

# Karakterisasi Pembentukan Oksida pada Paduan Fe-14Al-5Cr dengan Metoda High Energy Milling

Pawawoi<sup>1\*</sup>, Djoko Hadi Prjitno<sup>1</sup>, Adi Ganda Putra<sup>2</sup>, dan M. Hanif<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Teknik Metalurgi Universitas Jenderal Achmad Yani

<sup>2</sup>Teknik Mesin Universitas Jenderal Achmad Yani

\*E-mail: pwawoitme92@gmail.com

**Abstrak**— Paduan terner Fe-14Al-5Cr dengan proses High Energy Milling menggunakan mesin Mixer Mill PW 700i Toshiba dengan kecepatan getaran 1270 Hz selama 1 jam yang dioksidasi pada temperatur 900<sup>o</sup> C selama 1 jam diteliti untuk menganalisa lapisan oksida yang terbentuk pada sampel. Karakterisasi oksida dilakukan dengan pengujian mikrostruktur, XRD dan SEM/EDS untuk melihat mikrostruktur, fasa paduan dan ketebalan lapisan oksida. Dari pengujian struktur mikro dan XRD fasa pada paduan Fe-14-5Cr sebelum oksidasi adalah  $\alpha$ -Fe, Cr dan Fe<sub>3</sub>Al dan setelah proses oksidasi menunjukkan terbentuknya oksida Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, FeO, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan ketebalan oksida 0,192 mm

**Kata kunci:** *High Energy Milling*,  $\alpha$ -Fe, Cr, Fe<sub>3</sub>Al, Oksidasi isothermal

## I. PENDAHULUAN

Perkembangan material untuk aplikasi suhu tinggi, paduan intermetalik berbasis Fe<sub>3</sub>Al dianggap sebagai salah satu calon paduan yang berpotensi karena berbagai alasan: paduan ini terdiri dari unsur dengan biaya rendah, paduan ini menunjukkan ketahanan korosi yang sangat baik pada suhu tinggi dan paduan ini menunjukkan kekuatan tinggi dengan ratio berat yang kecil [1]. Namun, paduan ini tidak dapat sepenuhnya dikomersialkan potensinya sejauh ini karena kekuatan pada suhu di atas 550 °C tidak memadai dan keuletannya yang buruk pada suhu ruangan [2]. Dalam proses perkembangan paduan ini, diketahui dengan penambahan unsur karbon (C) dalam paduan Fe<sub>3</sub>Al akan meningkatkan kekuatan paduan pada suhu tinggi dengan membentuk fase kedua sebagai Fe<sub>3</sub>AlC [1]–[3]. Pembuatan paduan Fe-Al yang memiliki pori berhasil diterapkan dalam proses pada suhu tinggi untuk penghilangan debu SO<sub>2</sub> dalam proses pyrometallurgy. Baja *Twinning induced plasticitas* (TWIP) dan *transformation induced plasticitas* (TRIP), Fe-Mn-Al-C memiliki kandungan Al, Mn, dan C yang tinggi, dan diakui sebagai bahan bodi mobil yang memiliki ketahanan korosi, sifat mekanik dan kepadatan rendah [4]. Kondisi operasi pada suhu tinggi memerlukan perhatian khusus terhadap karakteristik oksidasi dari paduan tersebut. Secara garis besar dikenal tiga

kelompok paduan logam yang dapat digunakan pada temperatur tinggi yaitu paduan super (super alloys), paduan refraktori, dan paduan intermetalik [5]. Namun seiring perkembangan teknologi, belakangan ini para ahli mulai beralih pada paduan intermetalik.

Salah satu paduan intermetalik yang mempunyai prospek yang baik untuk digunakan pada temperatur tinggi adalah paduan besi-aluminium (Fe-Al). Paduan Fe-Al tersebut memiliki karakteristik apabila teroksidasi maka pada permukaan paduan akan terbentuk lapisan tipis yang bersifat protektif (bersifat melindungi). Paduan fasa intermetalik dari sistem Fe-Al termasuk kelompok material yang memiliki ketahanan terhadap temperatur tinggi dan ketahanan creep yang baik, serta memiliki sifat mekanik material menguntungkan bila diaplikasikan pada temperatur tinggi. Paduan Fe-Al memiliki massa jenis yang relatif rendah, titik cair relatif tinggi, memiliki kekuatan pada temperatur tinggi yang baik, dan memiliki ketahanan oksidasi yang baik, serta memiliki ketahanan retak yang baik. Maka dari itu Paduan Fe-Al merupakan salah satu pilihan material yang cocok untuk diaplikasi pada industri sebagai bagian struktural pada suhu operasi yang tinggi dan dengan lingkungan yang bersifat korosif [6]

Pada penelitian ini, paduan senyawa intermetalik Fe<sub>3</sub>Al dibuat dari serbuk logam Besi (Fe) dan Aluminium (Al) dengan kandungan unsur Aluminium sebesar 14%, dan unsur krom (Cr) 5% dengan cara pepaduan mekanik (mechanical alloying). Paduan senyawa intermetalik ini kemudian dilakukan proses oksidasi pada temperatur 900<sup>o</sup>C selama 4 jam untuk mengetahui perilaku pembentukan lapisan oksida pada paduan tersebut sehingga kemudian dapat dilakukan karakterisasi menggunakan pengujian metalografi, SEM-EDS, dan XRD.

