



P-ISSN 0126-3188  
E-ISSN 2443-3926

# METALLURGI

MAJALAH ILMU DAN TEKNOLOGI

---

VOLUME 32 Nomor 2, AGUSTUS 2017

AKREDITASI NO. SK 637/AU3/P2MI-LIPI/07/2015

---

Perlakuan Panas Ganda pada Fabrikasi Film Tipis AZO Nanokristal  
dengan Teknik *Spray*: Studi XRD

*Fatigue Failure of Wheel Studs and Nuts of Light Vehicles  
Used in Coal Mine Operation*

Analisa Strukturmikro dan Pengaruhnya terhadap Sifat Mekanis  
Batangan Rel Tipe R54

Pengaruh Rapat Arus dan Waktu Pelapisan Nikel pada Aisi 410  
dengan Metode *Pulse Electrodeposition* terhadap Strukturmikro  
dan Laju Korosi

Strukturmikro, Kekerasan, dan Ketahanan Korosi  
Baja Tahan Karat Martensitik 13Cr3Mo3Ni Hasil *Quench - Temper*  
dengan Variasi Temperatur dan Waktu Austenisasi

Pengaruh Substrat terhadap Kekerasan Lapisan NiCoCrAlY  
yang Terdeposisi dengan Teknik HVOF

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material  
Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia



**Penanggung Jawab:**  
Kapuslit Metalurgi dan Material – LIPI

**Dewan Redaksi :**  
**Ketua Merangkap Anggota:**  
Dr. Ika Kartika, M.T, P2MM - LIPI

**Anggota :**  
Dr. Ir. Djusman Sajuti (P2MM - LIPI, Metalurgi Ekstraksi)  
Dr. Ir. Rudi Subagja (P2MM - LIPI, Metalurgi Ekstraksi)  
Dr. Ir. Florentinus Firdiyono (P2MM - LIPI, Metalurgi Ekstraksi)  
Dr. Nono Darsono (P2MM - LIPI, Fungsional Material)

**Mitra Bestari :**  
Dr. Ir. Hadi Suwarno, M.Eng (Ilmu Material - BATAN)  
Dr. Asep Ridwan (Teknik Material – Institut Teknologi Bandung)  
Dr. Yulianti Herbani (Fisika Material – Pusat Penelitian Fisika, LIPI)

**Pelaksana Redaksi:**  
Lia Andriyah, M.Si  
Agus Budi Prasetyo, M.T  
Arif Nurhakim, S.Sos  
M. Yunan Hasbi, ST  
Bahari, BE  
Galih Senopati, S.T  
Rahadian Roberto, A.Md  
Adi Noer Syahid, A.Md

**Penerbit:**  
Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI Ged. 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangsel Telp: (021) 7560911, Fax: (021) 7560553

**Alamat Sekretariat:**  
Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI Ged. 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangsel  
Telp: (021) 7560911, Fax: (021) 7560553  
E-mail : metalurgi\_magz@yahoo.com

Majalah ilmu dan teknologi terbit berkala setiap tahun, satu volume terdiri atas 3 nomor.

# METALURGI

VOLUME 32 NOMOR 2, AGUSTUS 2017  
P-ISSN 0126-3188  
E-ISSN 2443-3926

**AKREDITASI : SK 637/AU3/P2MI-LIPI/07/2015**

**Pengantar Redaksi.....iv**

**Abstrak.....v**

**Perlakuan Panas Ganda pada Fabrikasi Film Tipis AZO Nanokristal dengan Teknik *Spray* : Studi XRD**  
**Didik Aryanto, dkk.....45-52**

***Fatigue Failure of Wheel Studs and Nuts of Light Vehicles Used in Coal Mine Operation***  
**D.N Advana .....53-66**

**Analisa Strukturmikro dan Pengaruhnya terhadap Sifat Mekanis Batangan Rel Tipe R45**  
**Robby Dwiwandono, dkk.....67-76**

**Pengaruh Rapat Arus dan Waktu Pelapisan Nikel pada AISI 410 dengan Metode *Pulse Electrodeposition* terhadap Strukturmikro dan Laju Korosi**  
**Rivaldo Ramadhana, dkk.....77-82**

**Strukturmikro, Kekerasan, dan Ketahanan Korosi Baja Tahan Karat Martensitik 13Cr3Mo3Ni Hasil *Quench-Temper* dengan Variasi Temperatur dan Waktu Austenisasi**  
**Siska Prifiharni, dkk.....83-90**

**Pengaruh Substrat terhadap Kekerasan Lapisan NiCoCrAlY yang Terdeposisi dengan Teknik HVOF**  
**Resetiana D.D, dkk.....91-96**

**Indeks**



## PENGANTAR REDAKSI

Syukur Alhamdulillah Majalah Metalurgi Volume 32 Nomor 2, Agustus 2017 kali ini menampilkan 6 buah tulisan.

Tulisan pertama hasil penelitian disampaikan oleh Didik Aryanto dan kawan-kawan menulis tentang *Perlakuan Panas Ganda pada Fabrikasi Film Tipis AZO Nanokristal dengan Teknik Spray : Studi XRD*. Selanjutnya D.N. Adnyana menulis tentang *Fatigue Failure of Wheel Studs and Nuts of Light Vehicles Used in Coal Mine Operation*. Robby Dwiwandono dan kawan-kawan menulis tentang *Analisa Strukturmikro dan Pengaruhnya terhadap Sifat Mekanis Batangan Rel Tipe R45*. Selanjutnya Rivaldo Ramadhana dan kawan-kawan menulis tentang *Pengaruh Rapat Arus dan Waktu Pelapisan Nikel pada AISI 410 dengan Metode Pulse Electrodeposition terhadap Strukturmikro dan Laju Korosi*. Siska Prifiharni dan kawan-kawan menulis *Strukturmikro, Kekerasan, dan Ketahanan Korosi Baja Tahan Karat Martensitik 13Cr3Mo3Ni Hasil Quench-Temper dengan Variasi Temperatur dan Waktu Austenisasi*. Terakhir yaitu Resetiana D.D dan kawan-kawan menulis tentang *Pengaruh Substrat terhadap Kekerasan Lapisan NiCoCrAlY yang Terdeposisi dengan Teknik HVOF*.

Semoga penerbitan Majalah Metalurgi volume ini dapat bermanfaat bagi perkembangan dunia penelitian di Indonesia.

**REDAKSI**



Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.

UDC (OXDCF) 536

Didik Aryanto<sup>a\*</sup>, Naimatul Husniya<sup>a,b</sup>, Toto Sudiro<sup>a</sup>, Erna Hastuti<sup>b</sup> (<sup>a</sup>Pusat Penelitian Fisika – LIPI, <sup>b</sup>Jurusan Fisika, Fakultas Ilmu Pengetahuan dan Teknologi, UIN Maulana Malik Ibrahim)

Perlakuan Panas Ganda pada Fabrikasi Film Tipis AZO Nanokristal dengan Teknik Spray : Studi XRD

Metalurgi, Vol 32 No. 2 Agustus 2017

Karakterisasi XRD telah digunakan untuk mempelajari efek perlakuan panas tunggal dan ganda pada fabrikasi film tipis ZnO doping Al (AZO) nanokristal yang dideposisikan dengan teknik *spray*. Pada perlakuan panas tunggal, film tipis AZO nanokristal dengan struktur polikristal heksagonal *wurtzite* terbentuk pada suhu 500 °C dan 600 °C. Peningkatan suhu menyebabkan peningkatan ukuran kristal dan pengurangan kerapatan dislokasi. Perlakuan panas ganda pada film tipis AZO nanokristal mengakibatkan perubahan kecil pola difraksi. Hal ini mengindikasikan bahwa parameter kristal film tipis AZO nanokristal berubah setelah mendapat perlakuan panas kedua. Film tipis AZO nanokristal yang diberikan perlakuan panas pada suhu 500 °C dalam lingkungan udara dan dilanjutkan hingga suhu 600 °C dalam kondisi vakum memperlihatkan bahwa rata-rata ukuran kristal berkurang dan muncul cacat kristal (regangan dan kerapatan dislokasi meningkat). Hasil yang berbeda ditunjukkan pada film tipis AZO nanokristal yang diberikan perlakuan panas pada suhu 600 °C dalam lingkungan udara kemudian dilanjutkan dengan suasana vakum. Kualitas kristal film tipis AZO nanokristal meningkat, yang diindikasikan dengan peningkatan rata-rata ukuran kristal, berkurangnya nilai regangan dan kerapatan dislokasi. Berdasarkan pada hasil yang didapat, perlakuan panas ganda berpengaruh pada parameter dan kualitas kristal film tipis AZO nanokristal yang dideposisikan dengan teknik *spray*.

**Kata Kunci:** Film tipis AZO, perlakuan panas, struktur kristal, XRD

*Double Heat Treatments on the Fabrication of Nanocrystalline AZO Thin Films by Spray Technique: XRD Studies*

*XRD characterization was used to study the effect of single and double thermal treatment on the fabrication of nanocrystalline Al-doped ZnO (AZO) thin films deposited by spray technique. In the single thermal treatment, nanocrystalline AZO thin film with a wurtzite hexagonal polycrystalline structure was formed at temperatures of 500 °C and 600 °C. An increasing of treatment temperature led to the increase of crystalline size and the decrease of dislocation density. The double thermal treatment on nanocrystalline AZO thin films resulted in a small change in diffraction pattern. This indicated that the crystal parameters of nanocrystalline AZO thin films changed after receiving a second thermal treatment. Nanocrystalline AZO thin films which was thermal treatment at temperatures of 500 °C in air environment and continued at temperatures of 600 °C in vacuum showed that the decrease of average crystal size and the presence of crystal defect (an increase of strain and dislocation). Different results were shown in the nanocrystalline AZO thin film after thermal treatment at temperatures of 600 °C in air environment then followed by vacuum condition. The crystal quality of nanocrystalline AZO thin films was improved, which was indicated by an increase of the average crystal size and reduce of the strain value and dislocation density. Based on the obtained results, the double heat treatment effected the crystal parameter and the quality of nanocrystalline AZO thin films deposited by spray technique.*

**Keywords:** AZO thin film, thermal treatment, crystal structure, XRD

METALURGI  
(Metallurgy)

P-ISSN 0126-3188  
E-ISSN 2443-3926

Vol. 32 No. 2 Agustus 2017

Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.

UDC (OXDCF) 616.85

D.N. Adnyana (Department of Mechanical Engineering, Faculty of Industrial Technology National Institute of Science and Technology)

Kerusakan Fatik pada Baut dan Mur Roda Kendaraan Ringan untuk Operasi Tambang Batubara

Metalurgi, Vol 32 No. 2 Agustus 2017

Kendaraan ringan merupakan moda transportasi yang potensial dan efisien digunakan dalam mendukung operasi tambang batubara. Akan tetapi, karena kondisi jalan yang sangat buruk pada lokasi pertambangan, banyak kendaraan ringan yang saat ini digunakan sering mengalami kecelakaan akibat terjadi kelonggaran pada roda. Terjadinya kelonggaran pada roda tersebut sangat terkait dengan patahnya atau rusaknya baut dan/atau mur roda kendaraan tersebut. Dalam makalah ini dibahas jenis kerusakan dan faktor-faktor yang kemungkinan telah menyebabkan terjadinya kerusakan pada baut dan/atau mur roda kendaraan. Penelitian/pengujian metalurgi telah dilakukan dengan menggunakan sejumlah benda uji yang diambil dari baut dan mur roda kendaraan, baik yang telah rusak maupun yang tidak rusak. Berbagai pengujian laboratorium telah dilakukan meliputi: uji makro, analisa komposisi kimia, uji metalografi, uji kekerasan dan uji SEM (*scanning electron microscopy*) yang dilengkapi dengan analisis EDS (*energy dispersive spectroscopy*). Disamping itu, uji torsi juga telah dilakukan pada beberapa baut dan mur yang baru untuk mengukur hubungan antara momen torsi dan sudut torsi. Hasil dari penelitian/pengujian metalurgi yang diperoleh menunjukkan bahwa kerusakan pada baut roda disebabkan oleh retak atau patah lelah atau fatik akibat beban siklus yang bersifat tekukan searah dan pada tegangan nominal yang rendah.

**Kata Kunci:** *Kendaraan ringan, baut dan mur roda, penelitian/pengujian metalurgi, retak atau patah fatik*

*Fatigue Failure of Wheel Studs and Nuts of Light Vehicles Used in Coal Mine Operation*

*Light vehicle is a potentially useful and efficient mode of transportation to be utilized in supporting the coal mine operation. However, due to the harsh road condition at the mine site, many light vehicles presently used are frequently experiencing a number of incidents caused by loose wheel. The occurrence of this loose wheel is very much related with some broken or damaged wheel studs and/or nuts of the vehicle. Type of failure and factors that may have caused the damage of the wheel studs and/or nuts of the vehicles are discussed in this paper. The metallurgical assessment was conducted by preparing a number of specimens from the damaged and undamaged wheel studs and nuts of the vehicles. Various laboratory examinations were performed including macroscopic examination, chemical composition analysis, metallographic examination, hardness test and SEM (scanning electron microscopy) examination equipped with EDS (energy dispersive spectroscopy) analysis. In addition, torsion test was also conducted on several new studs and nuts to measure the relationship between the torque and angular displacement. Results of the metallurgical assessment obtained show that the damaged wheel studs have experienced fatigue crack or fracture that was caused by load cycling under unidirectional bending at a low nominal stress.*

**Keywords:** *Light vehicle, wheel studs and nuts, metallurgical assessment, fatigue crack or fracture*

Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.

UDC (OXDCF) 621.381

Robby Dwiwandono<sup>a</sup>, Leksono Firmansyah<sup>a</sup>, Satrio Herbirowo<sup>b</sup>, M Yunan Hasbi<sup>b</sup>, Fatayalkadri Citrawati<sup>b</sup>  
(<sup>a</sup>Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, <sup>b</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI)

Analisa Strukturmikro dan Pengaruhnya terhadap Sifat Mekanis Batangan Rel Tipe R54

Metalurgi, Vol 32 No. 2 Agustus 2017

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui sifat mekanik dan strukturmikro dari beberapa jenis batangan rel bertipe R54 yang digunakan di Indonesia, yaitu yang berasal dari Jerman (Baja Rel G) dan Cina (Baja Rel C). Dalam aplikasinya, ketangguhan tinggi diperlukan agar material batangan rel mampu meredam atau menahan beban roda kereta api saat berjalan. Dalam penelitian ini, beberapa pengujian telah dilakukan, antara lain pengujian komposisi kimia dengan OES (*optical emission spectroscopy*), pengamatan metalografi dengan OM (*optical microscope*), pengujian kekuatan tarik serta uji keras *micro Vickers*. Dari hasil pengujian komposisi kimia didapatkan bahwa kedua batangan rel termasuk ke dalam baja rel (*rail steel*) Fe-C-Mn, dimana Baja Rel G memiliki unsur pemadu mikro Zr lebih besar dari Baja Rel C. Perbedaan komposisi kimia ini tidak mempengaruhi besarnya kekuatan tarik pada kedua material secara signifikan, dimana dari hasil pengujian tarik didapatkan nilai kekuatan tarik untuk Baja Rel G sebesar 1050 MPa dan Baja Rel C sebesar 1044 MPa dengan nilai elongasi yang sama yaitu sebesar 13%. Pengaruh dari perbedaan kandungan unsur-unsur pemadu, dalam hal ini Zr, dimungkinkan dapat mempengaruhi nilai kekerasan rata-rata dari kedua batangan rel melalui pembentukan presipitat, dimana dari hasil pengujian kekerasan pada bagian badan rel, secara keseluruhan, Baja Rel G memiliki nilai kekerasan rata-rata lebih tinggi dibandingkan Baja Rel C, yaitu 341 HV (Baja Rel G) dan 324 HV (Baja Rel C). Perbedaan pada nilai kekerasan juga ditunjukkan untuk bagian kepala dan bagian badan rel dari kedua batangan rel. Pada bagian kepala, terutama di seputaran bagian permukaannya, memiliki nilai kekerasan rata-rata yang lebih tinggi, yaitu 452 HV (Baja Rel G) dan 423 HV (Baja Rel C), dibandingkan dengan kekerasan rata-rata pada bagian badan, baik di area tepi maupun tengah. Perbedaan kekerasan yang terjadi antara bagian kepala dan badan rel pada kedua batangan rel salah satunya dipengaruhi oleh strukturmikronya, yang didominasi oleh fasa perlit.

**Kata Kunci:** Baja rel, rel kereta, strukturmikro, sifat mekanis, R54, perlit, jarak lamela

*Microstructure Analysis and Its Effect to Mechanical Properties of Rail Track Type R54*

*This study was conducted to observe the mechanical properties and microstructures of two rail tracks type R54 used in Indonesia, which produce in Germany (rail steel G) and China (rail steel C). During its application, it is necessary for rail track to have high toughness to bear the dynamic load from wheel movement. In this study, several examinations and observations have been made, which comprise OES chemical composition analysis, metallography by using OM, tensile test, and micro Vickers hardness test. The OES chemical composition result shows that both rail tracks belong to Fe-C-Mn rail steels, in which, rail steel G has higher Zr micro alloy content than rail steel C. These differences do not significantly affect their tensile strength, which are 1050 MPa and 1044 MPa for rail steel G and rail steel C, respectively. Moreover, both samples were observed to have elongation of 13%. The difference in micro alloys, specifically Zr, may influence the hardness of the samples through precipitate strengthening. The average hardness in the body part of the tracks show that rail steel G has slightly higher hardness value compare to rail steel C. It is 341 HV for rail steel G and 324 HV for rail steel C. This hardness difference was also found between the head part and the body part of both rail tracks. In the head part, the area near the edge of the rail tracks e has an average hardness of 452 HV for rail steel G and 423 HV for rail steel C. These values are higher than the hardness value of the body part of both rail tracks. The difference in hardness of the body part and the head part might be due to the phases in their microstructure, which observed to be dominated by pearlite.*

**Keywords:** Rail steel, rail track, microstructure, mechanical property, R54, pearlite, lamellar spacing



Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.

UDC (OXDCF) 553.4

Rivaldo Ramadhana Saputra<sup>a</sup>, Soesaptri Oediyani<sup>a</sup>, Yulinda Lestari<sup>b</sup>, Efendi Mabru<sup>b</sup> (<sup>a</sup>Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, <sup>b</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI)

Pengaruh Rapat Arus dan Waktu Pelapisan Nikel pada AISI 410 dengan Metode Pulse Electrodeposition terhadap Strukturmikro dan Laju Korosi

Metalurgi, Vol 32 No. 2 Agustus 2017

Proses pelapisan nikel dengan metode *pulse electrodeposition* pada AISI 410 dilakukan untuk menurunkan laju korosi AISI 410 pada aplikasi industri, yaitu *turbine blade* yang sering mengalami masalah korosi. Proses pelapisan menggunakan larutan *nickel sulphate* 250 g/l, *boric acid* 50 g/l dan *nickel chloride* 45 g/l pada temperatur 50 – 60 °C dengan variasi rapat arus 10, 15, 20 dan 25 A/dm<sup>2</sup> dan lamanya proses pelapisan 10, 15 dan 20 menit. *Duty cycle* yang digunakan adalah 80% dan frekuensi *pulse* 100 Hz. Pengujian strukturmikro dilakukan menggunakan SEM-EDS (*scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy*) untuk melihat ukuran butir dan ketebalan lapisan nikel yang terbentuk. Pengujian laju korosi dilakukan menggunakan alat CMS (*corrosion measurement system*). Hasil penelitian menunjukkan bahwa semakin besar rapat arus dan semakin lama proses pelapisan maka ukuran butir dalam strukturmikro lapisan semakin kecil dan laju korosi yang terukur semakin kecil. Laju korosi paling kecil adalah 0,00027 mmpy pada rapat arus 25 A/dm<sup>2</sup> dan waktu pelapisan 20 menit.

**Kata Kunci:** *Pulse electrodeposition, AISI 410, nikel, strukturmikro, laju korosi*

*The Influences of Current Density and Time on Microstructure and Corrosion Rate Nickel Coating in Aisi 410 by Pulse Electro Deposition Method*

*Nickel plating process with pulse methods in AISI 410 electrodeposition has been done to reduce corrosion rate of this material in industrial applications i.e turbine blade that is often experienced corrosion problems. The coating process using nickel sulfate 250 g / l, boric acid 50 g / l and nickel chloride 45 g / l at temperature of 50-60 ° C with various of current densities for 10, 15, 20 and 25 A / dm<sup>2</sup> and time for coating process of 10, 15 and 20 minutes. Duty cycle used was 80% and the pulse frequency approximately around 100 Hz. Microstructure examined by using SEM-EDS (scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy) to observe grain size and thickness of the nickel layer. Corrosion rate measured by using CMS (corrosion measurement system). The results showed that increasing of current density and coating process would reduce grain size and corrosion rate in coating area. The corrosion rate is 0.00027 mmpy when the current density is 25 A / dm<sup>2</sup> and plating time is 20 minutes.*

**Keywords:** *Pulse electrodeposition, AISI 410, nickel, microstructure, corrosion rate*

Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.

UDC (OXDCF) 621.381

Siska Prifiharni<sup>a</sup>, Denni Ahmad<sup>b</sup>, Andini Juniarsih<sup>b</sup>, Efendi Mabru<sup>a</sup> (<sup>a</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI, <sup>b</sup>Universitas Sultan Ageng Tirtayasa)

Struktur mikro, Kekerasan, dan Ketahanan Korosi Baja Tahan Karat Martensitik 13Cr3Mo3Ni Hasil *Quench-Temper* dengan Variasi Temperatur dan Waktu Austenisasi

Metalurgi, Vol 32 No. 2 Agustus 2017

Baja tahan karat martensitik tipe 410 biasa digunakan untuk aplikasi sudu turbin pada *steam turbine*. Perilaku baja tahan karat jenis ini dapat diperbaiki dengan berbagai cara, salah satunya yaitu dengan cara memodifikasi unsur baja tahan karat tipe 410 tersebut dan perlakuan panas. Baja tahan karat martensitik yang telah dimodifikasi dalam hal ini baja tahan karat martensitik 13Cr-3Mo-3Ni dilakukan proses hot forging kemudian dianil. Baja tahan karat martensitik 13Cr-3Mo-3Ni kemudian dipreparasi dan dilakukan proses perlakuan panas. Proses perlakuan panas yang dilakukan yaitu *quenching* pada variasi temperatur austenisasi 950, 1000, 1050, dan 1100 °C selama 1 dan 3 jam dan didinginkan dengan menggunakan media oli, dilanjutkan dengan proses *temper* pada temperatur 650 °C selama 1 jam. Baja tahan karat martensitik 13Cr-3Mo-3Ni hasil *temper* kemudian dilakukan uji kekerasan dengan metoda Rockwell C, metalografi dengan mikroskop optik, dan uji ketahanan korosi dengan menggunakan CMS (*corrosion measurement system*). Hasil menunjukkan bahwa baja tahan karat martensitik 13Cr-3Mo-3Ni pada temperatur austenisasi 950 °C selama 1 jam setelah *temper* 650 °C selama 1 jam memiliki nilai kekerasan yang paling rendah dengan nilai kekerasan 33,5 HRC dan laju korosi yang paling rendah yaitu 0,02 mpy, sedangkan pada temperatur austenisasi 1100 °C selama 3 jam setelah *temper* 650 °C selama 1 jam memiliki nilai kekerasan paling tinggi dengan nilai kekerasan 46,2 HRC dan laju korosi paling tinggi yaitu 1,62 mpy. Struktur mikro yang terbentuk adalah fasa martensit, karbida, dan delta ferit. Peningkatan kekerasan pada temperatur austenisasi 1100 °C disebabkan oleh peningkatan kandungan karbida pada fasa martensit. Namun, presipitasi karbida yang terbentuk selama proses *quenching* dapat menurunkan ketahanan korosi karena kadar Cr dan Mo menurun di dalam karbida.

**Kata Kunci:** Baja tahan karat martensitik 13Cr-3Mo-3Ni, austenisasi, martensit, kromium karbida, korosi

*Microstructure, Hardness, and Corrosion Resistant of Martensitic Stainless Steel 13Cr3Mo3Ni after Quench-Temper with Various Austenization Temperature and Time*

*Martensitic stainless steel type 410 have been extensively used for turbine blade in steam turbine system. Their properties can be improved in various ways, such as modification element and heat treatment. The modified stainless steel in this case is martensitic stainless steel 13Cr-3Mo-3Ni were hot forged then annealed. Afterwards, martensitic stainless steel 13Cr-3Mo-3Ni were prepared and heat treated. Martensitic stainless steel 13Cr-3Mo-3Ni were austenized at temperature 950, 1000, 1050, dan 1100 °C for 1 and 3 hour followed by quench in oil. After quenching, material were tempered at 650°C for 1 hour. Several examinations were carried out on the material such as of hardness test with rockwell C, metallographic using optical microscope, and corrosion test using CMS (corrosion measurement system). The results show that martensitic stainless steel 13Cr3Mo3Ni at austenitizing temperature of 950 °C for 1 hour and tempering at 650 °C for 1 hour has the lowest hardness value with hardness value was 33.5 HRC and the lowest corrosion rate 0.02 mpy, whereas at austenitizing temperature of 1100 °C for 3 hours and tempering at 650 °C for 1 hour has the highest hardness value with hardness value was 46.2 HRC and the highest corrosion rate 1.62 mpy. The microstructures formed are martensite, carbide, and ferrite delta phases. Increased hardness at austenitizing temperature 1100 °C is due to an increase in carbide content in the martensite phase. However, carbide precipitation formed during quenching process can decrease corrosion resistance as Cr and Mo levels decrease in carbides.*

**Keywords:** Martensitic stainless steel 13Cr-3Mo-3Ni, austenitization, martensite, chromium carbide, corrosion

Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.

UDC (OXDCF) 553.2

Resetiana D. D<sup>a</sup>, Eni Sugiarti<sup>a</sup>, Endro Juniarto<sup>b</sup>, Erie Martides<sup>b</sup>, Budi Prawara<sup>b</sup>  
(<sup>a</sup>Pusat Penelitian Fisika – LIPI, <sup>b</sup>Pusat Penelitian Tenaga Listrik dan Mekatronik - LIPI)

Pengaruh Substrat terhadap Kekerasan Lapisan NiCoCrAlY yang Terdeposisi dengan Teknik HVOF

Metalurgi, Vol 32 No. 2 Agustus 2017

Telah dilakukan karakterisasi strukturmikro dan kekerasan mikro pada lapisan NiCoCrAlY yang dideposisikan di atas substrat yang berbeda yaitu baja karbon, nikel krom dan hastelloy. Lapisan NiCoCrAlY dideposisikan menggunakan teknik penyemprotan HVOF (*high velocity oxy fuel*). Proses karakterisasi dan pengukuran dilakukan pada seluruh lapisan dengan irisan melintang. Karakterisasi strukturmikro diamati dengan menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 40x. Selanjutnya untuk pengukuran kekerasan menggunakan kekerasan mikro dengan beban 300 gf selama 13 detik. Data pengujian kekerasan diperoleh dengan mengukur nilai rata-rata dari 3 posisi uji kekerasan pada masing-masing bagian substrat sebelum dilapisi, setelah dilapisi dan lapisan NiCoCrAlY. Berdasarkan hasil karakterisasi strukturmikro diketahui bahwa lapisan NiCoCrAlY berhasil terdeposisi dengan ketebalan 370,76  $\mu\text{m}$ , 92  $\mu\text{m}$ , dan 115,73  $\mu\text{m}$  masing-masing di atas substrat baja karbon, nikel krom dan hastelloy. Morfologi permukaan lapisan menunjukkan bahwa lapisan yang terdeposisi tidak begitu rata dan masih tampak adanya pori atau lubang di area lapisan NiCoCrAlY yang terbentuk. Porositas dari lapisan sangat berpengaruh pada sifat mekanik, semakin tinggi persentase porositas lapisan maka kekerasan akan menurun. Nilai kekerasan lapisan NiCoCrAlY pada substrat baja karbon adalah sebesar 349,95 HV, nikel krom sebesar 315,60 HV dan hastelloy sebesar 311,30 HV. Jarak dengan *interface* mempengaruhi pengukuran kekerasan. Semakin dekat dengan *interface* akan semakin menurun nilai kekerasaannya. Hal ini dipengaruhi oleh daerah interdifusi elemen pelapis sehingga mempengaruhi kekuatan mekaniknya.

**Kata Kunci:** *Strukturmikro, kekerasan mikro, lapisan NiCoCrAlY, HVOF*

*Effect of Different Substrate on Hardness Properties of NiCoCrAlY Coatings Deposited by HVOF Technique*

*Micro structure and micro hardness characterizations have been done on NiCoCrAl coating deposited on different substrate, i.e., carbon steel, nickel chrome and hastelloy. NiCoCrAlY coating was deposited by high velocity oxy fuel (HVOF) thermal spraying technique. Characterization and measurements were applied on all cross section of the coating surfaces. Micro structural analysis was characterized by optical microscope with 40x magnification. Moreover, micro hardness tester was utilized to measure the hardness of the sample with 300 gf for 13 second. The hardness data was measured by calculating the average of 3 position of hardness measurement on substrate before coating, after coating and NiCoCrAl coating layer. According to micro structural analysis, it revealed that the thickness of NiCoCrAlY coating layer was about 370.76  $\mu\text{m}$ , 92  $\mu\text{m}$ , dan 115.73 on carbon steel, nickel chrome and hastelloy substrate, respectively. Surface morphology showed that the coated layer was not flat and porous structure or void on the coated layer. The porosity of the coated layer might effect the mechanical properties of the sample where high procentase of porosity might reduce the hardness of the sample. The hardness of NiCoCrAlY coating was about 349.95, 315.60 and 311.30 HV for carbon steel, nickel chrome and hastelloy substrate, respectively. The distance from interface between coating layer and substrate might effect hardness measurement. More closer to interface could decrease hardness value and it might caused by interdiffusion of coating elements. Thus would be effect to its mechanical properties.*

**Keywords:** *Microstructure, micro hardness, NiCoCrAlY coating, HVOF*



## PERLAKUAN PANAS GANDA PADA FABRIKASI FILM TIPIS AZO NANOKRISTAL DENGAN TEKNIK SPRAY : STUDI XRD

Didik Aryanto<sup>a\*</sup>, Naimatul Husniya<sup>a,b</sup>, Toto Sudiro<sup>a</sup>, Erna Hastuti<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Pusat Penelitian Fisika - LIPI

Gedung 440 – 442 Kawasan Puspiptek – Serpong, Tangerang Selatan 15314, Banten, Indonesia

<sup>b</sup>Jurusan Fisika, Fakultas Ilmu Pengetahuan dan Teknologi, UIN Maulana Malik Ibrahim

Jl Gajayana No. 50 Malang 65144, Jawa Timur, Indonesia

\*E-mail: [didik\\_phys@yahoo.co.id](mailto:didik_phys@yahoo.co.id)

Masuk Tanggal : 11-06-2017, revisi tanggal : 06-09-2017, diterima untuk diterbitkan tanggal 30-09-2017

### Intisari

Karakterisasi XRD telah digunakan untuk mempelajari efek perlakuan panas tunggal dan ganda pada fabrikasi film tipis ZnO doping Al (AZO) nanokristal yang dideposisikan dengan teknik *spray*. Pada perlakuan panas tunggal, film tipis AZO nanokristal dengan struktur polikristal heksagonal *wurtzite* terbentuk pada suhu 500 °C dan 600 °C. Peningkatan suhu menyebabkan peningkatan ukuran kristal dan pengurangan kerapatan dislokasi. Perlakuan panas ganda pada film tipis AZO nanokristal mengakibatkan perubahan kecil pola difraksi. Hal ini mengindikasikan bahwa parameter kristal film tipis AZO nanokristal berubah setelah mendapat perlakuan panas kedua. Film tipis AZO nanokristal yang diberikan perlakuan panas pada suhu 500 °C dalam lingkungan udara dan dilanjutkan hingga suhu 600 °C dalam kondisi vakum memperlihatkan bahwa rata-rata ukuran kristal berkurang dan muncul cacat kristal (regangan dan kerapatan dislokasi meningkat). Hasil yang berbeda ditunjukkan pada film tipis AZO nanokristal yang diberikan perlakuan panas pada suhu 600 °C dalam lingkungan udara kemudian dilanjutkan dengan suasana vakum. Kualitas kristal film tipis AZO nanokristal meningkat, yang diindikasikan dengan peningkatan rata-rata ukuran kristal, berkurangnya nilai regangan dan kerapatan dislokasi. Berdasarkan pada hasil yang didapat, perlakuan panas ganda berpengaruh pada parameter dan kualitas kristal film tipis AZO nanokristal yang dideposisikan dengan teknik *spray*.

**Kata Kunci:** Film tipis AZO, perlakuan panas, struktur kristal, XRD

### Abstract

XRD characterization was used to study the effect of single and double thermal treatment on the fabrication of nanocrystalline Al-doped ZnO (AZO) thin films deposited by spray technique. In the single thermal treatment, nanocrystalline AZO thin film with a wurtzite hexagonal polycrystalline structure was formed at temperatures of 500 °C and 600 °C. An increasing of treatment temperature led to the increase of crystalline size and the decrease of dislocation density. The double thermal treatment on nanocrystalline AZO thin films resulted in a small change in diffraction pattern. This indicated that the crystal parameters of nanocrystalline AZO thin films changed after receiving a second thermal treatment. Nanocrystalline AZO thin films which was thermal treatment at temperatures of 500 °C in air environment and continued at temperatures of 600 °C in vacuum showed that the decrease of average crystal size and the presence of crystal defect (an increase of strain and dislocation). Different results were shown in the nanocrystalline AZO thin film after thermal treatment at temperatures of 600 °C in air environment then followed by vacuum condition. The crystal quality of nanocrystalline AZO thin films was improved, which was indicated by an increase of the average crystal size and reduce of the strain value and dislocation density. Based on the obtained results, the double heat treatment effected the crystal parameter and the quality of nanocrystalline AZO thin films deposited by spray technique.

