

FENOMENA *DYNAMIC STRAIN AGING* PADA PROSES TEMPA PANAS PADUAN Co-33Ni-20Cr-10Mo

Ika Kartika

Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI
Kawasan Puspipetek Serpong, Gedung 470, Tangerang 15314
E- mail : pepeng2000@yahoo.com

Masuk tanggal : 25-01-2012, revisi tanggal : 12-03-2012, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-03-2012

Intisari

FENOMENA *DYNAMIC STRAIN AGING* PADA PROSES TEMPA PANAS PADUAN Co-33Ni-20Cr-10Mo. Pada penelitian ini, telah dilakukan proses tempa panas terhadap bahan paduan Co-33Ni-20Cr-10Mo pada selang temperatur 700-900 °C, laju regangan ($\dot{\epsilon}$) berkisar antara 0,01-30 per detik dan regangan (ϵ) konstan sebesar 0,5 untuk mempelajari karakteristik deformasinya. Kurva tegangan regangan menunjukkan kecepatan pengerasan regangan pada temperatur tersebut. Pada temperatur 700-750 °C, tegangan pada 0,2 % terlihat menurun dengan meningkatnya laju regangan, sementara pada temperatur 800-850 °C, tegangan pada 0,2 % tersebut tidak bergantung terhadap laju regangan. Sensitivitas laju regangan yang dihasilkan pada temperatur 700-900 °C mempunyai nilai negatif yang menandakan bahwa interaksi dislokasi dengan atom terlarut telah terjadi pada selang temperatur tersebut. Interaksi antara atom terlarut dan kesalahan susun yang diikat oleh parsial Shockley merupakan fenomena *dynamic strain aging* (DSA) yang berasal dari segregasi Suzuki. DSA kemudian dikategorikan sebagai salah satu fenomena yang merugikan dalam proses pengerjaan panas dari paduan Co-33Ni-20Cr-10Mo.

Kata kunci : Paduan Co-33Ni-20Cr-10Mo, Sensitivitas laju regangan negatif, Dynamic strain aging (DSA), Tempa panas

Abstract

DYNAMIC STRAIN AGING PHENOMENA OF Co-33Ni-20Cr-10Mo ALLOY DURING HOT FORGING. In the present study, hot deformation characteristic in Co-33Ni-20Cr-10Mo superalloy was carried out by using hot compression test in the temperature range from 700-900 °C and strain rates ranging from 0.01-30 s⁻¹ with a constant strain 0.5. The flow curves showed high work hardening rate at those temperatures. At temperatures 700-750 °C, the 0.2 % flow stress decreased with increasing strain rate, while at temperatures 800-850 °C, the 0.2 % flow stress is independent of a strain rate. Negative strain rate sensitivity was obtained at temperatures 700-900 °C, suggesting the dislocation solute interaction occurred in those temperature ranges. DSA come from Suzuki segregation; chemical interaction between solute atoms and stacking faults bonded by the shockley partials. DSA is categorized as one of catastrophic phenomena in a hot working process of Co-33Ni-20Cr-10Mo superalloy.

Keywords : Co-33Ni-20Cr-10Mo alloy, Negative strain rate sensitivity, Dynamic strain aging (DSA), Hot forging

PENDAHULUAN

Paduan Co-Ni-Cr-Mo sangat banyak diaplikasikan pada temperatur tinggi yaitu berkisar antara 700-800 °C, seperti piringan dalam turbin gas dan logam-logam untuk katup diaphragma. Paduan Co-Ni-Cr-Mo memiliki kekuatan yang sangat tinggi pada temperatur elevasi yang

diakibatkan oleh fenomena *dynamic strain aging* (DSA). DSA dalam paduan tersebut disebabkan oleh efek Suzuki ; yaitu atom terlarut yang bersegregasi dalam atom-atom yang mengalami kesalahan tumpuk (*stacking fault*) dan diikat oleh dislokasi yang berdisosiasi (*Shockley partials*)^[1].