## II. METODE PERCOBAAN

### A. Material

Pada penelitian ini, paduan dirancang dengan komposisi berupa 14 % Al, 5% Cr dan sisanya Fe. Kemudian serbuk Fe, Cr dan Al ditambahkan zat aditif

berupa Zinc Stearat sebesar 2% dari jumlah total berat campuran serbuk yang dibutuhkan. Proses pencampuran (mixing) serbuk-serbuk logam menggunakan metoda pemaduan mekanik (mechanical alloying) kemudian dikompaksi dan proses sinter. Material berbentuk pelet dihasilkan dengan diameter 11 mm dan tinggi 7 mm dan berat 3,1 gram.

### B. Pengujian Oksidasi

Proses oksidasi dilakukan pada tungku muffle dengan temperatur oksidasi sebesar 900 °C dengan *holding time* selama 4 jam, kemudian sampel didinginkan secara lambat di dalam tungku hingga sampel mencapai temperatur kamar. Hasil oksidasi yang terbentuk dianalisa menggunakan pengujian XRD dengan mesin PW 1835 Diffractometer Philips untuk menentukan unsur pada lapisan oksida yang terbentuk, dan hasil uji berupa grafik dan puncak intensitas senyawa yang muncul dicocokkan dengan referensi (Software Match!). Sementara pengujian SEM-EDS dilakukan untuk melihat ketebalan oksida yang sebelumnya sudah dilakukan pada pengujian metalografi dan mengetahui senyawa yang terbentuk.

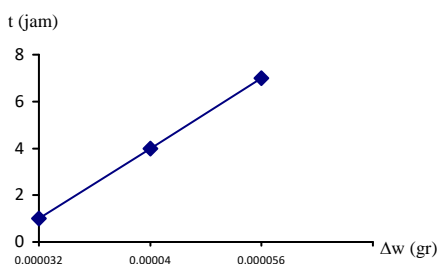
### III. HASIL DAN DISKUSI

Sampel uji yang telah di proses sintering kemudian dilakukan proses oksidasi pada temperatur 900 °C. Sampel yang telah dioksidasi kemudian dilakukan pengamatan untuk diperoleh data berupa dimensi dan berat setelah sampel dioksidasi.

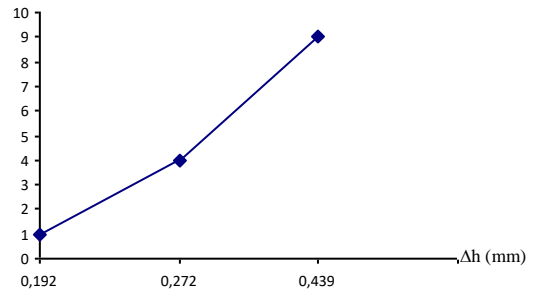
TABEL 1. PERUBAHAN BERAT HASIL OKSIDASI

Sampel Uji	Holding Time (jam)	W <sub>0</sub> (g)	A <sub>0</sub> (mm <sup>2</sup> )	W <sub>1</sub> (g)	ΔW (g)	ΔW/ A <sub>0</sub> (g/mm <sup>2</sup> )
Fe-14Al-5Cr	1	0,46	124,63	0,464	0,004	0,000032
	4	0,591	124,63	0,596	0,005	0,000040
	7	0,513	124,63	0,52	0,007	0,000056

Dari data perubahan dimensi dan berat sampel diplotkan terhadap grafik yang ditunjukkan pada gambar 1 dan .2