**Keywords:** AZO thin film, thermal treatment, crystal structure, XRD

## 1. PENDAHULUAN

TCO (*transparent conductive oxide*) atau oksida konduktif transparan merupakan bahan oksida yang menggabungkan sifat transparansi optik yang tinggi dengan resistivitas yang rendah<sup>[1]</sup>. Film tipis TCO telah digunakan secara luas sebagai elektroda transparan dalam perangkat optoelektronik seperti *flat panel display*, *light emitting diode*, dan film tipis sel surya<sup>[2]</sup>. Sebagian besar film tipis TCO yang diaplikasikan secara komersial adalah ITO (*indium tin oxide*). Hal itu dikarenakan kombinasi yang baik antara transparansi (sifat optik) dan resistivitas (sifat listrik) dibanding bahan TCO yang lain. Namun, penggunaan ITO pada TCO terbatas pada harga yang mahal dan beracun<sup>[3]</sup>. Sekarang ini, film tipis ZnO telah intensif diteliti karena sifat-sifatnya yang menarik, seperti transmitansi tinggi, tidak beracun, memiliki stabilitas kimia dan panas yang baik, serta biaya yang lebih murah dibanding ITO<sup>[2-3]</sup>. Selain itu, ZnO adalah semikonduktor tipe-n dengan struktur heksagonal *wurtzite* yang memiliki celah pita langsung (*direct band-gap*) yang lebar (3,34 eV) dan eksiton energi ikat yang tinggi pada suhu ruang (60 meV)<sup>[4]</sup>. Film tipis ZnO memiliki transmitansi di daerah cahaya tampak yang sangat tinggi (lebih dari 85%)<sup>[5]</sup> dengan nilai resistivitas dalam rentang sedang-tinggi  $10^{-4}\Omega$ <sup>[1]</sup>. Peningkatan konduktivitas dari film tipis ZnO dilakukan dengan menambahkan doping seperti Aluminium (Al), Gallium (Ga), dan Indium (In). Hal tersebut menjadi film tipis ZnO sangat berpotensi menggantikan film tipis ITO.

Film tipis ZnO maupun ZnO doping telah dideposisikan dengan berbagai macam teknik, seperti *sputtering*<sup>[5-7]</sup>, MBE (*molecular beam epitaxy*)<sup>[8]</sup>, CVD (*chemical vapor deposition*)<sup>[9]</sup>, MOCVD (*metal organic chemical vapor deposition*)<sup>[4]</sup>, *electrochemical deposition*<sup>[10]</sup>, *pulsed laser deposition*<sup>[11]</sup>, sol-gel<sup>[12-13]</sup> dan *spray*<sup>[12,14-18]</sup>. Dibandingkan dengan teknik lain, *spray* merupakan teknik yang sederhana, tidak-vakum dan murah<sup>[17]</sup>. Selain itu, teknik tersebut dapat digunakan untuk memproduksi film tipis skala besar. Kualitas dan sifat fisik dari film tipis yang dideposisikan dengan teknik *spray* tergantung pada sifat dan konsentrasi prekursor, suhu substrat, laju *spray*, jarak *nozzle* ke substrat, tekanan gas pembawa, dan perlakuan panas (proses anil)<sup>[15]</sup>.

Salah satu paramater yang telah dipelajari pada fabrikasi film tipis dengan metode *spray* adalah perlakuan panas, seperti suhu perlakuan

panas, waktu perlakuan panas dan lingkungan perlakuan panas. Peningkatan suhu perlakuan panas dalam lingkungan udara menunjukkan peningkatan pada struktur film tipis ZnO yang berakibat pada peningkatan sifat optiknya<sup>[12]</sup>. Studi lain oleh Gencyilmaz et al.<sup>[16]</sup> menunjukkan bahwa waktu pada perlakuan panas mempunyai efek yang signifikan terhadap surface morfologi, sifat optik dan sifat listrik dari film tipis ZnO. Joseph et al.<sup>[14]</sup> dalam studinya melakukan perlakuan panas dalam lingkungan vakum ( $10^{-5}$  mbar) untuk meningkatkan struktur dan sifat listrik dari film tipis ZnO. Perlakuan panas dalam lingkungan vakum juga dilakukan pada Ga doped ZnO oleh Gómez dan Olvera<sup>[15]</sup>, dimana efek dari proses *annealing* dalam lingkungan vakum pada karakteristik optik, listrik, struktur dan morfologi telah dipelajari. Namun demikian, studi perlakuan panas dalam lingkungan vakum tidak menjelaskan secara detail efeknya terhadap struktur dari film tipis. Selain itu, hampir tidak ada studi tentang perlakuan panas ganda (kombinasi dalam lingkungan udara dan vakum) pada fabrikasi film tipis ZnO doping dalam referensi-referensi sebelumnya. Pada pekerjaan ini, dilakukan fabrikasi film tipis ZnO doping Al (AZO) dengan teknik *spray*. Efek perlakuan panas tunggal dan ganda terhadap struktur film tipis AZO dipelajari dengan menggunakan XRD (*x-ray diffractometer*).

## 2. PROSEDUR PERCOBAAN

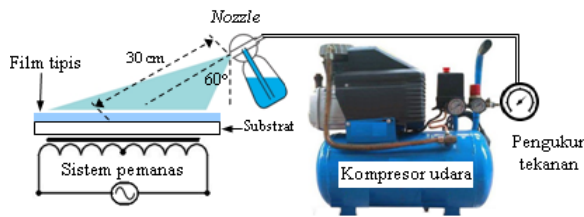
Film tipis ZnO doping Aluminium (AZO) dideposisikan di atas gelas korning dengan menggunakan teknik *spray*. Larutan *spray* dibuat dengan melarutkan *zinc acetat dihidrat* ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dalam isopropanol ( $(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}$ ) dan etanolamine ( $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ ) dengan konsentrasi 0,5 M. Aluminium asetat ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}_4\text{Al}$ ) ditambahkan sebagai sumber doping dengan konsentrasi 3% dari Zn. Campuran larutan diaduk dalam kondisi panas dengan suhu 60 °C selama 1 jam untuk mendapatkan larutan yang homogen, bersih dan transparan. Substrat gelas korning dibersihkan dengan standar pembersihan<sup>[7]</sup> untuk menghilangkan minyak dan kontaminan. Kemudian larutan disemprotkan pada substrat gelas korning yang dipanaskan pada suhu 80 °C dengan menggunakan sistem *spray home-made* yang ditunjukkan pada Gambar 1. Udara kompresor digunakan sebagai gas pembawa pada tekanan 30 psi. Film tipis yang telah terdeposisi diberi perlakuan panas pertama

pada suhu 400, 500, dan 600 °C dalam lingkungan udara selama 1 jam dan dilanjutkan dengan perlakuan panas kedua pada suhu 600 °C dalam lingkungan vakum 10<sup>-1</sup> mbar selama 30 menit. Detail informasi sampel dideskripsikan dalam Tabel 1. Struktur dari semua film tipis yang dihasilkan dipelajari menggunakan XRD (model Smartlab-Rigaku) dengan radiasi Cu K<sub>α</sub> (λ = 1,5405 Å). Data XRD diperoleh pada suhu ruang dengan rentang dari 25 ° sampai 75 ° menggunakan kecepatan scan 2 °/min dan lebar step 0,02°.

Parameter kristal seperti, rata-rata ukuran kristal, regangan kisi, kerapatan dislokasi, dan parameter kisi (*a* dan *c*) ditentukan dari hasil analisis XRD. Rata-rata ukuran kristal (*D*) dari film tipis ZnO diestimasi dengan menggunakan persamaan Scherrer<sup>[3,7,19]</sup>,

$$D = \frac{0.9 \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

dimana, λ adalah panjang gelombang sinar-x (1,5405 Å), β adalah FWHM (*full width at half maximum*) dari puncak (*hkl*) dan θ adalah sudut difraksi.



Gambar 1. Diagram skema dari sistem *spray*

Tabel 1. Parameter perlakuan panas pada film tipis AZO nanokristal

Sampel	Perlakuan panas pertama		Perlakuan panas kedua	
	Suhu (°C)	Lingkungan	Suhu (°C)	Lingkungan
AZO A	400	Udara	-	-
AZO B	500	Udara	-	-
AZO C	600	Udara	-	-
AZO D	400	Udara	600	Vakum
AZO E	500	Udara	600	Vakum
AZO F	600	Udara	600	Vakum

Regangan kisi (*ε*) dihitung menggunakan persamaan berikut<sup>[7,19]</sup>,

$$\varepsilon = \frac{\beta}{(4 \tan \theta)} \quad (2)$$

Kerapatan dislokasi (*ρ*) karena regangan kisi dapat dinyatakan dengan hubungan<sup>[7,19]</sup>,

$$\rho = \left[ \frac{\sqrt{12} \varepsilon}{D d} \right] \quad (3)$$

dimana *d* adalah *d*-spacing dari bidang kristal yang berbeda (*hkl*) untuk struktur heksagonal ditentukan dengan menggunakan persamaan<sup>[7,20]</sup>,

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4(h^2 + hk + l^2)}{(3a^2)} + \left( \frac{l^2}{c^2} \right) \quad (4)$$

Parameter kisi (*a* dan *c*) dari fasa heksagonal diperkirakan sesuai dengan posisi puncak fasa menggunakan persamaan<sup>[7,20]</sup>,

$$a = \frac{\lambda}{\sqrt{3} \sin \theta} \sqrt{h^2 + hk + k^2} \quad (5)$$

dan

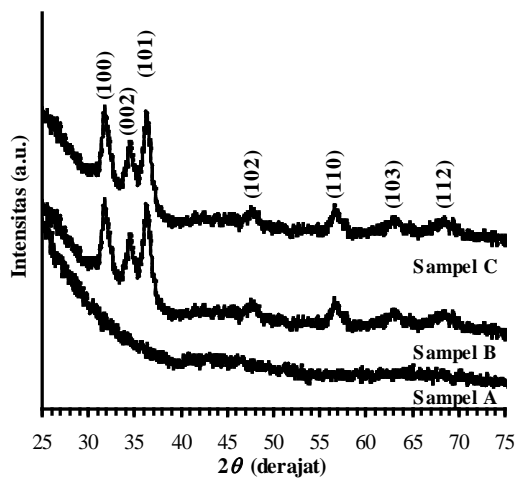
$$c = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} l \quad (6)$$

dimana *h k l* adalah indeks Miller.

### 3. HASIL DAN DISKUSI

Gambar 2 menunjukkan pola XRD dari film tipis AZO yang dideposisikan menggunakan metode *spray* dengan perlakuan panas tunggal yaitu 400 °C (AZO A), 500 °C (AZO B), dan 600 °C (AZO C) dalam lingkungan udara. Pada Gambar 2 terlihat bahwa film tipis AZO bersifat amorf atau belum terbentuk kristal ketika diberi perlakuan panas pada suhu 400 °C. Tidak adanya puncak difraksi dari setiap fase kristal ZnO yang diamati dari hasil XRD. Struktur amorf juga dilaporkan pada fabrikasi film tipis ZnO dengan *sol gel deep coating* yang diberi perlakuan panas 350 °C<sup>[21]</sup> dan 400 °C<sup>[22]</sup>. Penguapan pelarut organik dan dekomposisi *zinc acetat* yang terjadi hampir bersamaan diyakini menjadi penyebab struktur amorf pada lapisan tipis AZO. Penguapan pelarut yang tiba-tiba dan dekomposisi *acetat* yang terjadi sebelum kristalisasi memberi kesempatan relaksasi pada struktur lapisan tipis AZO, namun hal tersebut mengganggu pertumbuhan kristal searah<sup>[21]</sup> sehingga menghasilkan film tipis dengan struktur amorf. Peningkatan suhu perlakuan panas (500 dan 600 °C) memperlihatkan puncak-puncak difraksi yang sesuai dengan bidang kristal ZnO (100), (002), (101), (102), (110), (103) and (112) (ICDD 01-078-3315). Hal tersebut mengindikasikan bahwa film tipis AZO yang dihasilkan adalah polikristal dengan struktur heksagonal *wurtzite*<sup>[18]</sup>. Puncak difraksi dari hasil XRD menunjukkan tidak ada fase lain yang terbentuk. Gambar 2 juga menunjukkan bahwa peningkatan suhu pada perlakuan panas tunggal mengakibatkan penyempitan puncak difraksi, dimana ditandai dengan penurunan nilai FWHM (seperti ditunjukkan pada Tabel

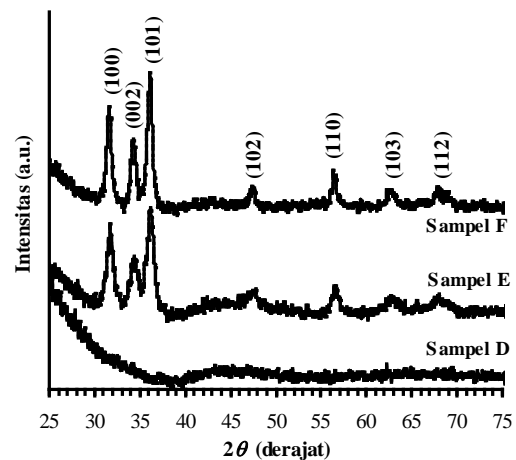
2). Hasil tersebut mengungkapkan bahwa terjadi pertumbuhan butir dari film tipis AZO<sup>[23]</sup>. Pada Tabel 3 diperlihatkan bahwa film tipis AZO yang dihasilkan memiliki ukuran kristal dalam rentang 8 nm sampai 15 nm. Hal ini dapat dikatakan bahwa film tipis yang terbentuk adalah nanokristal. Jika dilihat pada Tabel 3, ukuran kristal film tipis AZO meningkat dengan meningkatnya suhu pada perlakuan panas tunggal. Selain itu, pola XRD juga menunjukkan bahwa intensitas dari puncak difraksi meningkat dengan meningkatnya suhu pada perlakuan panas tunggal. Hal itu mengindikasikan bahwa terjadi peningkatan kualitas kristal dari film tipis AZO<sup>[13]</sup>. Kualitas kristal dari film tipis dipengaruhi oleh regangan dan kerapatan dislokasi. Nilai regangan dan kerapatan dislokasi yang rendah mengindikasikan kualitas kristal yang baik. Pada Gambar 4 dan Gambar 5 ditunjukkan bahwa nilai regangan dan kerapatan dislokasi berkurang dengan meningkatnya suhu pada perlakuan panas tunggal. Hasil tersebut berkaitan erat dengan berkurangnya cacat kristal pada film tipis AZO.



Gambar 2. Pola XRD dari film tipis AZO yang diberi perlakuan panas pada suhu 400 °C (AZO A), 500 °C (AZO B), dan 600 °C (AZO C)

Pola XRD dari film tipis AZO yang dideposisikan menggunakan metode *spray* dengan perlakuan panas ganda (perlakuan panas dalam lingkungan udara dengan suhu 400 °C (AZO D), 500 °C (AZO E), dan 600 °C (AZO F) dilanjutkan perlakuan panas dalam lingkungan vakum 10<sup>-1</sup> mbar dengan suhu 600 °C) ditunjukkan pada Gambar 3. Film tipis AZO yang diberi perlakuan ganda pada suhu 400 °C di udara dilanjutkan dengan 600 °C di vakum (AZO D) masih memiliki struktur amorf. Film tipis AZO yang diberi perlakuan panas 500 °C (AZO E) dan 600 °C (AZO F)

dalam lingkungan udara dilanjutkan dengan perlakuan panas kedua dengan suhu 600 °C dalam lingkungan vakum menunjukkan struktur yang tetap yaitu polikristal heksagonal *wurtzite*. Namun, detail analisis XRD menunjukkan bahwa terjadi perubahan intensitas puncak dan nilai FWHM. Hal ini mengindikasikan bahwa struktur film tipis AZO berubah<sup>[7,23]</sup> dengan adanya perlakuan panas kedua. Detail perubahan struktur kristal diperlihatkan dari perubahan parameter kristal seperti FWHM, ukuran kristal, parameter kisi (*a* dan *c*), regangan kisi, dan kerapatan dislokasi.



Gambar 3. Pola XRD dari film tipis AZO yang diberi perlakuan panas ganda dengan suhu 400 °C (AZO D), 500 °C (AZO E), dan 600 °C (AZO F) dalam lingkungan udara dan 600 °C dalam lingkungan vakum

Tabel 2 menunjukkan posisi puncak, nilai FWHM dan intensitas puncak dari film tipis AZO dengan bidang kristal (100), (002), dan (101) yang diberi perlakuan panas tunggal dan ganda. Pada Tabel 2 dapat dilihat bahwa film tipis AZO yang diberikan perlakuan panas 500 °C dalam lingkungan udara dilanjutkan 600 °C dalam lingkungan vakum (AZO E) memperlihatkan bahwa intensitas puncak meningkat dan FWHM menjadi lebar. Hasil ini mengindikasikan bahwa rata-rata ukuran kristal berkurang (dapat dilihat pada Tabel 3) dan munculnya cacat kristal. Perlakuan panas kedua dengan suhu 600 °C dalam lingkungan vakum berakibat pada penyusutan (*shrinkage*) kristal, dimana ditandai dengan berkurangnya parameter kisi (*a* dan *c*) seperti ditunjukkan pada Tabel 3. Hal itu mungkin karena adanya tekanan internal dan cacat pada film. Relaksasi tegangan pada batas butir mempengaruhi ukuran kristal yang lebih kecil<sup>[7]</sup>. Cacat kristal yang mungkin terjadi karena perlakuan panas yang kedua dengan suhu yang lebih tinggi



dalam lingkungan vakum mungkin menyebabkan terjadinya kekosongan oksigen dalam kisi kristal AZO. Peningkatan cacat kristal ditunjukkan dengan meningkatnya nilai *strain* (Gambar 4) yang berakibat pada peningkatan kerapatan dislokasi (Gambar 5). Regangan kisi mempengaruhi panjang garis dislokasi per satuan volume kristal<sup>[7]</sup>.

Tabel 2. Nilai FWHM dan intensitas puncak pada bidang kristal (100), (002), dan (101) dari film tipis AZO yang diberi perlakuan panas tunggal dan ganda

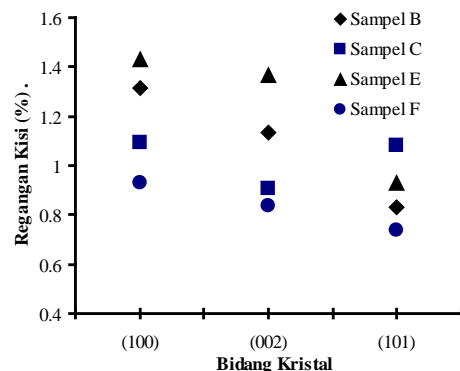
Material	Bidang kristal	2θ (°)	FWHM (°)	Intensity (cps)
AZO B	(100)	31,78	0,857	115,32
	(002)	34,48	0,808	61,36
	(101)	36,25	0,622	102,41
AZO C	(100)	31,75	0,714	141,03
	(002)	34,44	0,645	80,93
	(101)	36,24	0,812	181,76
AZO E	(100)	31,77	0,934	120,55
	(002)	34,48	0,971	73,34
	(101)	36,24	0,698	138,95
AZO F	(100)	31,78	0,606	166,69
	(002)	34,46	0,595	105,66
	(101)	36,28	0,553	199,25

Tabel 3. Ukuran kristal (D), parameter kisi (a dan c) dan panjang ikatan Zn-O (L) pada bidang kristal (100), (002), dan (101) dari film tipis AZO yang diberi perlakuan panas tunggal dan ganda

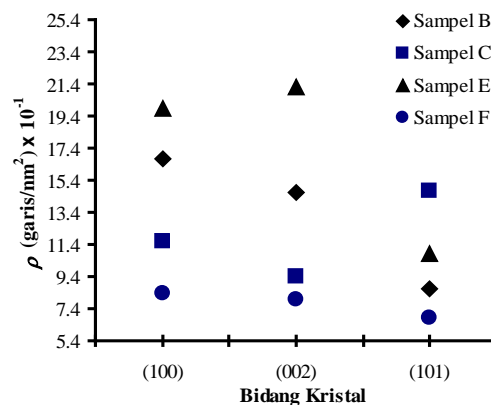
Material	Bidang kristal	D (Å)	c (Å)	a (Å)
AZO B	(100)	96,52		
	(002)	103,03	5,2026	3,2512
	(101)	134,50		
AZO C	(100)	115,77		
	(002)	129,05	5,2084	3,2548
	(101)	103,02		
AZO E	(100)	88,51		
	(002)	85,71	5,2024	3,2524
	(101)	119,78		
AZO F	(100)	136,46		
	(002)	139,90	5,2053	3,2514
	(101)	151,27		

Hasil yang berbeda ditunjukkan pada film tipis AZO yang diberikan perlakuan panas 600 °C dalam lingkungan udara dan 600 °C dalam lingkungan vakum (AZO F), dimana intensitas puncak meningkat dan FWHM menjadi sempit (seperti ditunjukkan Gambar 3 and hasil analisis pada Tabel 2). Hasil ini mengindikasikan bahwa terjadi pertumbuhan butir dan peningkatan kualitas kristal film tipis AZO<sup>[13,23]</sup> ketika diberi perlakuan panas ganda dengan lingkungan yang berbeda dan suhu yang sama. Perlakuan panas yang kedua menyebabkan terjadinya difusi atom-atom pada batas butir, dimana hal ini ditandai dengan peningkatan ukuran kristal (seperti ditunjukkan pada Tabel 3). Perlakuan panas ganda juga

berakibat pada berkurangnya kekosongan pada kristal AZO. Hasil ini ditunjukkan dengan penurunan nilai *strain* (Gambar 4) dan kerapatan dislokasi (Gambar 5). Difusi atom-atom kristal AZO pada batas butir mengurangi cacat yang mungkin terjadi di daerah batas butir pada perlakuan panas sebelumnya. Hasil perlakuan ganda dengan suhu sama dan lingkungan yang berbeda mengindikasikan bahwa perlakuan panas yang kedua tidak berpengaruh terhadap ikatan Zn-O pada film tipis AZO. Hal ini dikarenakan suhu yang diterapkan sama, sehingga tidak mengganggu kestabilan ikatan Zn-O dalam kristal AZO. Pada pekerjaan ini terlihat bahwa perlakuan panas kedua dalam lingkungan vakum dapat menyebabkan dua kemungkinan yang berbeda. Pertama, perlakuan panas dalam lingkungan vakum akan menyebabkan kekosongan oksigen jika suhu perlakuan pertama lebih rendah daripada suhu pada perlakuan kedua. Kedua, terjadi peningkatan kualitas kristal pada film tipis dan diindikasikan berkurangnya cacat kristal karena kekosongan oksigen ketika suhu perlakuan panas kedua sama dengan perlakuan panas pertama.



Gambar 4. Regangan kisi pada bidang kristal (100), (002), dan (101) dari film tipis AZO yang diberi perlakuan panas tunggal dan ganda



Gambar 5. Kerapatan dislokasi (ρ) pada bidang kristal (100), (002), dan (101) dari film tipis AZO yang diberi perlakuan panas tunggal dan ganda



#### 4. KESIMPULAN

Efek perlakuan panas tunggal dan ganda pada fabrikasi film tipis AZO dengan metode *spray* telah dipelajari menggunakan karakterisasi XRD. Film tipis AZO yang diberi perlakuan panas tunggal dan ganda pada suhu 400 °C bersifat amorf dan pada suhu 500 °C dan 600 °C bersifat polikristal dengan struktur polikristal heksagonal *wurtzite*. Perlakuan panas tunggal dan ganda pada film tipis AZO menghasilkan film tipis nanokristal dengan ukuran kristal dalam rentang 8 nm sampai 15 nm. Pada perlakuan panas tunggal, kenaikan suhu menyebabkan terjadinya pertumbuhan butir dan peningkatan kualitas film tipis AZO. Perlakuan kedua dengan suhu 600 °C dalam lingkungan vakum menyebabkan nilai parameter kisi (*a* dan *c*) berkurang. Penyusutan kristal terjadi pada film tipis AZO yang diberi perlakuan panas ganda jika suhu pada perlakuan panas pertama lebih rendah dari pada yang kedua. Pada pekerjaan ini, perlakuan panas ganda memiliki pengaruh pada penurunan dan peningkatan kualitas kristal, dimana tergantung dari suhu pada perlakuan panas pertama.

#### UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih diucapkan kepada Pusat Penelitian Fisika-Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia atas fasilitas yang diberikan.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] T. Dimopoulou, M. Bauch, R.A. Wibowo, N. Bansal, R. Hamid, M. Auer, M. Jäger, and E. J. W. List-Kratochví. "Properties of transparent and conductive Al:ZnO/Au/Al:ZnO multilayers on flexible PET substrates." *Materials Science and Engineering B*, vol. 200 pp. 84-92, 2015.
- [2] A. Eshaghi and M. Hajkarimi. "Optical and electrical properties of aluminum zinc oxide (AZO) nanostructured thin film deposited on polycarbonate substrate." *Optik*, vol. 125, pp. 5746-5749, 2014.
- [3] C. Liu, Z. Xu, Y. Zhang, J. Fu, S. Zang, and Y. Zuo. "Effect of annealing temperature on properties of ZnO:Al thin films prepared by pulsed DC reactive magnetron sputtering." *Materials Letters*, vol. 139, pp. 279-283, 2015.
- [4] M. A. Boukadhaha, A. Fouzri, V. Sallet, S. S. Hassani, G. Amiri, A. Lusson, M. Oumezine. "Characterization of ZnO thin film grown on c-plane substrates by MO-CVD: Effect of substrate annealing temperature, vicinal-cut angle and miscut direction." *Superlattices and Microstructures*, vol. 85, pp. 820-834, 2015.
- [5] T. Guo, G. Dong, F. Gao, Y. Xiao, and Q. Chen, X. Diao. "High performance ZnO:Al films deposited on PET substrates using facing target sputtering." *Applied Surface Science*, vol. 282, pp. 467-471, 2013.
- [6] D.-K. Kim and H.-B. Kim. "Substrate temperature effects on the electrical properties of sputtered Al doped ZnO thin films." *Superlattices and Microstructures*, vol. 85, pp. 50-58, 2015.
- [7] D. Aryanto, P. Marwoto, T. Sudiro, M. D. Birowosuto, Sugianto, and Sulhadi. "Structure evolution of zinc oxide thin films deposited by unbalance DC magnetron sputtering." in *AIP Conference Proceedings*, vol. 1729, pp. 020039(1-5), 2016.
- [8] G. Nam, H. Parka, H. Yoon, J. S. Kim, and J.-Y. Leem. "Studies on temperature- and excitation-power-dependent photoluminescence of ZnO thin film grown by plasma-assisted molecular beam epitaxy." *Current Applied Physics*, vol. 13, pp. S168-S171, 2013.
- [9] V. K. Kaushik, C. Mukherjee, T. Ganguli, and P.K. Sen. "Material characterizations of Al:ZnO thin films grown by aerosol assisted chemical vapour deposition." *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 689, pp. 1028-1036, 2016.
- [10] X. Ren, W. Dang, Q. Ma, X. Zhu, W. Zi, L. Jia, B. Liu, X. Zhang, F. Xiao, H. Yang, Z. Yang, and S. Liu. "Superior texture-controlled ZnO thin film using electrochemical deposition." *Solar Energy*, vol. 125, pp. 192-197, 2016.
- [11] E. Hasabeldaim, O. M. Ntwaeaborwa, R. E. Kroon, E. Coetsee, and H. C. Swart. "Effect of substrate temperature and post annealing temperature on ZnO:Zn PLD thin film properties." *Optical Materials*, vol. xxx (in press), pp. 1-11, 2017.
- [12] S. Benramache, B. Benhaoua, F. Chabane, and A. Guettaf. "A comparative study on the nanocrystalline ZnO thin films prepared by ultrasonic spray and sol-gel method." *Optik*, vol. 124, pp. 3221-3224, 2013.
- [13] U. Chaitra, D. Kekuda, and K. M. Rao. "Effect of annealing temperature on the evolution of structural, microstructural,

- and optical properties of spin coated ZnO thin films." *Ceramics International*, vol. 43(9), pp. 7115-7122, 2017.
- [14] B. Joseph, P. K. Manoj, and V. K. Vaidyan. "Studies on preparation and characterization of indium doped zinc oxide films by chemical spray deposition." *Bull. Mater. Sci.*, vol. 28(5), pp. 487-493, 2005.
- [15] H. Gómez, and M. L. Olvera. "Ga-doped ZnO thin films: Effect of deposition temperature, dopant concentration, and vacuum-thermal treatment on the electrical, optical, structural and morphological properties." *Materials Science and Engineering B*, vol. 134, pp. 20-26, 2006.
- [16] O. Gencyilmaz, F. Atay, and I. Akyuz. "Influence of thermal process on physical properties of ZnO film prepared by spray pyrolysis." *Acta physica polonica A*, vol. 126, pp. 1331-1337, 2014.
- [17] A. Bedia, F. Z. Bedia, M. Aillerie, N. Maloufi, and B. Benyoucef. "Morphological and Optical properties of ZnO thin films prepared by spray pyrolysis on glass substrates at various temperatures for integration in solar cell." *Energy Procedia*, vol. 74, pp. 529-538, 2015.
- [18] H. Belkhalifa, H. Ayed, A. Hafdallah, M. S. Aida, and R. T. Ighil. "Characterization and studying of ZnO thin films deposited by spray pyrolysis: Effect of annealing temperature." *Optik*, vol. 127, pp. 2336-2340, 2016.
- [19] P. P. Sahay and R. K. Nath. "Al-doped ZnO thin film as methanol sensor." *Sensor and Actuator B*, vol. 134, pp. 654-659, 2008.
- [20] C. Suryanarayan and M. G. Norton. *X-Ray Diffraction: A practical approach*. New-York: Plenum Publishing Corporation, pp. 125-129, 1998.
- [21] Z. N. Kayani, M. Iqbal, S. Riaz, R. Zia, and S. Naseem. "Fabrication and properties of zinc oxide thin film prepared by sol-gel dip coating method." *Materials Science-Poland*, vol. 33(3), pp. 515-520, 2015.
- [22] F. E. Ghodsi and H. Absalan. "Comparative study of ZnO thin films prepared by different sol-gel route." *Acta Physica Polonica A*, vol. 118, pp. 659-664, 2010.
- [23] S. Dogar and S. D. Kim. "Effects of high-temperature rapid thermal annealing for seed layers on the crystallographic evolution in hydrothermal ZnO nanostructures." *Materials Science in Semiconductor Processing*, vol. 56, pp. 127-136, 2016.



## FATIGUE FAILURE OF WHEEL STUDS AND NUTS OF LIGHT VEHICLES USED IN COAL MINE OPERATION

**D.N. Adnyana**

Department of Mechanical Engineering, Faculty of Industrial Technology  
National Institute of Science and Technology (ISTN)  
Jl. Moh Kahfi II, Jagakarsa, Jakarta Selatan 12640  
E-mail: [adnyanadn@yahoo.com](mailto:adnyanadn@yahoo.com)

*Masuk Tanggal :06-06-2017, revisi tanggal : 17-08-2017, diterima untuk diterbitkan tanggal 30-09-2017*

### Intisari

Kendaraan ringan merupakan moda transportasi yang potensial dan efisien digunakan dalam mendukung operasi tambang batubara. Akan tetapi, karena kondisi jalan yang sangat buruk pada lokasi pertambangan, banyak kendaraan ringan yang saat ini digunakan sering mengalami kecelakaan akibat terjadi kelonggaran pada roda. Terjadinya kelonggaran pada roda tersebut sangat terkait dengan patahnya atau rusaknya baut dan/atau mur roda kendaraan tersebut. Dalam makalah ini dibahas jenis kerusakan dan faktor-faktor yang kemungkinan telah menyebabkan terjadinya kerusakan pada baut dan/atau mur roda kendaraan. Penelitian/pengujian metalurgi telah dilakukan dengan menggunakan sejumlah benda uji yang diambil dari baut dan mur roda kendaraan, baik yang telah rusak maupun yang tidak rusak. Berbagai pengujian laboratorium telah dilakukan meliputi: uji makro, analisa komposisi kimia, uji metalografi, uji kekerasan dan uji SEM (*scanning electron microscopy*) yang dilengkapi dengan analisis EDS (*energy dispersive spectroscopy*). Disamping itu, uji torsi juga telah dilakukan pada beberapa baut dan mur yang baru untuk mengukur hubungan antara momen torsi dan sudut torsi. Hasil dari penelitian/pengujian metalurgi yang diperoleh menunjukkan bahwa kerusakan pada baut roda disebabkan oleh retak atau patah leleh atau fatik akibat beban siklus yang bersifat tekukan searah dan pada tegangan nominal yang rendah.

**Kata Kunci:** *Kendaraan ringan, baut dan mur roda, penelitian/pengujian metalurgi, retak atau patah fatik*

### Abstract

*Light vehicle is a potentially useful and efficient mode of transportation to be utilized in supporting the coal mine operation. However, due to the harsh road condition at the mine site, many light vehicles presently used are frequently experiencing a number of incidents caused by loose wheel. The occurrence of this loose wheel is very much related with some broken or damaged wheel studs and/or nuts of the vehicle. Type of failure and factors that may have caused the damage of the wheel studs and/or nuts of the vehicles are discussed in this paper. The metallurgical assessment was conducted by preparing a number of specimens from the damaged and undamaged wheel studs and nuts of the vehicles. Various laboratory examinations were performed including macroscopic examination, chemical composition analysis, metallographic examination, hardness test and SEM (*scanning electron microscopy*) examination equipped with EDS (*energy dispersive spectroscopy*) analysis. In addition, torsion test was also conducted on several new studs and nuts to measure the relationship between the torque and angular displacement. Results of the metallurgical assessment obtained show that the damaged wheel studs have experienced fatigue crack or fracture that was caused by load cycling under unidirectional bending at a low nominal stress.*

**Keywords:** *Light vehicle, wheel studs and nuts, metallurgical assessment, fatigue crack or fracture*

### 1. INTRODUCTION

A coal mine company utilizes a number of light vehicles (LV) to support its coal mine operation at several locations in East Kalimantan. Among of the light vehicles are

presently used including the well-known brand name LV 4x4. According to the mine site information, the light vehicles presently used have been frequently experiencing a number of incidents caused by loose wheel. The

occurrence of this loose wheel was very much related with some broken or damaged wheel studs and/or nuts of the vehicle.

A number of damaged and undamaged wheel studs and nuts of the light vehicles were received and used as representative of failure cases occurred on the mine site for metallurgical assessment. Studs A as shown in Figure 1(a) consist of one broken wheel stud and one undamaged wheel stud recovered from the front left hand wheel of the light vehicle after it had traveled 44675 km prior to the incident. Studs and nuts B as shown in Figure 1(b) consist of two bent studs, one undamaged stud, one damaged nut and one undamaged nut recovered from the other but the same brand name light vehicle as studs A obtained. These studs and nuts B were recovered from the front left hand wheel of the vehicle after it had traveled 46611 km before the incident occurred. In addition, there were also some new wheel studs and nuts selected and used for comparison in this investigation, namely studs C to represent a non OEM (original equipment manufacturer), see Figure 1(c), and studs D to represent the OEM of the same brand name of light vehicle as studs A and studs/nuts B obtained, see Figure 1(d).

The wheel stud material is generally specified as chromium steel, mainly used for machine structural application, manufactured by hot forming such as hot rolling or forging and followed by machining and heat-treatment.

Under this condition, the wheel stud material is expected to achieve its maximum fatigue strength<sup>[1]</sup>. In addition, surface treatment such as case hardening is also frequently applied to the wheel stud for further increase on its surface hardness and strength against any fatigue cracking<sup>[2]</sup>.

For the nut material, there are many possible materials available, but its requirement is that the nut material should have a lower hardness or strength in comparison with the stud material<sup>[2]</sup>. It is also frequently found that a nut can be made not only by one single material, but by two different materials. First part of the nut is a hollow body having with internal screw or thread which is usually made using a softer material compared to that used for the stud. The second part of a nut is its top cover which is usually joined to the hollow body by welding.