Hal yang sangat menarik dari penelitian sebelumnya adalah bahwa DSA selalu

menghasilkan harga sensitivitas laju regangan yang kecil atau negatif^[2]. Remy dan tim mempelajari bahwa kurva aliran yang bergerigi, kekuatan yang sangat bergantung terhadap temperatur operasi, tidak normalnya ketergantungan antara laju regangan dengan tegangan alir (DSA) dalam paduan berbasis Co-Ni adalah disebabkan oleh segregasi Suzuki^[3-4]. Han dan tim mempelajari dalam paduan MP19 pada temperatur 450-670 °C bahwa peningkatan lebar dari dislokasi yang berdisosiasi dan besar serta banyaknya kesalahan susunan atom (*stacking faults*) setelah deformasi pada temperatur tinggi, bila dibandingkan dengan deformasi dalam temperatur kamar adalah diakibatkan oleh penurunan energi salah susun (*stacking fault energy-SFE*) yang diakibatkan oleh segregasi Suzuki atau fenomena penguncian Cotrell (*Cotrell pinning*)^[5].

Tujuan dari penelitian ini adalah menjelaskan perubahan strukturmikro akibat pengaruh temperatur, laju regangan dan regangan dihubungkan dengan karakteristik dislokasi untuk terjadinya DSA.

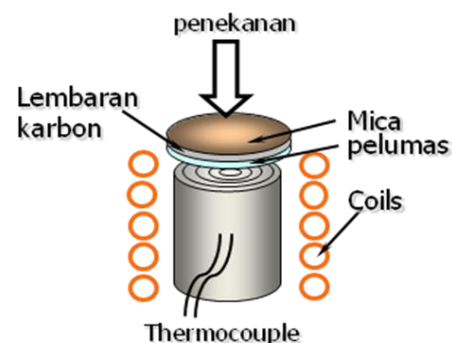
PROSEDUR PERCOBAAN

Komposisi kimia dari bahan paduan yang digunakan dalam percobaan ini ditunjukkan dalam Tabel 1. Pelat paduan Co-33Ni-20Cr-10Mo yang diperoleh dari SII Co. dengan ketebalan 13 mm yang akan digunakan untuk proses tempa panas, dipotong dengan *wire cutting* menjadi bentuk silinder dengan ukuran diameter 8 mm dan panjang 12 mm. Spesimen tersebut kemudian dianil pada $T = 1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 12 jam untuk menghomogenkan struktur dalam paduan tersebut. Tungku vakum yang digunakan untuk proses aniling adalah DAIA jenis IT-10P dengan gas argon sebagai pendingin.

Tabel 1. Komposisi kimia paduan berbasis kobalt yang digunakan dalam penelitian

UNSUR	Co	Ni	Cr	Mo	Mn	Nb	Fe	Ti
(%berat)	Bal.	32,9	20,1	10,1	0,28	1,04	1,79	0,44

Proses tempa panas dilakukan dengan alat Thermecmaster-Z dan dalam kondisi vakum pada $T = 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ – $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan interval temperatur sebesar $50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Alat ini menggunakan komputer yang dibantu oleh simulator tempa panas. Ilustrasi proses tempa panas ditunjukkan pada Gambar 1. Laju regangan ($\dot{\epsilon}$) yang digunakan adalah sebesar 10^{-2} , 10^{-1} , 1, 10, and 30 (/detik) dan regangan (ϵ) konstan sebesar 0,5. Grafit foil yang disemprot dengan boron nitrida (BN) digunakan sebagai pelumas untuk meminimalisir gesekan antara spesimen dan anvil. Kecepatan pemanasan adalah sebesar $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{detik}$ yang dibangkitkan oleh koil dari temperatur kamar menuju temperatur yang diinginkan. Spesimen kemudian tetap dijaga pada temperatur yang diinginkan selama 300 detik sebelum di tempa pada temperatur tersebut. Spesimen kemudian ditempa pada regangan yang diinginkan dan didinginkan sampai dengan temperatur kamar dengan menggunakan campuran gas N_2 dan He dengan tekanan masing-masing sebesar 6 dan 4 MPa.



