



P-ISSN 0126-3188

E-ISSN 2443-3926

LIPI

# METALURGI

MAJALAH ILMU DAN TEKNOLOGI

VOLUME 33 Nomor 3, DESEMBER 2018

AKREDITASI JURNAL ILMIAH NO. 21/E/KPT/2018

Pengaruh Proses Perlakuan Panas terhadap Nilai Kekerasan Metal Matrix Composite Coating pada Substrat SS316 untuk Aplikasi Pipa Boiler

Metallurgical Examination and Life - Time Assesment of High Pressure Steam Pipes of a Palm Oil Processing Plant

Fabrikasi Paduan Magnesium Berpori Dengan Partikel Garam NaCl Sebagai Space Holder

Studi Awal Struktur-Mikro Dan Perilaku Oksidasi High Entropy Alloys MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, dan MoCrFeSiMnB

Pengaruh Pemesinan Milling Terhadap Kekasaran Permukaan Baja Tahan Karat Martensitik Modifikasi AISI 410 3Mo-3Ni dan Keausan Material Cutter End Mill

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material  
Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia



# METALURGI

VOLUME 33 NOMOR 3, DESEMBER 2018

P-ISSN 0126-3188

E-ISSN 2443-3926

**Penanggung Jawab :**

Kapuslit Metalurgi dan Material – LIPI

**Ketua Dewan Redaksi :**

Dr. Ika Kartika, M.T, P2MM - LIPI

**Dewan Editor :**

Prof. Dr. Ir. F. Firdiyono (P2MM – LIPI)

Dr. Ir. Rudi Subagja (P2MM - LIPI)

Prof. Dr. Ir. Rochim Suratman (ITB)

Prof. Dr. Ir. Akhmad Herman Yuwono,  
M.Phil. Eng (UI)

Dr. I Nyoman Jujur, M.Eng (BPPT)

**Mitra Bestari :**

Dr. Anawati, M.Sc (Fakultas MIPA,  
Universitas Indonesia)

Dr. Witha Berlian Kesuma Putri S.Si, M.Si  
(Pusat Penelitian Fisika – LIPI)

Dr. Yulianti Herbani, M.Sc (Pusat Penelitian  
Fisika - LIPI)

Dr. M. Zaki Mubarak (Teknik Metalurgi,  
Institut Teknologi Bandung)

Dr. Asep Ridwan S. (Teknik Mesin, Institut  
Teknologi Bandung)

Alfirano, ST, MT, Ph.D (Teknik Metalurgi,  
Universitas Sultan Ageng Tirtayasa)

Nofrijon Sofyan, Ph. D (Fakultas Teknik,  
Universitas Indonesia)

Ir. Soesaptri Oediyani, ME (Teknik  
Metalurgi, Universitas Sultan Ageng  
Tirtayasa)

Timotius Pasang (Auckland University of  
Technology, New Zealand)

**Redaksi :**

Lia Andriyah, M.Si

Tri Arini, M.T

**Disain Grafis :**

Arif Nurhakim, S.Sos

**Website :**

Daniel Panghuhutan, M.Si

Adi Noer Syahid, A.Md

M. Satrio Utomo, M.Sc

**Sekretariat dan Penerbit :**

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material –  
LIPI Ged. 470, Kawasan Puspiptek Serpong,  
Tangerang Selatan, 15314

Telp: (021) 7560911

**E-mail:**

[ejurnal.material.metalurgi@gmail.com](mailto:ejurnal.material.metalurgi@gmail.com)

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

**AKREDITASI KEMENRISTEKDIKTI :**

**SK 21/E/KPT/2018**

Pengantar Redaksi.....xxiii

Abstrak.....xxv

**Pengaruh Proses Perlakuan Panas terhadap  
Nilai Kekerasan Metal Matrix Composite  
Coating pada Substrat SS316 untuk Aplikasi  
Pipa Boiler**

Erie Martides dkk.....101-108

**Metallurgical Examination and Life - Time  
Assesment of High Pressure Steam Pipes of a  
Palm Oil Processing Plant**

Dewa Nyoman Adnyana dkk.....109-124

**Fabrikasi Paduan Magnesium Berpori dengan  
Partikel Garam NaCl sebagai Space Holder**

Franciska Pramuji Lestari dkk.....125-134

**Studi Awal Struktur Mikro dan Perilaku  
Oksidasi High Entropy Alloys MoCrFeSiB,  
MoCrFeSiMn, dan MoCrFeSiMnB**

Didik Aryanto dkk.....135-144

**Pengaruh Pemesinan Milling Terhadap  
Kekasaran Permukaan Baja Tahan Karat  
Martensitik Modifikasi Aisi 410 3Mo - 3Ni dan  
Keausan Material Cutter End Mill**

Hady Zhakwan Nugroho dkk.....145-152

Indeks



## **PENGANTAR REDAKSI**

Puji syukur Majalah Metalurgi Volume 33 Nomor 3, Desember 2018 kali ini dapat menampilkan 5 buah tulisan.

Tulisan pertama merupakan hasil kegiatan penelitian yang disampaikan oleh Erie Martides dan kawan-kawan tentang Pengaruh Proses Perlakuan Panas terhadap Nilai Kekerasan *Metal Matrix Composite Coating* pada Substrat SS316 untuk Aplikasi Pipa Boiler. Artikel selanjutnya oleh Dewa Nyoman Adnyana tentang *Metallurgical Examination and Life Time Assesment of High Pressure Steam Pipes of a Palm Oil Processing Plant*. Kemudian, Franciska Pramuji Lestari dan kawan-kawan menulis tentang Fabrikasi Paduan Magnesium Berpori dengan Partikel Garam NaCl sebagai *Space Holder*. Selanjutnya Didik Aryanto dan kawan-kawan menulis tentang Studi Awal Struktur Mikro dan Perilaku Oksidasi *High Entropy Alloy* MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, dan MoCrFeSiMnB. Terakhir, Hady Zhakwan Nugroho dan kawan-kawan menulis artikel tentang Pengaruh Pemesinan *Milling* Terhadap Kekasaran Permukaan Baja Tahan Karat Martensitik Modifikasi AISI 410 3Mo – 3Ni dan Keausan Material *Cutter End Mill*.

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

**REDAKSI**



**METALURGI**  
**(Metallurgy)**

ISSN 0126 – 3188

Vol 33 No. 3 Desember 2018

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

UDC (OXDCF) 621.402

Erie Martides<sup>a</sup>, Budi Prawara<sup>a</sup>, Endro Junianto<sup>a</sup>, Frida Rahmania Putri<sup>b</sup>, dan Djoko Hadi Prajitno<sup>c</sup> (<sup>a</sup>Pusat Penelitian Tenaga Listrik dan Mekatronik – LIPI, <sup>b</sup>Jurusan Teknik Metalurgi, UNJANI, <sup>c</sup>Pusat Sain Teknologi Nuklir Terapan – BATAN)

Pengaruh Proses Perlakuan Panas terhadap Nilai Kekerasan Metal Matrix Composite Coating pada Substrat SS316 untuk Aplikasi Pipa Boiler

Metalurgi, Vol. 33 No. 3 Desember 2018

Deposisi lapisan komposit dalam matriks logam (MMC) NiCr+Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan NiCr+WC<sub>12</sub>Co+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada permukaan material SS316 untuk aplikasi pada pipa boiler batu bara telah dilakukan menggunakan teknik HVOF (*high velocity oxygen fuel*) *thermal spray coating* dengan parameter tekanan bahan bakar dan jarak penembakan yang konstan. Selanjutnya lapisan MMC dipanaskan dengan variasi temperatur 600, 700 dan 800 °C dan pendinginan menggunakan air untuk mendapatkan nilai kekerasan yang optimum sesuai dengan aplikasi pada pipa boiler pembangkit listrik. Nilai kekerasan yang tertinggi diperoleh pada lapisan NiCr+WC<sub>12</sub>Co+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan proses perlakuan panas 800 °C yaitu sebesar 551,31 VHN.

*Kata Kunci: High velocity oxygen fuel, metal matrix composites coating, baja tahan karat 316*

*The Effect of Heat Treatment Process on Hardness Value of Metal Matrix Composite Coating on SS316 Substrate for Boiler Pipes Application*

*Deposition of MMC (metal matrix composite) Coating of NiCr+Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and NiCr+WC<sub>12</sub>Co+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on the surface of SS316 material for coal fire boiler application have been performed using HVOF (high velocity oxygen fuel) technique with constant parameters of fuel pressure and spray distance. After that the MMC layers are heated with temperature variation of 600, 700 and 800 °C with water quenched to obtain optimum hardness value according to the application of boiler tube of power plant. The highest hardness value applied to the NiCr+WC<sub>12</sub>Co+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> layer with the heat treatment process of 800 °C ie. 551.31 VHN.*

*Keywords: High velocity oxygen fuel, metal matrix composites coating, stainless steel 316*

**METALURGI**  
**(Metallurgy)**

ISSN 0126 – 3188

Vol 33 No. 3 Desember 2018

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

UDC (OXDCF) 669.9

Dewa Nyoman Adnyana ( Department of Mechanical Engineering, Faculty of Industrial Technology National Institute of Science and Technology - ISTN)

Penelitian Metalurgi dan Analisa Umur Layan Pipa Uap Bertekanan Tinggi pada Sebuah Pabrik Pengolahan Minyak Kelapa Sawit

Metalurgi, Vol 33 No. 3 Desember 2018

Pipa baja sering digunakan untuk menyalurkan uap bertekanan tinggi dari sebuah ketel uap menuju ke unit turbin uap atau ke unit produksi lainnya. Tulisan ini menyajikan penelitian metalurgi yang dilakukan pada sejumlah pipa uap bertekanan tinggi pada sebuah pabrik yang baru dibangun untuk menyalurkan uap bertekanan tinggi dari sebuah ketel uap menuju ke pabrik pengolahan minyak kelapa sawit. Tujuannya adalah untuk memastikan bahwa keterpaduan material pipa uap memiliki kesesuaian dengan spesifikasi dan kehandalan yang diinginkan. Disamping itu, tujuannya juga ada-lah untuk memperkirakan umur layan pipa uap tersebut. Pengujian metalurgi dilakukan dengan mempersiapkan sejumlah benda uji yang diambil dari tiga potongan pipa uap yang diterima, yaitu meliputi : analisa kimia, uji metalografi dan uji kekerasan serta uji tarik pada suhu 300 °C. Disamping itu, analisa umur juga dibuat menggunakan persamaan yang diambil dari ASME Boiler dan BPVC (*pressure vessel code*) dan dari data standar API 530. Hasil pengujian metalurgi yang diperoleh menunjukkan bahwa pipa uap bertekanan tinggi yang dibuat dari material ASTM A-106 Gr. B seluruhnya dalam kondisi baik, baik dari segi struktur mikro maupun dari segi sifat mekanis. Hasil pengujian juga menunjukkan bahwa pada struktur mikro tidak ditemukan adanya cacat yang berarti, dan seluruh (ke tiga) pipa uap yang di uji tersebut diperkirakan dalam keadaan siap untuk dioperasikan. Pada tekanan operasi 70 bar(g) dan temperatur operasi maksimum 300 °C yang direncanakan, diperkirakan bahwa pipa uap tersebut dapat memberikan umur desain hingga 25 tahun atau lebih dengan laju korosi 0,2 - 0,3mm/tahun.

*Kata Kunci: Ketel uap, pengujian metalurgi dan analisa umur, pipa uap bertekanan tinggi*

*Metallurgical Examination and Life Time Assesment of High Pressure Steam Pipes of a Palm Oil Processing Plant*

*Steel pipes are commonly used for transporting high pressure steam from a steam generating unit or boiler to a steam turbine or other processing unit. This paper presents a metallurgical examination performed on HP steam pipes of a newly constructed plant for transporting high pressure steam from a boiler to a palm oil processing plant. The aim was to assure that the material integrity of the steam pipes meet the intended specification and reliability. In addition, the aim was also to determine the estimated service life of the steam pipes. The metallurgical examination was conducted by preparing a number of specimens from the as-received three pieces of HP steam pipes. Various laboratory examinations were performed including chemical analysis, metallographic examination, hardness testing and tensile testing at 300 °C. In addition, a life-time analysis was also made using an equation based on the ASME Boiler and Pressure Vessel Code (BPVC) and data obtained from the API Standard 530. Results of the metallurgical examination obtained showed that the HP steam pipes which were made of ASTM A-106 Gr. B were all in good condition, either in microstructure or mechanical property. There were no any significant defect observed, and all the three HP steam pipes were assumed being ready to place in service. Under the intended operating pressure and temperature of 70 bar(g) and 300 °C (max), respectively it can be estimated that the HP steam pipes may likely reach some design life up to 25 years or more with the corrosion rate approximately 0.2 - 0.3 mm/year.*

*Keywords: Boiler, metallurgical examination and life time analysis, high-pressure steam pipe*

**METALURGI**  
**(Metallurgy)**

ISSN 0126 – 3188

Vol 33 No. 3 Desember 2018

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

UDC (OXDCF) 669.9

Franciska Pramuji Lestari<sup>a</sup>, Fadhlan Hidayat<sup>b</sup>, Aprilia Erryani<sup>a</sup>, Muhammad Satrio Utomo<sup>a</sup>, Yudi Nugraha Thaha<sup>a</sup>, Ika Kartika<sup>a</sup> (<sup>a</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI, <sup>b</sup>Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa)

Fabrikasi Paduan Magnesium Berpori dengan Partikel Garam NaCl sebagai Space Holder

Metalurgi, Vol. 33 No. 3 Desember 2018

Logam magnesium berpori merupakan logam yang potensial sebagai implan tulang karena beratnya yang ringan, sifatnya yang mampu luruh di dalam tubuh serta mampu mengakomodasi pertumbuhan dan regenerasi sel jaringan tulang. Paduan magnesium (Mg), paduan kalsium (Ca) dan seng (Zn) dengan struktur berpori difabrikasi dengan proses metalurgi serbuk menggunakan partikel garam (NaCl) sebagai pembuat ruang/pori (*space holder*). Studi ini dilakukan untuk menghasilkan struktur logam berpori yang terisolasi dan heterogen. Optimalisasi parameter untuk membuat logam berpori dengan NaCl sebagai *space holder* adalah dengan melakukan variasi temperatur sintering 600, 650 dan 700 °C dengan waktu tahan konstan selama 3 jam serta komposisi %berat NaCl pada 5, 10 dan 20. Karakterisasi struktur mikro paduan Mg dilakukan dengan menggunakan SEM (*scanning electron microscopy*), persebaran unsur dilakukan dengan mapping EDX (*energy dispersive x-ray spectroscopy*) dan juga XRD (*x-ray diffraction*) analysis. Pengujian tekan dan % porositas dengan metoda Archimedes dilakukan untuk mengetahui nilai kekuatan paduan. Penghilangan NaCl sebagai *space holder* yaitu dengan perendaman dalam campuran larutan etanol dan gliserin selama 48 jam pada temperatur ruang sehingga menghasilkan porositas tertinggi Mg dengan 20% berat NaCl pada temperatur *sinter* 650 °C, yaitu 34,57% porositas, serta kekuatan kompresi 197,339 MPa pada 5% berat NaCl pada temperatur *sinter* 650 °C. Hasil penelitian menunjukkan bahwa struktur pori serta sifat mekanik yang dihasilkan mendekati kesesuaian dengan *cortical bone*, sehingga secara fisik dan mekanik logam berpori paduan Mg-Zn-Ca dengan *space holder* NaCl memiliki potensi untuk aplikasi pengganti tulang.