The purpose of this metallurgical assessment is to verify the material properties and determine whether the material used for the wheel stud and nut of the light vehicle met the specification or suitable for its operating condition. Furthermore, this assessment is also aimed to establish the type, cause and mode of failure of the damaged stud and nut of the light vehicles used, and based on the determination some corrective or remedial action may be initiated that will prevent similar failure in the future.



Figure 1. The as received damaged and undamaged wheel studs and nuts for metallurgical assessment. (a) Studs A recovered from the well-known brand name LV 4x4; (b) Studs and nuts B also recovered from the same brand name LV as studs A, but from different vehicle; (c) Studs C represent a non OEM; and (d) Studs D represent the OEM of the same brand name LV as studs A and studs B

## 2. MATERIALS AND METHOD

In performing this metallurgical assessment, a number of damaged and undamaged wheel studs and nuts of A, B, C and D shown in Figure 1 are used and a number of specimens were prepared for laboratory examinations. Macroscopic examination on surface damage of the wheel studs and nuts was performed using a stereo microscope, whereas chemical analysis was carried out using an optical spark emission spectrometer. The purpose of this chemical analysis is to determine whether the material used for the wheel studs and nuts met the specification or not. Metallographic examinations were also performed using an optical light microscope at various magnifications. The metallographic specimens were mounted using epoxy and prepared by grinding, polishing and etching. The etchant used was 5% Nital solution. A hardness survey was also carried out on the same specimens for the metallographic examination using Vickers hardness method at a load of 3kg (HV 3). Moreover, examination on some surface fracture of the damaged wheel stud was also performed using a SEM (scanning electron microscope) to determine the surface damage topography and nature of the failure. This SEM examination was also equipped with an EDS (energy dispersive spectroscopy) analysis to detect the presence of any manufacturing defect or corrosion by-product. In addition, torsion test was also conducted on several new studs and nuts on a test bench equipped with a load cell or sensor by stretching the stud during tightening of nut using a torque-meter. This test could measure the relationship between the torque and angular displacement on the stud. Maximum allowable preload torque could be noted or indicated as the stud may have been subjected to some plastic deformation (or permanent elongation), and at this condition the stud may suffer from loss of its preload.

## 3. RESULTS AND DISCUSSION

### A. Macroscopic Examination on Fracture Surface of the Broken Stud

The fracture surface of the broken stud A is shown in Figure 2. It is clearly seen in this figure that the fracture occurs in the first thread of the stud and its fracture surface shows typical fatigue fracture having three distinctive areas of fracture, namely crack initiation, crack propagation and final fracture<sup>[3]</sup>. The fracture surface shown in Figure 2 also provides road signs of a unidirectional bending fatigue fracture with the initiation site located on an area having with a high stress concentration at the first stud-thread root immediately adjacent to the edge of the nut on the washer side. This stress concentration site occurs because the stud elongates as the nut is tightened, thereby producing increased loads on the threads nearest the bearing face of the nut, which add to normal service stresses<sup>[4]</sup>. The fatigue crack was then propagated along the stud cross section by forming beach marks as indicated in fracture surface in Figure 2. Shortly after the crack reached the other outer edge of the stud, a fast crack grew rapidly through the remaining section. The rough surface left by the fast crack is the final fracture. It can be seen from the fatigue fracture surface shown in Figure 2 that the final fracture zone is much smaller than the crack propagation (beach marks) area. This suggested that the fatigue fracture pattern of the broken stud shown in Figure 2 was produced by a low nominal stress. This is in accordance with the comparison shown in Figure 3, showing the schematic of marks on surface of fatigue fractures produced in smooth and notch components with round cross section under various loading conditions at high and low nominal stress<sup>[5]</sup>.

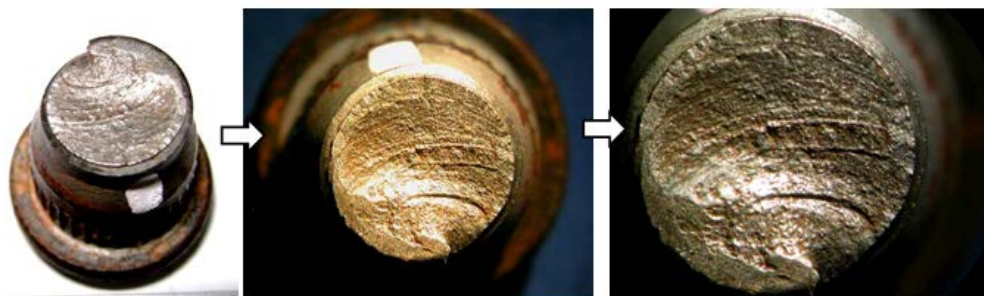


Figure 2. Fracture surface obtained from the broken wheel stud A



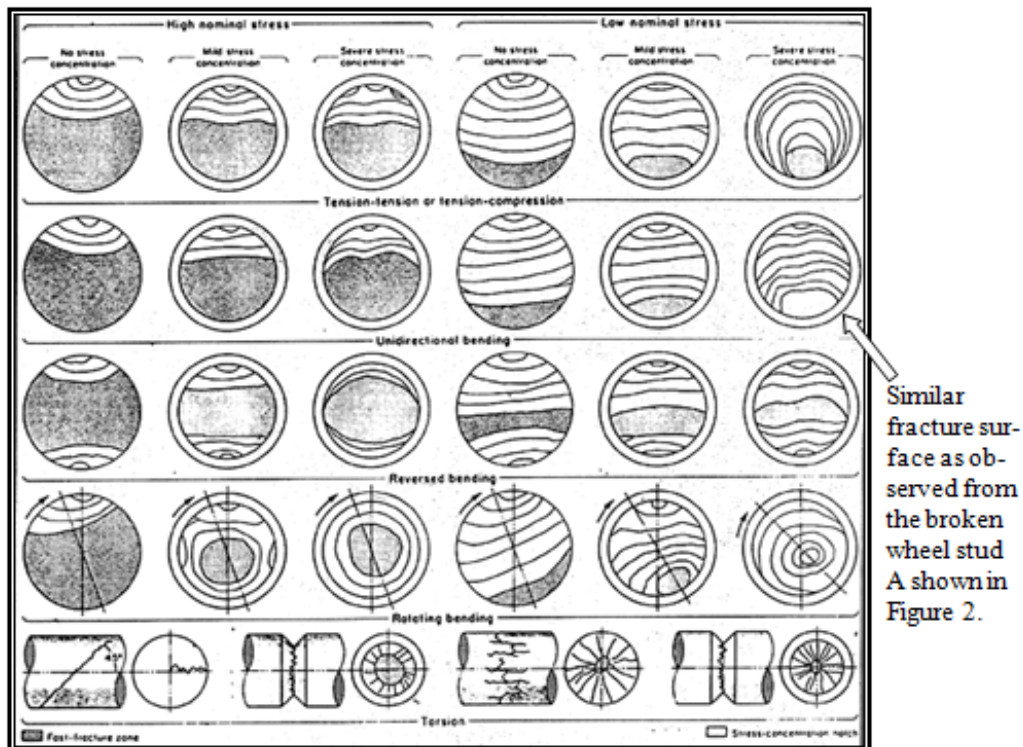


Figure 3. Schematic of marks on surfaces of fatigue fractures produced in smooth and notched components with round cross section under various loading conditions at high and low nominal stress<sup>[5]</sup>

### B. Chemical Composition Analysis

The results of chemical analysis obtained from the damaged stud B, the new non OEM stud C and the new OEM stud D are presented in Table 1 in comparison with the standard materials. It can be seen from Table 1 that the chemical compositions of all the stud materials

are approximately close and met to the material specification of JIS SCr415<sup>[6]</sup> and/or SAE/AISI 5120<sup>[7]</sup>. From Table 1, it can also be seen that the top cover of the damaged nut B is made of low carbon steel, different to that made for the nut hollow body.

Table 1. Results of chemical analysis obtained from the wheel studs and nuts of light vehicles in comparison with the standard materials

Element	Composition, wt.%					
	Damaged Nut (B2)	Deformed Stud (B1)	Non OEM New Stud (C1)	OEM New Stud (D1)	Standard Material	
					JIS SCr 415	SAE/AISI 5120
Fe	99.570	97.460	97.38	97.500	Balance	Balance
C	0.030	0.172	0.156	0.161	0.13 – 0.18	0.17 – 0.23
Si	0.008	0.211	0.189	0.207	0.15 – 0.35	0.40 max
Mn	0.280	0.738	0.789	0.729	0.60 – 0.85	0.60 – 0.90
S	0.008	0.006	0.006	0.009	0.030 max	0.020 – 0.035
P	0.016	0.017	0.008	0.010	0.030 max	0.035 max
Cr	0.026	1.087	1.117	1.088	0.90 – 1.20	0.90 – 1.20
Ni	0.020	0.071	0.076	0.074	-	-
Mo	0.002	0.023	0.028	0.019	-	-
Cu	0.017	0.167	0.183	0.148	-	-
Al	0.020	0.037	0.044	0.039	-	-
Ti	0.001	0.003	0.002	0.002	-	-
Nb	0.002	0.002	0.004	0.002	-	-

### C. Results of Metallographic Examination and Hardness Test

Two polished and etched specimens of the longitudinal cross section of stud A are shown in Figures 4 and 5, which include the broken wheel stud and the undamaged wheel stud, respectively. Most of the microstructures obtained (see Figures 4 and 5) exhibit fine tempered martensite. This indicates that the wheel studs A were manufactured by rolling or forging, and then followed by a quench hardening and tempering heat-treatment. From the microstructures shown in Figures 4 and 5, no any significant manufacturing defect is observed in most area being examined of the wheel studs A. As also seen in Figures 4 and 5, some case hardening layer is also applied to the wheel studs A during their past manufacturing process. The application of this case hardening layer has increased the hardness of the stud skin material quite significantly in comparison with the stud core material. From Table 2, it can be

seen that the hardness value in the range of 305-315 HV is obtained in most of the case hardening layer of the broken stud A, and this hardness range is higher than the hardness value of the stud core material which is only in the range of 269-276 HV. Similarly, the hardness value of the undamaged wheel stud A shown in Table 3 particularly on its thread surfaces is generally high in the range of 320 HV up to 420 HV, while the stud core material generally has a relatively lower hardness value in the range of 266 to 276 HV.

Table 2. Hardness value of studs A at different area

HV		
Area I	Area II	Area III
305	315	276
276	310	269

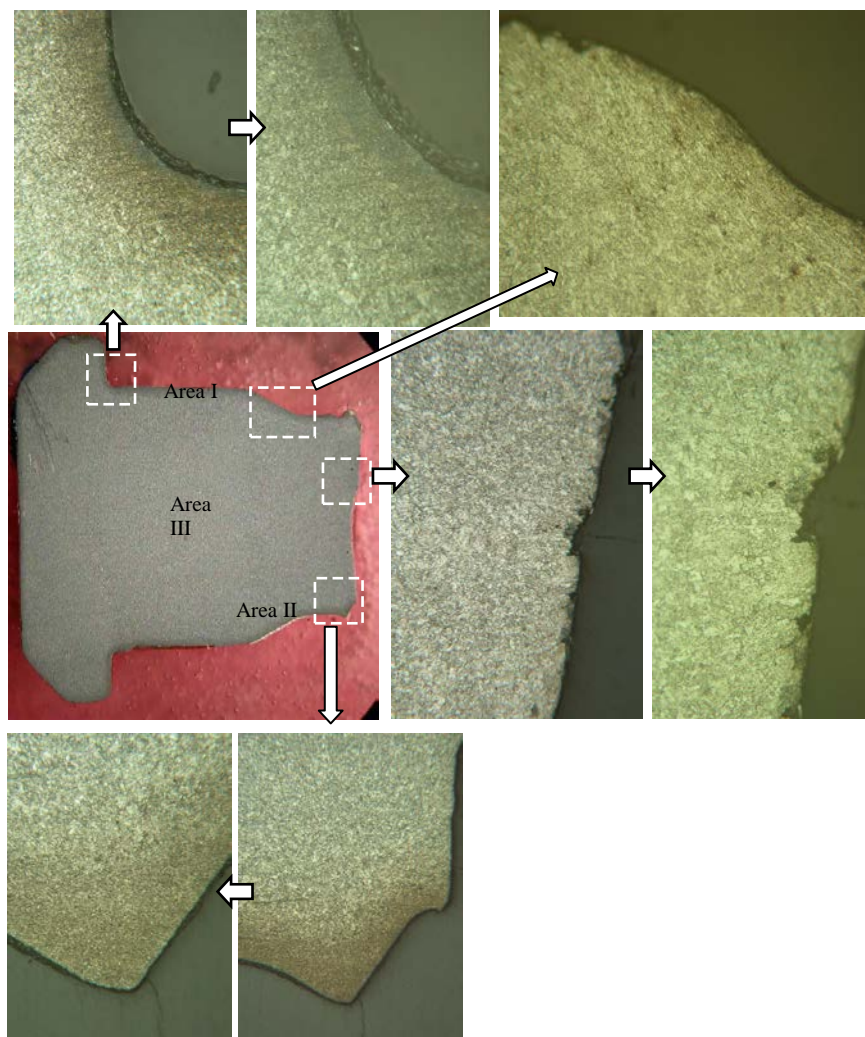


Figure 4. Microstructures obtained from the broken wheel stud A at different locations, showing fine tempered martensite. Etched with 5% Nital solution



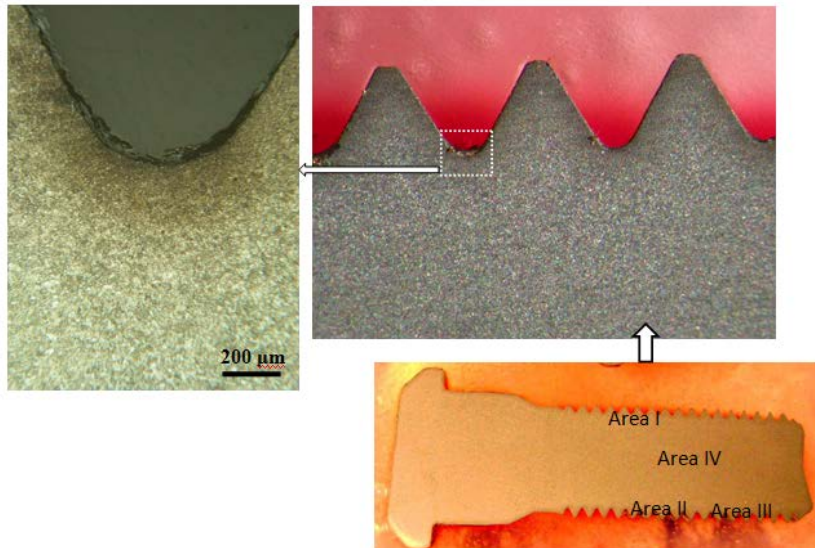


Figure 5. Microstructures obtained from the undamaged wheel stud A at location as indicated by the square grit, showing fine tempered martensite. Etched with 5% Nital solution

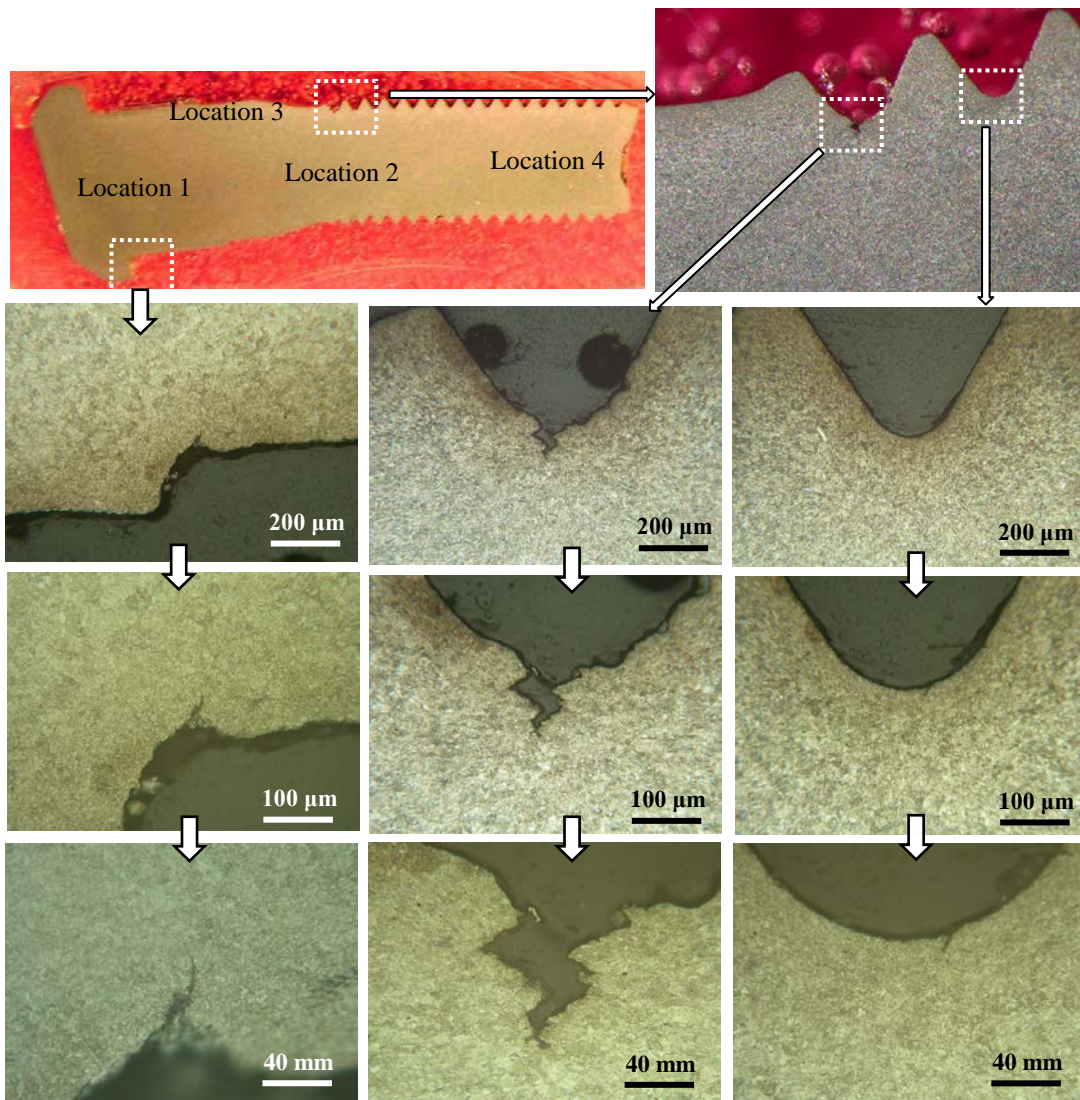


Figure 6. Microstructures obtained from the damaged (bent) wheel stud B at locations as indicated by the square grit, showing fine tempered martensite. Etched with 5% Nital solution



Table 3. Hardness value of the undamaged wheel stud A at different area

HV			
Area I	Area II	Area III	Area IV
412	420	386	276
399	412	325	266
380	392		
	320		

Table 4. Hardness value obtained from the damaged (bent) wheel stud B at different locations

HV			
Location 1	Location 2	Location 3	Location 4
242	191	218	126
256	187	225	135
218	164	215	141

Table 5. Hardness value obtained from the damaged nut B at different locations.

HV					
Location 1	Location 2	Location 3	Location 4	Location 5	Location 6
105	128	252	294	292	245
102	135	246	288	294	210
		248	248	251	165

Similar to studs A, the microstructures obtained from studs B also generally exhibit fine tempered martensite, see Figure 6. It is also seen in Figure 6 that a fatigue crack may have been initiating at the first thread root of the bent stud B. In addition, a fine fatigue crack due to bending may have also been developing at the root of its second thread. Furthermore, other fine fatigue crack may have also been initiating from a high stress concentration area at the head-to-shank fillet of the stud (see Figure 6). Moreover, there is no any manufacturing defect observed in most of the fatigue crack area formed in the wheel stud B. Although the microstructures obtained from the wheel studs B are very much similar with that obtained from the wheel studs A, however, the average hardness value of the damaged stud B is relatively lower compared to the average hardness value of the studs A (see Table 4). This difference in hardness may be associated with the difference in the parameters applied during the manufacturing process for the wheel studs B and A. It is also likely that the stud B has not been given with sufficient case hardening layer.

For the damaged nut B, the microstructures obtained are shown in Figure 7. It is clearly

seen that the damaged nut B is made of two parts, a hollow part having some internal screws or threads, and a top cover that was joined to the hollow part by welding. Microstructures of the top cover part consist of a predominant ferrite with some small amount of pearlite, typical of a low carbon steel material. This is supported by the hardness test results shown in Table 5 in which its hardness value is relatively low (in the range of 102-135 HV). On the other hand, the microstructures of the hollow part of the nut B shown in Figure 7 contain higher amount of pearlite in the ferrite matrix. This indicates that the hollow part of the nut B was made from carbon steel containing higher carbon compared to the top cover material of the nut B. The average hardness value of the hollow part of the nut B is also much higher compared to the average hardness value of the top cover material of the nut B, especially in the area around the internal screws or threads (see Table 5). However, in contrary this high hardness of the internal threads of the nut B is higher than the hardness of the stud threads of stud B. It can also be seen from Figure 7 that most of the nut B's external surface has been given with some coating of about 50 µm in thickness. The coating applied is most likely typical of hard chrome plating.

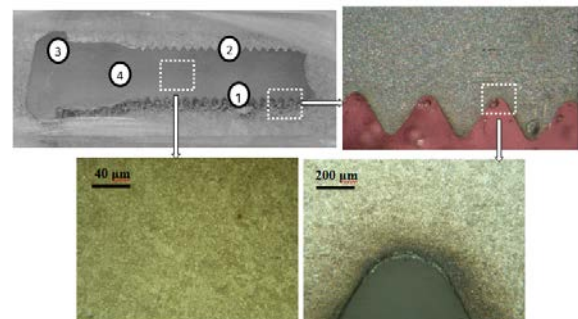


Figure 8. Microstructures obtained from the brand new non-OEM wheel stud C at locations as indicated by the square grid, showing fine tempered martensite. Etched with 5% Nital solution

Most of the microstructures obtained from the non-OEM wheel stud C (see Figure 8) also exhibit fine tempered martensite, similar to the microstructures obtained from the wheel studs A and B. It is also seen from the microstructures that a case hardening is also applied on most of the stud C surfaces. As seen in Table 6, the hardness value of the stud C surface is found in the range of 352 to 441 HV, much higher than the hardness value of its core material which is in the range of 320 to 325 HV. The associated wheel nut C together with

its ring washer is also examined, and its microstructures obtained are presented in Figure 9. It is clearly seen that the entire wheel nut C is made from the same material of a low carbon steel in which its microstructures consisting of a small amount of pearlite in the predominant soft and ductile ferrite matrix. It can also be seen that there is likely not any coating applied to the external surface of the wheel nut C.

Table 6. Hardness value obtained from the brand new non-OEM wheel stud C at different locations

HV			
Location 1	Location 2	Location 3	Location 4
402	441	325	320
375	356	344	325
352	-	352	325

For wheel stud D, its microstructures consist of fine tempered martensite, similar to those obtained from the wheel studs A, B and C (see Figure 10). It can also be seen that a case hardening layer may have also been applied to the wheel stud D. The hardness value obtained from the stud D thread surface is in the range of 330 to 495 HV, while the hardness value obtained from its stud core material is in the range of 283 to 306 HV (see Table 7). This hardness value of the core material of the stud D in average is relatively lower than the hardness value of the core material of stud C, but the stud D has the average surface hardness higher than the average surface hardness of stud C.

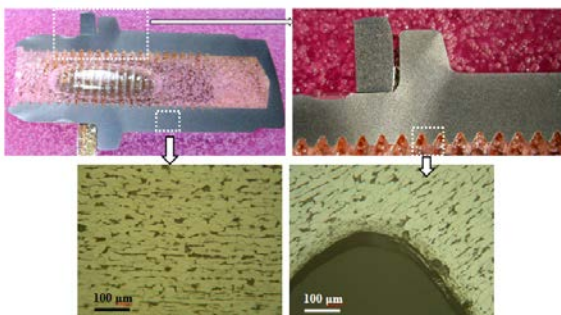


Figure 9. Microstructures obtained from the brand new non-OEM nut C at locations as indicated by the square grit, showing ferrite matrix with some small amount of second phase of pearlite. Etched with 5% Nital solution

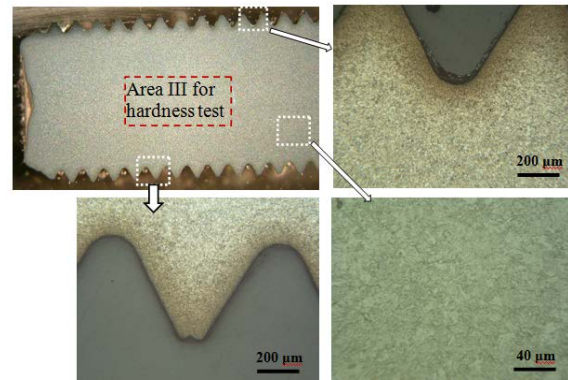
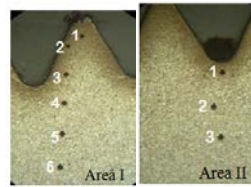


Figure 10. Microstructures obtained from the brand new OEM wheel stud D at locations as indicated by the square grit, showing fine tempered martensite. Etched with 5% Nital solution

Table 7. Hardness value obtained from the brand new OEM wheel stud D at different area

No	Hardness Value (HV)		
	Area I	Area II	Area III
1	495	444	283
2	480	402	285
3	356	301	
4	330	298	
5	306		
6	285		



#### D. SEM Fractography and EDS Analysis

The SEM fractographs of the surface fatigue fracture of the broken wheel stud A are presented in Figure 11. It can be seen that some of the fracture surfaces of the broken stud material exhibit less distinct striations of typical fatigue appearance of low alloy steel<sup>[8]</sup>. Although fatigue striations are not well resolvable at any location, but the entire fatigue fracture surface displays similar crystallographic features. Further evidence of the occurrence of fatigue fracture is also indicated by the fact that no any plastic deformation in the form of dimple fracture is observed on most of the SEM fractographs shown in Figure 11<sup>[2]</sup>.

The EDS spectrum obtained from the fatigue fracture surface of the broken wheel stud A at some test location is presented in Figure 12. The EDS spectrum show some major elements of the low-alloy steel containing chromium from which the wheel stud A was made such as: Fe, C, Si, Cr, Al and Mo. In addition, some other elements are also present such as: O, F, Zn, K and Ca. Oxygen (O) is likely coming from the oxide scale that may be present on the fracture surface of the wheel stud material, whereas Zn is most likely coming from the zinc coating that may have been applied to the stud surface. The source of

F, K and Ca is not clearly known, but they may be coming from the road soil and/or from the environment. However, the presence of these elements in small amounts may have not significantly affected to the stud damage as there is no any corrosion by product is observed to form on most of the fracture surface of the broken stud A.

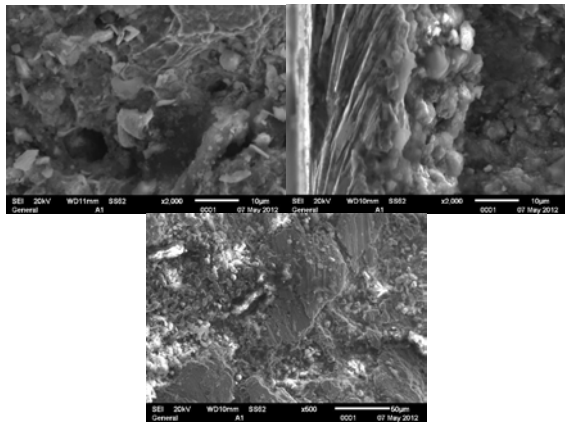


Figure 11. SEM micrographs obtained from the surface fatigue fracture of the broken wheel stud A

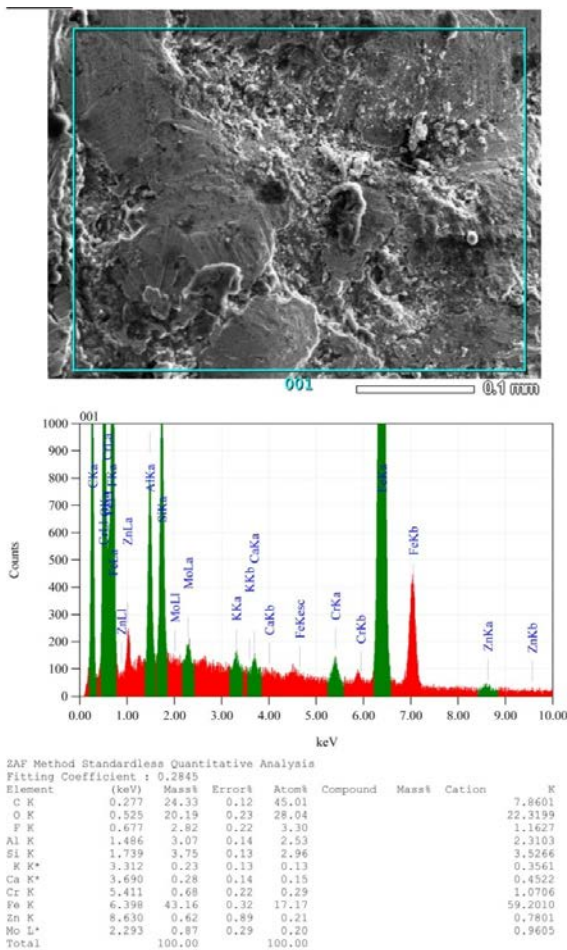


Figure 12. EDS spectrum of elements representing the corresponding composition of fracture surface of the broken wheel stud A

### E. Factors Affecting Fatigue Failure on the Wheel Studs or Nuts

The occurrence of loose wheel on the vehicle during its operation is very much dependent on the rigidity of the wheel-hub joint of the vehicle, and this is influenced by the degree of preload applied to the stud [9]. As the working load is applied during operation, the preloaded stud does not encounter any additional load until the working load equals to the stud preload. When the applied working load exceeds over the stud preload, the stud starts to lose its preload and its associated clamping force as well. With a fluctuating load during operation, this situation can cycle the stud progressively, with continued loss of preload and possible rapid fatigue failure. To eliminate fatigue problem that may occur on the wheel stud, it is usually considered to specify as high an initial preload as practical.

There are four possible factors that may have contributed to the acceleration of fatigue failure occurred on the wheel studs and/or nuts of the light vehicles operated at the harsh road condition of the coal mine site, either singly or in combination.

The four possible factors are given as follows:

(i). Improper use of the vehicle

This means that the vehicle has not been operated properly in such harsh road condition at the mine site so that the stud-wheel joint of the vehicle is subjected to an excessive or severe working load. As schematically illustrated in Figure 13, this severe working load when exceeded the stud preload, it could start to reduce the clamping force between the stud and the wheel joint and hence could establish a highly dynamic cyclic load condition. With the high fluctuating load due to road condition, this situation could cycle the wheel stud progressively, with continued loss of preload and thus resulted in a loose joint, and eventually followed by a possible rapid fatigue failure.

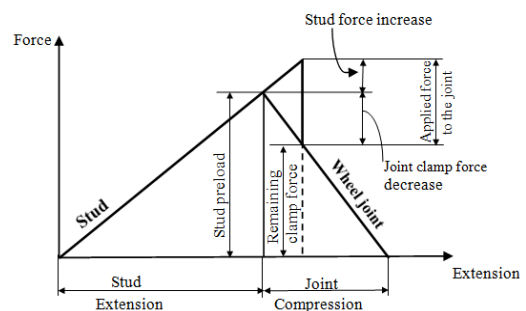
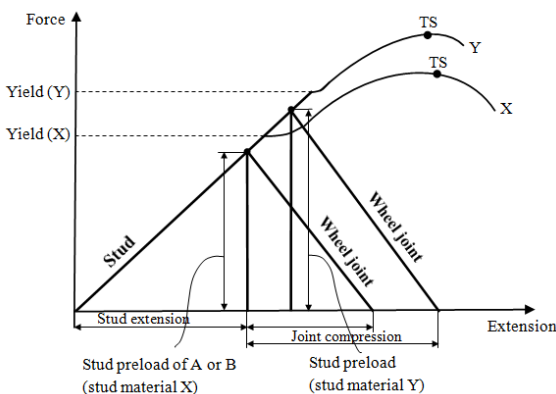


Figure 13. Diagram force versus compression extension of stud-wheel joint under an applied external force



(ii). Improper material of the stud

The yield and tensile strength of the studs A or B (see Figure 14 for the stud material X) may not be sufficient to withstand for the severe working load occurred on the harsh road condition at mine site. As a result, the studs A or B which is made from the material X was likely not able to accommodate a high (initial) preload during its installation if compared to a stud that made of material Y (see Figure 14). It can be seen from Figure 14 that material Y has higher yield and tensile strength than this material X. In practice, a high initial preload is actually required to obtain a high clamping force that make more rigid joint and thus increase stud fatigue life. Due to this limitation, the preload that could be applied to the stud A or B became relative low, and therefore the clamping force of joint tended to decrease easily when subjected to a severe load condition and thus resulted in a loose joint and eventually followed by a rapid fatigue crack or fracture.



**Note:**  
Yield or tensile strength (TS) of material Y > Yield or tensile strength (TS) of material X

Figure 14. Diagram of stud-wheel joint having two different preloads due to the difference in stud material used

(iii). Improper material of the wheel

The wheel material of light vehicle presently used is generally made using some aluminum alloy. The application of this aluminum wheel could result a “soft” joint (a high stiffness stud with a low stiffness joint), because the stiffness slope of the wheel stud is greater than that of the wheel joint and could result in a low preload (see Figure 15)<sup>[10]</sup>. As seen in Figure 15, when using a steel wheel it could result in a “hard” joint (a low stiffness stud with a high stiffness joint) and provides a higher initial preload compared to the aluminum wheel. The steel wheel joint could be subjected to a high

working load compared to the aluminum wheel joint and therefore the clamping force of steel wheel joint could maintain its stability/rigidity. As seen in Figure 15, for the same applied force to the wheel joint, the stud would sustain the majority of the applied force when the wheel material is made of aluminum compared if the wheel material is made of steel. Consequently, under a severe load condition the clamping force of Al wheel joint could decrease rapidly and establish a highly dynamic cyclic loading condition, leading to a rapid fatigue on the stud.

(iv). Incorrect installation of the stud and wheel joint

If the wheel and its hub are not secured snugly by the studs due to insufficient tightening of the studs, the resulting preload becomes low, and the working load is the imminent likelihood to exceed the stud preload and could reduce the clamping force (see Figure 16). Consequently, a slight movement of the wheel relative to the studs could generate some dynamic cyclic loads and could initiate fatigue cracking.