Gambar 1. Ilustrasi proses tempa panas pada spesimen paduan Co-33Ni-20Cr-10Mo dengan alat Thermecmaster-Z

Spesimen bahan paduan Co-33Ni-20Cr-10Mo hasil tempa pada temperatur $700\text{--}900\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan laju regangan $10^{-2}/\text{detik}$ dan $30/\text{detik}$ diuji dengan XRD merk Phillips X`Pert. Penamaan sampel uji untuk XRD adalah sebagai berikut; spesimen A adalah bahan paduan yang mengalami proses tempa pada $T = 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan $\dot{\epsilon} = 10^{-2}/\text{detik}$, spesimen B adalah bahan paduan yang mengalami proses tempa pada $T = 750\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan $\dot{\epsilon} = 30/\text{detik}$,

spesimen C adalah bahan paduan yang mengalami proses tempa pada $T = 800\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan $\dot{\epsilon} = 10^{-2}/\text{detik}$, spesimen D adalah bahan paduan yang mengalami proses tempa pada $T = 850\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan $\dot{\epsilon} = 30/\text{detik}$ dan spesimen E adalah bahan paduan yang mengalami proses tempa pada $T = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan $\dot{\epsilon} = 10^{-2}/\text{detik}$ (Gambar 2). Pada pengujian dengan XRD lampu yang digunakan sebagai sumber radiasi adalah $\text{Cu K}\alpha$ dengan panjang gelombang $1,542\text{ \AA}$, dioperasikan pada 45 kV dan 40 mA .

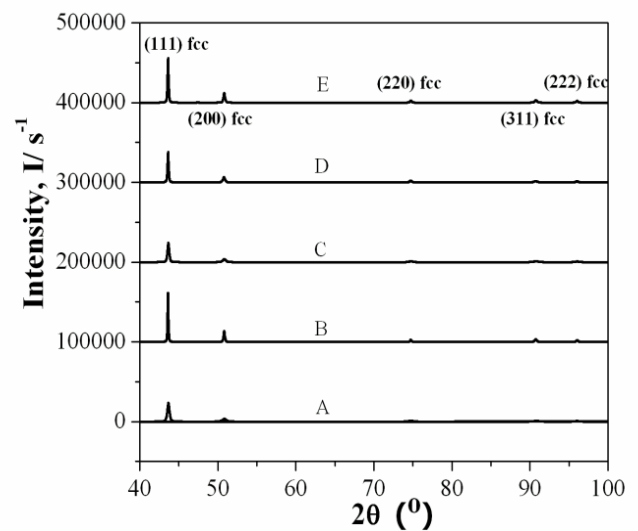
Persiapan spesimen untuk metalografi dilakukan dengan cara sebagai berikut; spesimen hasil tempa panas dipotong dengan EDM pada posisi melintang dan searah dengan proses penempaan. Spesimen kemudian diamplas dengan kertas amplas yang mempunyai kekasaran $400\text{--}3000$ mesh. Kemudian spesimen dipoles menggunakan alumina dengan kekasaran $0,3\text{ }\mu\text{m}$, dilanjutkan dengan pemolesan menggunakan larutan koloid silika dengan kekasaran partikel $0,04\text{ }\mu\text{m}$. Spesimen kemudian dielektro etsa menggunakan $10\text{ }\%$ H_2SO_4 dan $90\text{ }\%$ CH_3OH dengan voltase yang digunakan sebesar 20 V pada temperatur kamar. Struktur mikro yang diamati adalah di bagian tengah spesimen pada posisi melintang dan searah dengan proses penempaan menggunakan mikroskop optik merk OLYMPUS BH2-UMA.

Untuk pengamatan dengan TEM (*transmission electron microscope*), spesimen hasil tempa panas dipotong dengan EDM di area tengah pada posisi melintang dan searah dengan penempaan. Diameter spesimen untuk TEM adalah sebesar 3 mm , spesimen kemudian diamplas sampai ketebalan kurang lebih $0,1\text{ mm}$ menggunakan kertas amplas sampai dengan kekasaran 3000 mesh. Spesimen kemudian dibuat cowakan pada bagian tengah sampai mencapai ketebalan $40\text{ }\mu\text{m}$ dengan mesin *dimple*. Spesimen kemudian diletakkan pada mesin *ion beam milling* untuk dilubangi pada area tengah

dari spesimen paduan Co-33Ni-20Cr-10Mo hasil tempa panas.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 2 menunjukkan hasil XRD bahan paduan Co-33Ni-20Cr-10Mo yang telah mengalami proses tempa pada rentang temperatur $700\text{--}900\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan laju regangan $10^{-2}/\text{detik}$ dan $30/\text{detik}$ dan regangan konstan sebesar $0,5$. Hasil XRD menunjukkan bahwa puncak-puncak yang dihasilkan adalah fasa fcc dan tidak dihasilkan fasa ϵ atau presipitat dalam paduan tersebut.