*Kata Kunci: Implan mampu luruh, paduan Mg, pembuat ruang NaCl, struktur berpori*

*Fabrication of Magnesium Alloy Porous by Using NaCl Salt Particle as a Space Holder*

*Porous magnesium metal is a metal potential as a bone implant because of its light, biodegradable in the body and can accommodate the growth and regeneration of bone tissue cells. The fabrication of magnesium (Mg), calcium (Ca) and zinc (Zn) with porous structures were carried out by powder metallurgy processes using salt particles (NaCl) as a space holders. This study was conducted to produce an isolated and heterogeneous porous metal structure. The various sintering temperatures of 600, 650 and 700 °C with constant holding time at 3 h and the composition of space holder of NaCl (wt.%) 5, 10, and 20 are used for making porous in the Mg-Ca-Zn alloy. Microstructure observation of Mg alloy is carried out by using SEM (scanning electron microscopy), the distribution of elements was done by EDX (energy dispersive x-ray spectroscopy) mapping and also XRD (x-ray diffraction) analysis. Compressive test and % porosity by Archimedes method are carried out to determine the strength of this alloy. NaCl space holder was removed by immersion in ethanol solution and glycerin for 48 h at room temperature. By using 20 wt.% NaCl and sintering temperature of 650 °C revealed high porosity and high compressive strength in Mg alloy. The highest porosity is around 34.57% and the compressive strength is 197.339 MPa. The results showed that the pore structure and mechanical properties were closed to conformity with cortical bone, therefore the porous metal of Mg-Zn-Ca alloy with NaCl as a space holder which was obtained in this study potentially for bone replacement applications.*

*Keywords: Degradable implant, Mg alloy, NaCl space holder, porous structure*



**METALURGI**  
**(Metallurgy)**

ISSN 0126 – 3188

Vol 33 No. 3 Desember 2018

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

UDC (OXDCF) 620.16

Didik Aryanto, Toto Sudiro, Agus Sukarto Wismogroho, Wahyu Bambang Widayatno, Perdamean Sebayang (Pusat Penelitian Fisika – LIPI)

Studi Awal Struktur-Mikro dan Perilaku Oksidasi High Entropy Alloy MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, dan MoCrFeSiMnB

Metalurgi, Vol 33 No. 3 Desember 2018

Paduan entropi tinggi (HEA) MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, dan MoCrFeSiMnB telah difabrikasi dengan menggunakan teknik metalurgi serbuk. Profil struktur-mikro, kekerasan dan perilaku oksidasi dari paduan HEA tersebut dipelajari detail untuk mengetahui perbedaan karakteristik dari masing-masing paduan. Hasil analisis difraksi sinar-X menunjukkan bahwa HEA MoCrFeSiB dan MoCrFeSiMn memiliki kemiripan pola difraksi campuran fasa BCC (*body centered cubic*), FCC (*face centered cubic*), dan fasa yang kaya dengan Mo. Hasil yang berbeda ditunjukkan oleh HEA MoCrFeSiMnB, dimana fasa FCC menjadi lebih dominan, diikuti dengan kehadiran fasa yang kaya dengan Cr. Hasil pengamatan citra morfologi permukaan dengan mikroskop elektron mengindikasikan bahwa semua paduan HEA memiliki struktur berpori. HEA MoCrFeSiB dan MoCrFeSiMn menunjukkan morfologi yang mirip, dimana terdapat dua daerah dengan warna abu-abu gelap (dominan) dan abu-abu terang. Sementara HEA MoCrFeSiMnB memperlihatkan adanya tambahan struktur dendritik yang tidak didapatkan pada paduan HEA lainnya. Hasil EDX (*energy dispersive x-ray spectroscopy*) mengindikasikan bahwa daerah abu-abu gelap, abu-abu terang dan dendritik secara berurutan merupakan fasa HEA, fasa kaya Mo, dan fasa kaya Cr. Hasil uji kekerasan menunjukkan bahwa rata-rata nilai kekerasan HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn dan MoCrFeSiMnB setelah disinter pada 1200 °C secara berurutan adalah 537,70; 275,23 dan 627,31 HV. Perilaku oksidasi yang berbeda pada 900 dan 1000 °C diindikasikan oleh masing-masing paduan HEA pada uji oksidasi siklik 20×8-jam. Produk oksida yang terbentuk pada HEA setelah dioksidasi pada kedua suhu tersebut sangat kompleks, dimana unsur penyusun HEA sangat mempengaruhi ketahanan oksidasi dari paduan.

*Kata Kunci: Panduan entropy tinggi, MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, MoCrFeSiMnB, oksidasi*

*Preliminary Study on Microstructure and Oxidation Behavior of MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, and MoCrFeSiMnB High Entropy Alloy*

*MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, and MoCrFeSiMnB HEA (high entropy alloys) have been fabricated by using powder metallurgy. The microstructure profile, hardness and oxidation behaviour of HEA were studied thoroughly, in order to understand the characteristic differences of each alloy. The x-ray diffraction analysis results show that MoCrFeSiB and MoCrFeSiMn HEAs have similar diffraction pattern, which contain the mixture of BCC (body centered cubic), FCC (face centered cubic), and Mo-rich phase. In contrast, the fabricated MoCrFeSiMnB HEA exhibits the occurrence of FCC structure as a dominant phase, as well as the presence of the Cr-rich phase. The results of surface morphology observation using electron microscope indicate that all HEA alloys have porous structure. MoCrFeSiB and MoCrFeSiMn HEA show similar morphology, where two areas of dark gray (dominant) and light gray are observed. On the other hand, MoCrFeSiMnB HEA exhibits additional dendritic structure, which is not observed in other HEA samples. The EDX (energy dispersive x-ray spectroscopy) results indicate that the dark gray, light gray and dendritic areas are HEA, Mo-rich, and Cr-rich phase, respectively. The result of hardness test shows that the average hardness values of MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn and MoCrFeSiMnB HEA after sintering at 1200 °C are 537.70; 275.23 and 627.31 HV, respectively. The different oxidation behaviours at 900 and 1000 °C were indicated by each HEA alloys on 20×8-h cyclic oxidation test. The formed oxide products after oxidation of HEA at both temperatures are very complex, where the constituent element of HEA greatly influences the oxidation resistance of the alloy.*

*Keywords: High entropy Alloys, MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, MoCrFeSiMnB, oxidation*

**METALURGI**  
**(Metallurgy)**

ISSN 0126 – 3188

Vol 33 No. 3 Desember 2018

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

UDC (OXDCF) 621.91

Hady Zhakwan Nugroho<sup>1</sup>, Mochamad Syaiful Anwar<sup>2</sup>, Slamet Wiyono<sup>1</sup>, Efendi Maburri<sup>2</sup> (<sup>1</sup>Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, <sup>2</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI)

Pengaruh Pemesinan Milling Terhadap Kekasaran Permukaan Baja Tahan Karat Martensitik Modifikasi Aisi 410 3Mo – 3Ni dan Keausan Material Cutter End Mill

Metalurgi, Vol. 33 No. 3 Desember 2018

Proses pemesinan logam selalu terjadi interaksi antara alat potong dengan benda kerja yang menyebabkan pahat atau pisau potong mengalami gesekan dan keausan. Tujuan dari penelitian ini mengetahui pengaruh kecepatan putar spindle dan kecepatan pemakanan terhadap tingkat kekasaran permukaan baja tahan karat martensitik modifikasi AISI 410 3Mo-3Ni dan keausan material *cutter end mill*. Metode analisis variasi digunakan dalam analisis hasil pemesinan. Hasil dari penelitian ini adalah nilai kekasaran permukaan terkecil didapat pada kondisi pemotongan kecepatan putar spindle sebesar 1300 rpm dan kecepatan pemakanan 190 mm/menit. Nilai kekasaran permukaan terbesar didapat pada kecepatan putar spindle sebesar 950 rpm dan kecepatan pemakanan 760 mm/menit. Kemudian, nilai keausan tepi mata *cutter end mill* terkecil didapat pada variasi kecepatan putar spindle sebesar 950 rpm dan kecepatan pemakanan 190 mm/menit sebesar 40,16  $\mu\text{m}$  dan nilai keausan tepi terbesar dihasilkan pada variasi kecepatan putar spindle sebesar 1300 rpm dan kecepatan pemakanan 760 mm/menit sebesar 255,23  $\mu\text{m}$ .

*Kata Kunci: Baja tahan karat martensitik modifikasi AISI 410 3Mo-3Ni, kekasaran permukaan, keausan cutter end mill*

*Effect of Milling Machining on Surface Roughness of AISI 410 3Mo-3Ni Martensitic Stainless Steel and Wear of Cutter End Mill Material*

*Process of machining always occurs interaction between cutting tool and workpiece causing chisel or cutting knife experience friction and wear. The purpose of this research is to observe the effect of spindle speed and feed rate on surface roughness of martensitic stainless steel modified AISI 410 3Mo-3Ni and wear of cutter end mill. The method of variance analysis is used in the analysis of machining results. The result of this research is the smallest surface roughness value obtained at 1300 rpm of spindle speed cutting and 190 mm/min of feed rate. The largest surface roughness value obtained on 950 rpm of spindle speed and 760 mm/menit of feed rate. Then, the smallest wear value of edge of cutter endmill of 40.16  $\mu\text{m}$  is found on spindle speed variation of 950 rpm and feed rate 190 mm/min and the largest wear value of edge of cutter end mill of 255.23  $\mu\text{m}$  is found on spindle speed variation of 1300 rpm and feed rate 760 mm/min.*

*Keywords: Martensitic stainless steel modified AISI 410 3Mo-3Ni, surface roughness, edge wear cutter end mill*



## PENGARUH PROSES PERLAKUAN PANAS TERHADAP NILAI KEKERASAN *METAL MATRIX COMPOSITE COATING* PADA SUBSTRAT SS316 UNTUK APLIKASI PIPA *BOILER*

Erie Martides<sup>a,\*</sup>, Budi Prawara<sup>a</sup>, Endro Junianto<sup>a</sup>, Frida Rahmania Putri<sup>b</sup>, dan Djoko Hadi Prajitno<sup>c</sup>

<sup>a</sup>Pusat Penelitian Tenaga Listrik dan Mekatronik – LIPI  
Gedung 20 Kampus LIPI, Jl. Cisitu No. 21/154D, Bandung, Indonesia 40135

<sup>b</sup>Jurusan Teknik Metalurgi, UNJANI  
Jl. Terusan Jenderal Gatot Subroto, Bandung, Indonesia

<sup>c</sup>Pusat Sain Teknologi Nuklir Terapan – BATAN  
Jl. Tamansari No. 71, Bandung, Indonesia 40132

\*Email : [erie.martides@gmail.com](mailto:erie.martides@gmail.com)

Masuk tanggal : 14-5-2018, revisi tanggal : 29-11-2018, diterima untuk diterbitkan tanggal : 09-01-2019

### Intisari

Deposisi lapisan komposit dalam matriks logam (MMC)  $\text{NiCr}+\text{Cr}_3\text{C}_2+\text{Al}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NiCr}+\text{WC}_{12}\text{Co}+\text{Al}_2\text{O}_3$  pada permukaan material SS316 untuk aplikasi pada pipa *boiler* batu bara telah dilakukan menggunakan teknik HVOF (*high velocity oxygen fuel thermal spray coating*) dengan parameter tekanan bahan bakar dan jarak penembakan yang konstan. Selanjutnya lapisan MMC dipanaskan dengan variasi temperatur 600, 700 dan 800 °C dan pendinginan menggunakan air untuk mendapatkan nilai kekerasan yang optimum sesuai dengan aplikasi pada pipa boiler pembangkit listrik. Nilai kekerasan yang tertinggi diperoleh pada lapisan  $\text{NiCr}+\text{WC}_{12}\text{Co}+\text{Al}_2\text{O}_3$  dengan proses perlakuan panas 800 °C yaitu sebesar 551,31 VHN.

**Kata Kunci:** *High velocity oxygen fuel, metal matrix composites coating, baja tahan karat 316*

### Abstract

*Deposition of Metal Matrix Composite (MMC) Coating of  $\text{NiCr}+\text{Cr}_3\text{C}_2+\text{Al}_2\text{O}_3$  and  $\text{NiCr}+\text{WC}_{12}\text{Co}+\text{Al}_2\text{O}_3$  on the surface of SS316 material for coal fire boiler application have been performed using High Velocity Oxygen Fuel (HVOF) technique with constant parameters of fuel pressure and spray distance. After that the MMC layers are heated with temperature variation of 600, 700 and 800 °C with water quenched to obtain optimum hardness value according to the application of boiler tube of power plant. The highest hardness value applied to the  $\text{NiCr}+\text{WC}_{12}\text{Co}+\text{Al}_2\text{O}_3$  layer with the heat treatment process of 800 °C ie. 551.31 VHN.*

**Keywords:** *High velocity oxygen fuel, metal matrix composites coating, stainless steel 316*

## 1. PENDAHULUAN

Baja tahan karat (*stainless steel*) SS316 banyak digunakan sebagai material untuk komponen diberbagai industri, karena memiliki ketahanan korosi yang baik, stabil pada temperatur tinggi, dan memiliki transfer panas yang lebih baik apabila dibandingkan dengan SS304 [1]. Pipa boiler (*boiler tube*) pada pembangkit listrik seringkali terbuat dari material SS316 yang mampu bekerja pada lingkungan yang korosif, yaitu banyak mengandung oksigen, sulfur, dan karbon dari hasil pembakaran batubara. Disisi lain, SS316 apabila diaplikasikan pada temperatur antara 500 – 850 °C akan mengalami fenomena sensitisasi yaitu

terbentuknya presipitat karbida krom di sepanjang batas butir, yang dikenal dengan *chrom depleted zone* sehingga menyebabkan rentan terjadinya korosi batas butir [2]. Akibat dari fenomena tersebut akan menurunkan ketahanan korosi dan sifat mekanik seperti kekerasan dan ketahanan aus, sehingga akan berdampak pada penurunan umur pakai komponen tersebut.

Beberapa penelitian sebelumnya, untuk meningkatkan sifat mekanik sesuai dengan kebutuhan aplikasi dari material SS316 yaitu dengan cara mendeposisikan material *coating* baik itu cermet, metal, atau *ceramic coating* pada permukaan SS316 menggunakan metode thermal

*spray coating* [3]. *Metal matrix composite* seringkali digunakan sebagai bahan untuk melapisi material yang membutuhkan ketahanan terhadap temperatur tinggi dengan lingkungan yang korosif, karena memiliki kekuatan yang tinggi, kekakuan, kekerasan, ketahanan terhadap aus dan dampak tinggi, CTE (*coefficient thermal expansion*) yang rendah, dan mempunyai densitas yang rendah. Sedangkan nickel chromium (NiCr) banyak dipilih sebagai material matriks pada MMC karena mempunyai kemampuan untuk menahan oksidasi pada temperatur tinggi, dan memiliki temperatur leleh yang tinggi pula [4]. Sedangkan karbida khromium (CrC), tungsten karbida kobal (WC-Co), serta aluminium oksida ( $Al_2O_3$ ) dipilih sebagai material penguat untuk pelapis MMC karena keduanya memiliki nilai kekerasan yang sangat tinggi sehingga akan tahan terhadap gesekan dan tumbukan. Memadukan 2 (dua) dari 3 (tiga) material di atas sebagai matriks dan penguat akan menghasilkan material baru yang dapat mengatasi korosi pada temperatur tinggi dan erosi pada pipa boiler.