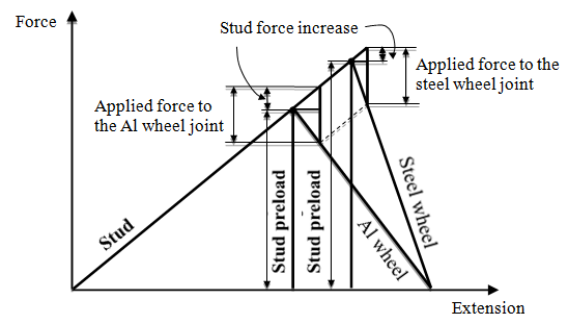


Figure 15. Diagram of stud-wheel joint having two different wheel materials, one is made of aluminum alloy and the other is made of steel

Each time the wheel made one revolution, unidirectional bending would occur on the studs. After fatigue started, the loosening of any stud would increase the stress on the remaining studs until they all failed. On the other hand, when the studs were over torqued, the stretch occurred on the studs could exceed the elastic limit, and the stud experienced some plastic deformation, taking a permanent set (see Figure 16). This typical damage due to some plastic deformation may have occurred on the studs B. This could result a loss in stud preload, and the clamping force acting on the wheel and hub joint would continue to decrease. Under high fluctuating loads during operation due to a severe road condition, this situation could cycle the stud progressively with continued loss of preload and possibly rapid fatigue failure. In

addition, over torquing would also cause the nut-thread stripping that may have also contributed to rapid stud failure.

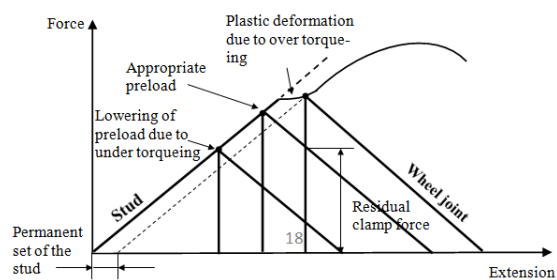


Figure 16. Diagram of stud-wheel joint under different preloads due to the difference in torques applied

Some of the test results of torque and angular displacement measurement obtained from the wheel stud/nut joint of studs D (OEM new stud/nut) and studs C (non-OEM new stud/nut) are presented in Figure 17. All of the test results obtained are then summarized and presented in Table 8. It can be seen from Table 8 that all studs D of the OEM wheel stud/nut could provide the torque at elastic limit higher than the non-OEM of studs C. On the other hand, the torque at maximum plastic limit of the OEM wheel stud/nut of studs D is relatively lower compared to the non-OEM wheel stud/nut C. The difference in torque versus angular displacement relationship between the OEM wheel stud/nut D and the non-OEM wheel stud/nut C might be associated with the difference in material used and/or by the difference in manufacturing process applied on both studs and nuts (see the chemical composition shown in Table 1 and the microstructures of studs D and C in Figures 8 and 10). Generally accepted that the wheel stud/nut having with higher torque at elastic limit is preferable being used for joint application. The higher the torque at elastic limit that the wheel stud/nut could withstand, the higher the preload that could be given to the joint. In practice, the highest initial preload is usually required by the joint in order to reduce its tendency of suffering from a possible loss in preload or clamping force during operation.

Furthermore, it can be seen from Table 8 that when the initial torque of 50 N-m is taken into account, then the maximum permissible torque that could be given to the OEM wheel stud/nut of studs D is in the range of 125 to 175 N-m or 12.74 to 17.83 kg-m, whereas for the non-OEM wheel stud/nut C, the maximum permissible torque that could be given is in the

range of 90 to 140 N-m or 9.17 to 14.27 kg-m. According to the information obtained from a Car Dealer, stated that by experience, the preload torque is usually applied to the wheel stud/nut joint with a maximum torque of 11.50 kg-m, whereas in the manual book shows that the preload torque is recommended being 10.70 kg-m.

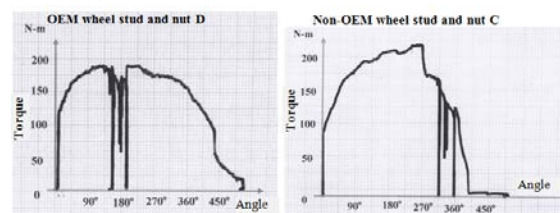


Figure 17. The torque and angular displacement curves obtained from the test of the wheel studs and nuts

Table 8. Results of torque and angular displacement measurement obtained from the OEM of stud D and the non-OEM of stud and nut C

Wheel stud/nut	Torque			
	Torque at Elastic Limit		Torque at Maximum Plastic Limit	
	N-m	kg-m	N-m	kg-m
OEM wheel stud and nut D1	150	15.28	165	16.82
OEM wheel stud and nut D2	125	12.74	190	19.37
OEM wheel stud and nut D3	140	14.27	212	21.61
Non-OEM wheel stud and nut C1	100	10.19	190	19.97
Non-OEM wheel stud and nut C2	90	9.17	230	23.44

#### 4. CONCLUSIONS

The results of chemical analysis obtained show that the material used for all wheel studs under study such as the used and damaged studs A and B, and the unused or new studs C and D is very much close and met to the material specification of JIS G4104 Class SCR 415 and/or SAE/AISI 5120, a typical low alloy steel containing chromium that mainly used for machine structural application.

It is also found that all wheel stud materials under study exhibit similar microstructures of fine tempered martensite. This indicates that all the wheel studs were manufactured by hot forming such as hot rolling or forging and then followed by machining, quench hardening and tempering heat treatment.

Although all the wheel studs exhibit similar microstructures of fine tempered martensite, however the average hardness value of the stud core material A and D have similar hardness value in the range of 266 to 285 HV, or 24.8 to

27.8 HRC, whereas the stud core material C has the highest hardness value of 320-325 HV, or 32.2-32.5 HRC. On the other hand, the stud core material B shows the lowest hardness range of 126 to 191 HV, or 120 to 182 HB. The difference in this hardness value obtained among the stud material may be associated with the difference in parameters that may have been applied during the manufacturing process of the studs. In addition, all the wheel studs under study are also given with case hardening layer in order to further improve the surface strength of the studs against fatigue crack.

Most of the wheel nut material is made of low carbon steel having microstructure of ferrite as matrix phase and pearlite as second phase. In general, this wheel nut material is softer than the material of the stud, except for the wheel nut B in which its average hardness value is somewhat higher than the average hardness value of the stud. Due to its low hardness, it may have caused the stud B to become susceptible to plastic deformation.

According to the fracture topography and mode of failure, the broken stud A has experienced fatigue fracture that was caused by a load cycling under unidirectional bending at low nominal stress. Similar fatigue crack was also observed on the damaged wheel stud B. There is no any significant manufacturing defect or corrosion encountered around the fatigue crack area of the studs that may have contributed to initiate the fatigue crack.

There are four possible factors that may have contributed to the acceleration of fatigue failure on the wheel studs or nuts of the vehicles, either singly or in combination, including improper use of the vehicle, improper material of the wheel stud, improper material of the wheel, and/or incorrect installation of the stud and wheel joint.

From the results of torsion test obtained, it is found that the OEM studs D could accommodate higher maximum permissible torque than that of the non-OEM studs C. Maximum permissible torque that can be applied to the OEM stud D is in the range of 125 to 175 N-m, or 12.74 to 17.83 kg-m, whereas for the non-OEM stud C, the maximum permissible torque that can be applied is in the range of 90 to 140 N-m, or 9.17 to 14.27 kg-m.

## ACKNOWLEDGEMENT

The author wishes to express his gratitude to the head and members of Department of Mechanical Engineering, Faculty of Industrial

Technology of the National Institute of Science and Technology (ISTN) for their support and encouragement in publishing this work.

## REFERENCE

- [1] M. R. Hasan, "Failure Investigation Report on Different Components of an Automotive Engine", *International Journal of Mechanical Engineering and Applications*, vol. 5, no.1, pp. 47-51, 2017.
- [2] "Failures of Mechanical Fasteners", Handbook: Failure Analysis and Prevention, *ASM International*, vol.11, pp. 531-541, 1998.
- [3] R.J.Shipley, P.C.Bouldin, E.W.Holmes, "In-Service Failure of SAE Grade 8.1 Wheel Studs", Handbook of Case Histories in Failure Analysis, *ASM International*, vol. 2, pp. 73-75, 1993.
- [4] S.N.Yadav, N.S.Hanamapure, "Analyze the Effect of Slip Angle on Fatigue Life of Wheel Rim of Passenger Car by Using Radial Fatigue Testing", *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*, vol. 2, pp. 4309-4318, September 2013.
- [5] D.N.Adnyana, "Metallurgical Assessment of a Broken Gearbox Intermediate Shaft of a Reciprocating Compressor", *Metalurgi - Majalah Ilmu dan Teknologi*, vol. 31 (1), pp. 19-32, April 2016.
- [6] "Ferrous Materials & Metallurgy I", Japanese Standards Association, JIS Handbook., pp. 1181-1182, 2001.
- [7] "Guide to Engineered Materials 2002", Advanced Materials and Processes, pp. 58-60, December 2001.
- [8] W.F.Jones, Fatigue Failure of a 1000 mm Diameter Trailer Wheel at the Bolt Holes, Handbook of Case Histories in Failure Analysis, *ASM International*, vol. 1, pp. 85-87, 1992.
- [9] C.W.Ferrone, D.Kopernik, "Heavy Truck Wheel Separation-Failure Modes and Classifications", *Safety Brief*, vol. 13, pp. 1-6, December 1997.
- [10] S.Das, "Design and Weight Optimization of Aluminum Alloy Wheel", *International Journal of Scientific and Research Publication*, vol. 4, pp. 1-12, June 2014.





## ANALISA STRUKTURMIKRO DAN PENGARUHNYA TERHADAP SIFAT MEKANIS BATANGAN REL TIPE R54

**Robby Dwiwandono<sup>a</sup>, Leksono Firmansyah<sup>a</sup>, Satrio Herbirowo<sup>b</sup>, M Yunan Hasbi<sup>b</sup>, Fatayalkadri Citrawati<sup>b,\*</sup>**

<sup>a</sup>Universitas Sultan Ageng Tirtayasa

Jl. Jend. Sudirman Km. 3, Cilegon, Banten, 42434

<sup>b</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI  
Gedung 470, Kawasan Puspiptek, Tangerang Selatan

\*E-mail: [taya.citra@gmail.com](mailto:taya.citra@gmail.com)

Masuk Tanggal : 27-08-2017, revisi tanggal : 07-09-2017, diterima untuk diterbitkan tanggal 30-09-2017

### Intisari

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui sifat mekanik dan strukturmikro dari beberapa jenis batangan rel bertipe R54 yang digunakan di Indonesia, yaitu yang berasal dari Jerman (Baja Rel G) dan Cina (Baja Rel C). Dalam aplikasinya, ketangguhan tinggi diperlukan agar material batangan rel mampu meredam atau menahan beban roda kereta api saat berjalan. Dalam penelitian ini, beberapa pengujian telah dilakukan, antara lain pengujian komposisi kimia dengan OES (*optical emission spectroscopy*), pengamatan metalografi dengan OM (*optical microscope*), pengujian kekuatan tarik serta uji keras *micro Vickers*. Dari hasil pengujian komposisi kimia didapatkan bahwa kedua batangan rel termasuk ke dalam baja rel (*rail steel*) Fe-C-Mn, dimana Baja Rel G memiliki unsur pepadu mikro Zr lebih besar dari Baja Rel C. Perbedaan komposisi kimia ini tidak mempengaruhi besarnya kekuatan tarik pada kedua material secara signifikan, dimana dari hasil pengujian tarik didapatkan nilai kekuatan tarik untuk Baja Rel G sebesar 1050 MPa dan Baja Rel C sebesar 1044 MPa dengan nilai elongasi yang sama yaitu sebesar 13%. Pengaruh dari perbedaan kandungan unsur-unsur pepadu, dalam hal ini Zr, dimungkinkan dapat mempengaruhi nilai kekerasan rata-rata dari kedua batangan rel melalui pembentukan presipitat, dimana dari hasil pengujian kekerasan pada bagian badan rel, secara keseluruhan, Baja Rel G memiliki nilai kekerasan rata-rata lebih tinggi dibandingkan Baja Rel C, yaitu 341 HV (Baja Rel G) dan 324 HV (Baja Rel C). Perbedaan pada nilai kekerasan juga ditunjukkan untuk bagian kepala dan bagian badan rel dari kedua batangan rel. Pada bagian kepala, terutama di seputaran bagian permukaannya, memiliki nilai kekerasan rata-rata yang lebih tinggi, yaitu 452 HV (Baja Rel G) dan 423 HV (Baja Rel C), dibandingkan dengan kekerasan rata-rata pada bagian badan, baik di area tepi maupun tengah. Perbedaan kekerasan yang terjadi antara bagian kepala dan badan rel pada kedua batangan rel salah satunya dipengaruhi oleh strukturmikronya, yang didominasi oleh fasa perlit.

**Kata Kunci:** Baja rel, rel kereta, strukturmikro, sifat mekanis, R54, perlit, jarak lamela

### Abstract

*This study was conducted to observe the mechanical properties and microstructures of two rail tracks type R54 used in Indonesia, which produce in Germany (rail steel G) and China (rail steel C). During its application, it is necessary for rail track to have high toughness to bear the dynamic load from wheel movement. In this study, several examinations and observations have been made, which comprise OES chemical composition analysis, metallography by using OM, tensile test, and micro Vickers hardness test. The OES chemical composition result shows that both rail tracks belong to Fe-C-Mn rail steels, in which, rail steel G has higher Zr micro alloy content than rail steel C. These differences do not significantly affect their tensile strength, which are 1050 MPa and 1044 MPa for rail steel G and rail steel C, respectively. Moreover, both samples were observed to have elongation of 13%. The difference in micro alloys, specifically Zr, may influence the hardness of the samples through precipitate strengthening. The average hardness in the body part of the tracks show that rail steel G has slightly higher hardness value compare to rail steel C. It is 341 HV for rail steel G and 324 HV for rail steel C. This hardness difference was also found between the head part and the body part of both rail tracks. In the head part, the area near the edge of the rail tracks e has an average hardness of 452 HV for rail steel G and 423 HV for rail steel C. These values are higher than the hardness value of the body part of both rail tracks. The difference in hardness of the body part and the head part might be due to the phases in their microstructure, which observed to be dominated*



---

---

by pearlite.

**Keywords:** Rail steel, rail track, microstructure, mechanical property, R54, pearlite, lamellar spacing

---

---

## 1. PENDAHULUAN

Negara Indonesia memiliki salah satu modal transportasi darat yang efektif dan efisien, yaitu kereta api. Salah satu komponen penting dalam transportasi kereta api adalah rel kereta api. Rel kereta api berfungsi sebagai pijakan kereta api untuk bergerak atau berpindah. Material yang dipakai dalam pembuatan rel kereta api adalah baja<sup>[1]</sup>.

Rel yang digunakan harus mempunyai kuat tarik minimum sebesar 90 MPa dan kekerasan pada bagian kepala rel tidak kurang dari 240 HB (*hardness brinell*). Kekerasan pada bagian kepala rel dapat ditingkatkan menjadi sebesar kisaran 320-388 HB dengan diberikan perlakuan panas sehingga umur rel dapat menjadi lebih panjang karena ketahanan aus dari rel pun meningkat<sup>[1]</sup>.

Saat ini, rel kereta api di Indonesia dibedakan menjadi beberapa tipe yaitu R54, R50, dan R42. Berdasarkan standar dari UIC (*international union of railways*) kode nomor dari tipe-tipe rel tersebut memiliki arti berat rata-rata batangan baja rel di setiap meter panjangnya. Selain perbedaan pada beratnya, perbedaan dari tipe-tipe rel tersebut adalah pada dimensinya. Semakin besar angka pada tipe maka semakin tebal pula dimensinya<sup>[2]</sup>.

Perbedaan tipe batang rel mempengaruhi beberapa hal yaitu tekanan maksimum yang dapat diterima batang rel pada saat dilintasi oleh kereta api dan menentukan kecepatan maksimum yang diizinkan saat kereta api melintasi batang rel. Semakin besar angka pada tipe rel, maka semakin besar tekanan maksimum dan kecepatan maksimum yang dapat diterima dan diaplikasikan pada batang rel tersebut<sup>[2]</sup>.

Tipe rel yang saat ini paling banyak digunakan pada moda transportasi kereta api di Indonesia adalah tipe R54 yang digunakan pada jalur dengan kepadatan lalu lintas yang tinggi, dimana saat ini Indonesia menggunakan baja rel R54 yang diproduksi oleh negara Cina dan Jerman.

Perbedaan sifat mekanis diantara beberapa tipe rel, dipengaruhi oleh komposisi kimia, perlakuan panas dan strukturmikro yang terbentuk. Pengaruh komposisi kimia dan perlakuan panas terhadap sifat mekanis telah ditunjukkan pada proses pembuatan rel di

Inggris sejak tahun 1857, dimana setelah material baja rel Fe-C/Mn yang menghasilkan fasa perlit dikenakan proses perlakuan panas, kekuatan tariknya meningkat dari kisaran 618 MPa menjadi 710-880 MPa<sup>[3]</sup>.

Mengingat besarnya pengaruh strukturmikro terhadap sifat-sifat material serta dalam upaya meningkatkan kualitas dari rel yang ada di Indonesia, maka penelitian dasar dari baja rel R54 yang saat ini umum digunakan dalam moda transportasi kereta api penting untuk dilakukan. Penelitian karakterisasi baja R54 ini dapat menjadi landasan dan acuan dalam upaya meningkatkan kualitas dari baja rel. Adapun karakterisasi yang dilakukan meliputi komposisi kimia dengan OES (*optical emission spectroscopy*), uji keras, uji kekuatan tarik, dan analisis strukturmikro dengan metalografi.

## 2. PROSEDUR PERCOBAAN

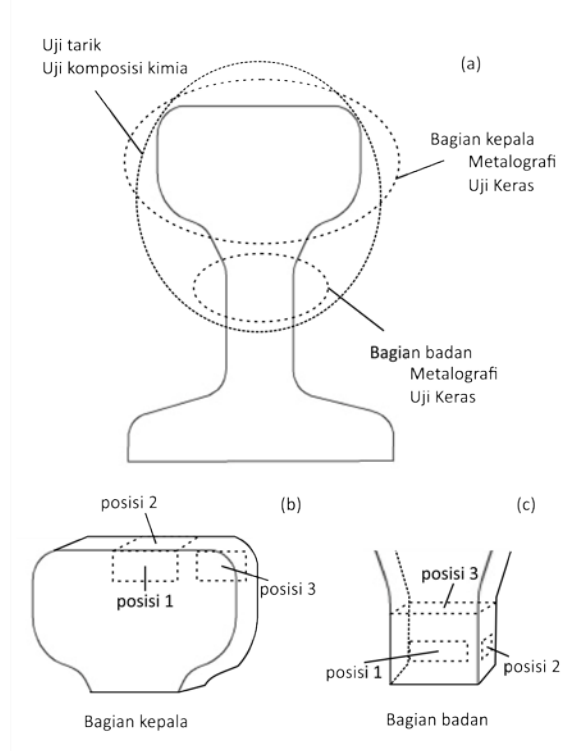
Material yang dikarakterisasi pada penelitian ini adalah batangan rel tipe R54 buatan China (Baja Rel C) dan Jerman (Baja Rel G) yang sudah digunakan. Adapun bagian dari baja rel R54 yang dikarakterisasi pada penelitian ini adalah bagian kepala dan bagian badan dari rel. Posisi pengambilan sampel yang digunakan untuk pengujian ditunjukkan pada Gambar 1.

Analisis komposisi kimia dari baja tersebut dilakukan dengan menggunakan OES. Tujuan dari analisa ini adalah untuk mengetahui kandungan unsur apa saja yang terdapat pada baja tersebut serta persentasenya. Pengamatan metalografi dilakukan pada bagian badan dan kepala baja rel. Pada bagian kepala, pengamatan dibagi menjadi tiga bagian yaitu penampang depan tengah, atas, dan pinggir (lekukan) yang ditunjukkan pada Gambar 1(b). Pada bagian badan, pengamatan dibagi menjadi tiga bagian yaitu penampang melintang, atas, dan samping yang ditunjukkan pada Gambar 1(c).

Sampel yang akan diamati dipotong menggunakan mesin *cutting* kemudian *dimounting*, dipoles, dan dietsa menggunakan dua larutan etsa yaitu 4% picral + 2% nital dengan perbandingan 10:1, dan 10% SMB (*sodium metabisulphite*). Kemudian dilakukan pengamatan dan pengambilan gambar dengan

menggunakan mikroskop optik OLYMPUS DP 12.

Pengujian kekerasan sampel baja R54 dilakukan menggunakan alat uji kekerasan *microvickers* merek MITUTOYO. Pengujian kekerasan dilakukan pada bagian badan dan juga bagian kepala dengan menggunakan standar JIS E1120 untuk mengetahui kekerasan pada Baja Rel G dan Baja Rel C. Pengujian kekuatan tarik dilakukan menggunakan mesin uji tarik merek INSTRON. Pengujian kekuatan tarik dilakukan dengan menggunakan standar ASTM E8. Tujuan dari pengujian tarik ini adalah untuk mengetahui kekuatan luluh, kekuatan maksimum dan elongasi pada kedua sampel.



Gambar 1. Gambar skematis dari batangan rel (a) pengambilan sampel untuk bagian kepala dan bagian badan dan pengambilan sampel untuk pengamatan metalografi pada tiga lokasi yang berbeda untuk (b) bagian kepala dan (c) bagian badan

### 3. HASIL DAN DISKUSI

Hasil pengamatan metalografi pada Gambar 2 dan Gambar 3 dari Baja Rel G dan Baja Rel C menunjukkan bahwa strukturmikro kedua material didominasi oleh fasa perlit. Dimana pembentukan fasa ini, selain dipengaruhi oleh proses perlakuan panas juga oleh komposisi kimia dari material.

Pada Tabel 1, hasil pengujian komposisi kimia untuk Baja Rel G dan Baja Rel C, menunjukkan bahwa kadar karbon pada kedua material termasuk dalam kadar C yang tinggi

sebab memiliki kisaran nilai di atas 0,5% berat<sup>[4]</sup> dan memiliki kandungan Mn yang relatif tinggi dibandingkan unsur pepadu lain. Kedua unsur ini memiliki peranan yang penting dalam pembentukan fasa perlit, dimana unsur C berperan melalui banyak sedikitnya terbentuknya sementit<sup>[5]</sup> sedangkan Mn berperan dalam meningkatkan jumlah kandungan perlit, menurunkan jarak lamela dan meningkatkan ukuran butiran ferit<sup>[5-6]</sup>. Adanya kandungan Si di dalam kedua material, bersama dengan unsur C dan Mn, pada aplikasinya diharapkan mampu meningkatkan kekuatan aus dari material baja rel<sup>[5-7]</sup>.

Tabel 1. Hasil uji komposisi kimia dari Baja Rel G dan Baja Rel C

Unsur (% berat)	Baja Rel G	Baja Rel C
C	0,74	0,71
Si	0,42	0,40
S	0,007	0,005
P	0,007	0,005
Mn	1,12	1,08
Ni	0,02	0,02
Cr	0,04	0,04
Cu	0,02	0,03
Ti	0,002	0,001
Sn	0,002	0,002
Al	0,004	0,003
Nb	0,003	0,002
Zr	0,001	0,0004
Zn	0,002	0,001
Fe	Bal.	Bal.

Dari kedua material baja rel, perbedaan yang cukup signifikan terlihat pada unsur pepadu mikro Zr, dimana Baja Rel G memiliki kandungan Zr yang lebih tinggi dibandingkan Baja Rel C. Kandungan Zr pada Baja Rel G ini dimungkinkan memberikan peningkatan kekuatan melalui pembentukan presipitat.

Secara keseluruhan, kandungan unsur-unsur kimia pada Baja Rel G dan Baja Rel C tidak jauh berbeda, oleh karena itu dari hasil pengujian tarik, kekuatan tarik, kekuatan luluh maupun elongasinya tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan diantara kedua material. Besaran nilai-nilai ini dapat dilihat pada Tabel 2. Selisih nilai kekuatan tarik dan kekuatan luluh dari kedua material menunjukkan bahwa Baja Rel G memiliki nilai kekuatan tarik 6 MPa lebih tinggi dan kekuatan luluh 7 MPa lebih tinggi dibandingkan dengan Baja Rel C. Dengan besaran elongasi yang sama, Baja Rel G memiliki ketangguhan yang sedikit lebih baik dari Baja Rel C.

Tabel 2. Hasil uji tarik Baja Rel G dan Baja Rel C

	Baja Rel G	Baja Rel C
Kekuatan Luluh (MPa)	683	676
Kekuatan Tarik (MPa)	1050	1044
Elongasi (%)	13	13

Besaran nilai kekuatan tarik yang relatif sama ini, selain dipengaruhi oleh kandungan unsur pepadu utama dari kedua baja rel yang tidak jauh berbeda juga strukturmikro pada bagian badan yang sama-sama didominasi oleh fasa perlit. Pada Gambar 2, fasa perlit ditunjukkan oleh area selang seling hitam dan putih (etsa 4% picral dan 2% nital) atau coklat dan putih (etsa 10% SMB).

Hasil pengamatan fasa perlit yang diperoleh dari tiga posisi bagian badan di kedua baja rel menunjukkan adanya variasi lebar jarak antara lamela sementit dalam fasa perlit.

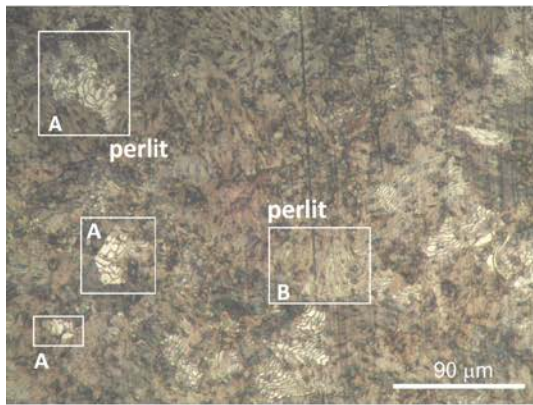
Pada area penampang melintang baja rel, yaitu posisi 1, Baja Rel G (Gambar 2(a) dan (c)) memiliki jarak fasa perlit terkecil yang dapat diamati sebesar  $\sim 1,5 \mu\text{m}$ , demikian juga pada Baja Rel C (Gambar 2(b) dan (d)) yang memiliki jarak terkecil pada  $\sim 1,4 \mu\text{m}$ . Jarak terkecil kedua baja rel tidak jauh berbeda, tetapi untuk jarak terlebarnya, fasa perlit pada Baja Rel C menunjukkan adanya jarak sebesar  $\sim 7,4 \mu\text{m}$ . Jarak ini  $3 \mu\text{m}$  lebih lebar dibandingkan dengan jarak terlebar lamela perlit pada Baja Rel G, yang memiliki lebar sebesar  $\sim 3,9 \mu\text{m}$ . Beberapa fasa perlit yang menunjukkan adanya perbedaan lebar lamela, ditunjukkan dengan area kotak A, untuk lebar lamela yang relatif lebih kecil, dan area kotak B, untuk lebar lamela yang relatif lebih besar pada Baja Rel G. Pada posisi 2, yang ditunjukkan oleh Gambar 2(e) untuk Baja Rel G dan Gambar 2(f) untuk Baja Rel C, variasi lebar lamela perlit masih tetap terlihat. Variasi ini berselang diantara  $\sim 0,6 \mu\text{m}$  hingga  $\sim 3,5 \mu\text{m}$  untuk Baja Rel G dan  $\sim 1,4 \mu\text{m}$  hingga  $\sim 6,6 \mu\text{m}$  untuk Baja Rel C.

Pada posisi 3, jarak lamela perlit terbesar yang teramati untuk Baja Rel G, merupakan jarak yang terlebar relatif terhadap dua posisi

sebelumnya (Gambar 2(g)), yaitu sebesar  $\sim 4,6 \mu\text{m}$ . Jarak terlebar pada Baja Rel G ini masih terbilang lebih kecil dibandingkan jarak terlebar yang teramati pada Baja Rel C untuk posisi yang sama (Gambar 2(h)), yaitu sebesar  $\sim 5,7 \mu\text{m}$ . Sedangkan untuk jarak terkecil, pada posisi 3, Baja Rel G dan Baja Rel C masing masing memiliki jarak sebesar  $\sim 1,1 \mu\text{m}$  dan  $\sim 0,8 \mu\text{m}$ . Secara keseluruhan, variasi selang jarak lamela pada bagian badan untuk Baja Rel G lebih kecil jika dibandingkan dengan Baja Rel C.

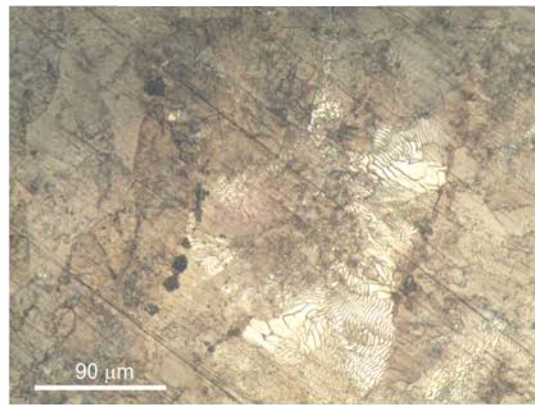
Untuk strukturmikro pada bagian kepala dari kedua baja rel (Gambar 3), perbedaan terbesar antara lebar jarak lamela perlit untuk kedua baja rel adalah sebesar  $\sim 1,3 \mu\text{m}$ . Dari tiga posisi yang diamati, Baja Rel G memiliki fasa perlit dengan jarak lamela pada selang  $\sim 1,6 - \sim 2,4 \mu\text{m}$  untuk posisi 1 (Gambar 3(a)),  $\sim 0,8 - \sim 1,5 \mu\text{m}$  untuk posisi 2 (Gambar 3(c)) dan  $\sim 1,4 - \sim 2,7 \mu\text{m}$  untuk posisi 3 (Gambar 3(e)). Sedangkan untuk Baja Rel C, kisaran selang jarak lamela ini tidak jauh berbeda, yaitu  $\sim 0,7 - \sim 1,9 \mu\text{m}$  untuk posisi 1 (Gambar 3(b)),  $\sim 1,5 - \sim 2,7 \mu\text{m}$  untuk posisi 2 (Gambar 3(d)) dan  $\sim 1,2 - \sim 2,5 \mu\text{m}$  untuk posisi 3 (Gambar 3(f)). Dari pengamatan pada bagian kepala, kedua baja rel memiliki jarak terlebar lamela perlit yang kurang lebih sama, yaitu  $\sim 2,7 \mu\text{m}$ . Jika dibandingkan dengan fasa perlit pada bagian badan, jarak ini lebih kecil sebesar  $\sim 1,9 \mu\text{m}$  dari jarak lamela perlit terlebar Baja Rel G dan sebesar  $\sim 4,7 \mu\text{m}$  dari jarak lamela perlit terlebar Baja Rel C. Perbedaan variasi jarak lamela perlit yang teramati antara bagian kepala dan badan ini baik dari Baja Rel G maupun Baja Rel C akan memberikan hasil pengujian mekanis yang berbeda pula.