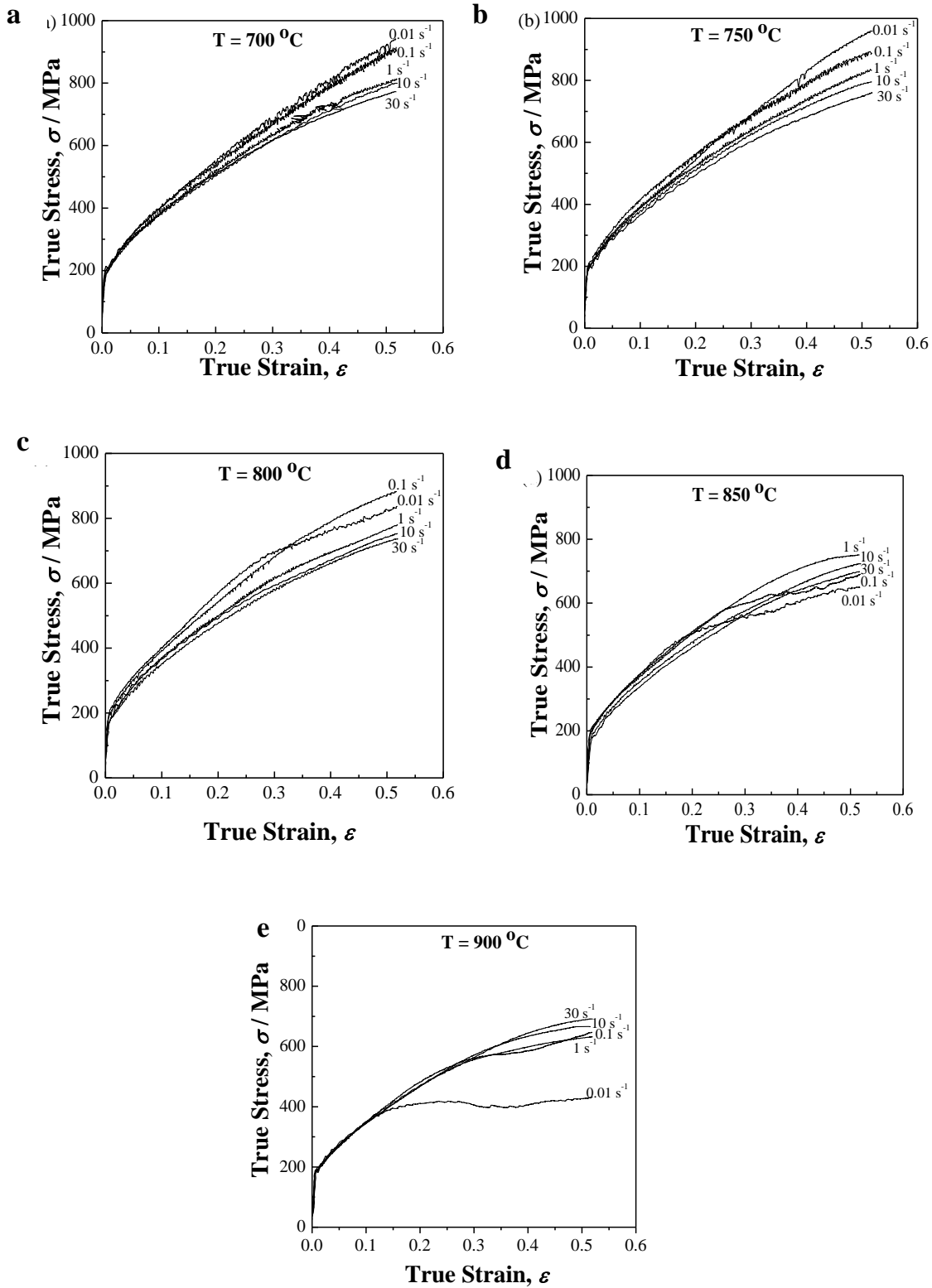


Gambar 2. Hasil uji XRD dari paduan Co-33Ni-20Cr-10Mo hasil tempa panas pada T ($^{\circ}\text{C}$) dan $\dot{\epsilon}$ (/detik) sebesar ; (A) $700\text{--}10^{-2}$, (B) $750\text{--}30$, (C) $800\text{--}10^{-2}$, (D) $850\text{--}30$, and (E) $900\text{--}10^{-2}$