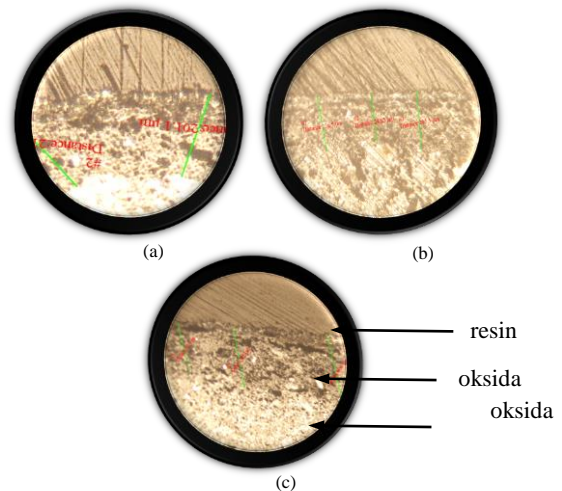


Gambar 1. Hubungan holding time dengan pertambahan berat

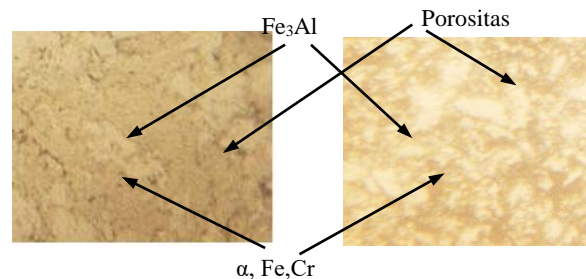


Gambar 2. Hubungan holding time dengan tebal oksida yang terbentuk

dimana perubahan tinggi dan berat sampel yang paling besar adalah pada holding time 7 jam yaitu 0,439 mm dan 0,000056 gr.



Gambar 3. Tebal lapisan oksida pembesaran 50x sampel Fe-14Al-5Cr a) holding time 1 jam b) holding time 4 jam dan c) holding time 7 jam tinggi holding time dengan tebal oksida yang terbentuk



Gambar 4. Struktur mikro Fe-14Al-5Cr pembesaran 1000x a) sebelum oksidasi dan b) Setelah oksidasi 1 jam

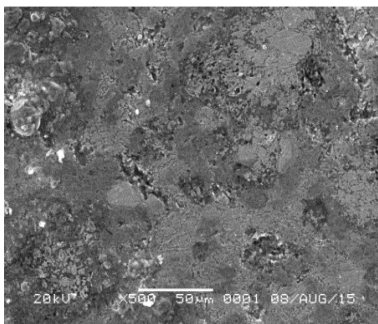
Hasil pengujian metalografi menunjukkan struktur mikro spesimen sebelum dilakukan oksidasi (setelah sintering) pada gambar 4 membentuk fasa yang terdiri dari matriks fasa fasa Fe<sub>3</sub>Al berwarna putih, fasa ferrite besi chromium (α Fe, Cr) mengendap dan tersebar pada butir dan porositas yang terbentuk terlihat berwarna hitam. Adanya kandungan aluminium (Al) dan chromium (Cr) pada matriks besi (Fe) menyebabkan kerapatan antar butir semakin tinggi. Pada saat proses sintering unsur Al dan Cr berdifusi pada butir Fe[5]. Hal ini disebabkan unsur

paduan Al dan Cr yang berfungsi sebagai unsur penstabil fasa  $\alpha$  Fe (ferrite).

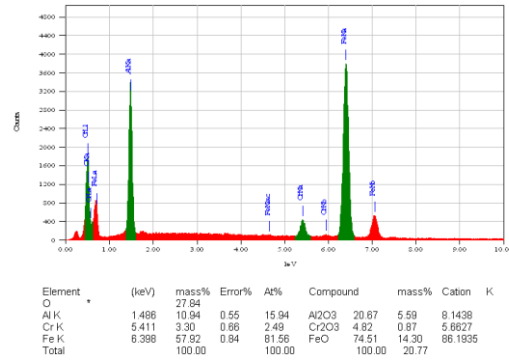
Mikrostruktur sampel uji hasil proses oksidasi 900°C menunjukkan bahwa bentuk butir yang tidak homogen dan semakin lama waktu penahanan (*holding time*) menyebabkan kondisi rapat dan terbentuk oksida pada batas butir. Pada gambar 4 menunjukkan pertumbuhan oksida pada batas butir semakin membesar. Oksida yang terbentuk diantaranya  $Al_2O_3$ ,  $Cr_2O_3$ , FeO,  $Fe_3O_4$  dan  $Fe_2O_3$ . Porositas mengecil seiring lama waktu oksidasi, pada *holding time* 7 jam yaitu sebesar 11 % yang awalnya 21%, hal ini menunjukkan bahwa kerapatan antar butir meningkat.

Lapisan oksida (*scale*) terbentuk karena adanya afinitas elektron yang tinggi pada logam saat temperatur tinggi yang mengalami oksidasi, sehingga atom logam berikatan dengan oksigen ( $O_2$ ) membentuk oksida. Dari gambar 1 menunjukkan pengaruh waktu penahanan (*holding time*) dengan laju oksidasi rata-rata Fe-14Al-5Cr 0,000043 gr/mm<sup>2</sup>. Menurut Mansfeld [5] menyatakan bahwa lapisan oksida yang protektif dihasilkan pada permukaan paduan. Lapisan oksida tersebut merupakan penghalang difusi antara logam paduan dengan lingkungan. Lapisan oksida yang protektif yang ditemukan pada temperatur tinggi diantaranya  $Al_2O_3$  dan  $Cr_2O_3$ .