**Baja Rel G**

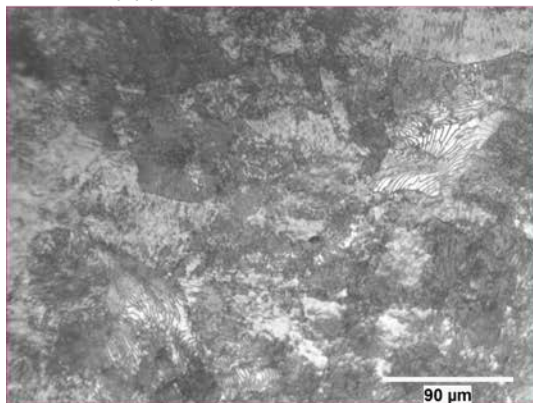


(a) posisi 1, etsa 10% SMB

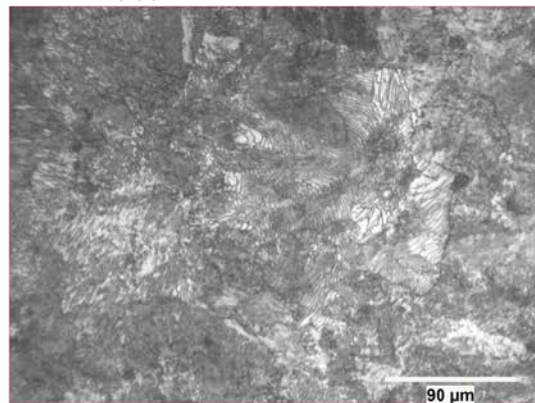
**Baja Rel C**



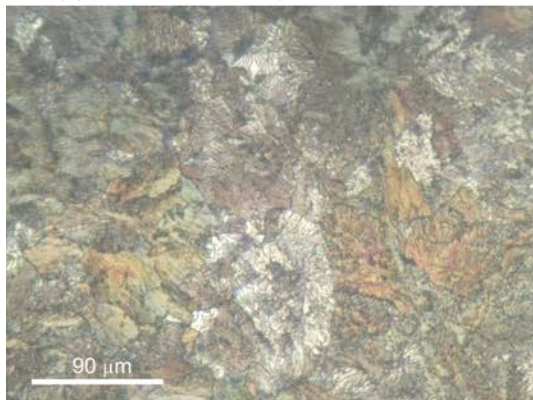
(b) posisi 1, etsa 10% SMB



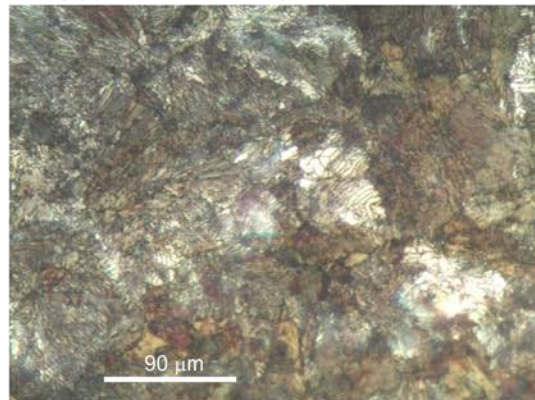
(c) posisi 1, etsa 4% picral + 2% nital



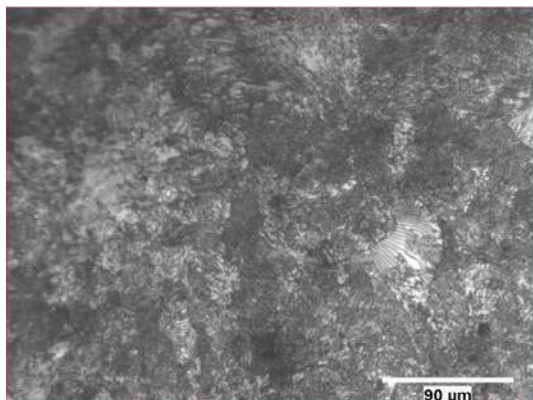
(d) posisi 1, etsa 4% picral + 2% nital



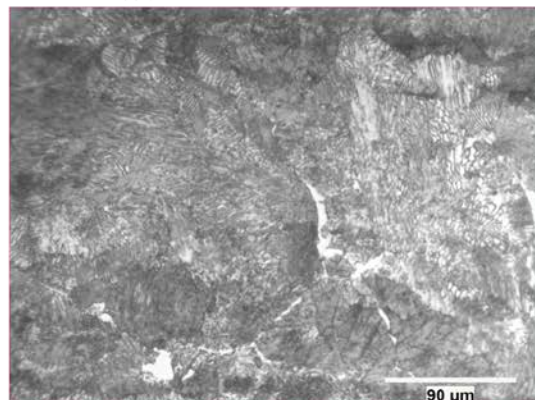
(e) posisi 2, etsa 10% SMB



(f) posisi 2, etsa 10% SMB



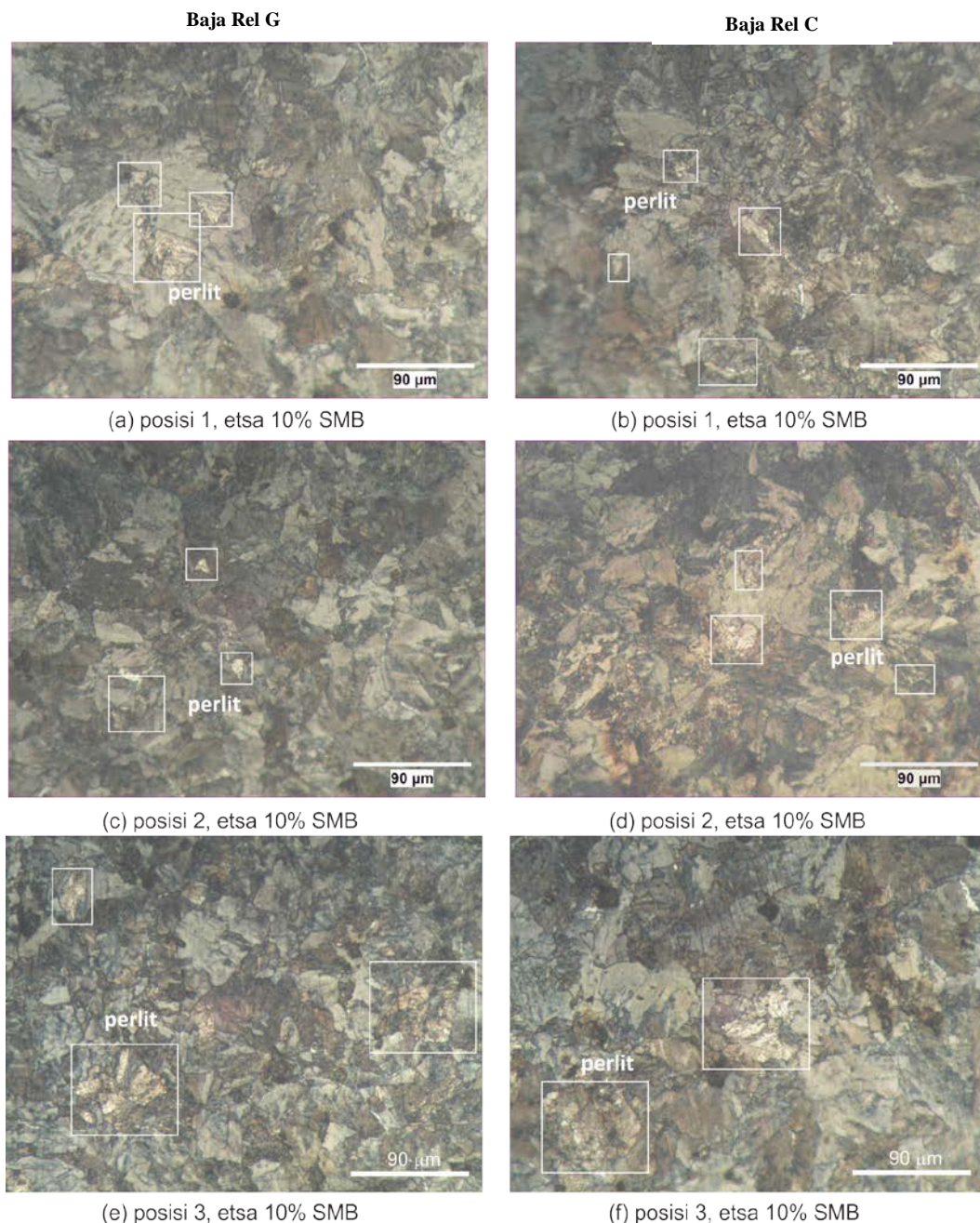
(g) posisi 3, etsa 4% picral + 2% nital



(h) posisi 3, etsa 4% picral + 2% nital

Gambar 2. Strukturmikro bagian badan untuk (a), (c), (e), (g) Baja Rel G dan (b), (d), (f), (h) Baja Rel C pada (a), (b), (c) (d) posisi 1 (e), (f) posisi 2 dan (g), (h) posisi 3 menunjukkan dominasi fasa perlit (hitam putih atau coklat putih) dan sedikit jaringan fasa ferit (putih)





Gambar 3. Strukturmikro bagian kepala untuk (a), (c), (e) Baja Rel G dan (b), (d), (f) Baja Rel C pada (a), (b) posisi 1 (c), (d) posisi 2 dan (e), (f) posisi 3

Jarak dari lebar lamela perlit ini memiliki pengaruh terhadap besaran nilai kekuatan luluh dan kekerasan material<sup>[8-9]</sup>. Secara matematis, pengaruh lebar lamela perlit terhadap kedua besaran tersebut mengikuti tipe hubungan Hall-Petch<sup>[10]</sup> dan dapat dituliskan sebagai berikut:

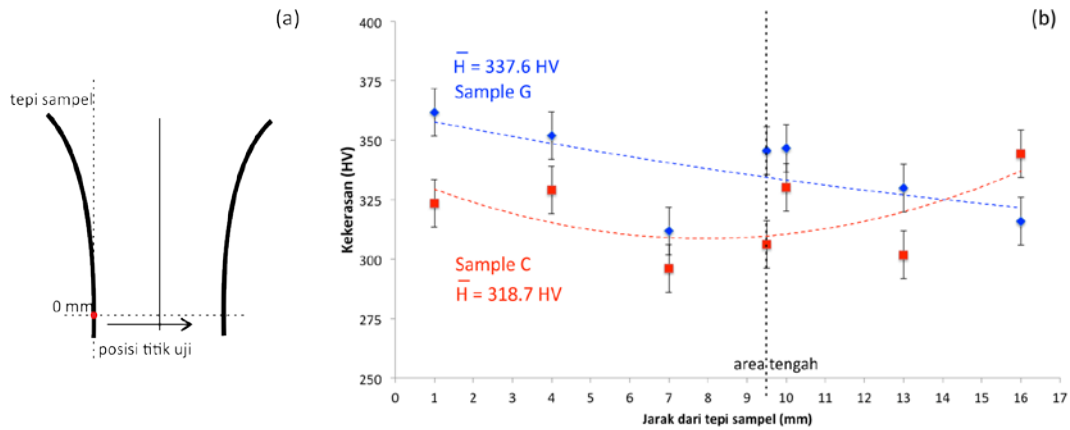
$$\sigma_y = \sigma_0 + K_\sigma S^{-1/2} \quad (1)$$

$$H_v = H_0 + K_H S^{-1/2} \quad (2)$$

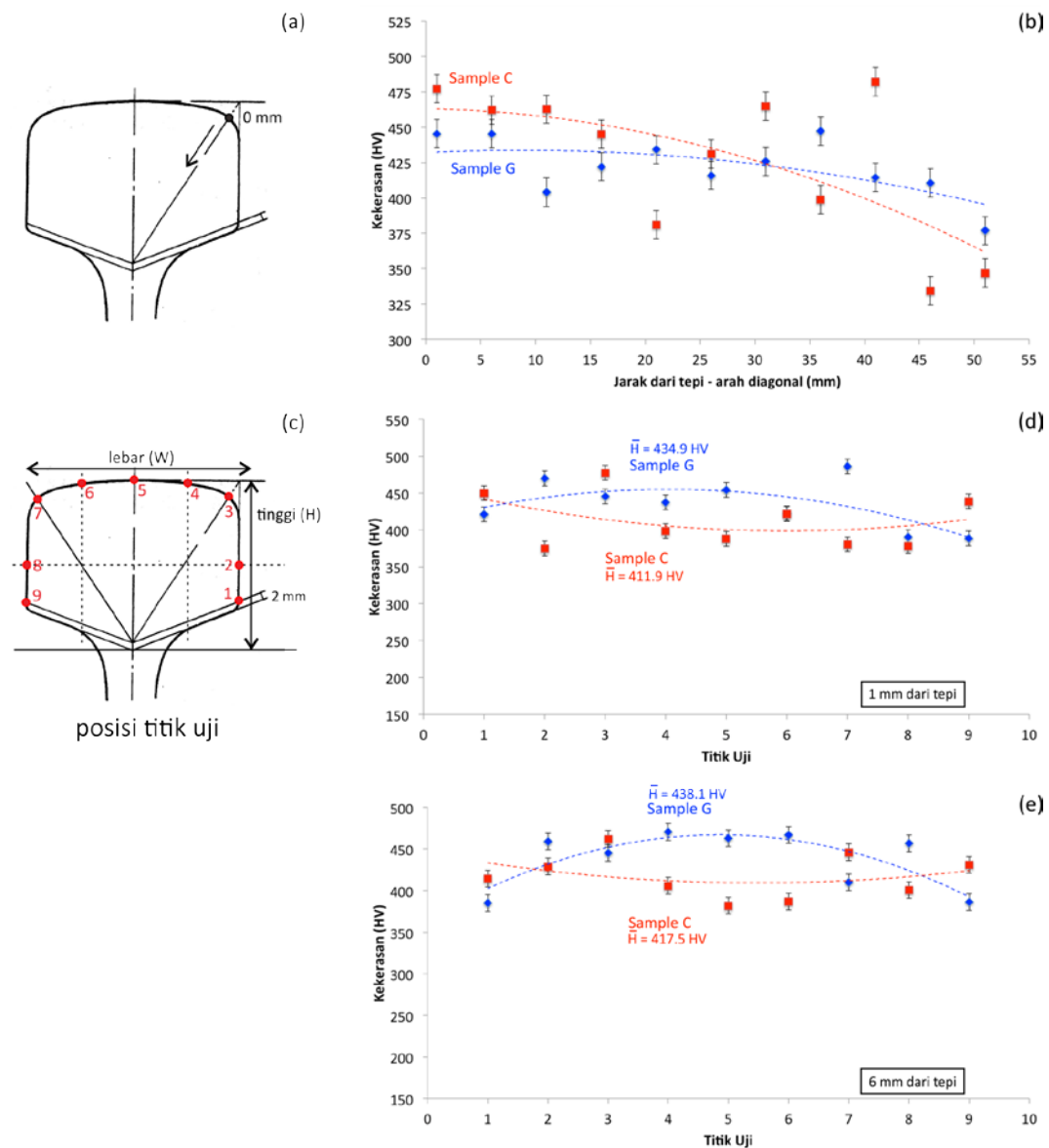
dimana  $\sigma_y$  adalah kekuatan luluh,  $H_v$  adalah kekerasan Vicker's,  $S$  adalah jarak antar lamela fasa perlit dan besaran  $\sigma_0$ ,  $H_0$ ,  $K_\sigma$  dan  $K_H$  merupakan besaran dan konstanta yang dapat

diperoleh melalui pengaluran nilai  $\sigma_y$  ataupun  $H_v$  terhadap  $S^{-1/2}$ .

Dari kedua persamaan tersebut, terlihat bahwa lebar jarak lamela perlit berbanding terbalik dengan kekuatan luluhnya (persamaan (1)). Hal ini sesuai dengan hasil perhitungan jarak lamela dan pengujian tarik yang diperoleh untuk Baja Rel G dan Baja Rel C, dimana Baja Rel G memiliki rata-rata jarak lamela sebesar  $\sim 2,3 \mu\text{m}$  dan nilai kekuatan luluh sebesar 683 MPa, sedangkan Baja Rel C memiliki rata-rata jarak lamela sebesar  $\sim 3,6 \mu\text{m}$  dan nilai kekuatan luluh sebesar 676 MPa.



Gambar 4. (a) Gambar skematik pengambilan lokasi uji keras pada bagian badan Baja Rel G dan Baja Rel C (b) pengaluran nilai kekerasan terhadap jarak pada penampang melintang badan rel Baja Rel G dan Baja Rel C



Gambar 5. Gambar skematik pengambilan titik pengujian kekerasan pada bagian kepala Baja Rel G dan Baja Rel C secara (a) diagonal dari tepi lengkungan dan (c) pada beberapa titik di seputar bagian tepi kepala sesuai dengan standar JIS E1120 (b), (d) dan (e) menyajikan hasil pengaluran antara nilai kekerasan terhadap jarak atau titik uji

Selain dari kekuatan luluh, berdasarkan hubungan matematis pada persamaan (2), lebar perlit juga berbanding terbalik dengan kekerasannya. Beberapa hasil pengujian kekerasan untuk Baja Rel G dan Baja Rel C dapat dilihat pada Gambar 4 untuk pengujian pada bagian badan dan Gambar 5 untuk pengujian pada bagian kepala.

Pengujian pada bagian badan, dilakukan beberapa kali di area tepi dan di beberapa titik di sepanjang arah horizontal penampang melintang kedua baja rel (Gambar 4(a)). Nilai kekerasan rata-rata untuk bagian tepi pada Baja Rel G sebesar 342 HV, sedangkan untuk Baja Rel C sebesar 334 HV. Nilai rata-rata kekerasan ini memiliki perbedaan terhadap nilai kekerasan sepanjang area penampang melintang dari kedua baja rel (Gambar 4(b)).

Dari grafik pengaluran antara nilai kekerasan dan jarak pengambilan titik uji keras (Gambar 4(b)), terlihat bahwa area tepi memang memiliki kekerasan yang sedikit lebih tinggi dibandingkan dengan area tengah baja rel, dengan kekerasan rata-rata sepanjang penampang melintang bagian badan baja rel adalah 337,6 HV untuk Baja Rel G dan 318,7 HV untuk Baja Rel C.

Pada bagian kepala, posisi pengambilan titik uji kekerasan beserta pengaluran hasil pengujian kekerasannya untuk Baja Rel G dan Baja Rel C ditunjukkan pada Gambar 5. Dari Gambar 5(a) dan (b), hasil pengujian kekerasan yang dilakukan dari tepi hingga bagian tengah kepala rel secara diagonal memperlihatkan bahwa bagian tepi pada Baja Rel G memiliki selisih nilai kekerasan sebesar 68,4 HV dengan bagian tengah baja rel, sedangkan pada Baja Rel C selisih ini hampir mencapai dua kali lipat dari selisih pada Baja Rel G, yaitu sebesar 130 HV. Khusus untuk pengujian di sekeliling bagian tepi, titik-titik uji yang diambil, ditunjukkan secara skematis pada Gambar 5(c) sedangkan hasil pengalurannya disajikan dalam bentuk grafik H vs titik uji pada Gambar 5(d) yaitu untuk posisi uji yang diambil pada jarak 1 mm dari tepi dan pada Gambar 5(e) untuk posisi uji yang diambil pada jarak 6 mm dari tepi baja rel. Dari 9 titik yang diuji, titik uji 4, 5, dan 6 merupakan area permukaan yang bersentuhan langsung dengan roda kereta. Pengaluran yang dihasilkan dari Baja Rel G dan Baja Rel C untuk jarak 1 mm dan 6 mm cenderung memiliki tren yang sama, yaitu untuk Baja Rel G area permukaan memiliki kekerasan yang sedikit lebih tinggi dibandingkan nilai kekerasan kedua area sisi, sebaliknya untuk Baja Rel C area

permukaannya memiliki nilai kekerasan yang cenderung lebih rendah dibandingkan dengan nilai kekerasan area kedua sisinya (Gambar 5(d) dan (e)).

Dari hasil pengamatan strukturmikro, area pengujian pada titik 4, 5 dan 6, diamati melalui strukur mikro posisi 2, dimana jarak lamela perlit rata-rata untuk Baja Rel G adalah sebesar  $\sim 0,7 \mu\text{m}$ , sedangkan untuk Baja Rel C sebesar  $\sim 1,2 \mu\text{m}$ . Perbedaan ini dapat menjadi salah satu penyebab perbedaan nilai kekerasan pada area yang bersentuhan dengan roda (titik 4, 5 dan 6) diantara kedua baja rel. Nilai kekerasan rata-rata untuk pengujian di sekeliling area tepi kepala untuk Baja Rel G adalah 434,9 HV untuk tepi 1 mm dan 438,1 HV untuk tepi 6 mm, nilai ini relatif lebih tinggi dibandingkan dengan nilai rata-rata Baja Rel C yang berada pada besaran 411,9 HV untuk tepi 1 mm dan 417,5 HV untuk tepi 6 mm. Secara keseluruhan, nilai kekerasan rata-rata kedua baja rel telah memenuhi standar yang dibutuhkan untuk aplikasi batangan rel kereta bertipe R54<sup>[11]</sup>.

Perbedaan nilai rata-rata kekerasan yang cukup signifikan, terlihat pada nilai kekerasan rata-rata antara bagian badan dan bagian tepi kepala baik pada Baja Rel G maupun Baja Rel C, yaitu 337,6 HV (Baja Rel G) dan 318,7 HV (Baja Rel C) untuk bagian badan dan 434,9 HV - 438,1 HV (Baja Rel G) dan 411,9 HV - 417,5 HV (Baja Rel C) untuk bagian tepi kepala. Salah satu faktor yang mempengaruhi perbedaan nilai rata-rata kekerasan ini adalah dari strukturmikro kedua bagian yang berbeda yaitu terutama pada perbedaan jarak lamela dari fasa perlit. Jika digabungkan antara kedua baja rel, bagian badan memiliki jarak lamela rata-rata  $\sim 3 \mu\text{m}$  sedangkan bagian kepala memiliki jarak lamela rata-rata sebesar  $\sim 1,8 \mu\text{m}$ .

Dari keseluruhan hasil pengujian yang telah dilakukan, terlihat bahwa pada baja yang strukturmikronya mengandung fasa ferit dan perlit, perbedaan jarak lamela dari fasa perlit dapat memberikan pengaruh yang cukup signifikan terhadap sifat mekanis dari material. Selain dari faktor strukturmikro, perbedaan nilai kekerasan rata-rata dari Baja Rel G dan Baja Rel C baik pada bagian badan maupun kepala, dapat juga dipengaruhi oleh unsur pepadu mikro yang ditambahkan melalui pembentukan presipitat.

#### 4. KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan terhadap batangan rel kereta api Jerman dan Cina dapat disimpulkan bahwa struktur mikro batangan rel bertipe R54 dari kedua negara tersebut adalah ferit dan perlit. Keduanya termasuk ke dalam kelompok baja dengan kandungan C tinggi, yaitu sebesar 0,7% berat dan memiliki kandungan unsur padu utama yang sama, yaitu Mn, sebesar 1% berat. Perbedaan terlihat pada unsur padu mikro, dimana Baja Rel G memiliki kandungan Zr yang lebih tinggi dibandingkan Baja Rel C. Tidak ditemukan adanya perbedaan kekuatan tarik, kekuatan luluh dan elongasi yang signifikan diantara keduanya. Namun, dari hasil uji keras, secara keseluruhan Baja Rel G memiliki nilai rata-rata kekerasan lebih tinggi dibandingkan dengan Baja Rel C, yang dapat disebabkan oleh perbedaan kandungan unsur padu mikro dan jarak lamela dari fasa perlit dari masing-masing baja rel.

#### UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI yang telah memberikan pendanaan melalui kegiatan Kompetensi Inti Tahun 2016. Ucapan terimakasih juga kepada PT KAI Persero DAOP 1 atas sampel baja rel yang diberikan, dan Ir. Budi Priyono atas sesi diskusi.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] S. H. T. Utomo, *Jalan Rel*, 2nd ed. Yogyakarta: Beta Offset, 2009.
- [2] Peraturan Dinas No. 10 Tahun 2009 tentang Perencanaan Konstruksi Jalan Rel, S. Negara 10, 2009.
- [3] J. Yates, "Innovation in rail steel," *Science in Parliament*, vol. 53, pp. 2-3, 1996.
- [4] G. E. Totten, *Steel Heat Treatment Metallurgy and Technologies*, 2nd ed. Portland: CRC Press, 2006.
- [5] B. Sladojevic, M. Jelic, and M. Puzic, "New Requirements for The Quality of Steel Rails," *Metalurgija-MJoM*, vol. 17, pp. 213-219, 2011.
- [6] F. M. Al-Abbasi, "Micromechanical modeling of ferrite-pearlite steels," *Materials Science and Engineering A*, vol. 527, pp. 6904-6916, 2010.
- [7] D. Zeng, L. Lu, N. Zhang, Y. Gong, and J. Zhang, "Effect of different strengthening methods on rolling/sliding wear of ferrite-pearlite steel," *Wear*, vol. 358, pp. 62-71, 2016.
- [8] O. P. Modi, N. Deshmukh, D. P. Mondal, A. K. Jha, A. H. Yegneswaran, and H. K. Khaira, "Effect of interlamellar spacing on the mechanical properties of 0.65% C steel," *Materials Characterization*, vol. 46, pp. 347-352, 2001.
- [9] L. Wang, D. Tang, and Y. Song, "Prediction of mechanical behavior of ferrite-pearlite steel," *Journal of Iron and Steel Resesarch, International*, vol. 27, pp. 321-327, 2017.
- [10] A. R. Marder and B. L. Bramfitt, "The Effect of Morphology on the Strength of Pearlite," *Metallurgical Transactions A*, vol. 7A, pp. 365-372, 1976.
- [11] D. K. Arnold, *Railroad Track Mechanics and Technology*. New Jersey: Pergamon Press, 1975.





## PENGARUH RAPAT ARUS DAN WAKTU PELAPISAN NIKEL PADA AISI 410 DENGAN METODE PULSE ELECTRODEPOSITION TERHADAP STRUKTURMIKRO DAN LAJU KOROSI

Rivaldo Ramadhana Saputra<sup>a</sup>, Soesaptri Oediyani<sup>a</sup>, Yulinda Lestari<sup>b,\*</sup>, Efendi Mabru<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI  
Gedung 470 Kawasan Puspiptek, Tangerang Selatan, Indonesia 15310

<sup>b</sup>Universitas Sultan Ageng Tirtayasa  
Jl. Jendral Sudirman KM.03, Cilegon, Indonesia

\*Email: [yulinda.lestari17@gmail.com](mailto:yulinda.lestari17@gmail.com)

Masuk Tanggal : 28-02-2017, revisi tanggal : 23-08-2017, diterima untuk diterbitkan tanggal 30-09-2017

### Intisari

Proses pelapisan nikel dengan metode *pulse electrodeposition* pada AISI 410 dilakukan untuk menurunkan laju korosi AISI 410 pada aplikasi industri, yaitu *turbine blade* yang sering mengalami masalah korosi. Proses pelapisan menggunakan larutan *nickel sulphate* 250 g/l, *boric acid* 50 g/l dan *nickel chloride* 45 g/l pada temperatur 50 – 60 °C dengan variasi rapat arus 10, 15, 20 dan 25 A/dm<sup>2</sup> dan lamanya proses pelapisan 10, 15 dan 20 menit. *Duty cycle* yang digunakan adalah 80% dan frekuensi *pulse* 100 Hz. Pengujian strukturmikro dilakukan menggunakan SEM-EDS (*scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy*) untuk melihat ukuran butir dan ketebalan lapisan nikel yang terbentuk. Pengujian laju korosi dilakukan menggunakan alat CMS (*corrosion measurement system*). Hasil penelitian menunjukkan bahwa semakin besar rapat arus dan semakin lama proses pelapisan maka ukuran butir dalam strukturmikro lapisan semakin kecil dan laju korosi yang terukur semakin kecil. Laju korosi paling kecil adalah 0,00027 mmpy pada rapat arus 25 A/dm<sup>2</sup> dan waktu pelapisan 20 menit.

**Kata Kunci:** *Pulse electrodeposition, AISI 410, nikel, strukturmikro, laju korosi*

### Abstract

*Nickel plating process with pulse methods in AISI 410 electrodeposition has been done to reduce corrosion rate of this material in industrial applications i.e turbine blade that is often experienced corrosion problems. The coating process using nickel sulfate 250 g / l, boric acid 50 g / l and nickel chloride 45 g / l at temperature of 50-60 ° C with various of current densities for 10, 15, 20 and 25 A / dm<sup>2</sup> and time for coating process of 10, 15 and 20 minutes. Duty cycle used was 80% and the pulse frequency approximately around 100 Hz. Microstructure examined by using SEM-EDS (scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy) to observe grain size and thickness of the nickel layer. Corrosion rate measured by using CMS (corrosion measurement system). The results showed that increasing of current density and coating process would reduce grain size and corrosion rate in coating area. The corrosion rate is 0.00027 mmpy when the current density is 25 A / dm<sup>2</sup> and plating time is 20 minutes.*

**Keywords:** *Pulse electrodeposition, AISI 410, nickel, microstructure, corrosion rate*

## 1. PENDAHULUAN

Baja AISI 410 merupakan material baja tahan karat (*stainless steel*) jenis martensitik yang banyak digunakan dalam bidang industri dan kesehatan. Aplikasi material AISI 410 dalam bidang industri digunakan antara lain sebagai *valve*, pompa dan turbin. Sedangkan dalam bidang kesehatan

digunakan sebagai peralatan bedah yaitu, pisau dan gunting bedah. AISI 410 mempunyai sifat mekanik dan ketahanan korosi yang baik<sup>[1]</sup>. Nilai laju korosi AISI 410 adalah 3,58 mm/tahun<sup>[2]</sup>. Namun pada aplikasi di bidang perindustrian khususnya turbin, sering terjadi *pitting corrosion* pada material AISI 410.

Upaya penurunan laju korosi material AISI 410 dengan cara rekayasa permukaan dapat dilakukan dengan beberapa metode, diantaranya adalah implantasi ion TiN, *electroless* Ni, *electroplating* Ni dan *pulse electrodeposition* Ni. Metode implantasi ion TiN membutuhkan tahap *pre-treatment* yang rumit yaitu *ultrasonic cleaner* dan membutuhkan waktu yang cukup lama, yaitu 1 sampai 5 jam<sup>[2]</sup>. Metode *electroless* merupakan pelapisan tanpa menggunakan arus listrik, dibutuhkan waktu yang lebih lama untuk mencapai ketebalan yang sama dengan metode pelapisan menggunakan arus listrik. Metode *electroplating* Ni menggunakan arus searah memiliki tahapan yang sama dengan *pulse electrodeposition*, namun hasil penurunan laju korosinya tidak lebih baik dibanding metode *pulse electrodeposition*. Metode *pulse electrodeposition* yang membedakan dengan proses arus searah konvensional terutama dalam tingginya kerapatan arus puncak dan alternatif pada *on-time* dan *off-time*. Penggunaan teknik *pulse electrodeposition* memungkinkan elektrolisis dengan kepadatan arus yang sangat tinggi dalam waktu singkat, yaitu, tingkat deposisi sangat tinggi dicapai selama *on-time*. Penyesuaian parameter deposisi dapat mengubah ukuran butir, kepadatan kembar dan tekstur kristalografi yang menjadi salah satu faktor yang mampu memperbaiki sifat mekanik<sup>[3]</sup>.

*Pulse electrodeposition* dari nikel adalah metode pelapisan deposit nikel dengan menggunakan prinsip elektrokimia. Anoda yang biasa digunakan adalah nikel murni dan katodanya adalah material yang akan dilapis. Katoda sebagai material yang akan dilapis harus konduktor. Larutan elektrolit yang digunakan adalah larutan *watts* dengan komposisi 250 – 300 g/L *nickel sulphate*, 40 – 55 g/L *nickel chloride* dan 30- 45 g/L *boric acid*<sup>[4-5]</sup>.

Nikel mempunyai ketahanan korosi yang baik. Pelapisan nikel bertujuan untuk menurunkan nilai laju korosi dari Baja AISI 410. Selain itu lapisan deposit nikel juga bisa meningkatkan nilai kekerasan dan memperindah material yang dilapis. Hasil lapisan nikel umumnya halus dan mengkilat sehingga meningkatkan nilai dekoratif<sup>[6]</sup>.

Lapisan yang dihasilkan dengan metode *pulse electrodeposition* dipengaruhi oleh banyak variabel antara lain adalah rapat arus, waktu, konsentrasi larutan elektrolit, *pH* larutan elektrolit, temperatur, frekuensi *pulse* dan *duty cycle*. Selain itu perlakuan awal permukaan

material yang akan dilapis juga mempengaruhi hasil *pulse electrodeposition*<sup>[7]</sup>. Permukaan material harus rata dan bersih dan untuk mendapatkan permukaan material yang ideal dilakukan tahap *grinding*, *polishing*, *pickling*, *rinsing* dan *drying*.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh rapat arus dan waktu pelapisan nikel dengan metode *pulse electrodeposition* terhadap ukuran butir dan ketahanan korosi material AISI 410 yang sudah dilapisi nikel.

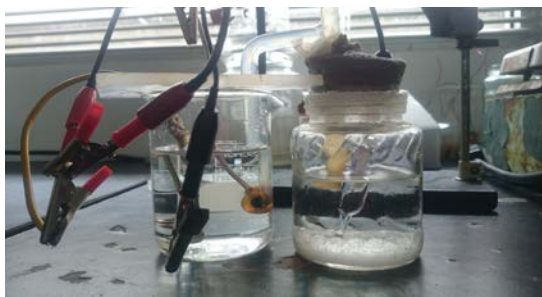
## 2. PROSEDUR PERCOBAAN

Material yang digunakan dalam penelitian adalah baja AISI 410 berbentuk plat dengan tebal 2 mm, panjang 20 mm dan lebar 20 mm yang dilakukan *pretreatment* terlebih dahulu agar proses pelapisan lebih efektif<sup>[8]</sup>. Tahap awal permukaan sampel dibersihkan secara manual dari produk korosi dan dicuci menggunakan deterjen lalu dibilas menggunakan *aquadest*, dan direndam dalam 10 ml HNO<sub>3</sub>, 20 ml HCl, dan 30 ml H<sub>2</sub>O pada suhu ruang selama 2 menit. Setelah itu, sampel dibilas dengan menggunakan *aquadest*. Selanjutnya, sampel diaktivasi menggunakan 0,6 g/l PdCl<sub>2</sub> + 5 ml HCl pada suhu ruang selama 10 menit lalu direndam dalam *aquadest* selama 1 menit. Terakhir sampel direndam dalam 50 g/l NaH<sub>2</sub>PO<sub>2</sub> selama 10 menit dan dibilas menggunakan *aquadest* lalu sampel dimasukkan ke dalam larutan elektroless Ni-P<sup>[9]</sup>. Kemudian dilakukan proses pelapisan nikel dengan metode *pulse electrodeposition*. Larutan yang digunakan adalah dengan komposisi larutan nikel sulfat 250 g/L, asam borat 50 g/L dan nikel klorida 45 g/L<sup>[10]</sup>. Ketiga larutan dicampur dalam satu wadah. Kemudian dilakukan proses pencelupan sampel yang telah dikaitkan dengan kawat pada larutan yang telah dicampurkan dalam satu wadah.

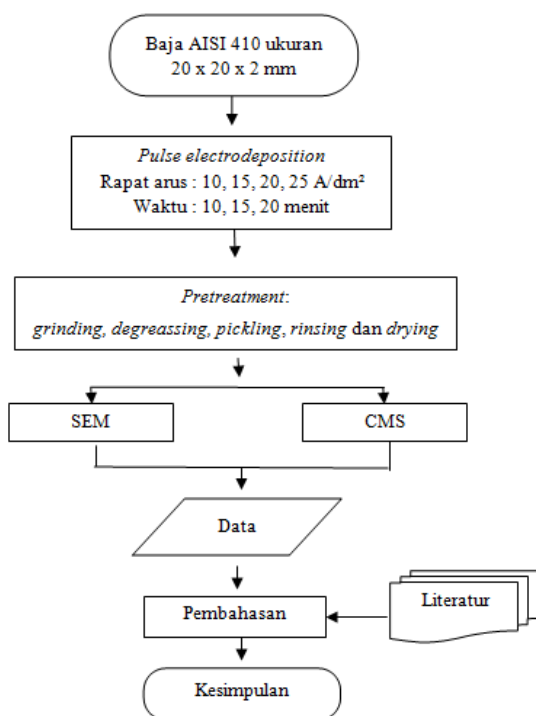


Gambar 1. Display *rectifier* selama proses pelapisan

Untuk proses pelapisan, sampel dihubungkan dengan alat *rectifier* yang merupakan penyearah gelombang (Gambar 1). Pada peralatan tersebut, parameter yang bisa diatur adalah arus, frekuensi dan *duty cycle*. Arus selama proses pelapisan konstan karena sudah dilakukan pengesetan pada *rectifier*. *Duty cycle* yang digunakan 80% dan frekuensi *pulse* 100 Hz. Variabel percobaan yaitu rapat arus 10, 15, 20, 25 A/dm<sup>2</sup> dan waktu 10, 15, dan 20 menit dimana pengukuran waktu manual menggunakan *stopwatch*. Proses pelapisan dijaga pada temperatur 50-60 °C menggunakan pemanas (*heater*).



Gambar 2. Rangkaian pengujian korosi dalam penelitian ini



Gambar 3. Ilustrasi diagram alir penelitian yang dilakukan

Setelah itu dilakukan pengamatan strukturmikro lapisan dengan menggunakan peralatan SEM (*scanning electron microscopy*), permukaan dan *cross-section* lapisan diamati untuk

mengetahui mekanisme pembentukan dan menentukan ketebalan lapisan. Performa lapisan dalam lingkungan korosi dievaluasi dalam larutan NaCl 3,5% dengan metode potentiodynamic polarization menggunakan alat CMS (*corrosion measurement system*) merk Gamry G750, USA dengan *scan rate* 1 mV/s (Gambar 2). Elektroda referensi yang digunakan adalah calomel, elektroda *counter* adalah Platina, serta luas area sampel yang terekspos 1 cm<sup>2</sup>. Metode penelitian yang dilakukan ditunjukkan pada Gambar 3.

### 3. HASIL DAN DISKUSI

#### A. Pengaruh Rapat Arus terhadap Laju Korosi

Pada penelitian ini dilakukan pelapisan nikel dengan metode *pulse electrodeposition* untuk menurunkan laju korosi AISI 410. Data laju korosi pada penelitian ini didapat dari pengujian menggunakan alat CMS berupa kurva polarisasi yang kemudian diolah dengan *software* Gamry. Hasilnya dapat dilihat pada Tabel 1 dimana semakin besar rapat arus maka laju korosi semakin kecil. Nilai rapat arus dari awal sudah ditentukan (*setting*) pada alat *rectifier*.