Gambar 3a-3e menunjukkan kurva tegangan regangan sebenarnya dari paduan hasil tempa pada temperatur $700\text{--}900\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan regangan konstan sebesar $0,5$. Pada umumnya kurva menampilkan kecepatan pengerasan regangan yang meningkat setelah titik luluh. Gerigi pada kurva tegangan regangan sebenarnya terlihat jelas antara temperatur $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ sampai $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ di seluruh laju regangan. Gerigi pada kurva tegangan alir ini meningkat seiring dengan meningkatnya regangan dan menurunnya temperatur dan laju regangan (Gambar 3a-3c), terkecuali pada

temperatur 850 °C (Gambar 3d) yang menunjukkan bahwa kurva tegangan tidak

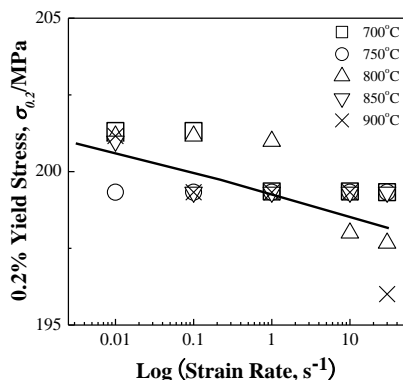
terpengaruh oleh laju regangan.



Gambar 3. Kurva tegangan regangan sebenarnya dari paduan Co-33Ni-20Cr-10Mo setelah proses tempa dengan $\dot{\epsilon} = 10^{-2} - 30$ /detik pada T (°C): (a) 700, (b) 750, (c) 800, (d) 850, dan (e) 900

Selain itu, pada temperatur 900 °C, aliran tegangan meningkat dengan meningkatnya laju regangan (Gambar 3e). Gerigi pada kurva tegangan tidak terlihat pada temperatur ini, dimungkinkan pengaruh DSA mulai berkurang dan menghasilkan nilai sensitivitas laju regangan yang positif. R.A. Mulford and U.F. Kocks^[8] menganalisa bahwa gerigi dalam kurva tegangan akan dimulai pada titik dimana laju regangan bernilai negatif dan fenomena ini tidak akan pernah teramati pada kurva tegangan dengan laju regangan positif. Terbentuknya kembaran deformasi (*deformation twinning*) juga akan mengakibatkan terbentuknya gerigi dalam kurva tegangan. Hal ini dikarenakan kembaran deformasi sangat dipengaruhi oleh temperatur, harga laju regangan yang negatif pada kurva tegangan, dan juga dihasilkan pada kondisi DSA^[9].

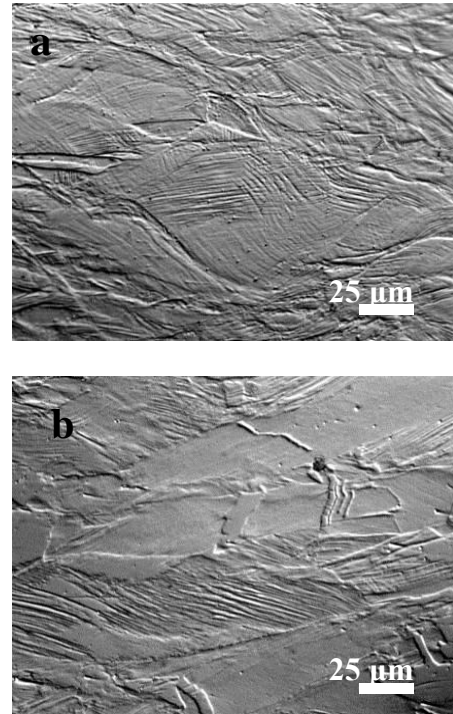
Gambar 4 menunjukkan tegangan pada 0,2 % dan logaritma dari laju regangan pada interval temperatur 700–900 °C. Terlihat dalam gambar tersebut bahwa tegangan luluh menurun seiring dengan meningkatnya laju regangan dan tidak bergantung terhadap fungsi temperatur. Sangat jelas bahwa fenomena sensitivitas laju regangan yang sangat kecil nilainya ataupun bernilai negatif terjadi pada paduan ini selama proses pengerjaan panas pada temperatur di bawah 1050 °C^[7].