Metode HVOF (*high velocity oxygen fuel thermal spray coating*) dipilih untuk mendeposisikan material pelapis (*material coating*) pada permukaan pipa boiler karena proses tersebut memiliki temperatur pembakaran yang tidak terlalu tinggi dibanding proses *thermal spray coating* lainnya (3200 °C), tetapi kecepatan partikelnya sangat tinggi (1200Mts/sec). Lapisan yang dihasilkan proses HVOF sangat padat dengan jumlah degradasi, oksidasi dan transformasi fasa yang rendah, sehingga menghasilkan persentasi porositi yang rendah dengan kekuatan adhesi yang tinggi [5].

Deposisi material pelapis pada substrat dengan metode *thermal spray coating* akan menimbulkan tegangan sisa (*residual stress*) yang berasal dari 2 penyebab, yaitu pada tahap deposisi material *feedstock* dan yang kedua yaitu berkaitan dengan proses pendinginan [6]. Material *feedstock* yang mencair seluruhnya/sebagian akan menumbuk substrat yang secara langsung memanaskan dan memadatkan logam cair pada permukaan substrat. Perbedaan temperatur antara substrat dan logam cair yang tinggi dengan jarak yang berdekatan, tidak memungkinkan substrat untuk berkontraksi secara sempurna, sehingga menyebabkan tegangan sisa yang dikenal dengan *quenching stress*.

Kehadiran *quenching stress* pada hasil *thermal spray coating* akan menurunkan sifat mekanik dari material, karena berkontribusi terhadap cracking, dan distorsi berlebih pada substrat [6]-[7]. Untuk menghilangkan tegangan

sisa pada *coating* dan substrat perlu dilakukan *post-heat treatment* untuk meningkatkan sifat mekanik.

Pada penelitian ini dilakukan deposisi 2 variasi MMC *coating* menggunakan teknik HVOF *thermal spray coating* dengan parameter yang konstan. Untuk meningkatkan nilai kekerasan lapisan dilakukan proses perlakuan panas dengan beberapa variasi temperatur pemanasan. Dari hasil tersebut akan dilakukan pembahasan secara komprehensif untuk mengetahui pengaruh *post-heat treatment* pada nilai kekerasan lapisan serta mendapatkan nilai kekerasan yang optimum untuk aplikasi pada pipa boiler.

## 2. PROSEDUR PERCOBAAN

Variasi bahan *feedstock* pada percobaan ini yaitu MMC-1 (NiCr +  $Cr_3C_2$  +  $Al_2O_3$ ) dan MMC-2 (NiCr +  $WC_{12}Co$  +  $Al_2O_3$ ) dengan ukuran serbuk seluruhnya sama yaitu #270 hasil dari proses *ball mill* dan *sieving* sebelum dilakukan proses *mixing* menggunakan *mixer* tipe Y. Serbuk MMC dan serbuk *bond coat* (#325) dilakukan proses pemanasan 80 – 100 °C dengan tujuan untuk menghilangkan uap air yang terkandung dalam serbuk selama proses *sieving* dan penyimpanan. Proses *blasting* menggunakan alumina dengan sudut penyemprotan 45° merupakan proses persiapan permukaan untuk menghilangkan segala bentuk kontaminan dan juga membentuk profil pada permukaan substrat. Teknik HVOF *thermal spray coating* digunakan untuk mendeposisikan bahan *feedstock bond coat* dan *top coat* (MMC) pada permukaan SS316 secara berturut-turut setelah sebelumnya dilakukan proses pre-heat substrat  $\leq 150$  °C.

Lapisan yang telah melekat pada permukaan SS316 dilakukan proses perlakuan panas pada tungku *muffle* dengan variasi temperatur 600, 700 dan 800 °C, masing-masing dengan waktu penahanan (*holding time*) selama 4 jam, kemudian dilanjutkan pendinginan cepat (*quench*) dengan media air. Untuk mengetahui kualitas lapisan dilakukan beberapa pengujian dan pemeriksaan, seperti pengujian kekerasan, pemeriksaan struktur mikro, dan analisis XRD (*x-ray diffraction*).

Pengujian kekerasan menggunakan metode *micro vickers* yang mengacu pada standar ASTM E384 [8] dengan indentor piramida intan dengan sudut 136°, beban pengujian sebesar 50 gram, dan lama pembebanan selama 10 detik pada 3 titik yang berbeda pada setiap spesimen. Spesimen pengujian diambil pada daerah melintang (*cross section*) untuk mengetahui perbedaan kekerasan pada substrat, *bond coat*

dan *top coat*. Pemeriksaan struktur mikro dilakukan menggunakan SEM (*scanning electron microscopy*). Analisis menggunakan XRD dilakukan untuk mengidentifikasi senyawa yang terbentuk pada lapisan hasil deposisi MMC *coating* pada permukaan SS316.

### 3. HASIL DAN DISKUSI

#### 3.1 Struktur Mikro

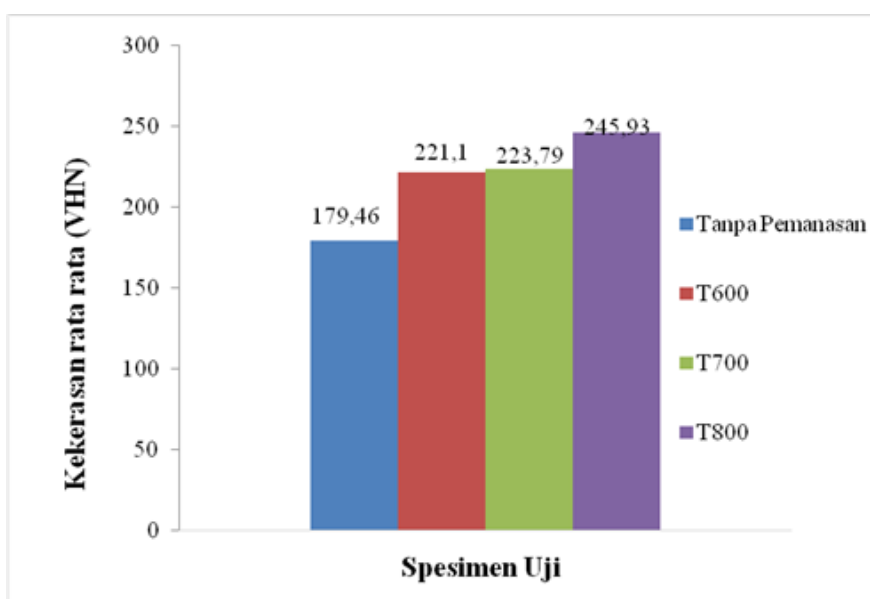
Gambar 1 menunjukkan nilai kekerasan *coating* MMC-1 ( $\text{NiCr-Cr}_3\text{C}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) terhadap material SS316 tanpa perlakuan panas dan SS316 dengan proses perlakuan panas, dimana nilai kekerasan lapisan MMC-1 semakin meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur perlakuan panas. Nilai kekerasan tertinggi yaitu pada material SS316 dengan perlakuan panas 800 °C mencapai nilai 245,93VHN. Meningkatnya nilai kekerasan sangat dipengaruhi oleh pembentukan karbida krom yang banyak terbentuk pada temperatur yang semakin tinggi. Unsur krom pada temperatur di atas 500 °C akan berikatan dengan unsur karbon yang terdapat pada MMC dan membentuk karbida krom [4].

Pada umumnya nilai kekerasan akan menurun seiring dengan meningkatnya temperatur kerja, karena pada temperatur yang tinggi terjadi penurunan efek penguatan pada batas butir disebabkan peningkatan *grain coarsening* [9]. Tetapi hasil dari proses *quenching* dengan media air menghasilkan ukuran butir yang semakin menurun, hal ini akan menjadikan semakin banyak dislokasi yang menumpuk di batas butir, dan untuk melewati batas butir tersebut, dislokasi

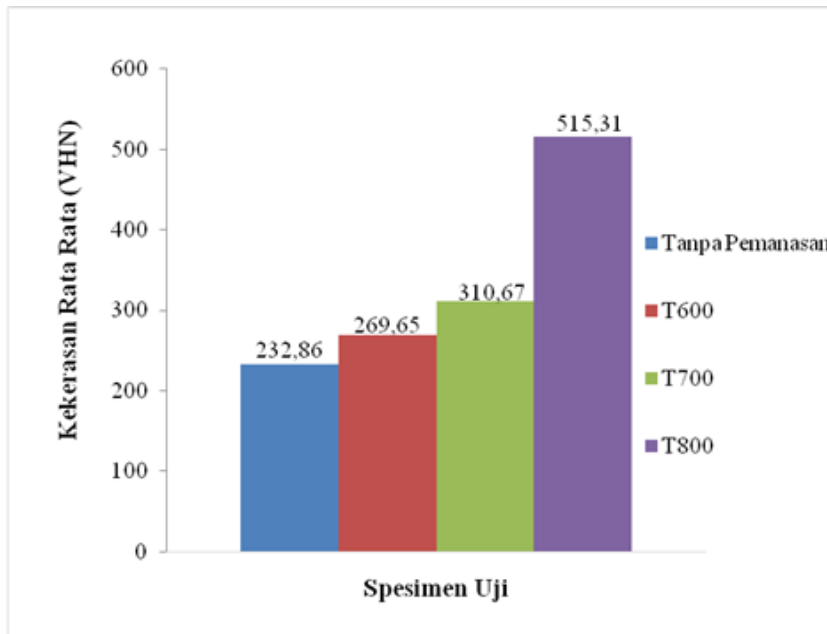
membutuhkan banyak energi. Dislokasi yang menumpuk di batas butir menyebabkan terjadinya penguatan [10].

Pada Gambar 2, terlihat bahwa nilai kekerasan MMC-2 ( $\text{NiCr} + \text{WC}_{12}\text{Co} + \text{Al}_2\text{O}_3$ ) semakin bertambah seiring dengan meningkatnya temperatur perlakuan panas. Material dengan lapisan *coating* tanpa perlakuan panas memiliki nilai kekerasan sebesar 232,86 VHN dan kekerasan semakin meningkat pada temperatur 800 °C menjadi 551,31VHN. Sama halnya dengan MMC-1 meningkatnya nilai kekerasan pada material SS316 yang dikenai proses perlakuan panas karena terbentuknya karbida di temperatur tinggi. Apabila dilihat dari karakterisasi hasil pengujian XRD, pada MMC-2 jumlah senyawa karbida tungsten yang terbentuk tinggi yang sangat berkontribusi terhadap nilai kekerasan lapisan MMC-2.

Karakterisasi *coating* menggunakan XRD pada lapisan hasil deposisi menggunakan proses *HVOF thermal spray coating* dilakukan pada material MMC-1 dan MMC-2 dengan scanning  $2\theta$  dari 10° sampai dengan 100°. Pada Gambar 3 terlihat puncak utama adalah menunjukkan keberadaan Ni sebagai unsur utama dengan nilai  $2\theta = 43^\circ$ , dan diikuti senyawa  $\text{Cr}_3\text{C}_2$  dan  $\text{Cr}_7\text{C}_3$  berturut-turut di  $2\theta = 52^\circ$  dan  $76^\circ$ , sedangkan pada  $2\theta = 11^\circ$  yaitu senyawa  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Pada hasil XRD pada lapisan ( $\text{NiCr-Cr}_3\text{C}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) tidak nampak hadirnya oksida sebagai fasa mayor maupun minor sebagai penghalang untuk terjadinya difusi oksigen dari lingkungan ke dalam lapisan.