Menurunnya nilai laju korosi disebabkan oleh ketebalan lapisan nikel yang terbentuk. Pada Gambar 4 dapat dilihat grafik pengaruh ketebalan lapisan nikel terhadap laju korosi, yaitu semakin tebal lapisan nikel maka laju korosi semakin kecil.

Selain dipengaruhi oleh ketebalan lapisan nikel, menurunnya laju korosi juga dipengaruhi oleh rata-rata ukuran butir lapisan nikel yang terlihat pada hasil SEM. Ketebalan lapisan dan ukuran butir pada lapisan ini diukur secara mikroskopis menggunakan SEM beberapa butiran kemudian dihitung rata-ratanya. Pada Gambar 5 dapat dilihat grafik pengaruh ukuran butir lapisan nikel terhadap laju korosinya, yaitu semakin kecil ukuran butir lapisan nikel maka nilai laju korosinya semakin kecil. Garis regresi pada Gambar 5 digunakan untuk mencari nilai R<sup>2</sup>. Nilai R<sup>2</sup> digunakan sebagai parameter tinggi atau rendahnya korelasi antara ukuran butir dan laju korosi, semakin besar nilai R<sup>2</sup> maka korelasinya semakin tinggi. Rentang nilai R<sup>2</sup> adalah 0 sampai 1 dan nilai R<sup>2</sup> pada Gambar 5 adalah 0,9627. Hal ini menyatakan tingginya korelasi atau hubungan antara ukuran butir dan laju korosi. Umumnya, ukuran butir hasil pelapisan *pulse electrodeposition* menurun seiring dengan meningkatnya kerapatan arus, karena

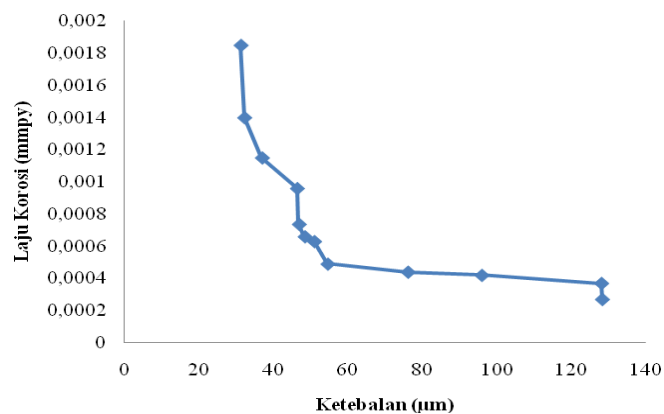
peningkatan rapat arus berpotensi tinggi mengurangi energi inti proses yang kemudian meningkatkan nukleasi<sup>[11]</sup>.

Jadi, rapat arus berpengaruh terhadap laju korosi. Hal ini disebabkan oleh ukuran butir dan ketebalan lapisan nikel yang terbentuk. Dari hasil penelitian ini diketahui bahwa rapat arus sangat berpengaruh terhadap ukuran butir dan ketebalan lapisan. Pada Gambar 6 dapat dilihat grafik pengaruh rapat arus terhadap ukuran butir, semakin besar rapat arus maka ukuran butir semakin kecil. Hal ini dikarenakan

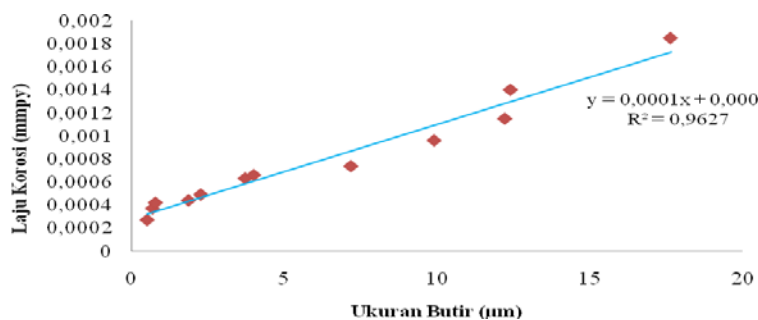
kuatnya polarisasi katoda pada saat pembentukan butir lapisan. Berdasarkan teori elektro deposisi, polarisasi katoda yang kuat menyebabkan cepatnya laju nukleasi kristal dan peningkatan jumlah butir sehingga yang terbentuk ukurannya lebih kecil<sup>[12]</sup>. Gambar 7 menunjukkan gambar ukuran butir hasil SEM perbesaran 1000 kali untuk sampel dengan lama proses pelapisan 15 menit dan rapat arus yang bervariasi.

Tabel 1 Data hasil uji SEM dan CMS pada lapisan nikel dalam material AISI 410

Sampel	Rapat Arus (A/dm <sup>2</sup> )	Waktu (menit)	Ketebalan (µm)	Ukuran Butir (µm)	Laju Korosi (mmpy)
0	0	0	0	0	0,00615
1	10	10	31,20	17,64	0,00185
2	10	15	32,24	12,41	0,00140
3	10	20	37,19	12,22	0,00115
4	15	10	46,40	9,91	0,00096
5	15	15	46,92	7,91	0,00074
6	15	20	48,48	4,01	0,00066
7	20	10	51,04	3,73	0,00063
8	20	15	54,61	2,28	0,00049
9	20	20	76,16	1,88	0,00044
10	25	10	96,18	0,80	0,00042
11	25	15	128,14	0,70	0,00037
12	25	20	128,37	0,53	0,00027



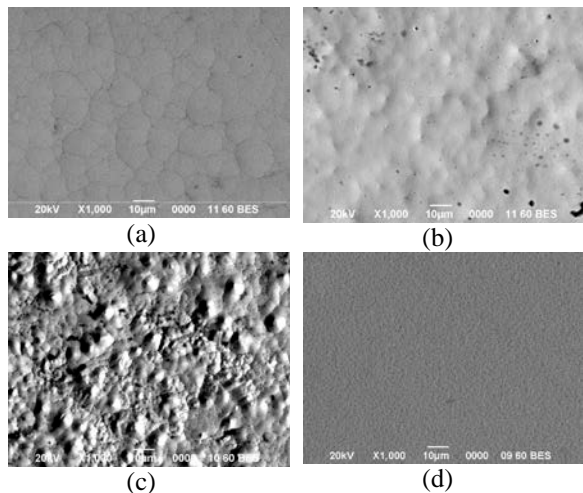
Gambar 4. Grafik ketebalan lapisan Nikel terhadap laju korosi pada AISI 410



Gambar 5. Grafik ukuran butir lapisan deposit terhadap laju korosi pada AISI 410

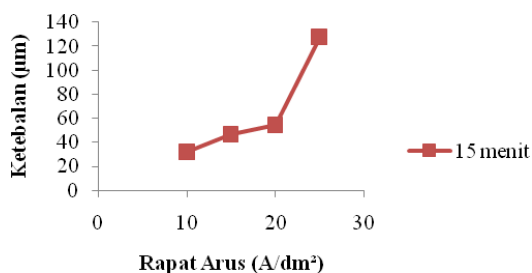


Pada Gambar 7 dapat dilihat bahwa semakin besar arus yang digunakan maka ukuran butir semakin kecil. Ukuran butir paling besar ditunjukkan pada Gambar 7(a) dengan rapat arus 10 A/dm<sup>2</sup>, yaitu 12,41 μm dan ukuran butir paling kecil ditunjukkan pada Gambar 7(d) dengan rapat arus 25 A/dm<sup>2</sup>, yaitu 0,70 μm.



Gambar 7. Hasil SEM ukuran butir untuk AISI 410 dengan lama proses pelapisan 15 menit perbesaran 1000 kali; (a) 10 A/dm<sup>2</sup>, (b) 15 A/dm<sup>2</sup>, (c) 20 A/dm<sup>2</sup>, (d) 25 A/dm<sup>2</sup>

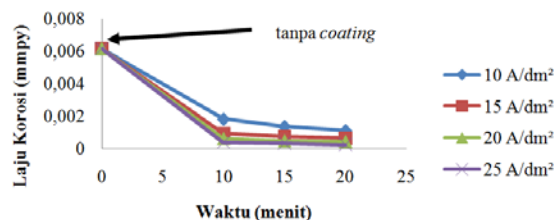
Pada Gambar 8 dapat dilihat grafik pengaruh rapat arus terhadap ketebalan lapisan nikel, yaitu semakin besar rapat arus maka lapisan nikel semakin tebal. Semakin besar rapat arus maka ion-ion akan semakin cepat terdeposit pada katoda sehingga lapisan deposit nikel semakin tebal<sup>[13]</sup>.



Gambar 8. Grafik rapat arus terhadap ketebalan lapisan nikel pada AISI 410

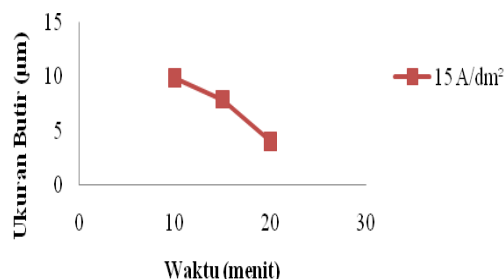
## B. Pengaruh Waktu Pelapisan terhadap Laju Korosi

Dari hasil penelitian diketahui bahwa, laju korosi selain dipengaruhi oleh rapat arus juga dipengaruhi oleh lamanya proses pelapisan. Pada Gambar 9 dapat dilihat semakin lama proses pelapisan maka laju korosinya semakin kecil karena meningkatnya polarisasi pada katoda akibat laju nukleasi yang meningkat<sup>[14]</sup>.



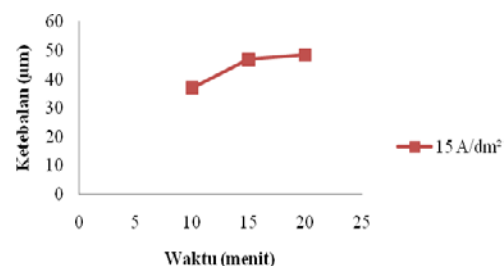
Gambar 9. Grafik waktu pelapisan terhadap laju korosi pada AISI 410

Sama halnya seperti rapat arus, waktu pelapisan juga mempengaruhi ukuran butir dan ketebalan lapisan nikel. Pada Gambar 10 dapat dilihat grafik pengaruh lamanya proses pelapisan terhadap ukuran butir lapisan nikel, yaitu semakin lama proses pelapisan maka ukuran butir semakin kecil dikarenakan laju nukleasi yang meningkat dan butiran menjadi lebih seragam sehingga kualitas butiran menjadi lebih baik<sup>[14]</sup>.



Gambar 10. Grafik waktu pelapisan terhadap ukuran butir pada AISI 410

Selain itu, lamanya proses pelapisan juga mempengaruhi ketebalan lapisan nikel yang terbentuk. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada Gambar 11. Semakin lama proses pelapisan berarti semakin lama waktu yang dimiliki oleh ion-ion untuk menempel pada katoda sehingga lapisan nikel semakin tebal.



Gambar 11. Grafik waktu pelapisan terhadap ketebalan lapisan nikel pada AISI 410

## 4. KESIMPULAN

Semakin besar rapat arus maka semakin kecil nilai laju korosi. Semakin lama proses pelapisan maka semakin kecil nilai laju korosi. Nilai laju korosi paling besar adalah

0,00185 mmpy pada rapat arus 10 A/dm<sup>2</sup> dan waktu pelapisan 10 menit. Sedangkan nilai laju korosi paling kecil adalah 0,00027 mmpy pada rapat arus 25 A/dm<sup>2</sup> dan waktu pelapisan 20 menit.

### UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI yang telah memberikan dana melalui kegiatan Kompetensi Inti Tahun 2016.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] N. Be and A. Z. P. O. O, “Physical Properties:,” *Museum*, vol. 2, no. 1, pp. 42590–42590, 2005.
- [2] G. Jatisukanto, V. Malau, M. N. Iman, and P. T. Iswanto, “Perbaikan Sifat Korosi Baja Tahan Karat AISI 410 Dengan Perlakuan Implantasi Ion Tin,” *Jurnal Ilmiah Teknik Mesin.*, vol. 5, no. 1, pp. 14–19, 2011.
- [3] B. Santosa *et al.*, “Pulse-Electroplating: Process Parameters and Their Influence on the Formed Microstructure,” *Int. J. Chem.*, vol. 2, no. 3, p. p124, 2015.
- [4] D. Plating *et al.*, “Nickel Electroplating,” *J. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 5, no. 8, pp. 1–26, 1994.
- [5] A. O. Gezerman and B. D. Corbacioglu, “Analysis of the Characteristics of Nickel-Plating Baths,” *Int. J. Chem.*, vol. 2, no. 2, p. p124, 2010.
- [6] A. Ul-Hamid, H. Dafalla, A. Quddus, H. Saricimen, and L. M. Al-Hadhrami, “Microstructure and surface mechanical properties of pulse electrodeposited nickel,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 257, no. 22, pp. 9251–9259, 2011.
- [7] M. Daniel and M. Navin, “Pulse-Electroplating: Process Parameters and Their Influence on the Formed Microstructure,” Diploma Work, 2015.
- [8] Mandich, N. V. "Surface preparation of metals prior to plating: Part 1." *Metal finishing* vol. 101 No. 9, 2003.
- [9] B. M. Schönbauer *et al.*, “Fatigue life estimation of pitted 12 % Cr steam turbine blade steel in different environments and at different stress ratios,” *Int. Journal of Fatigue.*, vol. 65, pp. 33–43, 2013.
- [10] O. Sadiku-Agboola, E. R. Sadiku, and O. F. Biotidara, “The properties and the effect of operating parameters on nickel plating (review),” *Int. J. Phys. Sci.*, vol. 7, no. 3, pp. 349–360, 2012.
- [11] Shahri, Zahra, and Saeed Reza Allahkaram. “Effect of Plating Parameters on Microstructure and Tribological Properties of Co – BN ( Hexagonal ) Nano Composite Coatings” *Trans, Nonferrous Met. Soc. China.*, vol. 23: 2929–38, 2013.
- [12] F. Xia, H. Xu, C. Liu, J. Wang, J. Ding, and C. Ma, “Microstructures of Ni-AlN composite coatings prepared by pulse electrodeposition technology,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 271, pp. 7–11, 2013.
- [13] O. Sadiku-Agboola, E. R. Sadiku, O. I. Ojo, O. L. Akanji, and O. F. Biotidara, “Influence of Operation Parameters on Metal Deposition in Bright Nickel-plating Process,” *Port. Electrochim. Acta*, vol. 29, no. 2, pp. 91–100, 2011.
- [14] A. Boukhouiete1, J. Creus, "Nickel deposits obtained by continuous and pulsed electrodeposition processes", *J. Mater. Environ. Sci.*, vol. 6 (7), 2015.



## STRUKTURMIKRO, KEKERASAN, DAN KETAHANAN KOROSI BAJA TAHAN KARAT MARTENSITIK 13Cr3Mo3Ni HASIL *QUENCH-TEMPER* DENGAN VARIASI TEMPERATUR DAN WAKTU AUSTENISASI

Siska Prifiharni<sup>a,\*</sup>, Denni Ahmad<sup>b</sup>, Andini Juniarsih<sup>b</sup>, Efendi Maburri<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI

Gedung 470 Kawasan Puspiptek, Tangerang Selatan, Indonesia 15310

<sup>b</sup>Universitas Sultan Ageng Tirtayasa

Jl. Jendral Sudirman KM.03, Cilegon, Indonesia

\*E-mail: [sisk002@lipi.go.id](mailto:sisk002@lipi.go.id)

Masuk Tanggal : 20-06-2016, revisi tanggal : 11-09-2017, diterima untuk diterbitkan tanggal 30-09-2017

### Intisari

Baja tahan karat martensitik tipe 410 biasa digunakan untuk aplikasi sudu turbin pada *steam turbine*. Perilaku baja tahan karat jenis ini dapat diperbaiki dengan berbagai cara, salah satunya yaitu dengan cara memodifikasi unsur baja tahan karat tipe 410 tersebut dan perlakuan panas. Baja tahan karat martensitik yang telah dimodifikasi dalam hal ini baja tahan karat martensitik 13Cr-3Mo-3Ni dilakukan proses hot forging kemudian dianil. Baja tahan karat martensitik 13Cr-3Mo-3Ni kemudian dipreparasi dan dilakukan proses perlakuan panas. Proses perlakuan panas yang dilakukan yaitu *quenching* pada variasi temperatur austenisasi 950, 1000, 1050, dan 1100 °C selama 1 dan 3 jam dan didinginkan dengan menggunakan media oli, dilanjutkan dengan proses *temper* pada temperatur 650 °C selama 1 jam. Baja tahan karat martensitik 13Cr-3Mo-3Ni hasil *temper* kemudian dilakukan uji kekerasan dengan metoda Rockwell C, metalografi dengan mikroskop optik, dan uji ketahanan korosi dengan menggunakan CMS (*corrosion measurement system*). Hasil menunjukkan bahwa baja tahan karat martensitik 13Cr-3Mo-3Ni pada temperatur austenisasi 950 °C selama 1 jam setelah *temper* 650 °C selama 1 jam memiliki nilai kekerasan yang paling rendah dengan nilai kekerasan 33,5 HRC dan laju korosi yang paling rendah yaitu 0,02 mpy, sedangkan pada temperatur austenisasi 1100 °C selama 3 jam setelah *temper* 650 °C selama 1 jam memiliki nilai kekerassan paling tinggi dengan nilai kekerasan 46,2 HRC dan laju korosi paling tinggi yaitu 1,62 mpy. Strukturmikro yang terbentuk adalah fasa martensit, karbida, dan delta ferit. Peningkatan kekerasan pada temperatur autenisasi 1100 °C disebabkan oleh peningkatan kandungan karbida pada fasa martensit. Namun, presipitasi karbida yang terbentuk selama proses *quenching* dapat menurunkan ketahanan korosi karena kadar Cr dan Mo menurun di dalam karbida.

**Kata Kunci:** Baja tahan karat martensitik 13Cr-3Mo-3Ni, austenisasi, martensit, kromium karbida, korosi

### Abstract

*Martensitic stainless steel type 410 have been extensively used for turbine blade in steam turbine system. Their properties can be improved in various ways, such as modification element and heat treatment. The modified stainless steel in this case is martensitic stainless steel 13Cr-3Mo-3Ni were hot forged then annealed. Afterwards, martensitic stainless steel 13Cr-3Mo-3Ni were prepared and heat treated. Martensitic stainless steel 13Cr-3Mo-3Ni were austenized at temperature 950, 1000, 1050, dan 1100 °C for 1 and 3 hour followed by quench in oil. After quenching, material were tempered at 650 °C for 1 hour. Several examinations were carried out on the material such as of hardness test with rockwell C, metallographic using optical microscope, and corrosion test using CMS (corrosion measurement system). The results show that martensitic stainless steel 13Cr3Mo3Ni at austenitizing temperature of 950 °C for 1 hour and tempering at 650 °C for 1 hour has the lowest hardness value with hardness value was 33.5 HRC and the lowest corrosion rate 0.02 mpy, whereas at austenitizing temperature of 1100 °C for 3 hours and tempering at 650 °C for 1 hour has the highest hardness value with hardness value was 46.2 HRC and the highest corrosion rate 1.62 mpy. The microstructures formed are martensite, carbide, and ferrite delta phases. Increased hardness at austenitizing temperature 1100 °C is due to an increase in carbide content in the martensite phase. However, carbide precipitation formed during quenching process can decrease corrosion resistance as Cr and Mo levels decrease in carbides.*

## 1. PENDAHULUAN

Turbin uap adalah mesin yang paling mudah dan efisien untuk mengubah energi panas menjadi energi mekanik dalam jumlah besar. Namun, kegagalan mekanik dan korosi masih sering terjadi pada turbin uap terutama pada bagian *turbin blade*. Masalah korosi yang paling utama yaitu korosi fatik (*corrosion fatigue*), korosi retak tegang (*stress corrosion cracking/SCC*), korosi erosi (*erosion corrosion*), dan korosi sumuran (*pitting corrosion*). Hal ini terjadi karena turbin blade bekerja pada lingkungan yang korosif dan putaran yang tinggi<sup>[1]</sup>. Baja tahan karat martensitik adalah material yang paling banyak digunakan untuk *turbin blade* karena memiliki sifat mekanik yang tinggi dan ketahanan korosi yang cukup baik, yang dapat diaplikasikan baik di temperatur rendah maupun temperatur tinggi. Sifat baja tahan karat jenis ini dapat diperbaiki dengan berbagai cara salah satunya yaitu penambahan unsur dan perlakuan panas<sup>[2-3]</sup>.

Sifat mekanik dan ketahanan korosi baja tergantung dari komposisi kimia dan struktrumikro yang terkandung di dalamnya. Baja tahan karat martensitik memiliki unsur paduan 11,5 – 18% khrom dan unsur karbon sampai 0,6%. Struktur mikro baja tahan karat jenis ini sangat tergantung dari perlakuan panas baja yang diterima, dan biasanya terdiri dari martensit temper, presipitat kromium karbida,  $\delta$ -ferrit, dan austenit sisa. Fraksi volume dan ukuran karbida yang muncul dalam baja dan jumlah austenit sisa merupakan peran utama dalam penentuan nilai kekerasan, kekuatan, ketangguhan, ketahanan korosi, dan ketahanan aus dalam baja. Penelitian sebelumnya telah menyatakan bahwa dengan peningkatan temperatur autenisasi dapat meningkatkan fraksi volume austenit sisa dari 6% menjadi 24% pada temperatur 1050 °C hingga 1200 °C, menurunkan fraksi volume karbida dari 184 karbida/mm<sup>2</sup> menjadi 14 karbida/mm<sup>2</sup> pada temperatur 1050 °C hingga 1150 °C, dan meningkatkan ukuran butir dari 15 $\mu$ m menjadi 280 $\mu$ m pada temperatur 950 °C hingga 1100 °C. Dengan meningkatnya volume karbida dalam martensit akan menyebabkan menurunnya jumlah karbon di dalam austenit dan menurunkan kekerasan pada martensit serta ketahanan korosi<sup>[4-6]</sup>.

Penambahan sedikit unsur Mo dan Ni ke dalam baja tahan karat dapat meningkatkan ketahanan terhadap korosi. Mo akan sangat efektif meningkatkan ketahanan korosi, hanya jika ada kehadiran Cr di dalam baja tersebut<sup>[7-8]</sup>. Pada penelitian sebelumnya telah dijelaskan tentang penambahan unsur Mo dan Ni ke dalam baja tahan karat martensitik dapat memperbaiki sifat mekanik dan meningkatkan ketahanan korosi<sup>[9-12]</sup>. Namun, sifat mekanik dan ketahanan korosi baja tahan karat tersebut masih dapat diperbaiki dengan perlakuan panas. Oleh karena itu, penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh parameter *quenching* terhadap kekerasan dan ketahanan korosi baja 13Cr3Mo3Ni.

## 2. PROSEDUR PERCOBAAN

Material yang digunakan dalam penelitian merupakan ingot baja tahan karat 13Cr3Mo3Ni yang sudah di-*hot forging* pada temperatur 1200 °C dengan waktu tahan 1 jam dan dianil pada temperatur 800 °C dengan waktu tahan 4 jam dengan ukuran 12 x 6 x 3 cm dipreparasi menjadi ukuran dengan panjang 10 mm, lebar 10 mm dan tebal 5 mm. Sampel dilakukan uji komposisi kimia untuk mengetahui unsur yang terkandung di dalamnya. Komposisi kimia dari baja tahan karat ini ditunjukkan pada Tabel 1. Sampel yang telah dipreparasi dilakukan austenisasi pada variasi temperatur 950, 1000, 1050, dan 1100 °C selama 1 dan 3 jam. Lalu, masing-masing sampel didinginkan dengan media oli. Sampel kemudian dilakukan *temper* pada temperatur 650 °C dengan waktu tahan selama 1 jam. Setelah dilakukan perlakuan panas, kemudian sampel dilakukan uji kekerasan dengan menggunakan Rockwell C dengan pembebanan 150 kgf. Untuk uji metalografi, sampel dipoles dan dietsa dengan menggunakan *kalling's reagent*. Uji metalografi dilakukan dengan menggunakan mikroskop optik. Kemudian sampel diuji korosi dengan menggunakan CMS (*corrosion measurement system*) di dalam larutan NaCl 3,5% pada temperatur ruang.

Tabel 1. Komposisi kimia baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni

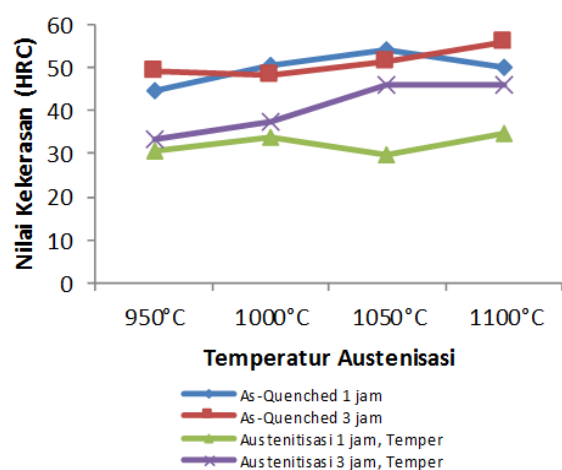
Unsur	C	S	P	Mn	Si	Cr	Mo	Ni
%berat	0,1	0,005	0,02	0,61	0,24	12,73	2,52	2,93



### 3. HASIL DAN DISKUSI

#### A. Kekerasan

Nilai kekerasan baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni untuk semua kondisi perlakuan panas ditunjukkan pada Gambar 1. Nilai dengan waktu tahan selama 1 jam mengalami peningkatan hingga temperatur 1000 °C. Ketika temperatur austenisasi mencapai 1050 °C, nilai kekerasan akan menurun dan meningkat kembali saat temperatur 1100 °C. Pada saat temperatur austenisasi 950 dan 1000 °C nilai kekerasan yang didapat adalah 30,5 HRC dan 33,9 HRC. Namun, pada temperatur austenisasi 1050 °C turun menjadi 29,6 HRC kemudian meningkat kembali pada temperatur 1100 °C menjadi 34,6 HRC. Kebalikan dari waktu tahan 1 jam, pada waktu tahan 3 jam nilai kekerasan terus mengalami peningkatan seiring dengan meningkatnya temperatur austenisasi. Pada temperatur 950 °C hingga 1050 °C nilai kekerasan yang didapat adalah 33,5 HRC; 48,3 HRC; dan 46,2 HRC. Namun, pada temperatur 1100 °C nilai kekerasan yang didapat sama pada saat temperatur 1050 °C.



Gambar 1. Pengaruh temperatur dan waktu austenisasi terhadap nilai kekerasan baja martensitik 13Cr3Mo3Ni

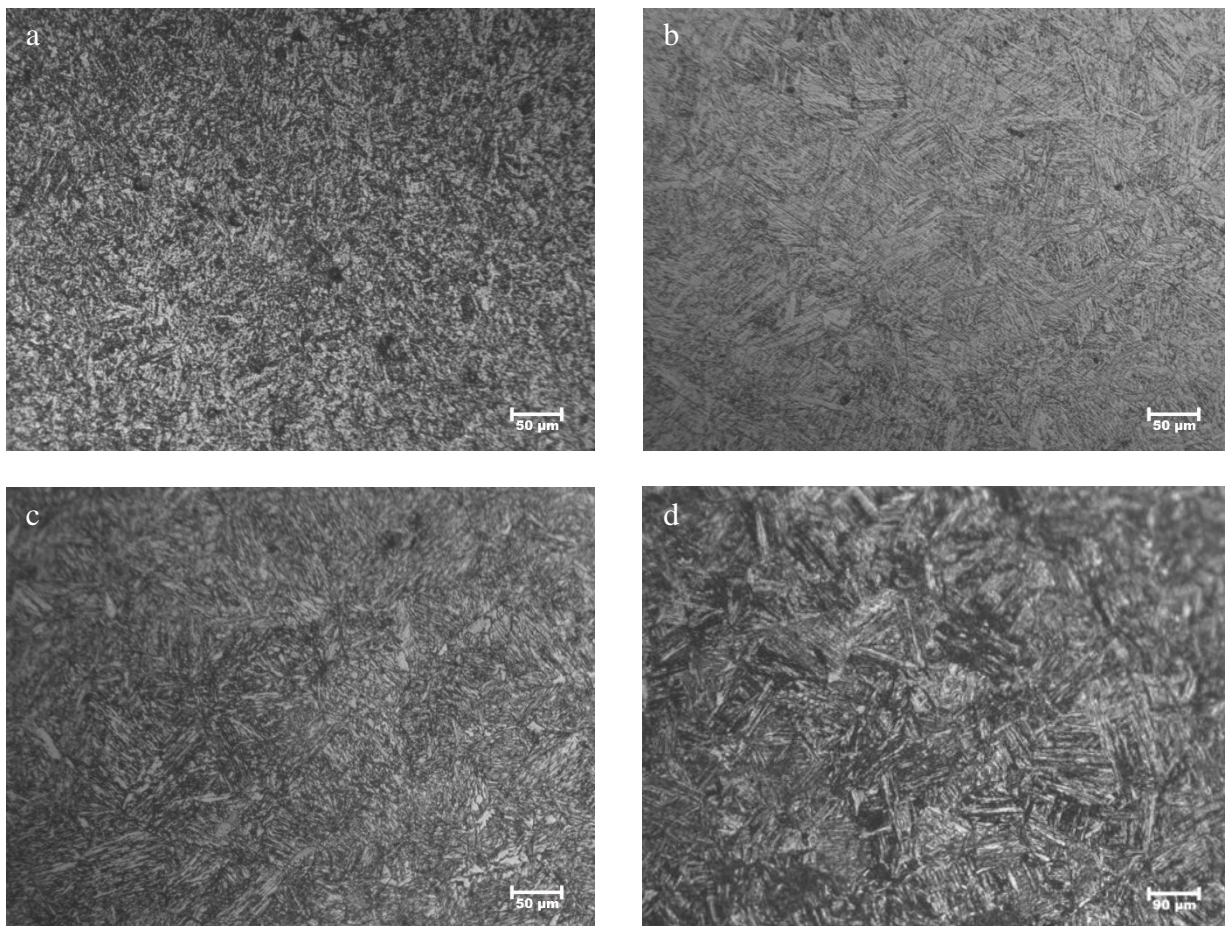
Peningkatan kekerasan ini dapat terjadi karena adanya peningkatan kadar kelarutan karbida  $M_{23}C_6$  yang akan meningkatkan kadar karbon dalam martensit. Oleh karena itu martensit menjadi lebih keras karena kadar karbon yang dikandung lebih tinggi. Pada saat setelah *quenching*, martensit akan terbentuk seperti jarum-jarum halus yang menyebabkan peningkatan nilai kekerasan. Pada temperatur austenisasi yang lebih tinggi akan meningkatkan kadar karbon dan unsur paduan

di dalam austenit dan menekan pembentukan martensit<sup>[4]</sup>. Variasi nilai kekerasan ini dapat disebabkan oleh dua faktor. Pertama, peningkatan perpaduan unsur seperti khrom dan karbon di dalam austenit seiring dengan peningkatan temperatur dan kedua, adanya austenit sisa pada bilah martensit yang biasanya ikut meningkat dengan peningkatan temperatur dan waktu austenisasi<sup>[2]</sup>.

#### B. Strukturmikro

Gambar 2(a) sampai dengan 2(d) menunjukkan foto strukturmikro baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni dengan mikroskop optik hasil austenisasi dengan waktu tahan 1 jam pada temperatur *temper* 650 °C. Dari Gambar 2(a) sampai dengan 2(d) secara umum strukturmikro yang terbentuk terdiri dari bilah martensit, delta ferit, austenit sisa, dan karbida logam. Delta ferit dapat terbentuk pada saat solidifikasi yang tidak seimbang pada saat pengecoran<sup>[13]</sup>. Dari Gambar 2(a) fasa martensit terlihat lebih halus pada temperatur *quenching* 950 °C dibandingkan dengan temperatur 1000, 1050, dan 1100 °C (Gambar 2(b)-(d)). Pada baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni dengan meningkatnya temperatur austenit, butir austenit tumbuh secara signifikan dan diperoleh butir martensit kasar daripada butir martensit yang halus. Ukuran butir yang lebih kasar kurang menyediakan lokasi nukleasi untuk transformasi perlit sehingga menyebabkan matriks martensit akan lebih keras. Namun, peningkatan kekerasan dapat membuat keuletan dan ketangguhan berkurang<sup>[14-15]</sup>.

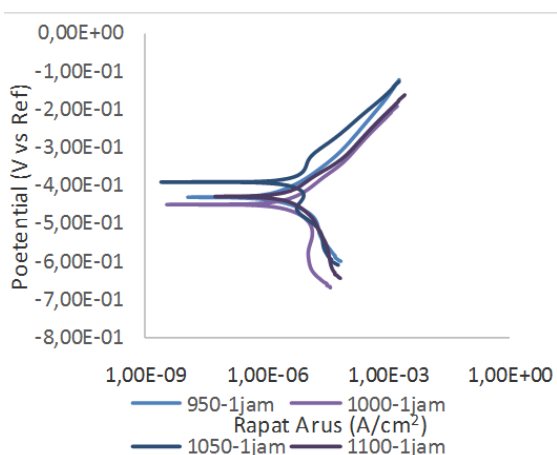
Morfologi fasa delta ferit mengalami perubahan pada temperatur austenisasi 1050 °C dan 1100 °C (Gambar 2(c) dan 2(d)). Dari gambar tersebut dapat terlihat delta ferit yang berbentuk seperti pulau-pulau. Peningkatan temperatur austenisasi pada 1050 dan 1100 °C juga dapat menurunkan pembentukan karbida di dalam matriks martensit, namun dalam waktu yang sama austenit sisa juga meningkat<sup>[16]</sup>. Temperatur austenisasi mengontrol pembagian unsur antara austenit dan karbida pada temperatur tinggi, serta menyebabkan perubahan ukuran butir dan jumlah austenit sisa yang terdapat pada baja setelah kondisi *quenching*. Karbida  $M_{23}C_6$  terlarut pada rentang temperatur sekitar 950 – 1050 °C, sedangkan karbida  $M_7C$  terlarut pada rentang temperatur sekitar 1050-1150 °C<sup>[4]</sup>.



Gambar 2. Strukturmikro dengan SEM dari baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni hasil austenisasi selama 1 jam dan *temper* 650 °C dengan temperatur austenisasi (°C) (a) 950, (b) 1000, (c) 1050, dan (d) 1100. Struktur yang terbentuk yaitu martensit, karbida, dan  $\delta$  ferrit. Etsa Kalling's Reagent

### C. Ketahanan Korosi

Kurva polarisasi baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni dalam larutan 3,5% NaCl pada variasi temperatur dan waktu austenisasi ditunjukkan pada Gambar 3. Gambar tersebut menunjukkan perubahan  $E_{corr}$  dan  $I_{corr}$  yang terjadi selama perubahan temperatur dan waktu austenisasi.