Gambar 4. Variasi $\sigma_{0.2}$ dalam paduan Co-33Ni-20Cr-10Mo sebagai fungsi dari $\dot{\epsilon}$ pada T (°C)= 700–900

Gambar 5a dan 5b adalah struktur mikro paduan hasil tempa pada temperatur

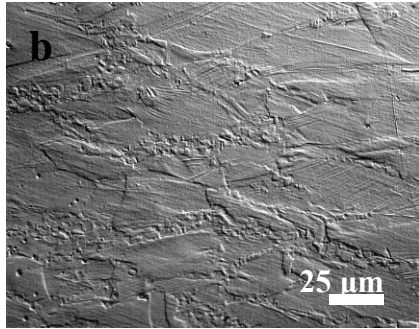
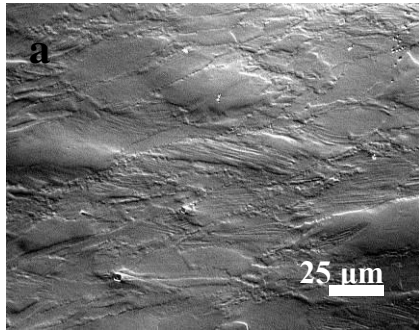
700 °C dengan laju regangan sebesar 10^{-2} /detik dan 30/detik. Struktur mikro pada Gambar 5 memperlihatkan bentuk butir yang terdeformasi dan juga adanya deformasi kembaran (*deformation twinning*) dalam butir-butir yang terdeformasi.



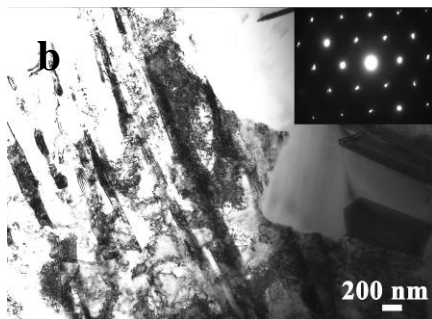
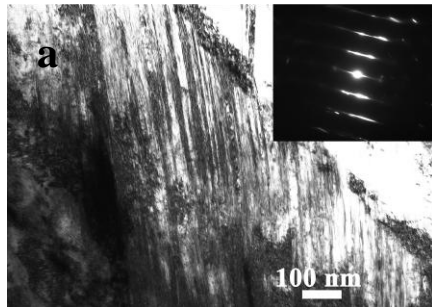
Gambar 5. Struktur mikro paduan Co-33Ni-20Cr-10Mo dihasilkan setelah tempa pada $T = 700$ °C dengan $\dot{\epsilon}$ (/detik) : (a) 10^{-2} dan (b) 30

Pada Gambar 6a dan 6b dengan meningkatnya temperatur menjadi 900 °C, butir-butir baru bernukleasi pada batas butir dan sepanjang batas butir dari deformasi kembaran. Dengan meningkatnya laju regangan pada 30/detik, semakin banyak butir-butir baru yang bernukleasi dan tumbuh (Gambar 6b). Selain itu, mikrostruktur yang terdeformasi yang terdiri dari butir-butir yang pipih beserta deformasi kembaran dalam butir-butir yang terdeformasi masih teramati pada kedua laju regangan tersebut (Gambar 6a-6b).

Gambar 7a dan 7b memperlihatkan struktur mikro hasil pengamatan dengan TEM dari paduan hasil tempa pada temperatur 700 °C and 900 °C dengan laju regangan 10^{-2} /detik.