Gambar 1. Perbandingan kekerasan pada *coating* MMC-1 dengan beban 50gr

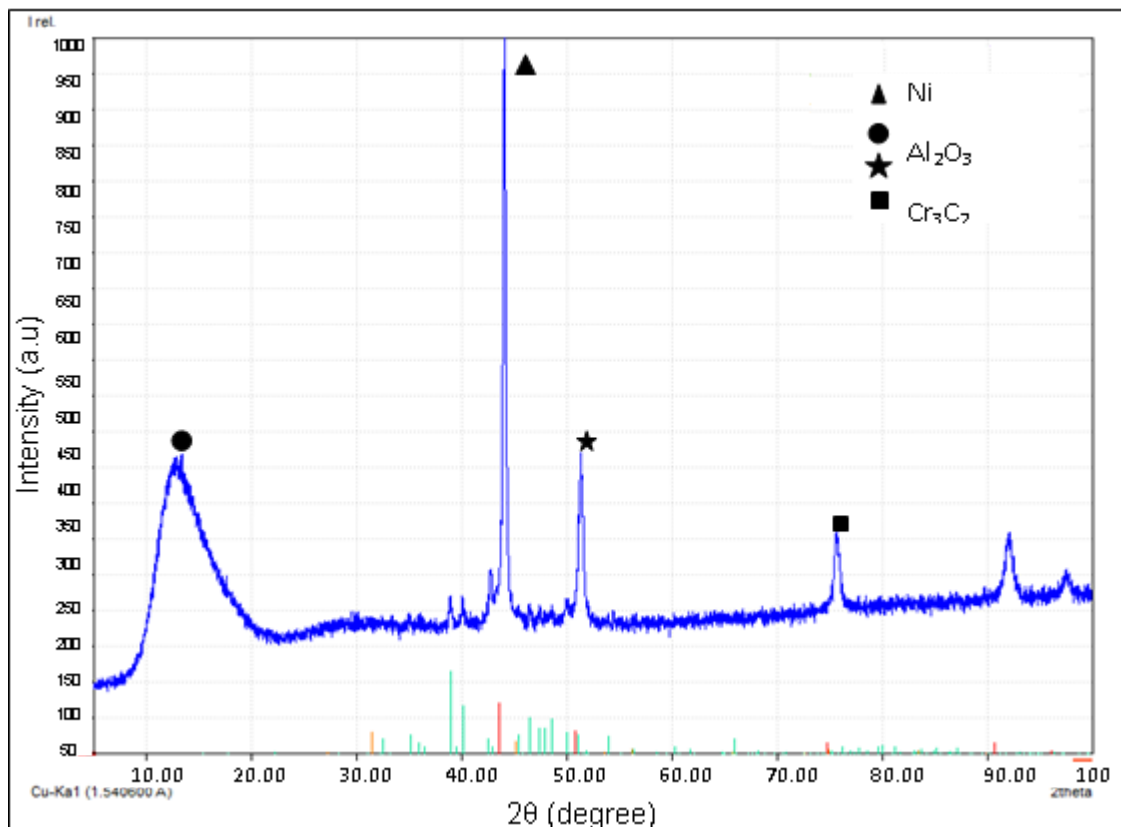


Gambar 2. Perbandingan kekerasan pada *coating* MMC-2 dengan beban 50gr

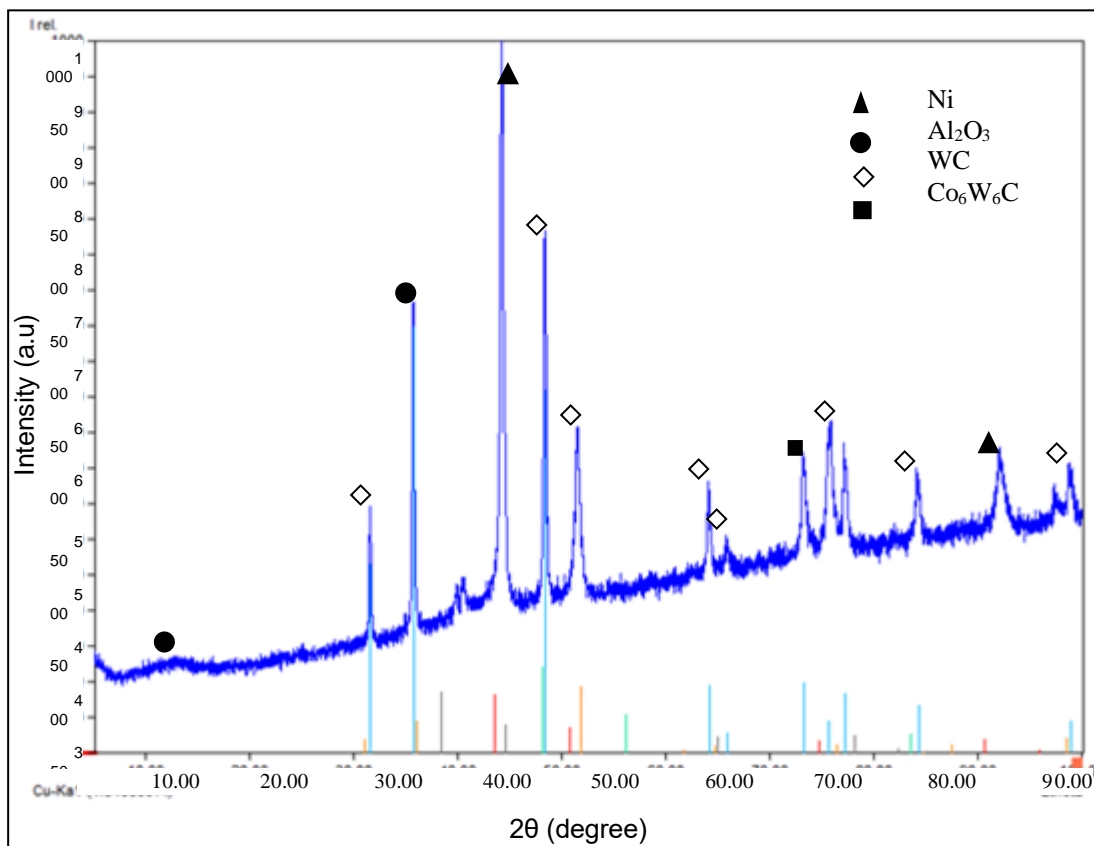
Gambar 4 adalah karakterisasi XRD pada lapisan (NiCr + WC<sub>12</sub>Co + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), pola difraksi menunjukkan puncak tertinggi pada  $2\theta = 43^\circ$  yaitu Ni yang merupakan unsur utama pada lapisan. Senyawa karbida lain yang terbentuk pada lapisan yaitu senyawa WC, W<sub>2</sub>C dan Co<sub>6</sub>W<sub>6</sub>C yang memberikan kontribusi pada kekerasan lapisan dan ketahanan aus lapisan. Senyawa-senyawa tersebut semakin meningkat karena adanya interaksi yang sangat kompleks antara unsur WC-Co dan oksigen pada saat deposisi partikel cair pada substrat. Tetapi nilai kekerasan dan ketahanan aus akan menurun apabila terjadi dekarburasi dari WC [11]. Pada Gambar 5 merupakan struktur mikro MMC-1 (NiCr-Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) untuk lapisan tanpa perlakuan panas dan setelah perlakuan panas dengan variasi temperatur pemanasan 600, 700, dan 800 °C menggunakan SEM dengan metode *back scattered electron* sehingga memunculkan warna gelap dan terang. Dapat terlihat pada struktur mikro MMC-1 memunculkan *splats*, *unmelted particle*, dan juga adanya porositas atau oksidasi, dimana pada struktur mikro dengan temperatur pemanasan yang semakin meningkat, jumlah porositas yang terbentuk semakin menurun, tetapi warna gelap yang diindikasikan sebagai senyawa karbida krom semakin banyak.

Keberadaan senyawa karbida Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> dan Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub> di sepanjang fasa Ni sangat dipengaruhi oleh teknik penyemprotan pada saat proses HVOF berlangsung. Pada proses tersebut melibatkan pendinginan cepat dari serbuk partikel cair ketika terdeposisi pada substrat yang suhunya lebih rendah dari pada partikel cair sehingga menghasilkan fasa nonequilibrium dan metastabil pada lapisan [12].

Pada Gambar 6 yang merupakan lapisan MMC-2 (NiCr + WC<sub>12</sub>Co + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) memunculkan dua warna yakni warna gelap dan warna terang. Pada gambar tersebut terlihat bagian yang berbentuk lamellar merupakan *splats* yang didominasi dari serbuk matriks yakni Ni dan Cr, sedangkan pada bagian yang berbentuk agak bulat yang menumpuk di antara *splats* dan bagian atas lapisan merupakan bagian yang tidak mencair ataupun mencair sebagian (*unmelted particles*) pada saat proses deposisi *coating* pada substrat [13].



Gambar 3. Karakterisasi XRD lapisan MMC-1 (NiCr-Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

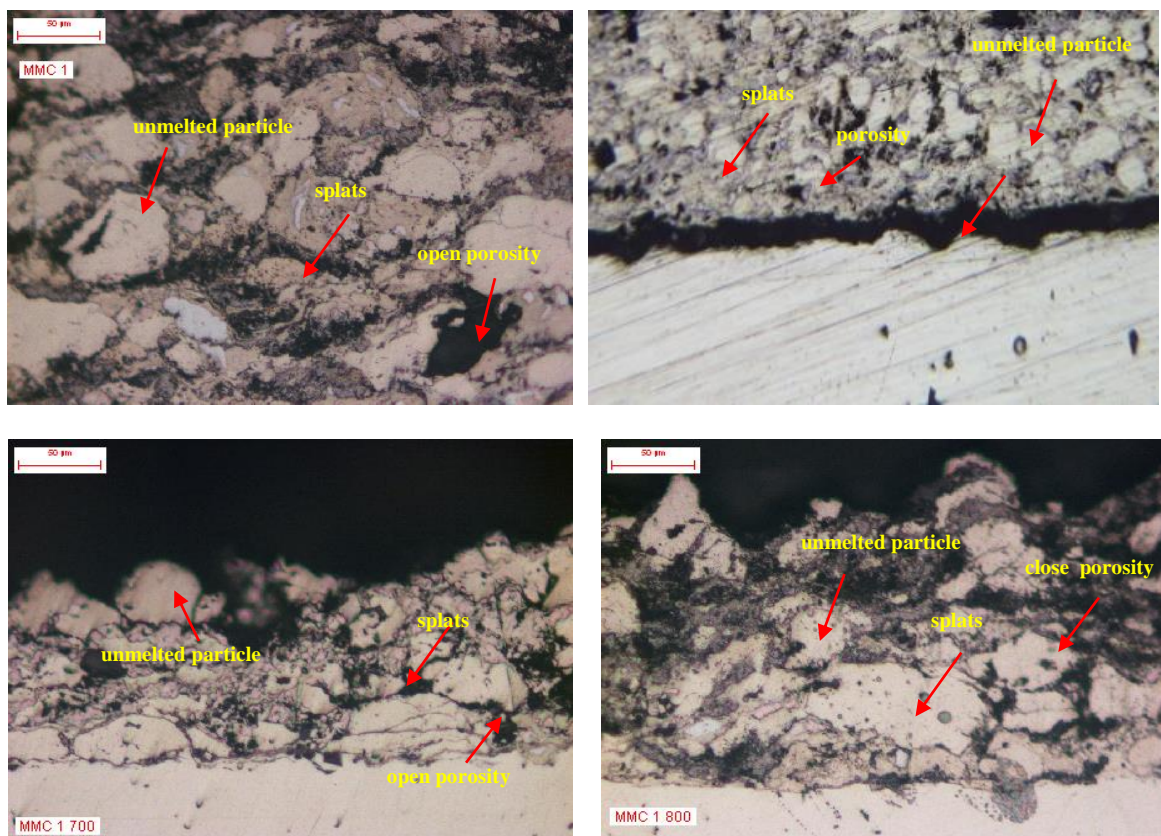


Gambar 4. Karakterisasi XRD lapisan MMC-2 (NiCr + WC<sub>12</sub>Co + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

Sama halnya dengan MMC-1, pada MMC-2 pun nilai porositas yang terlihat pada struktur

mikro lapisan porositas dan oksida tidak mendominasi dengan semakin tingginya





Gambar 5. Foto struktur mikro MMC-1 dengan mikroskop optik untuk kondisi : (a) Tanpa perlakuan panas, (b) Hasil perlakuan panas pada  $T = 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ , (c) Hasil perlakuan panas pada  $T = 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ , (d) Hasil perlakuan panas pada  $T = 800\text{ }^{\circ}\text{C}$

temperatur perlakuan panas. Keberadaan oksida dan porositas pada umumnya terletak di bagian antar *splats* yang merupakan batas antara layer satu dengan yang lainnya. Jumlah porositas yang semakin rendah serta terbentuknya senyawa karbida di temperatur tinggi pada saat proses perlakuan panas sangat mempengaruhi sifat mekanik dari lapisan, yaitu nilai kekerasan, dan juga ketahanan aus yang semakin meningkat yang sangat sesuai dengan aplikasi *boiler tube* pada pembangkit listrik yang bekerja pada temperatur tinggi dengan lingkungan erosi dari abu terbang (*fly ash*) hasil pembakaran batubara sebagai bahan bakar pada pembangkit tersebut [14].

#### 4. KESIMPULAN

Proses perlakuan panas dengan pendinginan cepat (*water quenched*) setelah proses HVOF sangat mempengaruhi sifat mekanik lapisan MMC pada permukaan baja tahan karat SS316. Dari kedua jenis MMC *coating*, nilai kekerasan yang tertinggi dimiliki oleh MMC-2 ( $\text{NiCr} + \text{WC}_{12}\text{Co} + \text{Al}_2\text{O}_3$ ) dengan temperatur perlakuan panas  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ , yaitu 551,31 VHN. Semakin tinggi temperatur perlakuan panas akan membentuk karbida dengan jumlah yang semakin tinggi, serta akan menurunkan jumlah porositas pada lapisan.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini didukung dan didanai dari program penelitian kegiatan Unggulan LIPI sub program Pengembangan Material dan Rekayasa Manufaktur (PMERM) tahun 2017.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] K. Balamanikandasuthan, K. Arun, dan S. S. Palam, "Design and fabrication of erosion protection shield for boiler tubes and its analysis," *Int. J. Res. Mech. Mater. Eng.*, vol. 1, no. 1, pp. 39–52, 2015.
- [2] A. N. Okpala, A. Christian, dan E. Amula, "Effect of sensitization on the corrosion of austenitic stainless steel in fresh water," *J. Mech. Civ. Eng.*, vol. 13, no. 6, pp. 133–137, 2016.
- [3] H. Saini, "Wear characterisation of thermal spray coatings on Stainless Steel 316 L," *Int. J. Adv. Res.*, vol. 3, pp. 1111–1119, 2017.
- [4] M. Mruthunjaya dan K. I. Parashivamurthy, "Microstructural characterization and hot erosion behavior of WC-12Co coated stainless steel using HVOF technique," *Int. J. Mech. Eng. Technol.*, vol. 7, no. 3, pp. 53–62, 2016.



- [5] S. Amin dan H. Panchal, "A Review on thermal spray coating processes," *Curr. Trends Eng. Res.*, vol. 2, no. 4, pp. 556–563, 2016.
- [6] P. Araujo, D. Chicot, M. Staia, dan J. Lesage, "Residual stresses and adhesion of thermal spray coatings," *Surf. Eng.*, vol. 21, no. 1, pp. 35–40, 2005.
- [7] M. Giacomantonio, S. Gulizia, M. Jahedi, Y. Wong, R. Moore, dan M. Valimberti, "Heat treatment of thermally sprayed Ni-based wear and corrosion coatings," *Mat. Forum*, vol. 35, pp. 48–55, 2011.
- [8] ASTM Standard E384, "Standard test method for microindentation hardness of materials," Annual Book of ASTM Standards, West Conshohocken, USA, 2011.
- [9] B. Al-Mangour, P. Vo, R. Mongrain, E. Irissou, dan S. Yue, "Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of stainless steel 316L coatings produced by cold spray for biomedical applications," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 23, no. 4, pp. 641–652, 2014.
- [10] J. Ridhwan, E. Hamzah, M. Z. Selamat, Z. Zulfattah, dan M. H. M. Hafidzal, "Effect of aging treatment on the microstructures and hardness of Fe-Ni-Cr superalloy," *Int. J. Automot. Mech. Eng.*, vol. 8, no. 1, pp. 1430–1441, 2013.
- [11] H. T. and A. G. Jalali Azizpour, S. Norouzi, dan H. M. Majd, "Application of HVOF thermal spraying in high speed gas compressor shafts," *World Acad. Sci. Eng. Technol. Int. J. Mech. Mechatronics Eng.*, vol. 4, No:9, no. 9, pp. 859–861, 2010.
- [12] R. Bhatia, H. Singh, dan B. S. Sidhu, "Characterisation of 80% Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-20% (Ni-20Cr) coating and erosion behaviour," *Asian J. Eng. Appl. Tech.*, vol. 1, no. 2, pp. 5–12, 2012.
- [13] K. H. Stern, *Metallurgical and Ceramic Protective Coatings*, Chapman and Hall, 2015.
- [14] T. Crowe, A. Guraydin, dan A. T. Harding, "The effects of heat treatment on area percent porosity and corrosion behavior of high-nickel thermal spray coatings approval page," *Mater. Eng.*, pp. 1–27, 2011.





## METALLURGICAL EXAMINATION AND LIFE TIME ASSESMENT OF HIGH PRESSURE STEAM PIPES OF A PALM OIL PROCESSING PLANT

**Dewa Nyoman 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 : 24-10-2018, revisi tanggal : 25-12-2018, diterima untuk diterbitkan tanggal : 09-01- 2019

### Intisari

Pipa baja sering digunakan untuk menyalurkan uap bertekanan tinggi dari sebuah ketel uap menuju ke unit turbin uap atau ke unit produksi lainnya. Tulisan ini menyajikan penelitian metalurgi yang dilakukan pada sejumlah pipa uap bertekanan tinggi pada sebuah pabrik yang baru dibangun untuk menyalurkan uap bertekanan tinggi dari sebuah ketel uap menuju ke pabrik pengolahan minyak ke-lapa sawit. Tujuannya adalah untuk memastikan bahwa keterpaduan material pipa uap memiliki kesesuaian dengan spesifikasi dan kehandalan yang diinginkan. Disamping itu, tujuannya juga ada-lah untuk memperkirakan umur layan pipa uap tersebut. Pengujian metalurgi dilakukan dengan mempersiapkan sejumlah benda uji yang diambil dari tiga potongan pipa uap yang diterima, yaitu meliputi : analisa kimia, uji metalografi dan uji kekerasan serta uji tarik pada suhu 300 °C. Disamping itu, analisa umur juga dibuat menggunakan persamaan yang diambil dari ASME Boiler dan BPVC (*pressure vessel code*) dan dari data standar API 530. Hasil pengujian metalurgi yang diperoleh menunjukkan bahwa pipa uap bertekanan tinggi yang dibuat dari material ASTM A-106 Gr. B seluruhnya dalam kondisi baik, baik dari segi struktur mikro maupun dari segi sifat mekanis. Hasil pengujian juga menunjukkan bahwa pada struktur mikro tidak ditemukan adanya cacat yang berarti, dan seluruh (ke tiga) pipa uap yang di uji tersebut diperkirakan dalam keadaan siap untuk dioperasikan. Pada tekanan operasi 70 bar(g) dan temperatur operasi maksimum 300 °C yang direncanakan, diperkirakan bahwa pipa uap tersebut dapat memberikan umur desain hingga 25 tahun atau lebih dengan laju korosi 0,2 - 0,3mm/tahun.