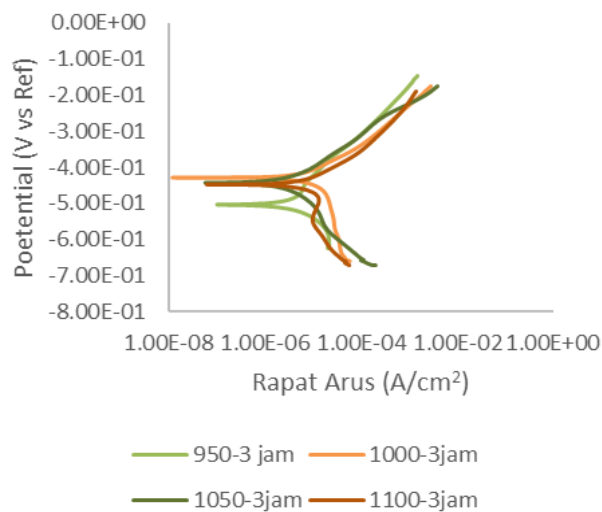


Gambar 3. Kurva polarisasi pada baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni dengan variasi temperatur austenisasi dan waktu tahan selama 1 jam

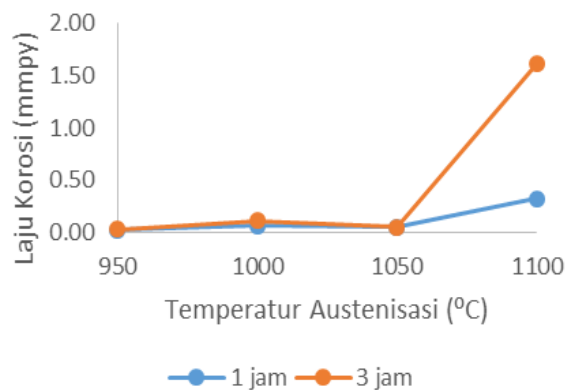
Gambar 3 menunjukkan perubahan polarisasi yang terjadi selama peningkatan temperatur austenisasi dengan waktu tahan selama 1 jam. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa peningkatan temperatur austenisasi dapat mempengaruhi perubahan kurva polarisasi. Kurva polarisasi menjadi semakin bergeser ke kiri yang menandakan bahwa  $I_{corr}$  semakin kecil dengan meningkatnya temperatur austenisasi hingga 1050 °C. Namun, pada temperatur austenisasi di atas 1050 °C nilai  $I_{corr}$  menurun seperti penelitian sebelumnya<sup>[17]</sup>.

Gambar 4 menunjukkan perubahan kurva polarisasi dari baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni pada beberapa variasi temperatur austenisasi dengan waktu tahan selama 3 jam. Dari gambar tersebut dapat terlihat bahwa potensial korosi semakin meningkat dengan peningkatan temperatur austenisasi hingga temperatur 1050 °C. Perbedaan karakteristik elektrokimia ini dapat dikaitkan oleh kelarutan beberapa unsur di dalam matriks. Dikarenakan kelarutan karbida yang meningkat seiring

dengan meningkatnya temperatur austenisasi<sup>[2]</sup>. Ketika baja tahan karat kontak langsung dengan lingkungan berair, film pasif khromium oksida memberikan ketahanan korosi yang lebih baik. Akan tetapi, film pasif dapat terserang secara lokal di tempat-tempat tertentu yang disebabkan oleh lemahnya lapisan film pasif pada material yang heterogen seperti presipitat, batas butir, inklusi, dan segregasi. Alasan lainnya dapat dikarenakan akumulasi ion klorida yang terdapat pada permukaan material yang heterogen<sup>[18]</sup>.



Gambar 4. Kurva polarisasi pada baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni dengan variasi temperatur austenisasi dan waktu tahan selama 3 jam



Gambar 5. Laju korosi baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni pada beberapa variasi temperatur austenisasi dengan waktu tahan selama 1 dan 3 jam

Nilai laju korosi untuk masing-masing material yang diuji pada larutan NaCl 3,5% ditunjukkan pada Gambar 5. Nilai laju korosi pada temperatur 950 – 1050 °C tidak terjadi perubahan yang signifikan. Namun, pada saat temperatur austenisasi 1100 °C baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni mengalami peningkatan laku korosi yang signifikan. Laju

korosi juga semakin meningkat dengan bertambahnya waktu tahan. Laju korosi terendah didapat pada temperatur austenisasi 950 °C dan laju korosi tertinggi didapat pada temperatur austenisasi 1100 °C. Hal ini dapat diasumsikan bahwa presipitasi karbida terbentuk selama proses *quenching* dapat menurunkan ketahanan korosi pada baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni di dalam larutan 3,5% NaCl karena kadar Cr dan Mo menurun di dalam matriks seperti yang dilakukan pada penelitian sebelumnya<sup>[19-20]</sup>.

Penambahan unsur Mo dalam baja tahan karat juga dapat berkontribusi dalam peningkatan ketahanan korosi. Unsur Mo efektif untuk meningkatkan ketahanan korosi hanya dalam kondisi adanya unsur Cr. Beberapa penelitian telah menjelaskan bahwa penambahan Mo memberikan dampak yang besar terhadap ketahanan korosi baja tahan karat dan mekanisme pembentukan film pasivasi unsur Mo<sup>[7-8], [21-22]</sup>.

#### 4. KESIMPULAN

Pengaruh temperatur dan waktu tahan austenisasi dapat merubah karakteristik dari baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni. Temperatur austenisasi dan waktu tahan untuk menghasilkan sifat mekanik dan struktur yang optimal pada baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni pada 1100 °C dengan waktu tahan selama 3 jam dilanjutkan dengan *temper* 650 °C selama 1 jam dimana nilai kekerasan yang diperoleh sebesar 46,2 HRC, akan tetapi nilai laju korosi sangat tinggi yaitu sebesar 1,62 mpy. Struktur yang terbentuk adalah fasa martensit, karbida, dan delta ferit di dalam baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni. Peningkatan kekerasan pada temperatur austenisasi 1100 °C disebabkan oleh peningkatan kandungan karbida pada fasa martensit. Namun, presipitasi karbida yang terbentuk selama proses *quenching* dapat menurunkan ketahanan korosi karena kadar Cr dan Mo menurun di dalam karbida.

#### UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI yang telah mendanai penelitian ini melalui Kegiatan Kompetensi Inti Tahun Anggaran 2015.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] S. D. Cramer and B. S. Covino, ASM Handbook Volume 13C Corrosion:

- Environments and Industries, vol. 13. 2006.
- [2] A. N. Isfahany, H. Saghafian, and G. Borhani, "The effect of heat treatment on mechanical properties and corrosion behavior of AISI420 martensitic stainless steel," *J. Alloys Compd.*, vol. 509, no. 9, pp. 3931–3936, 2011.
- [3] I. Taji, M. H. Moayed, and M. Mirjalili, "Correlation between sensitisation and pitting corrosion of AISI 403 martensitic stainless steel," *Corros. Sci.*, vol. 92, pp. 301–308, 2015.
- [4] L. D. Barlow and M. Du Toit, "Effect of the austenitising heat treatment on the microstructure and hardness of martensitic stainless steel AISI 420," *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 21, pp. 1327–1336, 2012.
- [5] I. Calliari, M. Zanesco, M. Dabala, K. Brunelli, and E. Ramous, "Investigation of microstructure and properties of a Ni – Mo martensitic stainless steel," *Mater. Des.*, vol. 29, pp. 246–250, 2008.
- [6] A. Rajasekhar, G. Madhusudhan Reddy, T. Mohandas, and V. S. R. Murti, "Influence of austenitizing temperature on microstructure and mechanical properties of AISI 431 martensitic stainless steel electron beam welds," *Mater. Des.*, vol. 30, no. 5, pp. 1612–1624, 2009.
- [7] G. S. Frankel, "Pitting Corrosion of Metals: A Review of the Critical Factors Pitting Corrosion of Metals," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 145, no. 6, pp. 2186–2198, 1998.
- [8] K. Hashimoto, K. Asami, and A. Kawashima, "The role of corrosion-resistant alloying elements in passivity," *Corros. Sci.*, vol. 49, pp. 42–52, 2007.
- [9] E. Mabururi, M. Syaiful Anwar, S. Prifiharni, T. B. Romijarso, B. Adjiantoro., "Tensile properties of the modified 13Cr martensitic stainless steels Tensile Properties of the Modified 13Cr Martensitic Stainless Steels," in *AIP Conference Proceedings*, vol. 1725, 2016.
- [10] E. Mabururi, M. S. Anwar, S. Prifiharni, T. B. Romijarso, and B. Adjiantoro, "Pengaruh Mo dan Ni Terhadap Strukturmikro dan Kekerasan Baja Tahan Karat Martensitik 13Cr," *Maj. Metal.*, vol. 30, no. 3, pp. 133–140, 2015.
- [11] S. Prifiharni, H. Perdana, T. B. Romijarso, B. Adjiantoro, A. Juniarsih, and E. Mabururi, "The Hardness and Microstructure of The Modified 13Cr Steam Turbine Blade Steel in Tempered Conditions.pdf," *Int. J. Eng. Technol.*, vol. 8, no. 6, pp. 2672–2675, 2017.
- [12] E. Mabururi, Z. A. Syahlan, . S., M. S. Anwar, T. B. Romijarso, and B. Adjiantoro, "Effect of Tempering Temperature on Hardness and Impact Resistance of the 410- 1Mo Martensitic Stainless Steels for Steam Turbine Blades," *Int. J. Eng. Technol.*, vol. 8, no. 6, pp. 2547–2551, 2016.
- [13] V. Thursdiyanto, E. Bae, and E. Baek, "Effect of Ni Contents on the Microstructure and Mechanical Properties of Martensitic Stainless Steel Guide Roll by Centrifugal Casting," *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 24, no. 3, pp. 343–346, 2008.
- [14] S. Zhen, "Effect of Heat Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of Steel," *Key Eng. Mater.*, vol. 336–338, pp. 1291–1293, 2007.
- [15] M. S. Anwar, S. Prifiharni, and E. Mabururi, "Optimizing Heat Treatment Process of Fe-13Cr-3Mo-3Ni Martensitic Stainless of Steel," in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, vol. 202, p. 12037, 2017.
- [16] M. D. Shen, C. H. Xiao, Z. Jian, and Y. Q. Long, "Microstructure and Mechanical Properties of Martensitic Stainless Steel 6Cr15MoV," *J. Iron Steel Res.*, vol. 19, no. 3, pp. 56–61, 2012.
- [17] S. Prifiharni, M. S. Anwar, and E. Mabururi, "Pengaruh Perlakuan Panas terhadap Strukturmikro dan Ketahanan Korosi Baja Tahan Karat Martensitik 13Cr-1Mo," *Widyariset*, vol. 2, no. 1, pp. 9–16, 2016.
- [18] A. Kumar, G. M. Reddy, and K. S. Rao, "Pitting corrosion resistance and bond strength of stainless steel overlay by friction surfacing on high strength low alloy steel," *Def. Technol.*, vol. 11, no. 3, pp. 299–307, 2015.
- [19] J. Y. Park and Y. S. Park, "The effects of heat-treatment parameters on corrosion resistance and phase transformations of 14Cr-3Mo martensitic stainless steel," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 448–451, pp. 1131–1134, 2007.
- [20] E. Mabururi, Z. A. Syahlan, Sahlan, S. Prifiharni, M. S. Anwar, S. A. Chandra, T. B. Romijarso, B. Adjiantoro, "Influence of Austenitizing Heat Treatment on the Properties of the Tempered Type 410-1Mo Stainless Steel," in *IOP Conference Series: Materials Science and*



- Engineering*, vol. 202, no. I, p. 12085, 2017.
- [21] R. F. A. Jargelius-Petterson and B. G. Pound, "Examination of the Role of Molybdenum in Passivation of Stainless Steels Using AC Impedance Spectroscopy," *J. Electrochem. Sci.*, vol. 145, no. 5, pp. 1462–1469, 1998.
- [22] I. Olejford and L. Wegrelius, "Surface Analysis of Passive State," *Corros. Sci.*, vol. 31, pp. 89–98, 1990.





## PENGARUH SUBSTRAT TERHADAP KEKERASAN LAPISAN NiCoCrAlY YANG TERDEPOSISI DENGAN TEKNIK HVOF

Resetiana D. D<sup>a,\*</sup>, Eni Sugiarti<sup>a</sup>, Endro Junianto<sup>b</sup>, Erie Martides<sup>b</sup>, Budi Prawara<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Pusat Penelitian Fisika, LIPI

Kompleks Puspiptek Gedung 440-442, Serpong, Tangerang Selatan, Indonesia 15314

<sup>b</sup>Pusat Penelitian Tenaga Listrik dan Mekatronik, LIPI

Jl. Sangkuriang, Komplek LIPI Gedung 20. Bandung, Jawa Barat, Indonesia 40135

\*E-mail: [rese001@lipi.go.id](mailto:rese001@lipi.go.id)

Masuk Tanggal : 27-08-2017, revisi tanggal : 07-09-2017, diterima untuk diterbitkan tanggal 30-09-2017

### Intisari

Telah dilakukan karakterisasi strukturmikro dan kekerasan mikro pada lapisan NiCoCrAlY yang dideposisikan di atas substrat yang berbeda yaitu baja karbon, nikel krom dan hastelloy. Lapisan NiCoCrAlY dideposisikan menggunakan teknik penyemprotan HVOF (*high velocity oxy fuel*). Proses karakterisasi dan pengukuran dilakukan pada seluruh lapisan dengan irisan melintang. Karakterisasi strukturmikro diamati dengan menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 40x. Selanjutnya untuk pengukuran kekerasan menggunakan kekerasan mikro dengan beban 300 gf selama 13 detik. Data pengujian kekerasan diperoleh dengan mengukur nilai rata-rata dari 3 posisi uji kekerasan pada masing-masing bagian substrat sebelum dilapisi, setelah dilapisi dan lapisan NiCoCrAlY. Berdasarkan hasil karakterisasi strukturmikro diketahui bahwa lapisan NiCoCrAlY berhasil terdeposisi dengan ketebalan 370,76  $\mu\text{m}$ , 92  $\mu\text{m}$ , dan 115,73  $\mu\text{m}$  masing-masing di atas substrat baja karbon, nikel krom dan hastelloy. Morfologi permukaan lapisan menunjukkan bahwa lapisan yang terdeposisi tidak begitu rata dan masih tampak adanya pori atau lubang di area lapisan NiCoCrAlY yang terbentuk. Porositas dari lapisan sangat berpengaruh pada sifat mekanik, semakin tinggi persentase porositas lapisan maka kekerasan akan menurun. Nilai kekerasan lapisan NiCoCrAlY pada substrat baja karbon adalah sebesar 349,95 HV, nikel krom sebesar 315,60 HV dan hastelloy sebesar 311,30 HV. Jarak dengan *interface* mempengaruhi pengukuran kekerasan. Semakin dekat dengan *interface* akan semakin menurun nilai kekerasaannya. Hal ini dipengaruhi oleh daerah interdifusi elemen pelapis sehingga mempengaruhi kekuatan mekaniknya.

**Kata Kunci:** *Strukturmikro, kekerasan mikro, lapisan NiCoCrAlY, HVOF*

### Abstract

*Micro structure and micro hardness characterizations have been done on NiCoCrAl coating deposited on different substrate, i.e., carbon steel, nickel chrome and hastelloy. NiCoCrAlY coating was deposited by high velocity oxy fuel (HVOF) thermal spraying technique. Characterization and measurements were applied on all cross section of the coating surfaces. Micro structural analysis was characterized by optical microscope with 40x magnification. Moreover, micro hardness tester was utilized to measure the hardness of the sample with 300 gf for 13 second. The hardness data was measured by calculating the average of 3 position of hardness measurement on substrate before coating, after coating and NiCoCrAl coating layer. According to micro structural analysis, it revealed that the thickness of NiCoCrAlY coating layer was about 370.76  $\mu\text{m}$ , 92  $\mu\text{m}$ , dan 115.73 on carbon steel, nickel chrome and hastelloy substrate, respectively. Surface morphology showed that the coated layer was not flat and porous structure or void on the coated layer. The porosity of the coated layer might effect the mechanical properties of the sample where high procentase of porosity might reduce the hardness of the sample. The hardness of NiCoCrAlY coating was about 349.95, 315.60 and 311.30 HV for carbon steel, nickel chrome and hastelloy substrate, respectively. The distance from interface between coating layer and substrate might effect hardness measurement. More closer to interface could decrease hardness value and it might caused by interdiffusion of coating elements. Thus would be effect to its mechanical properties.*

**Keywords:** *Microstructure, micro hardness, NiCoCrAlY coating, HVOF*



## 1. PENDAHULUAN

Lapisan NiCoCrAlY merupakan lapisan logam pengikat (*bondcoat*) dari sistem lapisan perintang termal (*thermal barrier coating*, TBC) yang umumnya digunakan untuk memproteksi komponen yang terbuat dari superalloy pada mesin turbin saat diaplikasikan pada suhu tinggi. Berbagai metode pelapisan yang dapat digunakan untuk mendeposisikan material NiCoCrAlY diantaranya APS (*air plasma spraying*), LPPS (*low-pressure plasma spraying*), VPS (*vacuum plasma spraying*), EB-PVD (*electron beam physical vapour deposition*), dan HVOF (*high-velocity oxy-fuel spraying*)<sup>[1]</sup>.

HVOF adalah proses penyemprotan termal yang memanfaatkan tekanan yang tinggi dari pembakaran bahan bakar dan oksigen di ruang pembakaran sehingga menghasilkan kecepatan gas supersonik di atas 800 m/detik dan temperatur sekitar 2800 °C. HVOF telah banyak digunakan untuk menghasilkan lapisan pelindung komponen yang digunakan pada aplikasi suhu tinggi dan lingkungan yang agresif seperti oksidasi, korosi, sulfidasi dan lingkungan yang aus<sup>[2-3]</sup>, dengan biaya yang relatif rendah dibandingkan dengan teknik yang lainnya seperti halnya EB-PVD<sup>[4]</sup>. Pada penelitian ini, teknologi HVOF dipilih untuk mendeposisikan lapisan NiCoCrAlY karena dapat menghasilkan lapisan yang homogen dan padat dengan kekuatan ikatan yang tinggi (*high bond strength*) dan porositas yang rendah serta menghasilkan produk oksidasi yang akan melindungi substrat<sup>[5]</sup>.

Dua hal yang menjadi isu dan sangat penting untuk lapisan logam pengikat NiCoCrAlY adalah sifat termal yang berkaitan dengan performa oksidasi/korosi dan stabilitas mikrostruktur, dan sifat mekanik yang berkaitan dengan kekerasan, kelenturan, keuletan, dan sebagainya. Pengujian sifat termal dan mekanik ini sangat penting untuk mengevaluasi performa dan umur pakai lapisannya. F. Raletz, et. al<sup>[6]</sup> telah melakukan penelitian untuk mengetahui bagaimana pengaruh jenis *powder* lapisan dan kecepatan penembakan terhadap nilai kekerasan lapisan yang terbentuk untuk material pelapis berbasis nikel. Tetapi hasil yang dipaparkan belum menjelaskan bagaimana tingkat kekerasan lapisan NiCoCrAlY yang dideposisikan di substrat yang berbeda.

Substrat yang berbeda memiliki karakteristik yang berbeda pula dimana baja karbon rendah dengan komposisi karbon kurang dari 0,3% memiliki kekerasan dan kekuatan yang tinggi

dibandingkan dengan baja tanpa kandungan karbon<sup>[7-8]</sup>. Nikel krom adalah perpaduan antara nikel dan krom yang memiliki ketahanan yang sangat baik terhadap oksidasi dan korosi suhu tinggi serta ketahanan aus yang baik<sup>[9]</sup>, sedangkan hastelloy C-276 adalah paduan nikel-molibdenum-kromium yang dirancang untuk memiliki ketahanan korosi yang sangat baik untuk diterapkan di lingkungan yang ekstrim<sup>[10-11]</sup>.

Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan pengujian kekerasan menggunakan kekerasan mikro untuk mengetahui sifat mekanik dari lapisan NiCoCrAlY. Disamping itu pula akan dilakukan pembahasan secara komprehensif untuk mengetahui pengaruh kekerasan lapisan NiCoCrAlY yang terdeplesi pada substrat yang berbeda yaitu baja karbon sebagai material berbasis besi, nikel krom dan hastelloy sebagai material berbasis nikel yang sering dikenal dengan *superalloy*.

## 2. PROSEDUR PERCOBAAN

NiCoCrAlY terdeplesi di atas substrat baja karbon, nikel krom dan hastelloy dengan teknik penyemprotan HVOF. Pengujian kekerasan pada sampel lapisan dilakukan dengan kondisi sampel tampak irisan melintang (*cross section*). Oleh karena itu, sampel harus diresin dan dipotong menjadi 2 bagian sehingga kondisi lapisan sampelnya terlihat dengan jelas. Untuk mendapatkan permukaan sampel yang halus dan rata, maka permukaan sampel diampelas dengan menggunakan kertas amplas berukuran #100, #400, #800, #1200, #1500, #3000 dan dilanjutkan menggunakan suspensi alumina berukuran 1 µm dan 0,5 µm hingga memperoleh permukaan yang sangat halus. Strukturmikro sampel lapisan tampak irisan melintang diamati menggunakan mikroskop optik merk BestScope dengan kamera Paxcam perbesaran 40 x dan untuk visualisasi gambarnya didapatkan dari perangkat lunak Pax-It yang terkoneksi dengan mikroskop optik tersebut.

Setelah memahami strukturmikro lapisan maka pengujian kekerasan dapat dilakukan. Pengujian dilakukan pada bagian substrat dan lapisan NiCoCrAlY untuk ketiga sampel dengan substrat yang berbeda. Kekerasan mikro yang digunakan adalah peralatan buatan LECO Corp., USA tipe LM 100AT, seri FMX 2635. Beban 300 gf digunakan selama pengujian kekerasan dengan waktu selama 13 detik. Data pengujian kekerasan diperoleh dengan memposisikan sampel tegak lurus terhadap ujung indenter dimana dilakukan 3 posisi uji

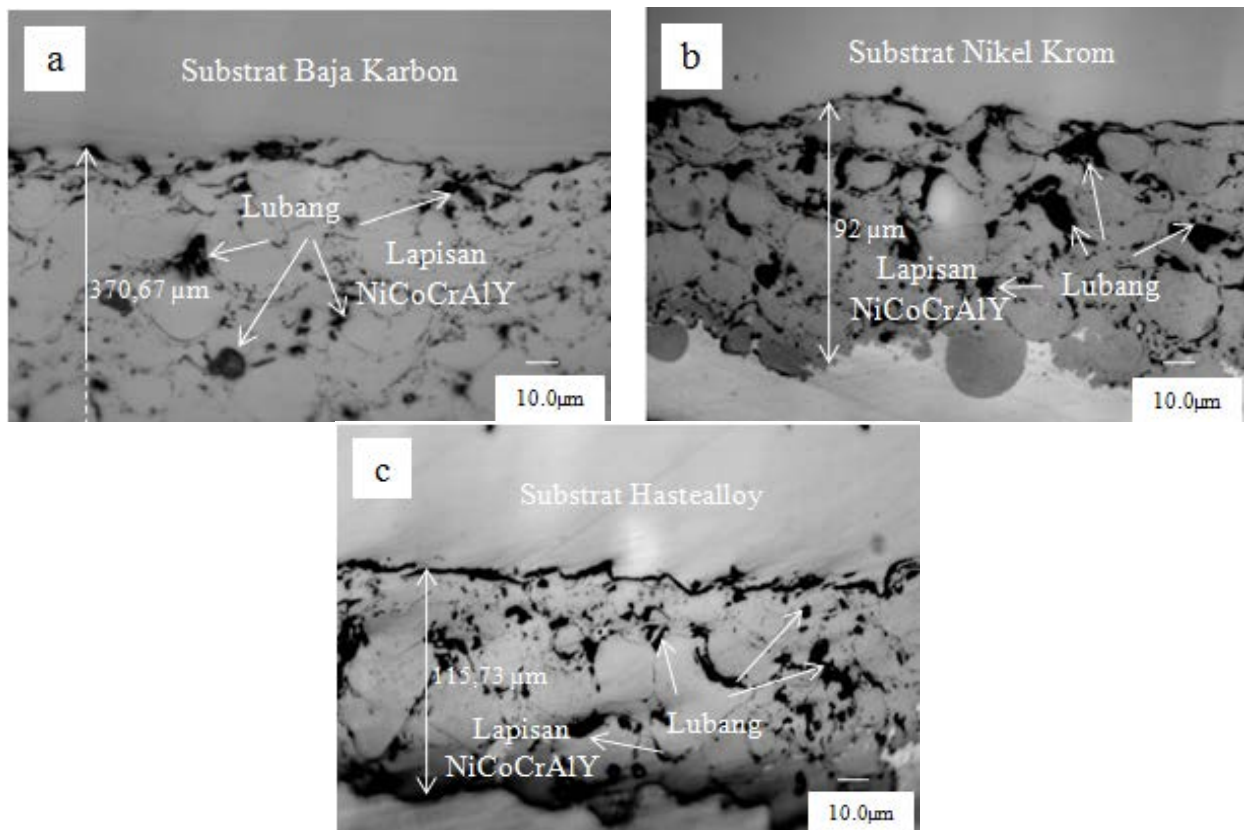
kekerasan pada masing-masing bagian substrat dan lapisan NiCoCrAlY. Besarnya kekerasan yang terukur dapat ditampilkan secara otomatis menggunakan perangkat lunak LECO AMH43 *automatic hardness testing system*. Nilai kekerasan yang dianalisis merupakan nilai rata-rata dari tiga posisi yang diambil tersebut.

### 3. HASIL DAN DISKUSI

#### A. Strukturmikro Lapisan NiCoCrAlY

Gambar 1 menunjukkan strukturmikro lapisan NiCoCrAlY pada tiga substrat yang berbeda yaitu baja karbon, nikel krom dan hastelloy secara irisan melintang. Berdasarkan hasil tersebut dapat diketahui bahwa ketebalan lapisan NiCoCrAlY yang terdeposisi adalah 370,67  $\mu\text{m}$ , 92  $\mu\text{m}$ , dan 115,73  $\mu\text{m}$  untuk masing-masing substrat baja karbon, nikel krom dan hastelloy.

Morfologi permukaan lapisan menunjukkan bahwa lapisan yang terdeposisi tidak begitu rata dimana masih tampak bentuk partikel dari material pelapisnya dan kondisi hasil pelapisan ini telah diketahui dan umumnya didapatkan dengan teknik penyemprotan HVOF<sup>[11]</sup>. Meskipun teknik penyemprotan HVOF memiliki tingkat densitas yang sangat baik, namun masih tampak adanya pori atau lubang di area lapisan NiCoCrAlY yang terbentuk. Porositas lapisan ini tentu akan mempengaruhi nilai kekerasannya dimana semakin tinggi persentase porositas lapisan maka kekerasannya akan menurun demikian pula sebaliknya lapisan dengan densitas yang semakin tinggi akan memiliki kekerasan yang semakin tinggi pula<sup>[12-14]</sup>.

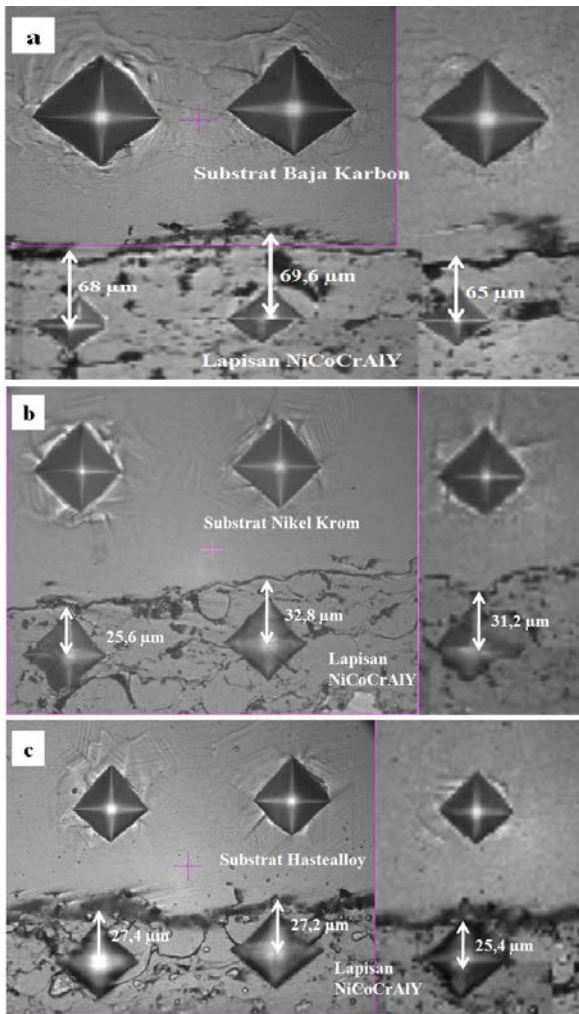


Gambar 1. Strukturmikro lapisan NiCoCrAlY pada substrat; (a) baja karbon, (b) Nikel krom dan (c) Hastelloy

#### B. Kekerasan Mikro Lapisan NiCoCrAlY

Gambar 2 menunjukkan morfologi lapisan NiCoCrAl setelah dilakukan pengujian kekerasan secara mikro. Terlihat bahwa pada permukaan lapisan terdapat morfologi berbentuk layang layang akibat dari indentasi kekerasan mikro yang berbentuk piramida intan yang menyebabkan kondisi regangan pada daerah yang terdeformasi.

Nilai rata-rata kekerasan dari ketiga lapisan baik itu nilai kekerasan substrat sebelum dilapisi, setelah dilapisi dan nilai kekerasan lapisan NiCoCrAlY pada substrat ditampilkan pada Tabel 1 dan grafik perubahan nilai kekerasannya ditunjukkan pada Gambar 3.



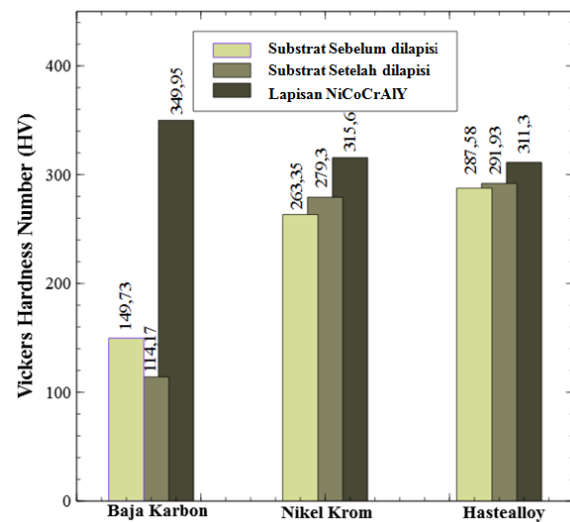
Gambar 2. Morfologi pengujian kekerasan menggunakan kekerasan mikro dengan mengukur hasil indenter yang berbentuk layang-layang dari 3 posisi pengujian yang berbeda

Berdasarkan hasil pengukuran pada Tabel 1 diketahui bahwa nilai kekerasan pada substrat baja karbon sebelum dilapisi adalah sebesar 149,73 HV dan setelah dilapisi mengalami penurunan yaitu menjadi sebesar 114,17 HV. Hal ini dapat disebabkan karena saat proses penyemprotan HVOF, baja karbon mengalami deformasi yang sangat tinggi. Deformasi plastis berat dan solidifikasi kuat terjadi karena dampak dari kecepatan tinggi saat penyemprotan bahan pelapis terhadap substrat<sup>[15]</sup>. Hal ini pula yang dapat menyebabkan lapisan pelapis memiliki lubang dan retak yang tidak bisa dihindari<sup>[16]</sup>. Sedangkan nilai kekerasan untuk substrat berbasis nikel yaitu nikel krom dan hastelloy sebelum dan setelah dilapisi memiliki nilai sebesar  $250 \pm 40$  HV. Terjadi peningkatan nilai kekerasan substrat berbasis nikel setelah dilapisi NiCoCrAlY. Hal ini dapat disebabkan karena adanya difusi dari elemen pelapis pada

daerah *interface* yang berkontribusi pada tingginya kekuatan lekatan lapisan<sup>[17]</sup>.

Tabel 1. Nilai kekerasan (HV) substrat dan lapisan NiCoCrAlY yang terdeposisi pada 3 substrat yang berbeda

Substrat	Substrat sebelum dilapisi	Substrat setelah dilapisi	Lapisan NiCoCrAlY
Baja karbon	149,73	114,17	349,95
Nikel krom	263,35	279,30	315,60
Hastealloy	287,58	291,93	311,30



Gambar 3. Perbedaan nilai kekerasan (HV) yang telah ditunjukkan pada Tabel 1

Sedangkan untuk nilai kekerasan lapisan NiCoCrAlY rata-rata memiliki nilai di atas 300 HV. Nilai kekerasan lapisan NiCoCrAlY pada substrat baja karbon memiliki nilai tertinggi yaitu sebesar 349,95 HV. Hal ini dapat disebabkan karena jarak proses pengambilan indentasi relatif jauh dari daerah *interface* yaitu sekitar  $67,53 \mu\text{m}$ . Sedangkan lapisan NiCoCrAlY pada substrat nikel krom dan hastelloy memiliki nilai kekerasan masing-masing yaitu sekitar 315 dan 311 HV. Hal ini juga dapat disebabkan jarak indentasi lebih dekat dari daerah *interface* yaitu sekitar  $29,87 \mu\text{m}$  untuk substrat nikel krom dan  $26,67 \mu\text{m}$  untuk substrat hastelloy. Sehingga dapat disimpulkan bahwa daerah *interface* antara substrat dan lapisan NiCoCrAlY memiliki nilai kekerasan yang lebih rendah daripada daerah tengah lapisan karena daerah *interface* merupakan daerah terjadinya interdifusi yang dapat menyebabkan nilai kekerasannya menurun. Tabel 2 menunjukkan bagaimana pengaruh jarak indentasi rata-rata dari *interface* untuk besarnya nilai kekerasan dari masing-

masing substrat baja karbon, nikel krom dan hastealloy.