Gambar 6. Struktur mikro paduan Co-33Ni-20Cr-10Mo dihasilkan setelah tempa pada $T = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan $\dot{\epsilon}$ (/detik) : (a) 10^{-2} and (b) 30



Gambar 7. Struktur mikro hasil TEM dari paduan Co-33Ni-20Cr-10Mo setelah proses tempa panas pada $\dot{\epsilon} = 10^{-2}$ /detik dan T ($^{\circ}\text{C}$): (a) 700, dan (b) 900

Dalam Gambar 7a, teramati beberapa lapisan halus dari deformasi kembaran, *stacking fault* dan kerapatan dislokasi yang

tinggi. Lebih jauh lagi dengan meningkatnya temperatur pada $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan laju regangan 10^{-2} /detik (Gambar 7b), butiran baru dengan batas butir yang tajam dan bebas dari adanya cacat seperti dislokasi teramati beserta beberapa lapis deformasi kembaran dan dislokasi-dislokasi yang terlihat kusut (*tangle dislocations*).

KESIMPULAN

Karakteristik deformasi dan struktur mikro dari paduan Co-33Ni-20Cr-10Mo telah dipelajari pada temperatur $700\text{--}900\text{ }^{\circ}\text{C}$ menggunakan laju regangan yang bervariasi dengan menggunakan proses tempa panas. Dari studi penelitian ini dapat ditarik kesimpulan bahwa :

1. DSA terjadi pada temperatur $T = 700\text{--}900\text{ }^{\circ}\text{C}$ pada semua variasi laju regangan ($\dot{\epsilon}$) dan menghasilkan sensitivitas laju regangan (m) dengan nilai yang sangat rendah atau negatif.
2. Gerigi-gerigi dalam kurva tegangan alir dihasilkan pada $T = 700\text{--}850\text{ }^{\circ}\text{C}$. Banyaknya gerigi tersebut akan semakin meningkat dengan meningkatnya regangan (ϵ) dan menurunnya temperatur (T) dan laju regangan ($\dot{\epsilon}$). Munculnya gerigi dalam kurva tegangan alir sangat dimungkinkan terjadi karena adanya fenomena DSA.

UCAPAN TERIMAKASIH

Terima kasih diucapkan kepada Prof. Akihiko Chiba di Institute for Materials Research, Tohoku University, Sendai, Jepang yang telah banyak membantu kegiatan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] A. Chiba, X.G. Li and M.S. Kim. 1999. „High work-hardening rate and deformation twinning of Co-Ni based superalloy at elevated temperatures”. *Phil Mag A* : 79, 7, 1533-1554.

- [2] T.H. Blewitt, R.R. Coltman and J.K. Redman. 1957. *J. Appl. Phys.* : 28, 651.
- [3] L. Remy, A. Pineau, and B. Thomas. 1978. *Mater Sci Eng.* : 36, 47.
- [4] P.C. Gallagher. 1970. *Metal Trans.* : 1, 2429.
- [5] G. W. Han, I.P. Jones and R. E. Smallman. 2003. *Acta Mater.* : 51, 2731-2742.
- [6] George E. Dieter. *Mechanical Metallurgy*, (SI Metric Edition). 1988. 138, 201-202, McGraw-Hill, London.
- [7] Ika Kartika, H. Matsumoto and A. Chiba. 2009. „Deformation and microstructure evolution in Co-Ni-Cr-Mo Superalloy during hot working”. *Metal Mater Trans A.* : 40, 1457-1468.
- [8] R.A. Mulford and U.F. Kocks. 1979. *Acta Metall.* :27, 1125-1134.
- [9] P. Rodriguez. 1984. *Bull Mater Sci.* : 6, 633-653.

RIWAYAT PENULIS

Ika Kartika, lahir di Bandung. Menamatkan S1 di Jurusan Teknik Metalurgi UNJANI Bandung tahun 1996. Menamatkan S2 di Jurusan Teknik Material ITB pada tahun 2006 dan S3 di Jurusan Material Processing, Institute for Materials Research, Tohoku University, Sendai, Japan lulus pada tahun 2010. Bekerja sebagai Peneliti di Puslit Metalurgi-LIPI sejak Maret 1998.