**Kata Kunci:** Ketel uap, pengujian metalurgi dan analisa umur, pipa uap bertekanan tinggi

### Abstract

Steel pipes are commonly used for transporting high pressure steam from a steam generating unit or boiler to a steam turbine or other processing unit. This paper presents a metallurgical examination performed on HP steam pipes of a newly constructed plant for transporting high pressure steam from a boiler to a palm oil processing plant. The aim was to assure that the material integrity of the steam pipes meet the intended specification and reliability. In addition, the aim was also to determine the estimated service life of the steam pipes. The metallurgical examination was conducted by preparing a number of specimens from the as-received three pieces of HP steam pipes. Various laboratory exam-inations were performed including chemical analysis, metallographic examination, hardness testing and tensile testing at 300 °C. In addition, a life-time analysis was also made using an equation based on the ASME Boiler and Pressure Vessel Code (BPVC) and data obtained from the API Standard 530. Results of the metallurgical examination obtained showed that the HP steam pipes which were made of ASTM A-106 Gr. B were all in good condition, either in microstructure or mechanical property. There were no any significant defect observed, and all the three HP steam pipes were assumed being ready to place in service. Under the intended operating pressure and temperature of 70 bar(g) and 300 °C (max), respectively it can be estimated that the HP steam pipes may likely reach some design life up to 25 years or more with the corrosion rate approximately 0.2 - 0.3 mm/year.

**Keywords:** Boiler, metallurgical examination and life-time analysis, high-pressure (HP) steam pipe

## 1. INTRODUCTION

High-pressure (HP) steam pipes are commonly used for transporting high-pressure steam from a steam generating plant or boiler to a steam turbine unit or any other pro-cessing plant.

Most of the materials used for HP steam pipe are low carbon or low-alloy steels [1]-[2], in which its microstructures containing matrix ferrite phase and some small amount of pearlite phase [3]-[4].

During its service, the HP steam pipe material which is similar to the boiler tubes usually subjected to various deterioration mechanisms such as softening degradation, creep, thermal fatigue, hot corrosion, erosion, etc., either acting alone or in combination [3]-[10]. These deterioration mechanisms are frequently known as the main cause of material damage or degradation that could reduce the service life of the HP steam pipes or the boiler tubes [11]-[13]. The total service life of the HP steam pipes or other boiler tubes is very much influenced by deterioration rate that may occur, and this is very much dependent on the initial defect and quality of the material being used, such as chemical composition, microstructure and mechanical property [13]-[15], and also the operating parameters being applied [8], [16]. For HP steam pipes and other boiler tubes that are operated below the creep temperature regime, most of the damage occurred are due to corrosion, either by internal corrosion such as under deposit corrosion, pitting corrosion, cavitation, etc., or by external corrosion such as corrosion under insulation, stress corrosion, pitting corrosion, etc. [17, 18]. Corrosion can reduce the pipe or tube wall thickness and could result in leakage when the wall thickness reaches the minimum allowable wall thickness (MAWT). According to the ASME BPVC, this MAWT is a function of the operating parameters such as pressure and

temperature, pipe or tube outside diameter and the type of material being used [19]. By monitoring the wall thickness of the pipe or tube periodically, it will be possible to determine the corrosion rate that may occur, and eventually it can be used to estimate the service life or remaining life of the steam pipe or boiler tubes [2],[20].

This paper presents a metallurgical assessment performed on a number of HP steam pipes being used for transporting high pressure steam from a boiler to a palm oil processing unit. These HP steam pipes were just about being ready for commissioning together with the newly constructed boiler and its palm oil processing unit (see Figure 1). Under final inspection prior to commissioning, it was considered to perform some examination and assessment on several HP steam pipes to assure that the overall material integrity of the HP steam pipes were in good condition and reliable before being placed into service. According to the plant site information, all the HP steam pipes being installed were made of material specification of ASTM A-106 Gr. B. The operating pressure and temperature being intended to apply to the HP steam pipes were 70 bar (g) and 300 °C (max.), respectively.

The purpose of this metallurgical testing and assessment was to verify the chemical composition, microstructure and mechanical



Figure 1. A newly built boiler construction and its corresponding HP steam piping system, connected to a palm oil processing unit at location approximately on the right hand side (not seen)

property, and to determine whether the material used for the HP steam pipe met the specification or suitable for its intended operating condition. Furthermore, this metallurgical testing and assessment was also aimed to estimate the useful life-time of the HP steam pipes which will be based on the test results obtained.

## 2. EXAMINATION DETAILS AND ASSESMENT

In this metallurgical testing and assessment, 3 (three) pieces of new and similar steam pipe of Ø 4," Ø 6," and Ø 10" in diameter shown in Figure 2 were used to represent the HP steam pipes that have already been installed in the newly built boiler construction plant. The three pieces of new steam pipes were then cut into several specimens for laboratory examination. Chemical analysis on the prepared samples was carried out using optical spark emission spectrometer. The purpose of this chemical analysis was to determine whether the material used for the HP steam pipe met the specification. In addition, metallographic examinations were also performed on the

vertical tubular furnace. The tensile test specimen was made according to the specification of ASTM A 370 [22]. Finally, a life-time calculation and analysis was made which was based on the test results obtained. This life-time calculation and analysis was made using an equation based on the ASME Boiler and Pressure Vessel Code (ASME BPVC) [19] and data obtained from the API Standard 530 [20].

According to the ASME BPVC [19], the minimum allowable wall thickness (MAWT) of the HP steam pipe is as follows:

$$t_{min} = \frac{P \cdot D}{2S + P} + 0.005D \dots \dots \dots 1)$$

where  $t_{min}$  is the minimum allowable wall thickness of the HP steam pipe expressed in millimeters, P is the working pressure = 70 bar (g) = 7.0 MPa = 0.714 kgf/mm<sup>2</sup>, D is the outside pipe diameter expressed in millimeters, S is the maximum allowable stress at 300 °C. For material ASTM A-106 Gr.B, S = 117.9 MPa = 12.025 kgf/mm<sup>2</sup> (according to the ASME BPVC Sect.II Part D) [24].

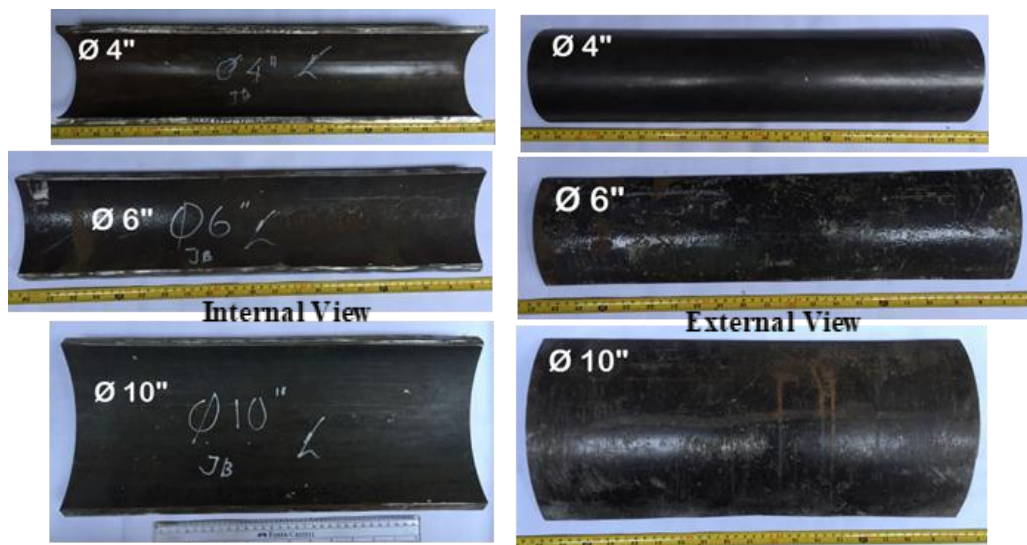


Figure 2. The as received sections of new HP steam pipes of different diameters (Ø 4," Ø 6," and Ø 10") for laboratory examination

prepared samples using an optical microscope at various magnifications. The metallographic samples were mounted using epoxy and prepared by grinding, polishing and etching. The etchant applied was Nital's solution [21]. A hardness survey was also carried out on the same sample for the metallographic examination using the Vickers hardness method at a load of 5 kg (HV 5). Moreover, tensile testing on the prepared samples was also performed at 300 °C using an universal testing machine equipped with a

## 3. RESULTS AND DISCUSSION

### 3.1 Chemical Analysis

Results of chemical analysis obtained from the three different HP steam pipes having the three different HP steam pipes having diameter of 4," 6" and 10" in comparison with the standard material are presented in Table 1. The results obtained indicate that the three diameters of steam pipe closely met to the material specification of ASTM A-106 under the quality of Gr. A or Gr. B [23], typical of low or medium

carbon steel having microstructures containing of matrix fer-rite phase with some amount of pearlite as second phase. The carbon steels with such microstructures generally have low to medium level of hardness or strength. From the results of hardness test and tensile test obtained which will subsequently be presented, it is confirmed that all of the HP steam pipes are most likely made in accordance with the material specification of ASTM A-106 Gr. B [24].

### 3.2 Metallographic Examination and Analysis

Microstructures obtained from HP steam pipe material of 4" diameter in both cross section and longitudinal section are presented in Figure 4, showing matrix ferrite phase (light color) with second pearlite phase (dark color), typical of low to medium carbon steel [21]. In general, morphology of the microstructures are well clearly defined and homogeneously distributed, and no any metallurgical defect such as inclusions or crack is observed [14].

Table 1. Results of chemical analysis obtained from the new HP steam pipe material in comparison with the standard material.

Element	Composition, wt.-%				
	HP Steam Pipe			Standard Materials	
	Ø 4"	Ø 6"	Ø 10"	ASTM A-106 Gr.A	ASTM A-106 Gr.B
Fe	98.3	97.9	98.1	Balance	Balance
C	0.238	0.195	0.207	0.25 (max)	0.30 (max)
Si	0.286	0.225	0.283	0.10 (min)	0.10 (min)
Mn	0.876	0.815	1.04	0.27–0.93	0.29–1.06
P	0.0250	0.0271	0.0327	0.035 (max)	0.035 (max)
S	0.0043	< 0.0030	0.0067	0.035 (max)	0.035 (max)
Cr	0.0531	0.167	0.0353	0.40 (max)	0.40 (max)
Ni	0.0200	0.111	0.0313	0.40 (max)	0.40 (max)
Mo	0.0259	0.0585	0.0194	0.15 (max)	0.15 (max)
Cu	0.0297	0.341	0.0158	0.40 (max)	0.40 (max)
V	0.0087	0.0104	0.0138	0.08 (max)	0.08 (max)
Nb	0.0309	0.0398	0.0423	–	–
Al	0.0127	0.0054	0.0375	–	–
Ti	0.0020	0.0023	0.0014	–	–

Table 2. Results of hardness test obtained from the three different HP steam pipes

Test Point No	Vickers Hardness Number (HV) of HP Steam Pipe Material					
	Ø 4"		Ø 6"		Ø 10"	
	Cross-section	Longitudinal section	Cross-section	Longitudinal section	Cross-section	Longitudinal section
1	148.0	149.5	144.0	145.0	173.5	166.0
2	145.0	152.0	145.0	146.0	170.5	166.0
3	147.0	154.5	145.0	146.0	153.0	154.5
4	151.0	156.0	147.0	152.0	161.0	148.0
5	144.0	149.5	148.0	144.0	165.0	166.0
6	148.0	-	145.0	-	169.0	-
7	148.0	-	141.8	-	162.5	-
8	157.0	-	144.0	-	148.0	-
9	157.0	-	148.0	-	152.0	-
10	158.0	-	143.0	-	172.0	-
<b>Average</b>	<b>150.3</b>	<b>152.3</b>	<b>145.1</b>	<b>146.6</b>	<b>162.6</b>	<b>160.1</b>

However, there are only seen some slight surface defect occurred on some of pipe surface exterior. The occurrence of these surface defects is likely not affecting significantly to the overall strength of the pipe material [25]. These outer surface defects may have been caused by the effect of shipping and handling of the pipes during transportation and/or construction. In addition, there are also seen some slight scale or deposit

formation at the internal surface of the pipe and these may have been caused by some internal oxidation occurred during the pipe manufacturing process [14].

Table 3. Calculated Tensile Strength (TS) of HP steam pipe material based on the results obtained from the hardness test shown in Table 2

Pipe Diameter	Average Hardness Measured (HV)	Converted Hardness (HB)	Calculated TS (MPa)
Ø 4"	150.3	143.1	491.0
	152.3	145.0	497.6
Ø 6"	145.1	138.0	473.5
	146.6	141.0	483.8
Ø 10"	162.6	154.0	528.4
	160.1	152.1	521.9

*Note:*  
Calculated TS = 0.35 HB (kgf/mm<sup>2</sup>); HB = Brinell Hardness Number



Figure 3. The three broken tensile test specimens after being tested at 300 °C

Table 4. Results of tensile test at 300 °C obtained from the HP steam pipe materials

Pipe Diameter	Sample Diameter (mm)	Test Temperature: 300 °C				
		Ao (mm <sup>2</sup> )	Fm (kN)	TS		ε (%)
				(N/mm <sup>2</sup> )	(kgf/mm <sup>2</sup> )	
Ø 10"	8.58	57.8	29.0	502	51.1	29.0
Ø 6"	6.05	28.7	15.0	522	53.2	32.0
Ø 4"	6.25	30.7	17.0	554	56.5	34.0

*Note:*  
Ao = Cross sectional area; Fm = maximum tensile load; TS = Tensile Strength



