Engineering and Management. Stockholm. Sweden.
- Park, J.S. 2008. Surface Protection Effect of Diffusion Pack Cementation Process by Al-Si Powders with Chloride Activator on Magnesium and Its Alloys. *Materials Transactions*, 49(5), 1048-1051.
- Qiao, M., dan Zhou C. 2013. Codeposition of Co-Al-Y on nickel base superalloys by pack cementation process. *Corrosion Science*, 75, 454-460.
- Suryanarayana, C., dan Norton, M.G. 1998. *X-ray Diffraction: A Practical Approach*. New York: Springer Science+Business Media.
- Tong, L., Dengzun, Y., Chungen, Z. 2010. Low-temperature Formation of Aluminide Coatings on Ni-base Superalloys by Pack Cementation Process. *Chinese Journal of Aeronautics*, 23(3), 381-385.
- Kumar, V. 2016. Processing and design methodologies for advanced and novel thermal barrier coatings for engineering applications. *Particuology*, 27, 1-28.
- Xiang, Z.D., Burnell-Gray, J.S., Datta, P.K. 2001. Aluminide coating formation on nickel-base superalloys by pack cementation process. *Journal of Materials Science*, 36(23), 5673-5682.
- Xiang, Z.D. dan Datta P.K. 2003. Deposition of Silicon Modified Aluminide Coatings on Nickel Base Superalloys by Pack Cementation Process. *Materials Science and Technology*, 19, 7, 935-942.