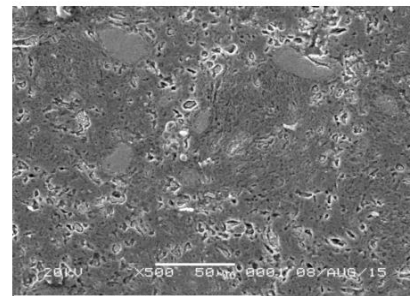
Lapisan oksida yang terbentuk kemudian diukur oleh mikroskop optik pada pembesaran 50x. Tabel 1 memperlihatkan bahwa tebal oksida yang terbentuk rata-rata 0,192-0,443 mm. Lama waktu penahanan (*holding time*) dan kandungan aluminium mempengaruhi ketebalan lapisan oksida yang terbentuk menunjukkan semakin lama waktu penahan pada proses oksidasi tebal oksida semakin tinggi. Oksidasi logam yang membentuk lapisan oksida mantap dan mudah menguap menyebabkan penambahan berat.



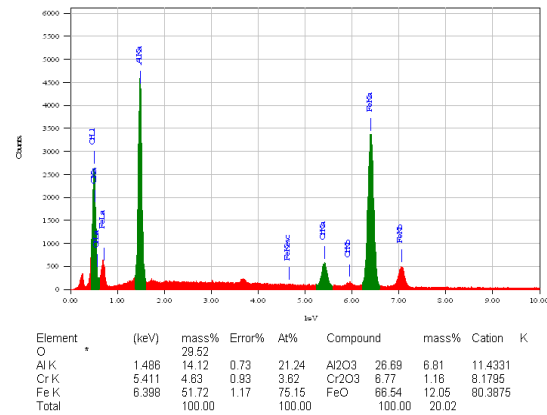
14 Al -1 jam SEM 500x eds general ox



Gambar 5. Hasil pengujian SEM-EDS sampel Fe-14Al-5Cr Oksidasi 1 jam



14 Al -7 jam SEM 500x eds general ox



Gambar 6. Hasil pengujian SEM-EDS sampel Fe-14Al-5Cr Oksidasi 7 jam

Hasil pengujian EDS pada spesimen yang telah dioksidasi menunjukkan terbentuknya oksida aluminium dan oksida chromium ( $Cr_2O_3$ ) dalam paduan Fe-14Al-5Cr menurunkan oksida besi. Pada oksidasi 1 jam oksida aluminium yang terbentuk 5,59% dan besi oksida yang terbentuk 14,3 %. Allouard [3], menyatakan adanya element paduan Al dan Cr meningkatkan ketahanan oksidasi pada temperatur tinggi, hal ini mengindikasikan pembentukan oksida aluminium dan oksida chromium dapat menghambat pembentukan besi oksida.

Susita,dkk [2], penambahan chromium juga memberikan hambatan yang baik terhadap pertumbuhan oksidasi pada baja dan juga beberapa jenis paduan lain. Karena chromium memperkaya lapisan paling dalam pada selaput besi oksida, bahkan membentuk lapisan

chromium oksida ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) tepat dibawah besi oksida ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ).

#### UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih teruntuk LPPM dan Fakultas Teknik UNJANI yang sudah bersedia membiayai penelitian ini sehingga bisa terlaksana.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] V. Shankar Rao, "High temperature oxidation behaviour of Fe-Al-C alloys: An overview," *Mater. Sci. Eng. A*, 2004.
- [2] H. Echsler, H. Hattendorf, L. Singheiser, and W. J. Quadackers, "Oxidation behaviour of Fe-Cr-Al alloys during resistance and furnace heating," *Mater. Corros.*, 2006.
- [3] X. X. Luo *et al.*, "A study on high temperature oxidation behavior of double glow plasma surface metallurgy Fe-Al-Cr alloyed layer on Q235 steel," *Appl. Surf. Sci.*, 2014.
- [4] Y. Liu, X. Chong, Y. Jiang, R. Zhou, and J. Feng, "Mechanical properties and electronic structures of Fe-Al intermetallic," *Phys. B Condens. Matter*, 2017.
- [5] J. Liu, W. Chen, Z. Jiang, L. Liu, and Z. Fu, "Microstructure and mechanical properties of an Fe-20Mn-11Al-1.8C-5Cr alloy prepared by powder metallurgy," *Vacuum*, 2017.
- [6] L. Senčková, M. Palm, J. Pešička, and J. Veselý, "Microstructures, mechanical properties and oxidation behaviour of single-phase  $\text{Fe}_3\text{Al}$  (D03) and two-phase  $\alpha\text{-Fe,Al}$  (A2) +  $\text{Fe}_3\text{Al}$  (D03) Fe-Al-V alloys," *Intermetallics*, 2016.