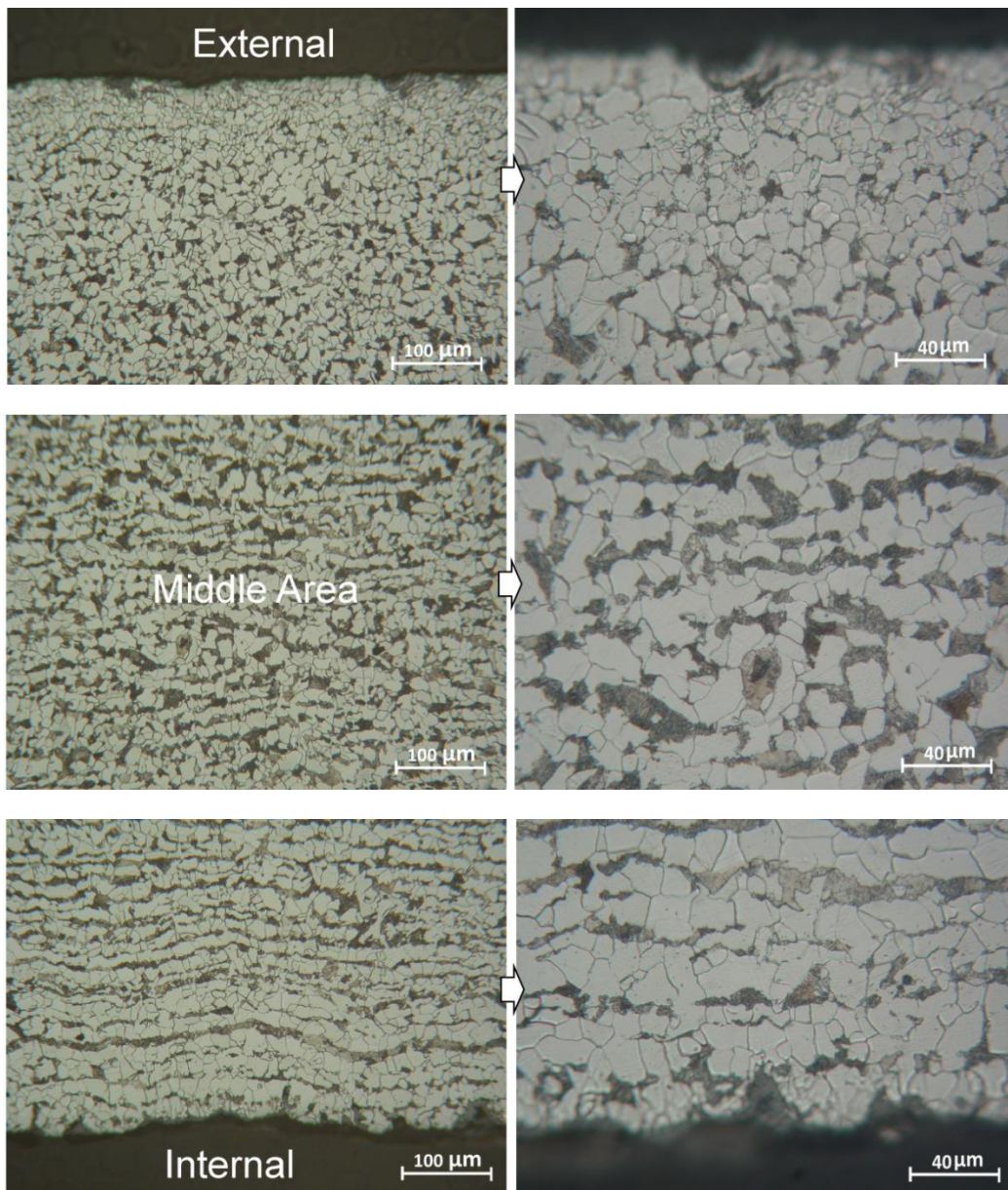


Figure 4. Microstructures obtained from the cross-section of the 4" diameter of HP steam pipe, showing matrix ferrite phase (light color) and second pearlite phase (dark color), typical of low to medium carbon steel. Etched with 5% Nital solution



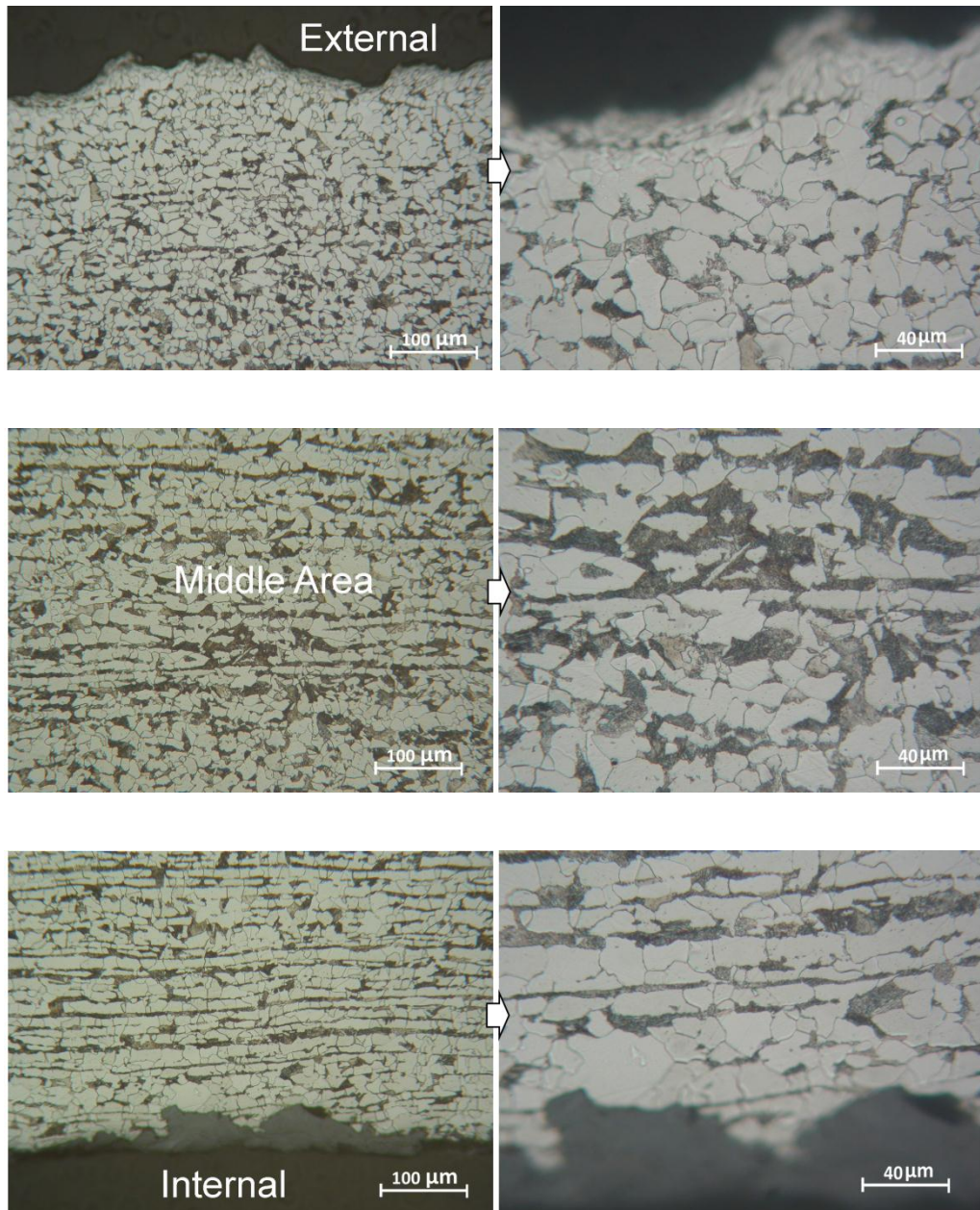


Figure 5. Microstructures obtained from the longitudinal-section (b) of the 4" diameter of HP steam pipe, showing matrix ferrite phase (light color) and second pearlite phase (dark color), typical of low to medium carbon steel. Etched with 5% Nital solution

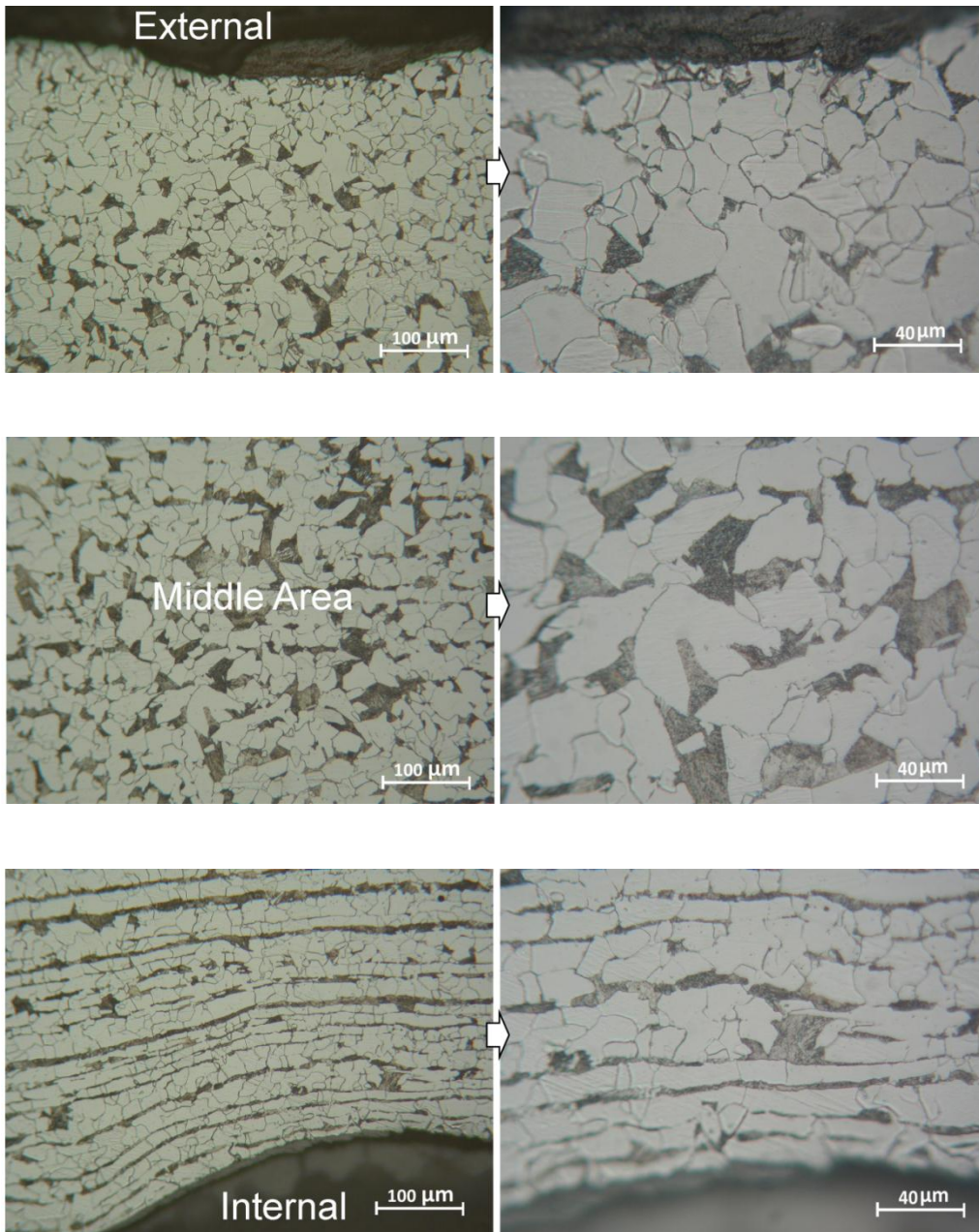


Figure 6. Microstructures obtained from the cross-section of the 6" diameter of HP steam pipe showing matrix ferrite phase (light color) and second pearlite phase (dark color), typical of low to medium carbon steel. Etched with 5% Nital solution



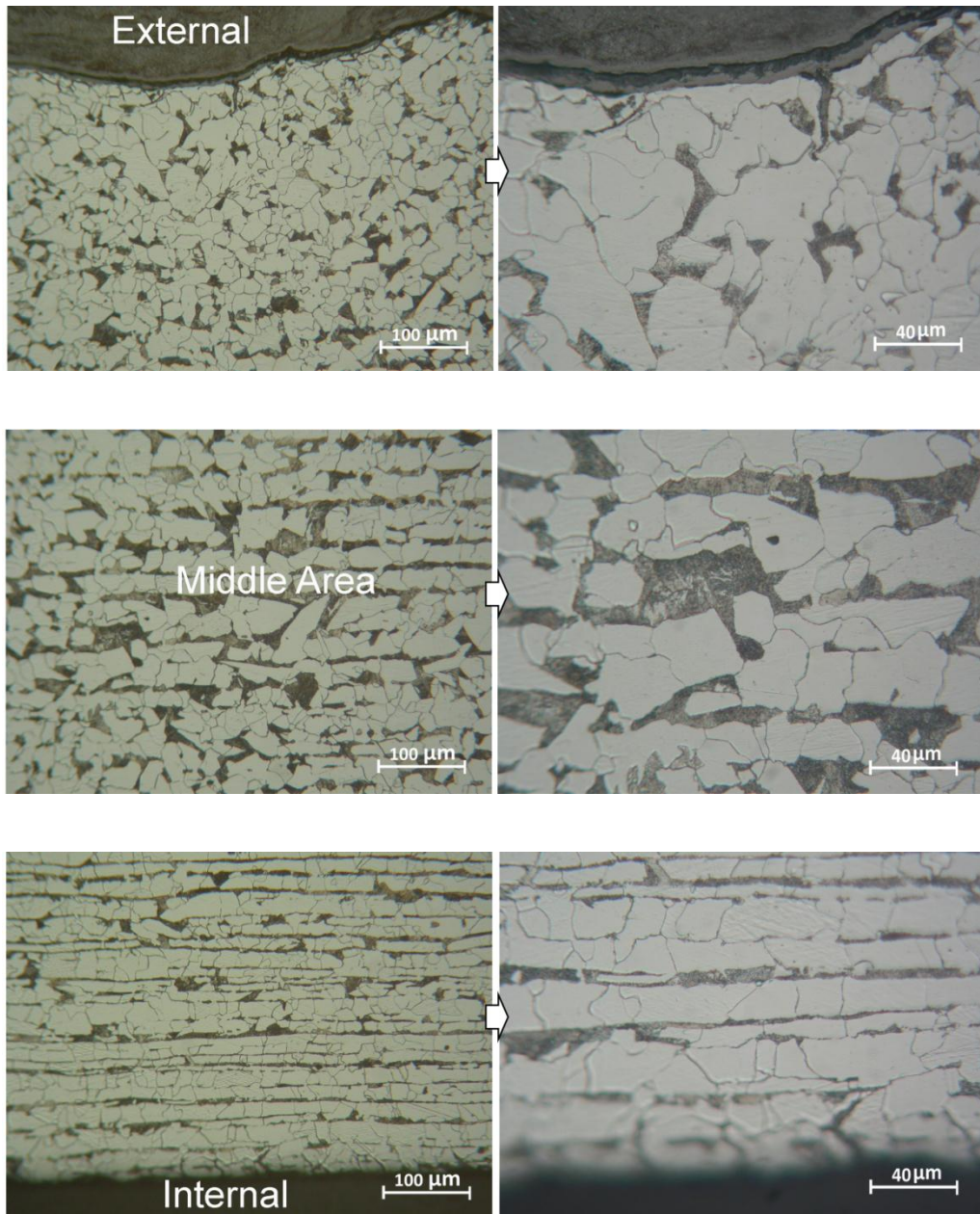


Figure 7. Microstructures obtained from the longitudinal-section of the 6" diameter of HP steam pipe showing matrix ferrite phase (light color) and second pearlite phase (dark color), typical of low to medium carbon steel. Etched with 5% Nital solution