Tabel 2. Pengaruh jarak pengambilan indentasi lapisan NiCoCrAlY dari substrat terhadap nilai kekerasan

Substrat	Jarak	Nilai kekerasan
Baja karbon	67,53 $\mu\text{m}$	349,95 HV
Nikel krom	29,87 $\mu\text{m}$	315,60 HV
Hastealloy	26,67 $\mu\text{m}$	311,30 HV

#### 4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil karakterisasi strukturmikro dan pengukuran kekerasan dari sampel lapisan NiCoCrAlY pada ketiga substrat yang berbeda diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

- Baja karbon : ketebalan lapisan 370,67  $\mu\text{m}$ , memiliki banyak lubang, jarak pengambilan indentasi dari *interface* yaitu 6,53  $\mu\text{m}$  dengan nilai kekerasan pada lapisan NiCoCrAlY sebesar 349,95 HV.
- Nikel krom : ketebalan lapisan 92  $\mu\text{m}$ , memiliki banyak lubang, jarak pengambilan indentasi dari *interface* yaitu 29,87  $\mu\text{m}$  dengan nilai kekerasan pada lapisan NiCoCrAlY sebesar 315,60 HV.
- Hastealloy : ketebalan lapisan 115,73  $\mu\text{m}$ , memiliki banyak lubang, jarak pengambilan indentasi dari *interface* yaitu 26,67  $\mu\text{m}$  dengan nilai kekerasan pada lapisan NiCoCrAlY sebesar 311,30 HV.

Jarak pengambilan indentasi, deformasi plastis dan porositas dari lapisan sangat berpengaruh pada sifat mekanik lapisan NiCoCrAlY. Nilai kekerasan lapisan NiCoCrAlY pada daerah *interface* cenderung lebih rendah karena lapisan NiCoCrAlY terdeposisi dengan substrat yang mana difusi nilai kekerasannya menurun pada lapisan itu sendiri. Hal lain yang mempengaruhi nilai kekerasannya yaitu semakin tinggi persentase porositas lapisan maka kekerasan akan menurun.

#### UCAPAN TERIMAKASIH

Penelitian ini didukung dan dibiayai dari beberapa program penelitian antara lain kegiatan unggulan LIPI sub program Pengembangan Material dan Rekayasa Manufaktur (PMRM), Insetif INSINAS Riset Pratama Individu (IRPI) dan STRG ITS Toray yang mendukung terlaksananya penelitian dan penulisan.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] S. Bose, J. DeMasi-Marcin, "Thermal barrier coating experience in gas turbine engines at Pratt & Whitney", *J. Therm. Spray. Technol.*, vol. 6, pp 99-104, 1997.
- [2] I. Gurrappa and A. Sambasiva Rao, "Thermal Barrier Coatings for Enhanced Efficiency of Gas Turbine Engines", *Surf. Coat. Technol.*, 201(6), p 3016-3029, 2006.
- [3] J.R. Nicholls, N.J. Simms, W.Y. Chan, and H.E. Evans, "Smart Overlay Coatings—Concept and Practice", *Surf. Coat. Technol.*, 149(2–3), p 236-244, 2002.
- [4] B. Baufeld and M. Schmqcke, "Microstructural Evolution of a NiCoCrAlY Coating on an IN100 Substrate", *Surf. Coat. Technol.*, 199(1), p 49-56, 2005.
- [5] C. Leyens, U. Schulz, B.A. Pint, and I.G. Wright, "Influence of Electron Beam Physical Vapor Deposited Thermal Barrier Coating Microstructure on Thermal Barrier Coating System Performance under Cyclic Oxidation Conditions", *Surf. Coat. Technol.*, 120-121, p 6, 1999.
- [6] F. Raletz, G.Ezo'o, L. Longwy, M. Vardelle, SPCTS Limoges, M. Ducos, Mornas, "Characterization of Cold Sprayed Nickel-Base Coatings", *Thermal Spray: Advances in Technology and Applications (ASM International)*, vol. 6, pp. 323 – 328, 2004.
- [7] J. K. Odusote, T. K. Ajiboye, A. B. Rabi, "Evaluation of Mechanical properties of medium carbon steel quenched in water and oil", *J. Miner. Mater. Character. Eng.*, vol. 11, pp 859-862, 2012.
- [8] J. Birn, M. Janik-Czachor, A. Wolowik, A. Szummer, "Corrosion behavior of high nickel and chromium alloys in natural baltic seawater", *J. Corr.*, vol. 55 (10), pp 977-983, 1999.
- [9] Haynes International, "Hastealloy C-276", [online]. Available: <http://mail.haynesintl.com/C276HastelloyAlloy.htm>
- [10] G. Maa, F. Niu, D. Wu, Y. Qu "Electrochemistry corrosion properties of pulsed laser welding Hastelloy C-276", *Physics Procedia*, vol. 41, pp.31 – 37, 2013.



- [11] K. Fritscher, C. Leyens, U. Schulz, "Investigation of an as-sprayed NiCoCrAlY overlay coating: A thermoanalytical approach DLR", *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 369, pp. 144–15, 2004.
- [12] A.K. Ray, N. Roy, A. Kar, A. K. Ray, S. C. Bose, G. Das, J. K.Sahu, D. K. Das, B. Venkataraman, S. V. Joshi, "Mechanical property and characterization of a NiCoCrAlY type metallic bondcoat used in turbine blade", *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 505, pp. 96–104, 2009.
- [13] C.J. Li, Y.Y. Wang, "Effect of particle state on the adhesive strength of HVOF sprayed metallic coating", *J. Therm. Spray. Technol.*, vol. 11(4), pp. 523- 529, 2002.
- [14] E. Riyanto, B. Prawara, "Mikrostruktur dan karakterisasi sifat mekanik lapisan  $Cr_3C_2$ -NiAl- $Al_2O_3$  hasil deposisi dengan menggunakan HVOF thermal spray coating", *Journal of Mechatronics, Electrical Power and Vehicular Technology*, vol. 01(1), pp 1-4, 2010.
- [15] N.A.Ahmad, Z. Kamdi, Z. Mohamad, A. S. Omar, N. Abdul Latif, A. L. Mohd Tobi," Characterization of WC-10Ni HVOF Coating for Carbon Steel Blade"*Materials Science and Engineering*, vol. 165 , 012022, 2017.
- [16] J.G. La Barbera-Sosa, Y.Y. Santana, M.H. Staia, D. Chicot, J. Lesage, J.Caro, G.Mesmacque, E.S. Puchi-Cabrera, "Microstructural and mechanical characterization of Ni- base thermal spray coatings deposited by HVOF", *Surface & Coatings Technology*, 202, pp 4552-4559, 2008.
- [17] Bondan T. Sofyan, Marizki Stefano, Haposan J. Pardede, Edi Sofyan, "Pengaruh Kekasaran Permukaan terhadap Kekuatan Lekat dan Strukturmikro Lapisan WC-Co hasil HVOF Thermal Spray" *Jurnal Teknologi, ISSN 0215 – 1685*, vol. 4 Tahun XVIII, pp. 291-297, 2004.



## INDEKS PENULIS

### A

Andini Juniarsih, 83

### B

Budi Prawara, 91

### D

D.N Adnyana, 53

Denni Ahmad, 83

Didik Aryanto, 45

### E

Efendi Mabruri, 77, 83

Endro Junianto, 91

Eni Sugiarti, 91

Erie Martides, 91

Erna Hastuti, 45

### F

Fatayalkadri Citrawati, 67

### L

Leksono Firmansyah, 67

### M

M Yunan Hasbi, 67

### N

Naimatul Husniya, 45

### R

Resetiana D. D, 91

Rivaldo Ramadhana Saputra, 77

Robby Dwiwandono, 67

### S

Satrio Herbirowo, 67

Siska Prifiharni, 83

Soesaptri Oediyani, 77

### T

Toto Sudiro, 45

### Y

Yulinda Lestari, 77

## INDEKS KATA

### A

Aisi 410, 77, 79, 78, 79, 81, 82, 83  
Austenisasi, 83, 84, 85, 86, 87  
Austenitization, 83  
AZO thin film, 45

### B

Baja rel, 67  
Baja tahan karat martensitik 13Cr-3Mo-3Ni, 83  
Baut dan mur roda, 53

### C

Chromium carbide, 83  
Coating, 83, 92, 95, 96  
Corrosion rate, 79  
Corrosion, 83, 84, 88, 89  
Crystal structure, 45

### F

Fatigue crack, 53, 62  
Film tipis AZO, 45, 48, 50

### H

HVOF, 83, 92, 93, 94, 96

### J

Jarak lamela, 67, 69, 70, 72, 74, 75

### K

Kekerasan mikro, 83, 92, 93, 94  
Kendaraan ringan, 53  
Korosi, 83, 84, 86, 87  
Kromium karbida, 83, 84

### L

Laju korosi, 79, 78, 79, 81, 82  
Lamellar spacing, 67  
Lapisan NiCoCrAlY, 83, 92, 93, 94, 95  
Light vehicle, 53

### M

Martensit, 83, 84, 85, 86, 87  
Martensitic stainless steel 13Cr-3Mo-3Ni, 83  
Mechanical property, 67  
Micro hardness, 83  
Microstructure, 67, 79, 83, 95

### N

Nickel, 79, 78, 83  
NiCoCrAlY, 83, 92, 93, 94, 95, 96  
Nikel, 79, 78, 79, 81, 82

### P

Pearlite, 67, 75  
Pengujian metalurgi, 53  
Perlakuan panas, 45, 46, 47, 48, 49, 50  
Perlit, 67, 68, 69, 70, 71, 72, 74, 75  
Pulse electrodeposition, 79

### R

R54, 67, 68, 69, 74, 75  
Rail steel, 67  
Rail track, 67  
Rel kereta, 67, 68, 74, 75  
Retak, 53

### S

Sifat mekanis, 67, 68, 74  
Struktur kristal, 45, 48  
Struktur mikro, 67, 68, 69, 70, 74, 75, 79, 83, 92, 93

### T

Thermal treatment, 45, 51

### W

Wheel studs and nuts, 53, 54, 55, 56, 63

## PANDUAN BAGI PENULIS

1. Penulis yang berminat menyumbangkan hasil karyanya untuk dimuat di dalam majalah Metalurgi, diharuskan mengirim naskah asli dalam bentuk final baik hardcopy atau softcopy (dalam file doc), disertai pernyataan bahwa naskah tersebut belum pernah diterbitkan atau tidak sedang menunggu penerbitannya dalam media tertulis manapun.
2. Penulis diminta mencantumkan nama tanpa gelar, afiliasi kedudukan dan alamat emailnya setelah judul karya tulisnya, dan ditulis dengan Times New Roman (TNR), jarak 1 spasi, font 12.
3. Naskah harus diketik dalam TNR font 11 dengan satu (1) spasi. Ditulis dalam bentuk hardcopy dengan kertas putih dengan ukuran A4 pada satu muka saja. Setiap halaman harus diberi nomor dan diusahakan tidak lebih dari 30 halaman
4. Naskah dapat ditulis dalam bahasa Indonesia atau bahasa Inggris, harus disertai dengan judul yang cukup ringkas dan dapat melukiskan isi makalah secara jelas. Judul ditulis dalam **bahasa Indonesia dan bahasa Inggris** dengan huruf kapital menggunakan TNR font 16 dan ditebalkan. Untuk yang berbahasa Indonesia, usahakanlah untuk menghindari penggunaan bahasa asing.
5. Isi naskah terdiri dari Judul naskah, Nama Pengarang dan Institusi beserta email, Intisari/Abstract, Pendahuluan, Tata Kerja/Prosedur Percobaan, Hasil Percobaan, Pembahasan, Kesimpulan dan Saran, Daftar Pustaka, Ucapan Terimakasih dan Riwayat Hidup. Pakailah bahasa yang baik dan benar, singkat tapi cukup jelas, rapi, tepat dan informatif serta mudah dicerna/dimengerti. Sub sub judul ditulis dengan huruf kapital pada setiap awal kata (TNR font 11 **Bold**), ditebalkan tanpa penomoran urutan sub judul, misalnya :

### **PENDAHULUAN (SMALL CAPS)**

#### **A. Perangkat Lunak (TNR)**

**PROSEDUR PERCOBAAN**, dan seterusnya.

6. Naskah harus disertai intisari pendek dalam bahasa Indonesia dan abstract dalam bahasa Inggris ditulis TNR 10 jarak 1 spasi diikuti dengan kata kunci/keywords ditulis tebal.  
Contoh :  
**Keywords** : kata kunci terdiri dari 3 sampai 5 kata atau frasa dipisahkan dengan koma  
Isi dari intisari/abstract merangkum secara singkat dan jelas tentang :
  - Tujuan dan Ruang Lingkup Litbang
  - Metoda yang Digunakan
  - Ringkasan Hasil
  - Kesimpulan
7. Isi pendahuluan menguraikan secara jelas tentang :
  - Masalah dan Ruang Lingkup
  - Status Ilmiah dewasa ini
  - Hipotesis
  - Cara Pendekatan yang Diharapkan
  - Hasil yang Diharapkan
8. Tata kerja/prosedur percobaan ditulis secara jelas sehingga dapat dipahami langkah-langkah percobaan yang dilakukan.

9. Hasil dan pembahasan disusun secara rinci sebagai berikut :

Data yang disajikan telah diolah, dituangkan dalam bentuk tabel atau gambar, serta diberi keterangan yang mudah dipahami. Penulisan keterangan tabel diletakkan di atas tabel, rata kiri dengan TNR 9 dengan spasi 1. Kata tabel ditulis tebal. Akhir keterangan tidak diberi tanda titik .

**Contoh : Tabel 1.** Harga kekerasan baja SS 316L

Penulisan keterangan gambar ditulis di bawah gambar, rata kiri dengan TNR 9 jarak 1 spasi, format “*in line with text*”. Kata gambar ditulis tebal. Akhir keterangan tidak diberi tanda titik.

**Contoh : Gambar 1.** Struktur mikro baja SS 316L

- Pada bagian pembahasan terlihat adanya kaitan antara hasil yang diperoleh dengan konsep dasar dan atau hipotesis
- Kesesuaian atau pertentangan dengan hasil litbang lainnya
- Implikasi hasil litbang baik secara teoritis maupun penerapan

10. Kesimpulan dijelaskan dalam bentuk **NARASI**

11. Penggunaan singkatan atau tanda-tanda diusahakan untu memakai aturan nasional atau internasional. Apabila digunakan sistem satuan maka harus diterapkan Sistem Internasional (SI)

12. Kutipan atau Sitasi

- Penulisan kutipan ditunjukkan dengan membubuhkan angka (dalam format superscript) sesuai urutan.
- Angka kutipan ditulis **sebelum** tanda titik akhir kalimat tanpa spasi, dengan tanda kurung siku dan **tidak** ditebalkan (*bold*).
- Jika menyebut nama, maka angka kutipan langsung dibubuhkan setelah nama tersebut.
- Tidak perlu memakai catatan kaki.
- Urutan dalam Daftar Pustaka ditulis sesuai dengan nomor urut kutipan dalam naskah. **Contoh:** Struktur mikro baja SS 316L<sup>[2]</sup>.

13. Penyitiran pustaka dilakukan dengan memberikan nomor di dalam tanda kurung. Daftar pustaka itu sendiri dicantumkan pada bagian akhir dari naskah. Susunan penulisan dari pustaka menggunakan standard **IEEE** sebagai berikut :

- [1] J. W. Park, D. H. Kwak, S. H. Yoon, and S. C. Choi, “Thermoelectric properties of Bi, Nb co-substituted CaMnO<sub>3</sub> at high temperature,” *J. Alloys Compd.*, vol. 487, no. 1–2, pp. 550–555, 2009.
- [2] F. P. Zhang, Q. M. Lu, X. Zhang, and J. X. Zhang, “First principle investigation of electronic structure of CaMnO<sub>3</sub> thermoelectric compound oxide,” *J. Alloys Compd.*, vol. 509, no. 2, pp. 542–545, 2011.
- [3] J. W. Fergus, “Oxide materials for high temperature thermoelectric energy conversion,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 32, no. 3, pp. 525–540, 2012.
- [4] D. Prakash, R. D. Purohit, M. Syambabu, and P. K. Sinha, “Development of High Temperature Thermoelectric Materials and Fabrication of Devices,” no. 320, pp. 17–25, 2011.
- [5] P. Phaga, a. Vora-Ud, and T. Seetawan, “Invention of Low Cost Thermoelectric Generators,” *Procedia Eng.*, vol. 32, pp. 1050–1053, 2012.
- [6] K. R. Poeppelmeier, M. E. Leonowicz, J. C. Scanlon, J. M. Longo, and W. B. Yelon, “Structure determination of CaMnO<sub>3</sub> and CaMnO<sub>2.5</sub> by X-ray and neutron methods,” *J. Solid State Chem.*, vol. 45, no. 1, pp. 71–79, 1982.
- [7] H. Taguchi, M. Nagao, T. Sato, and M. Shimada, “High-temperature phase transition of CaMnO<sub>3-δ</sub>,” *J. Solid State Chem.*, vol. 78, no. 2, pp. 312–315, 1989.



14. Ucapan terimakasih **WAJIB DICANTUMKAN** dan ditulis dengan huruf kapital TNR font 12 dan ditebalkan. Isi dari ucapan terimakasih ditulis dengan TNR 11 dan spasi 1.
15. Naskah yang dinilai kurang tepat untuk dimuat di dalam majalah akan dikirim kembali kepada penulis. Saran-saran akan diberikan apabila ketidak tepatan tersebut hanya
16. disebabkan oleh format atau cara penyajian.
17. Penulis bertanggung jawab penuh atas kebenaran naskahnya.
18. Setiap penerbitan tidak ada dua kali atau lebih penulis utama yang sama. Apabila ada, salah satu naskahnya penulis utama tersebut ditempatkan pada penulis kedua.

Tangerang Selatan, Juli 2015  
Redaksi Majalah Metalurgi



**TULIS JUDUL BAHASA INDONESIA**  
**TULIS JUDUL BAHASA INGGRIS**  
**Penulis Pertama<sup>a,\*</sup>, Penulis Kedua<sup>a, b</sup>, Penulis Ketiga<sup>b</sup>**

<sup>a</sup>Institusi Penulis Pertama

Alamat Institusi, Kota, Negara Kode Pos

<sup>b</sup>Institusi Penulis Kedua

Alamat Institusi, Kota, Negara

---

**Intisari**

Tulis intisari disini

**Kata Kunci:** kata kunci terdiri dari 3 sampai 5 kata atau frasa dipisahkan dengan koma.

**Abstract**

Write your abstract here.

**Keywords:** keywords contain three to five words/phrases separated with coma.

---

**1. PENDAHULUAN**

Gaya selingkung ini dibuat sebagai panduan penulis membuat naskah. Panduan ini tersedia secara on-line di *panduan penulis*. <http://ejournalmaterialmetalurgi.com/index.php/metalurgi/about/submissions#authorGuidelines>. Penulis diperbolehkan untuk memodifikasi panduan ini untuk tujuan penyerahan naskah.

**2. TATA KELOLA NASKAH**

Penulis yang berminat menyumbangkan hasil karyanya untuk dimuat di dalam majalah Metalurgi, diharuskan mengirim naskah asli dalam bentuk final dalam bentuk (*doc, docx*), disertai dengan pernyataan bahwa naskah tersebut belum pernah diterbitkan atau sedang menunggu penerbitannya dalam media tertulis manapun. Naskah ditulis dalam bahasa Indonesia atau bahasa inggris dan diserahkan melalui online. Penulis diharuskan untuk log-in untuk dapat menyerahkan naskah. Registrasi online tidak dipungut biaya.

**A. Perangkat Lunak Word**

Penulis diminta mencantumkan nama tanpa gelar, afiliasi kedudukan dan alamat emailnya setelah judul karya tulisnya, dan ditulis dengan *Times New Roman* (TNR), jarak 1 spasi, font 12. Naskah terdiri dari tidak lebih dari 2.000 kata dan naskah tidak lebih dari 10 halaman termasuk

gambar dan tabel. Naskah ditulis dengan menggunakan perangkat lunak Microsoft Office (.doc/docx) atau Open Office (.odt). Naskah disiapkan dengan menggunakan dokumen A4 (21cm x 29.7 cm) menggunakan 2.5 cm untuk batas dalam dan 2 cm untuk batas atas, bawah dan luar. Tidak perlu untuk membuat nomor, karena akan diatur kembali dalam proses pra cetak.

**B. Format Penulisan**

Judul dan intisari ditulis dalam satu kolom sedangkan tulisan utama ditulis dengan menggunakan 2 kolom. Judul tidak lebih dari 15 kata, *Title case, small caps, centerd, bold*, tipe *Times new Roman*, font ukuran 16 dan spasi tunggal.

Abstrak ditulis sebanyak dengan menggunakan font 10 TNR, Spasi tunggal, tidak lebih dari 300 kata. Kata kunci dibuat *justified*, 10 TNR, spasi tunggal. Tulisan utama ditulis dengan menggunakan 1 kolom, baris pertama indent 5 mm. Teks utama dibuat dalam 2 kolom dengan margin dalam 1 cm, *justified*, 11 TNR, dan spasi tunggal.

**C. Heading Section**

*Heading section* dibuat 4 tingkatan. Level 5 tidak diperkenankan.

### 1. Kepala Seksi 1

Heading level 1 ditulis dalam *title case, small caps, left aligned, bold, 14 TNR, single spaced, and Roman numbered* diakhiri oleh titik.

### 2. Heading Level 2

Heading 2 ditulis dalam *title case, left aligned, bold, 11 TNR, single spaced, Capital numbered* diakhiri oleh titik.

### 3. Heading Level 3

Heading 3: ditulis dalam *title case, left aligned, italic, 11 TNR, single spaced, numbered by number* diikuti oleh titik.

#### 1. Heading level 4

Heading 4 tidak direkomendasikan, bila diperlukan format sebagai berikut: *sentence case, left indent 5 mm, hanging indent 5 mm, italic, 11 TNR, single spaced, numbered* dengan titik.

#### 2. Heading Level 5

Level 5 tidak diperkenankan.

## 3. STRUKTUR PENULISAN

Naskah harus dimulai dengan judul, abstrak, kata kunci, dan teks utama terdiri atas, Pendahuluan, Prosedur Percobaan, Hasil dan Pembahasan, dan Kesimpulan; dan diikuti oleh Ucapan Terima Kasih dan Daftar Pustaka. Dalam bahasa Inggris teks terdiri atas: *Introduction, Method/Material, Result and Discussion, and Conclusion; followed by acknowledgement and References.*

### D. Judul

Judul naskah harus padat dan informatif. Hindari singkatan dan formula jika memungkinkan. Judul dapat mengungkapkan kebenaran ilmiah dengan bahasa ilmiah yang logis atau memiliki landasan berpikir yang masuk akal dan betul. Nama penulis tidak perlu untuk mengikutsertakan jabatan.

### E. Intisari

Abstrak ditulis dengan menggunakan font 10 TNR, Spasi tunggal, tidak lebih dari 300 kata. Intisari dibuat padat, *factual*, dan harus menggambarkan secara umum isi dari naskah. Hindari daftar pustaka dalam pembuatan intisari. Terkadang intisari ditampilkan tersendiri oleh karena itu harus dapat berdiri sendiri. Hindari singkatan yang tidak umum, akan tetapi jika diperlukan maka singkatan tersebut harus didefinisikan terlebih dahulu.

### F. Kata Kunci

Kata kunci harus menghindari kata umum dan makna jamak dapat disandingkan dengan singkatan: hanya singkatan yang sudah umum

dan diterima yang dapat ditampilkan. Kata kunci digunakan dalam proses indeks.

## G. Pendahuluan

Memberikan pernyataan mengenai tujuan dari aktivitas/pekerjaan dan memberikan latar belakang yang relevan dengan aktivitas/pekerjaan yang dinyatakan dalam naskah. Pendahuluan menjelaskan bagaimana penulis menyelesaikan masalah dan menjelaskan secara jelas tujuan dari kajian yang dilakukan. Pendahuluan harus diawali dengan satu gejala/topik/bidang/subjek yang menjadi perhatian. Pendahuluan juga harus menyatakan pentingnya penelitian disertai informasi awal sebagai pendukung.

## H. Prosedur Percobaan

Penggunaan metode ilmiah sesuai dengan jenis penelitian (*eksploratif, deskriptif, korelasional, dan eksplanatori*) yang dilaksanakan dan dijelaskan secara argumentatif. Penggunaan metode penelitian kualitatif, konsep, model, informan, proses iterasi, teknik sintesis *pla data* yang digunakan bersifat informatif secara ilmiah.

## I. Hasil dan Diskusi

Hasil berupa data primer temuan (*bentuk kata dan angka*) disajikan secara sistematis dan informatif (*tabel, gambar, dan narasi*) serta dapat dipertanggungjawabkan dan absah. Hasil ditafsirkan, dibandingkan, dikontraskan dengan hasil lain yang sejenis, atau kontribusi penulis terlihat secara nyata.

## J. Kesimpulan

Keterbatasan temuan/kesimpulan dinyatakan dengan lugas. Kesimpulan telah menjawab pernyataan penelitian. Terdapat pernyataan bahwa kesimpulan penelitian bersifat final atau sementara.

## K. Ucapan Terima Kasih

Apabila penelitian/pengkajian/tinjauan ilmiah didanai oleh sponsor, maka pihak sponsor harus mengizinkan publikasi ilmiah serta telah diberikan pengakuan.

## 4. PERSIAPAN NASKAH

### L. Gambar

Gambar sebisa mungkin dalam format *grayscale* dan jika disajikan dalam warna, harus dapat dibaca ketika dicetak dalam *grayscale*. Penyajian gambar dalam warna harus

merupakan gambar dengan kualitas minimum 300 dpi dengan tipe warna RGB.

Caption dalam bentuk nomor (numbered) dengan ukuran huruf 9 TNR dan spasi tunggal. Judul gambar menggambarkan secara jelas gambar yang diberikan.

Usahakan teks didalam gambar seminimum mungkin akan tetapi jelaskan semua simbol dan singkatan yang digunakan dalam teks atau catatan tersendiri. Semua huruf dan simbol harus dapat dibaca dengan jelas dan mempunyai ukuran proporsional. Ukuran normal huruf atau simbol dalam gambar normal 7 pt dan tidak lebih kecil dai 6 pt. Gambar harus dijelaskan dengan jelas dalam paragraf berikutnya.

Untuk tujuan editing, gambar dengan kualitas tinggi sangat diperlukan (>300 dpi). Usahakan dalam pembahasan gambar tidak memberikan pernyataan “gambar diatas” atau “gambar dibawah” hal ini dikarenakan dalam proses editing tata letak akan diatur kemudian.

Tabel 1. Table Caption

Parameter	Unit
Massa, $m_s$	1 (kg)
Reducer, $c$	1,81(Ns/m) <sup>a</sup>
Stiffness, $k_s$	22.739,57(N/m) <sup>b</sup>

<sup>a</sup>footnote<sup>b</sup>footnote

#### N. Rumus, Persamaan Matematika dan Reaksi Kimia

Persamaan matematika, rumus, dan reaksi kimia harus dapat ditulis dengan jelas, dibuat urut dengan nomor, diikuti oleh informasi yang diperlukan dan menjelaskan persamaan, rumus, atau reaksi kimia tersebut. Persamaan matematika, rumus dan reaksi kimia disajikan terpisah dari teks.

$$f(x) = a_0 + \sum_{n=1}^{\infty} \left( a_n + b_n \sin \frac{n\pi x}{L} \right) \quad (1)$$

dimana  $f(x)$  merupakan notasi penjelasan,  $a_0$  merupakan notasi penjelasan, dan seterusnya.

#### O. Pembuatan Daftar Pustaka

Pembuatan referensi direkomendasikan menggunakan software pengelolaan daftar pustaka seperti Endnote atau Mendelay dalam bentuk IEEE style. Daftar pustaka disajikan diakhir naskah dan diberikan penomoran sesuai dengan urutan kemunculan dalam teks. Penulis harus memastikan setiap daftar pustaka yang erdapat pada daftar pustaka dan teks muncul. Nama penulis dapat diacu dengan memastikan bahwa tetap dicantumkan dalam daftar pustaka. Wikipedia, personal blog, atau laman non ilmiah

Diharapkan tidak membuat kotak pada gambar dikecualikan untuk grafik.

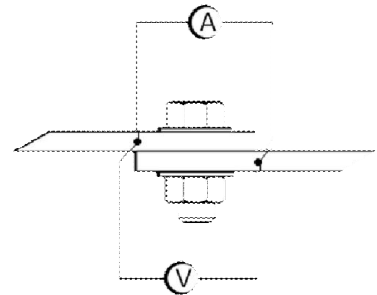


Figure 1. Figure caption

#### M. Tabel

Nomor tabel disajikan berurutan sesuai dengan urutan penampilan di teks. Hindari garis batas samping. Letakan catatan kaki dibawah setelah tabel dibuat. Pastikan bahwa tabel dan data yang disajikan tidak merupakan duplikasi dari hasil yang telah disajikan pada artikel lain.

tidak diijinkan untuk ditampilkan dalam naskah. Daftar pustaka utama harus 80% daru terbitan 5 tahun kebelakang. Dengan mengutamakan keterbaruan.

Ada dua macam tipe daftar pustaka yaitu elektronik dan non elektronik. Beberapa contoh format tepat untuk beberapa jenis daftar pustaka:

- *Buku*: Penulis, *Judul*, edisi, editor, Kota, negara: Penerbit, tahun, halaman. [1]
- *Bagian buku*: Penulis, “Judul”, dalam *Buku*, edisi, editor, Kota, Negara: Penerbit, tahun, Halaman. [2]
- *Terbitan berkala*: Penulis, “Judul”, *Journal, volume (issue)*, pages, month, year. [3], [4], [5]
- *Prosiding*: Penulis, “Judul”, dalam *Proceeding*, tahun, halaman. [6]
- *Tulisan yang tidak diterbitkan*: Penulis, “Judul”, disajikan dalam Judul seminar/, Kota, Negara, Tahun. [7]
- *Paten atau standar*: Pengarang, “Judul”, nomor paten, bulan/hari, tahun. [8]
- *Laporan Teknis*: Pengarang, “Judul”, Perusahaan, Kota, negara, Laporan Teknis, Bulan, tahun. [9]

Tiga jenis informasi yang dibutuhkan untuk melengkapi daftar pustaka

Three pieces of information are required to complete each reference from electronics sources: 1) protocol or service; 2) location where the item is to be found; and 3) item to be retrieved. Sample of correct formats for electronics source references are as follows:

- *Book*: Author. (year, month day). *Title*. (edition) [Type of medium]. *volume (issue)*. Available: site/path/file. [10]
- *Periodical*: Author. (year, month). *Title*. *Journal*. [Type of medium]. *volume (issue)*, pages. Available: site/path/file. [11]
- *Papers presented at conferences*: Author. (year, month). *Title*. Presented at Conference title. [Type of Medium]. Available: site/path/file. [12]
- *Reports and handbooks*: Author. (year, month). *Title*. Company. City, State or Country. [Type of Medium]. Available: site/path/file. [13]

#### P. Header, Footer, and Hyperlink

Catatan kaki dan dan nomor akan dihilangkan. Semua hypertext links dan section

#### REFERENCES (STANDARD IEEE)

- [1] J. W. Park, D. H. Kwak, S. H. Yoon, and S. C. Choi, "Thermoelectric properties of Bi, Nb co-substituted CaMnO<sub>3</sub> at high temperature," *J. Alloys Compd.*, vol. 487, no. 1–2, pp. 550–555, 2009.
- [2] F. P. Zhang, Q. M. Lu, X. Zhang, and J. X. Zhang, "First principle investigation of electronic structure of CaMnO<sub>3</sub> thermoelectric compound oxide," *J. Alloys Compd.*, vol. 509, no. 2, pp. 542–545, 2011.
- [3] J. W. Fergus, "Oxide materials for high temperature thermoelectric energy conversion," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 32, no. 3, pp. 525–540, 2012.
- [4] D. Prakash, R. D. Purohit, M. Syambabu, and P. K. Sinha, "Development of High Temperature Thermoelectric Materials and Fabrication of Devices," no. 320, pp. 17–25, 2011.
- [5] P. Phaga, a. Vora-Ud, and T. Seetawan, "Invention of Low Cost Thermoelectric Generators," *Procedia Eng.*, vol. 32, pp. 1050–1053, 2012.
- [6] K. R. Poepelmeier, M. E. Leonowicz, J. C. Scanlon, J. M. Longo, and W. B. Yelon, "Structure determination of CaMnO<sub>3</sub> and CaMnO<sub>2.5</sub> by X-ray and

bookmarks akan dihilangkan. Jika akan mengacu pada alamat internet maka alamat tersebut harus di tulis lengkap.

#### 5. KESIMPULAN

Panduan penulis ini merupakan versi pertama dari template penulisan untuk penyerahan naskah dalam jurnal Metalurgi. Penulis tidak perlu untuk merubah format dan style tata letak naskah yang telah ditetapkan. Untuk lebih lanjut penulis dapat melihat laman jurnal metalurgi di [www.ejurnalmaterialmetalurgi.com](http://www.ejurnalmaterialmetalurgi.com) atau dapat menghubungi sekretariat di [majalah.metalurgi@mail.lipi.go.id](mailto:majalah.metalurgi@mail.lipi.go.id)

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Panduan untuk daftar pustaka merupakan modifikasi dari Internasional Standards Organization (ISO) documentation system and American Psychological Association (APA) style dan IEEE transaction, Jurnal. Template ini juga mengacu pada panduan yang dibuat oleh Journal MEV.

- neutron methods," *J. Solid State Chem.*, vol. 45, no. 1, pp. 71–79, 1982.
- [7] H. Taguchi, M. Nagao, T. Sato, and M. Shimada, "High-temperature phase transition of CaMnO<sub>3-δ</sub>," *J. Solid State Chem.*, vol. 78, no. 2, pp. 312–315, 1989.
- [8] N. Pandey, "Studies on dielectric behaviour of an oxygen ion conducting ceramic - CaMnO<sub>3</sub>," *Indian J. Eng. Mater. Sci.*, vol. 15, no. April, pp. 191–195, 2008.
- [9] H. . and J. M. L. Horowitz, "PHASE RELATIONS IN THE Ca-Mn-O SYSTEM," *Mat. Res. Bull*, vol. 13, pp. 1359–1369, 1978.
- [11] W. R. R. and a. M. B. Brezny, "ACTIVITY-COMPOSITION RELATIONS IN CaO-MnO SOLID SOLUTIONS AT 1 100- 1300°C," *Mat. Res. Bull*, vol. 5, no. 68, pp. 481–488, 1970.
- [12] Suharno, A. Purwanto, A. Fajar, B. Kurniawan, H. Mugihardjo, and W. A. Adi, "PENENTUAN STRUKTUR MAGNETIK CaMnO<sub>3</sub> DENGAN DIFRAKSI NEUTRON," *J. Sains Mater. Indones.*, pp. 202–205, 2006.

- [13] I. Halikia, L. Zoumpoulakis, E. Christodoulou, and D. Prattis, "Kinetic study of the thermal decomposition of calcium carbonate by isothermal methods of analysis," vol. 1, no. 2, pp. 89–102, 2001.
- [14] L. Biernacki and S. Pokrzywnicki, "The thermal decomposition of manganese carbonate Thermogravimetry and exoemission of electrons," *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 55, pp. 227–232, 1999.
- [15] K. Qian, Z. Qian, Q. Hua, Z. Jiang, and W. Huang, "Author's personal copy Structure – activity relationship of CuO / MnO<sub>2</sub> catalysts in CO oxidation."

↑Jika memungkinkan kolom dibuat sama ↑