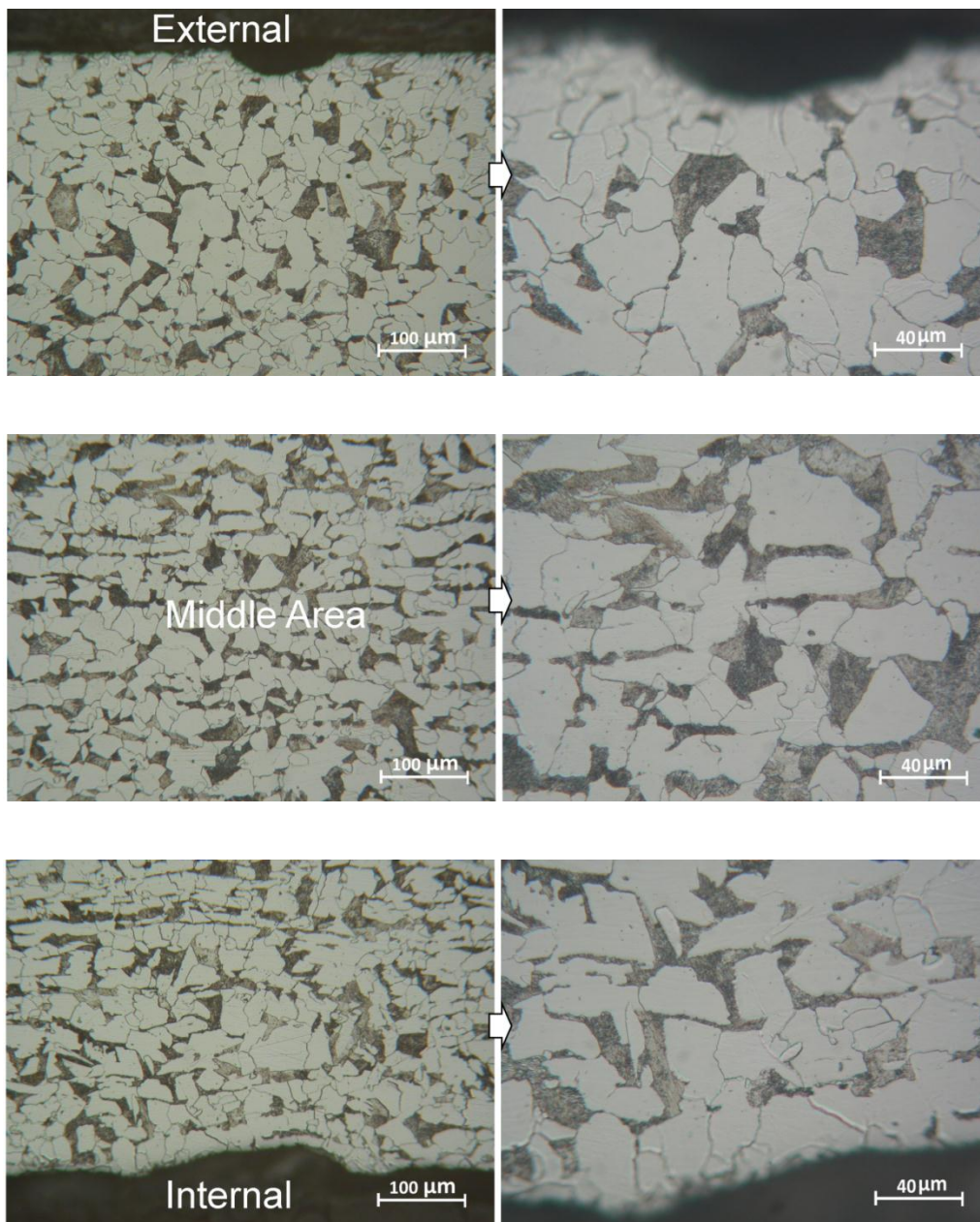


Figure 8. Microstructures obtained from the cross-section (a) and the longitudinal-section (b) of the 10" diameter of HP steam pipe showing matrix ferrite phase (light color) and second pearlite phase (dark color), typical of low to medium carbon steel. Etched with 5% Nital solution



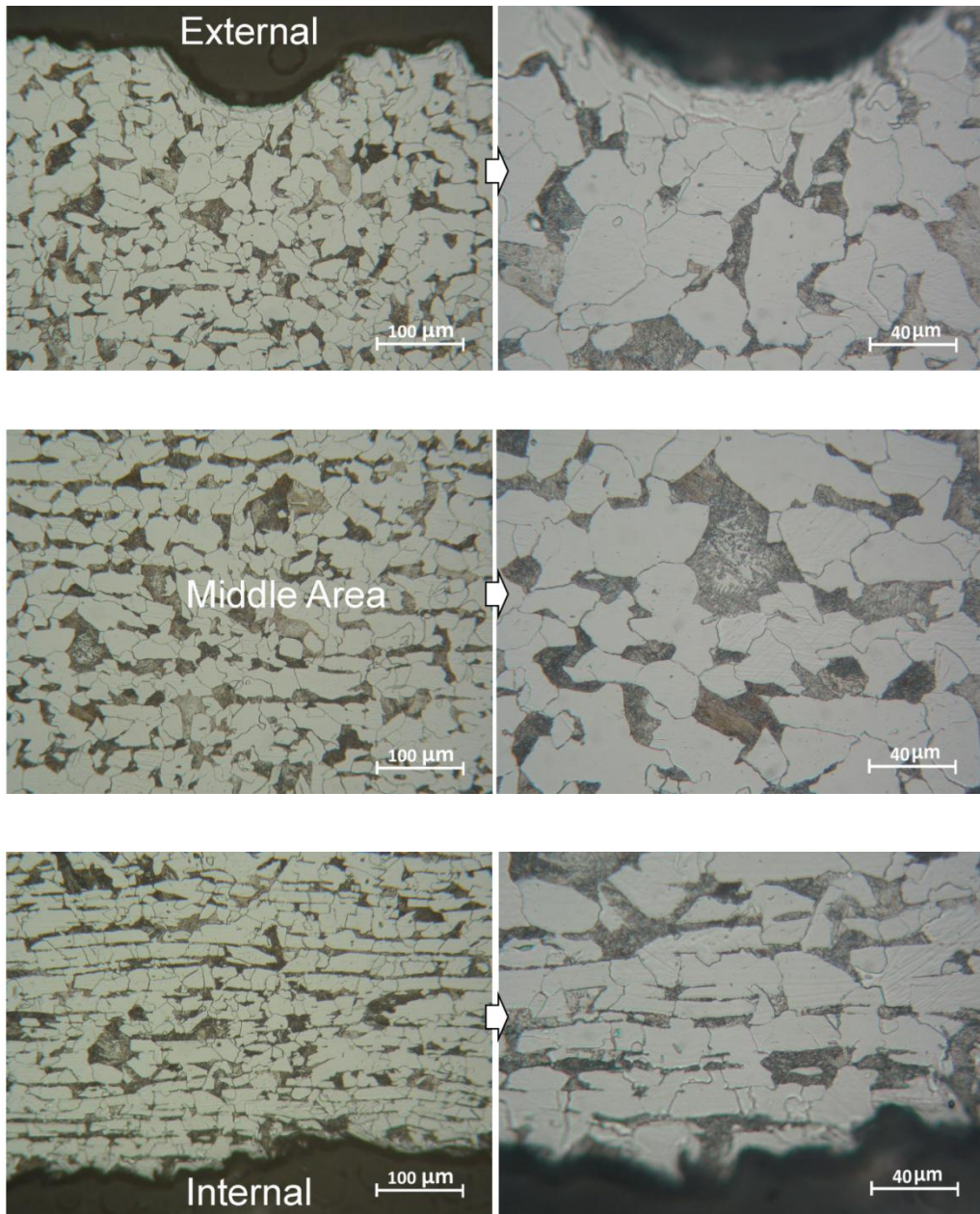


Figure 9. Microstructures obtained from the cross-section (a) and the longitudinal-section (b) of the 10" diameter of HP steam pipe showing matrix ferrite phase (light color) and second pearlite phase (dark color), typical of low to medium carbon steel. Etched with 5% Nital solution

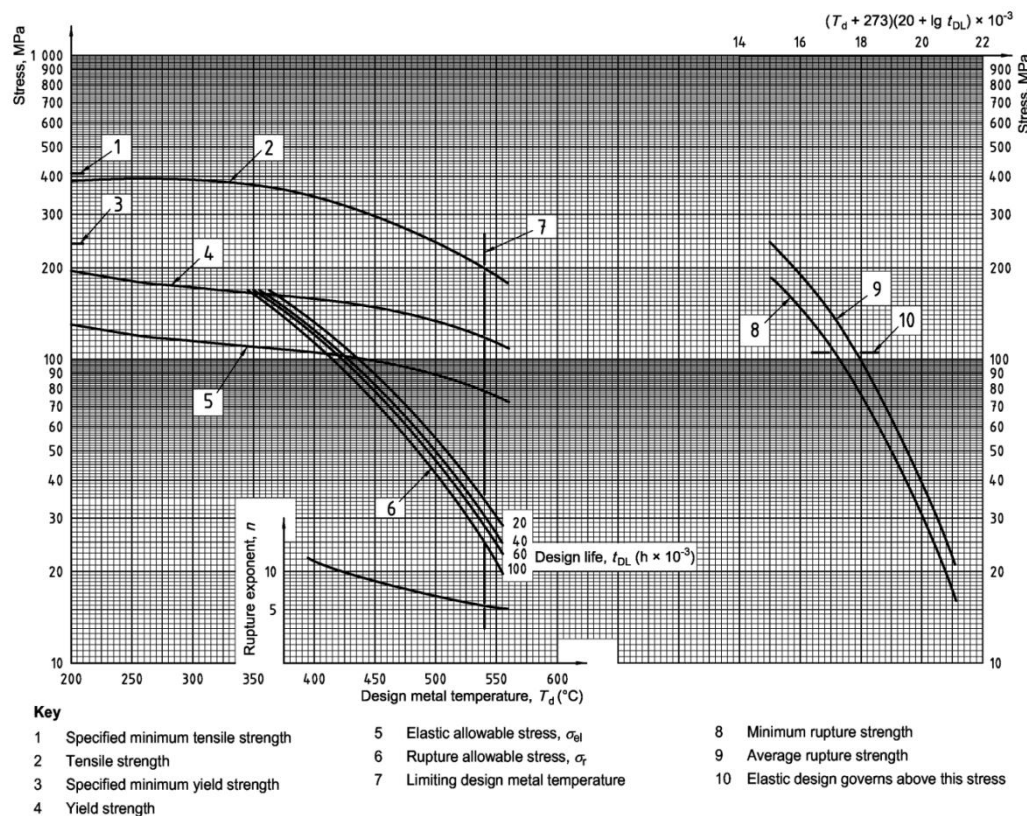


Figure 10. Stress curves (SI units) for ASTM A 53 Grade B (seamless), ASTM A 106 Grade B and ASTM 210 Grade A-I medium-carbon steels (according to API Standard 530) [20]

The microstructures obtained from HP steam pipe material of 6" diameter in both cross section and longitudinal section which are presented in Figure 4 are very much similar to those obtained from the HP steam pipe material of 4" diameter, either in pattern and morphology of the microstructures, or the external and internal formation of surface defects occurred on the pipe. Similar microstructures obtained from HP steam pipe material of 4" and 6" in diameter were also observed in HP steam pipe material of 10" in diameter, either in cross section or in longitudinal section of the specimens (see Figure 6). This further indicated that all the three HP steam pipes were made and manufactured by the same material specification of ASTM A-106 Gr. B [23]. In addition, most of the microstructures obtained from the three HP steam pipe materials are equaxed and/or elongated and this indicated that the HP steam pipes were manufactured by hot rolling and may also have been further subjected to some annealing or normalizing heat treatment [14]. Combination of this rolling and heat treatment process may have resulted and improved the microstructure and mechanical property relationship of the steam pipe material [15].

### 3.3 Hardness Test and Analysis

Results of hardness test obtained from specimens of the three different HP steam pipes are presented in Table 2. It can be seen that the hardness values obtained were very much close among the three pipes examined, ranging from 145.1 to 162.6 HV. This hardness range obtained indicated that the microstructure-mechanical property relationship of the three pipe materials were about similar and homogeneous [14], [25].

The hardness test results shown in Table 2 can be used to calculate or estimate the value of tensile strength (TS) of the pipe material, see Table 3. It can be seen that the value of all the calculated TS were well above the minimum TS according to the material specification of ASTM A-106 Gr. B (or ASME SA-106 Gr.B) which is 415 MPa (min) [23]–[24].

### 3.4 Tensile Test at 300 °C

The broken tensile test specimens after they have been tested at 300 °C are seen in Figure 3, and the tensile test data obtained are summarized in Table 4. It can be seen that the TS values of the three pipes of diameter 10," 6" and 4" are well above the minimum TS value according to the material specification of ASTM A-106 Gr. B, either based on the ASME Boiler and Pressure

Vessel Code (ASME BPVC), or based on the API standard 530 (see Figure 10) [20].

The test results shown in Table 4 indicate that all the HP steam pipe materials are in accordance with the material specification of ASTM A-106 Gr.B. According to the ASME Boiler and Pressure Vessel Code, Section II Part D, for material of ASTM A-106 Gr.B, the tensile strength (TS) at room temperature : 415 MPa (min), while the tensile strength and max. allowable stress at 300 °C are 413.7 MPa (min) and 117.9 MPa, re-spectively [24]. Similarly, according to API Standard 530 (see Figure 10), for material of ASTM A-106 Gr.B, the tensile strength at room temperature: 410 MPa (min), while the tensile strength and the allowable stress at 300 °C are 387.5 MPa (min) and 115 MPa, re-spectively [20]. In addition to the tensile strength, the elongation obtained as shown in Table 4 is relatively high, and this could improve the toughness of the pipe material.

### 3.4 Life-Time Analysis of the HP Steam Pipes

#### a). Life-time estimation based on the ASME BPVC

Life time estimation of all the three diameter steam pipes were calculated based on the equation 1), and the results obtained are summarized as follows :

For HP steam pipe of 4" diameter, the minimum allowable wall thickness is as follows:

$$t_{\min} = \frac{(0.714) \cdot (D1.6)}{2(12.025) + (0.714)} + 0.005(101.6),$$

or  $t_{\min} = 3.44\text{mm}$

For design life is assumed of 25 years, corrosion rate (CR) can be calculated as follows:

$$CR = \frac{t_0 - t_{\min}}{25 \text{ year}} = \frac{9.15 - 3.44}{25} = 0.2284\text{mm/year}$$

where  $t_0 = 9.15$  mm is the initial wall thickness of HP steam pipe of 4" diameter.

For HP steam pipe of 6" diameter, the minimum allowable wall thickness is as follows:

$$t_{\min} = \frac{(0.714) \cdot (52.4)}{2(12.025) + (0.714)} + 0.005(152.4),$$

or  $t_{\min} = 5.152\text{mm}$

For design life is assumed of 25 years, corrosion rate (CR) can be calculated as follows:

$$CR = \frac{t_0 - t_{\min}}{25 \text{ year}} = \frac{10.84 - 5.152}{25} = 0.2275\text{mm/year}$$

where  $t_0 = 10.84$  mm is the initial wall thickness of HP steam pipe of 6" diameter.

For HP steam pipe of 10" diameter, the minimum allowable wall thickness is as follows:

$$t_{\min} = \frac{(0.714) \cdot (254)}{2(12.025) + (0.714)} + 0.005(254),$$

or  $t_{\min} = 8.59\text{mm}$

For design life is assumed of 25 years, corrosion rate (CR) can be calculated as follows:

$$CR = \frac{t_0 - t_{\min}}{25 \text{ year}} = \frac{16.10 - 8.59}{25} = 0.3\text{mm/year}$$

where  $t_0 = 16.10$  mm is the initial wall thickness of HP steam pipe of 10" diameter.

#### b). Life-time estimation based on the tensile test result at 300 °C

From the tensile test results at 300 °C shown in Table 4, it can be seen that the average value of TS (Tensile Strength) is about 526 MPa. If the allowable stress of the HP steam pipe material at 300 °C is assumed about 66.7% from its Tensile Strength at 300 °C (see the comparison value of this percentage in Figure 10) [20] , the allowable stress (S) of the HP steam pipe material at 300 °C becomes:

$$S = 66.7\% \times 526 \text{ MPa} = 350.8 \text{ MPa, or } 35.8 \text{ kgf/mm}^2.$$

By using the equation as mentioned above, the minimum allowable wall thickness of the HP steam pipe can be calculated.

For HP steam pipe of 4" diameter, the minimum allowable wall thickness is as follows:

$$t_{\min} = \frac{(0.714) \cdot (D1.6)}{2(35.8) + (0.714)} + 0.005(101.6),$$

or  $t_{\min} = 1.5\text{mm}$

If the maximum corrosion rate (CR) is estimated about 0.3 mm/year, the life-time (LT) of HP steam pipe material of 4" diameter can be calculated as follows:

$$LT = \frac{t_0 - t_{\min}}{CR} = \frac{9.15 - 1.5}{0.3} = 25.5 \text{ year}$$

where  $t_0 = 9.15$  mm is the initial wall thickness of HP steam pipe of 4" diameter.

For HP steam pipe of 6" diameter, the minimum allowable wall thickness is as follows:

$$t_{\min} = \frac{(0.714) \cdot (52.4)}{2(35.8) + (0.714)} + 0.005(152.4),$$

$$\text{or } t_{\min} = 2.26 \text{ mm}$$

If the maximum corrosion rate (CR) is estimated about 0.3 mm/year, the life-time (LT) of HP steam pipe material of 6" diameter can be calculated as follows:

$$LT = \frac{t_0 - t_{\min}}{CR} = \frac{10.84 - 2.26}{0.3} = 28.6 \text{ year}$$

where  $t_0 = 10.84$  mm is the initial wall thickness of HP steam pipe of 6" diameter.

For HP steam pipe of 10" diameter, the minimum allowable wall thickness is as follows:

$$t_{\min} = \frac{(0.714) \cdot (34)}{2(35.8) + (0.714)} + 0.005(254),$$

$$\text{or } t_{\min} = 3.78 \text{ mm}$$

If the maximum corrosion rate (CR) is estimated about 0.3 mm/year, the life-time (LT) of HP steam pipe material of 10" diameter can be calculated as follows:

$$LT = \frac{t_0 - t_{\min}}{CR} = \frac{16.10 - 3.78}{0.3} = 41 \text{ year}$$

where  $t_0 = 16.10$  mm is the initial wall thickness of HP steam pipe of 10" diameter.

Based on the aforementioned test results and life-time assessment, all the HP steam pipes that have been installed are considered to be ready being placed into service. This consideration is made under assumption that all the HP steam pipes that have been tested were representing to all of the constructed HP steam pipes.

In order to assure that the corrosion rate occurred on the HP steam pipes during their future operation is remained within the range of 0.2–0.3 mm/year, it is also important to monitor the wall thickness of the HP steam pipes periodically at least at every major inspection performed in order to monitor any internal oxidation and/or corrosion that may occur on the HP steam pipe internal surface due to any unexpected change in boiler water quality and/or boiler water treatment applied. In addition, it is also required to monitor the external corrosion of steam pipes due probability to any corrosion under insulation [5].

Furthermore, it is also considered to perform in-situ metallographic examination and hardness testing periodically to evaluate any metallurgical

and/or mechanical degradation that may have occurred during the utilization of the HP steam pipes in service due to any unexpected change in operating conditions.

## 4. CONCLUSIONS

From the results of chemical analysis, metallographic examination, hardness test and tensile test obtained, it can be seen that the material used for the HP steam pipes are very much close and met to the material specification of ASTM A-106 Gr. B (or ASME SA-106 Gr.B).

In addition, the morphology of microstructures in combination with the hardness and tensile strength values obtained are all in favor and supporting that the material of HP steam pipes are all in good condition. Although there are some slight defects and/or scale formation occurred on some of the exterior and interior surface of the HP steam pipes, however, most likely these slight imperfections may not be likely affecting to the mechanical property or performance of the HP steam pipes quite significantly in service.

Based on the present status and condition of the HP steam pipes, it can be estimated that under the intended operating pressure and temperature of 70 bar(g) and 300 °C (max.), respectively, the HP steam pipes may likely reach some design life up to 25 years or more. This estimated design life is made based on the corrosion rate approximately 0.2–0.3 mm/year.

## ACKNOWLEDGEMENTS

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.

## REFERENCES

- [1] R. Viswanathan, "Damage mechanisms and life assessment of high temperature components," ASM International, Metals Park, Ohio, pp. 201-205, 394-399, 1989.
- [2] Technical Report, "Boiler condition assessment guideline," 4th edn, Electric Power Research Institute, Palo Alto, CA, pp. 6-1 to 6-9, June 2006.
- [3] A. Malik, A. Meroufel, and S. Al-Fozan, "Boiler tubes failures : A compendium of case studies," *J. Fail. Anal. Prev.*, vol. 15, No. 2, pp. 246-250, 2015
- [4] P. Munda, M. M Husain, V. Rajinikanth, A. K. Mitya, Evolution of Microstructure



- during short-term overheating failure of a boiler water wall tube made of carbon steel,” *J. Fail. Anal. Prev.*, vol. 18, pp. 199-211, 2018.
- [5] API RP 571, “Damage mechanisms affecting fixed equipment in the refinery industry,” 1st edn, American Petroleum Institute, Washington DC, pp. 23-31, 2003.
- [6] A. K. Pramanick, G. Das, S. K. Das, M. Ghosh, “Failure investigation of superheater tubes of coal fired power plant,” *Case Stud. Eng. Fail. Anal.*, vol. 9, pp. 17-26, 2017.
- [7] A. Saha, H. Roy, and A. K. Shukla, “Failure investigation of a final superheater tube in a 140 MW thermal power plant,” *J. Fail. Anal. Prev.*, vol. 15, No. 2, pp.184-189, 2015.
- [8] H. Hoseiny, M. S. Akmal, “An investigation on the causes of failure in a 210 carbon steel boiler tubes in an oil refinery,” *J. Fail. Anal. Prev.* vol. 18, pp. 759-768, 2018.
- [9] A. Saha and H. Roy, “Failure investigation of a secondary superheater tube in a 140 MW thermal power plant,” *Case Stud. Eng. Fail. Anal.*, vol. 8, pp.57-60, 2017.
- [10] G. Mukhopadhyay, and S. Bhattacharyya, “Failure analysis of an attemperator in a steam line of a boiler,” *Eng. Fail. Anal.*, vol. 18, no. 5, pp. 1359-1365, 2011.
- [11] M.N. Ilman, M. Prihatno, and Kusmono, “Analysis of a failed primary superheater tube and life assessment of a coal-fired power plant,” *J. Fail. Anal. Prev.*, vol. 15, no. 2, pp. 200-204, 2015.
- [12] M. A. Bergant, A. A. Yawny and J. E. P. Ipina, “Failure assessment diagram in structural integrity analysis of steam generator tubes,” *Procedia Materials Science*, vol. 8, pp. 128-138, 2015.
- [13] Y. Zhang and Z. Jiang, “Reliability analysis of main steam pipe containing defects,” *Procedia Engineering*, vol. 43, pp.150-155, 2012.
- [14] Metals Handbook, “Properties and selection: Irons, steels, and high-performance alloys,” vol.1, 1st print, ASM International, Material Park, Ohio, pp. 140-148, 327-333, 1990.
- [15] ASM International, “Guide to engineered materials,” Materials Park, Advanced Materials and Processes, pp. 51-60, 2002.
- [16] S. W. Liu, W. Z. Wang, and C. J. Liu, “Failure analysis of the boiler water-wall tube,” *Case Stud. Eng. Fail. Anal.*, vol. 9, pp.35-39, 2017.
- [17] Kusmono and Khasani, “Analysis of a failed pipe elbow in geothermal production facility,” *Case Stud. Eng. Fail. Anal.*, vol. 9, pp.71-77, 2017.
- [18] X. X. Xu, Y. T. Feng, Y. Wang, H. Ke, X. G. Niu, and X. J. Hao, “Failure analysis on boiler industrial extraction steam pipe,” *Advanced Materials Research*, vols. 750-752, pp. 2160-2164, 2013.
- [19] ASME BPVC Section I, “Rules for construction of power boilers,” The American Society of Mechanical Engineers, New York, NY, pp. 13-14, 2007.
- [20] API Standard 530, “Calculation of Heater-Tube Thickness in Petroleum Refineries,” 5th edn, American Petroleum Institute, Washington DC, pp. 48-49, 2004
- [21] ASM Handbook, “Metallography and microstructures,” vol. 9, 6th print, ASM International, Materials Park, pp. 165-196, 210-216, 1995.
- [22] E8/E8M ASTM A-370, “Standard test methods for tension testing of metallic materials,” vol. 14, no. 02, Annual Book of ASTM Standards, New York, pp. 3-10, 2009.
- [23] ASME BPVC Section II Part A, “Ferrous materials specification,” The American Society of Mechanical Engineers, New York, NY, pp. 205-220, 2007.
- [24] ASME BPVC Section II Part D, “Materials properties,” The American Society of Mechanical Engineers, New York, NY, pp. 10-13, 2000.
- [25] ASM Handbook, “Failure analysis and prevention,” vol. 11, 6th edn, ASM International, Materials Park, Ohio, pp. 646-651, 1998.





## FABRIKASI PADUAN MAGNESIUM BERPORI DENGAN PARTIKEL GARAM NaCl SEBAGAI *SPACE HOLDER*

Franciska Pramuji Lestari<sup>a</sup>, Fadhlan Hidayat<sup>b</sup>, Aprilia Erryani<sup>a</sup>, Muhammad Satrio Utomo<sup>a</sup>, Yudi Nugraha Thaha<sup>a</sup>, Ika Kartika<sup>a</sup>

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

Gedung 470 Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan, Indonesia 15310

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

Jl. Jenderal Sudirman Km 3, Cilegon, Banten, Indonesia 42435

\*Email: [fran011@lipi.go.id](mailto:fran011@lipi.go.id)

Masuk tanggal : 26-11-2018, revisi tanggal : 27-12-2018, diterima untuk diterbitkan tanggal :09-01-2019

### Intisari

Logam magnesium berpori merupakan logam yang potensial sebagai implan tulang karena beratnya yang ringan, sifatnya yang mampu luruh di dalam tubuh serta mampu mengakomodasi pertumbuhan dan regenerasi sel jaringan tulang. Paduan magnesium (Mg), paduan kalsium (Ca) dan seng (Zn) dengan struktur berpori difabrikasi dengan proses metalurgi serbuk menggunakan partikel garam (NaCl) sebagai pembuat ruang/pori (*space holder*). Studi ini dilakukan untuk menghasilkan struktur logam berpori yang terisolasi dan heterogen. Optimalisasi parameter untuk membuat logam berpori dengan NaCl sebagai *space holder* adalah dengan melakukan variasi temperatur sintering 600, 650 dan 700 °C dengan waktu tahan konstan selama 3 jam serta komposisi %berat NaCl pada 5, 10 dan 20. Karakterisasi struktur mikro paduan Mg dilakukan dengan menggunakan SEM (*scanning electron microscopy*), persebaran unsur dilakukan dengan mapping EDX (*energy dispersive x-ray spectroscopy*) dan juga XRD (*x-ray diffraction*) analysis. Pengujian tekan dilakukan untuk mengetahui nilai kekuatan paduan serta %porositas dengan metode Archimedes. Penghilangan NaCl sebagai *space holder* yaitu dengan perendaman dalam campuran larutan etanol dan gliserin selama 48 jam pada temperatur ruang sehingga menghasilkan porositas tertinggi Mg dengan 20% berat NaCl pada temperatur *sinter* 650 °C, yaitu 34,57% porositas, serta kekuatan kompresi 197,339 MPa pada 5% berat NaCl pada temperatur *sinter* 650 °C. Hasil penelitian menunjukkan bahwa struktur pori serta sifat mekanik yang dihasilkan mendekati kesesuaian dengan *cortical bone*, sehingga secara fisik dan mekanik logam berpori paduan Mg-Zn-Ca dengan *space holder* NaCl memiliki potensi untuk aplikasi pengganti tulang.

**Kata Kunci:** implan mampu luruh, paduan Mg, pembuat ruang NaCl, struktur berpori

### Abstract

Porous magnesium metal is a metal potential as a bone implant because of its light, biodegradable in the body and can accommodate the growth and regeneration of bone tissue cells. The fabrication of magnesium (Mg), calcium (Ca) and zinc (Zn) with porous structures were carried out by powder metallurgy processes using salt particles (NaCl) as a space holders. This study was conducted to produce an isolated and heterogeneous porous metal structure. The various sintering temperatures of 600, 650 and 700 °C with constant holding time at 3 h and the composition of space holder of NaCl (wt.%) 5, 10, and 20 are used for making porous in the Mg-Ca-Zn alloy. Microstructure observation of Mg alloy is carried out by using SEM (*scanning electron microscopy*), the distribution of elements was done by EDX (*energy dispersive x-ray spectroscopy*) mapping and also XRD (*x-ray diffraction*) analysis. Compressive test and % porosity by Archimedes method are carried out to determine the strength of this alloy. NaCl space holder was removed by immersion in ethanol solution and glycerin for 48 h at room temperature. By using 20 wt.% NaCl and sintering temperature of 650 °C revealed high porosity and high compressive strength in Mg alloy. The highest porosity is around 34.57% and the compressive strength is 197.339 MPa. The results showed that the pore structure and mechanical properties were closed to conformity with cortical bone, therefore the porous metal of Mg-Zn-Ca alloy with NaCl as a space holder which was obtained in this study potentially for bone replacement applications.

**Keywords:** degradable implant, Mg alloy, NaCl spacer, porous structure

## 1. PENDAHULUAN

Logam berpori adalah kelas material yang berbeda karena memiliki karakteristik gabungan dari logam dan pori. Logam pada umumnya bersifat tangguh, memiliki sifat termal dan elektrik konduktif serta kuat. Sedangkan pori memiliki berat yang rendah dan dapat disesuaikan kepadatannya [1]. Sifat gabungan yang baik dari logam dan pori membuat logam berpori cocok untuk aplikasi struktural dan fungsional. Berbagai macam aplikasi logam berpori, seperti *shock* dan *impact energy absorber*, filter debu dan cairan, knalpot mesin, elektroda berpori, gasket temperatur tinggi, peredam suara, penukar panas, katalis, bahan konstruksi serta aplikasi biomedis implan [2].

Penggunaan implan yang biodegradabel dan biokompatibel merupakan subjek material yang saat ini banyak dikembangkan. Namun, dalam aplikasi proses penyembuhan tulang, sifat mekanik yang tinggi saja tidak cukup untuk sebuah material dikatakan cocok sebagai implan, tetapi juga dioptimalkan sesuai dengan sifat asli dari struktur tulang yang akan diperbaiki. Karena alasan inilah, logam digunakan untuk aplikasi implan tulang yang berstruktur pori baik mikro atau makroselular sehingga dapat mengurangi kekakuan serta kekuatan material logam implan dan mendekati sifat tulang aslinya serta membatasi jumlah material asing yang akan terdegradasi dalam tubuh. Selain itu, logam berpori juga dapat meningkatkan pertumbuhan tulang dan interaksi yang baik antar jaringan tulang dalam proses penyembuhan. Hasil investigasi mengindikasikan bahwa ukuran pori yang sesuai untuk pelekatan, pertumbuhan jaringan osteoblas dan vaskularisasi yaitu sekitar 200-500 $\mu\text{m}$  [3] atau 300-400  $\mu\text{m}$  [4] untuk aplikasi penggantian tulang. Hal yang tak kalah penting juga yaitu berkaitan dengan degradasi implan dalam tubuh untuk implan yang mampu luruh serta permeabilitasnya [5]-[8]. Implan Mg (AZ91D) dengan struktur pori yang acak, berhasil dibuat menggunakan NaCl sebagai *space holder* dengan teknik cor yang telah diuji secara *in vivo*, menggunakan model kelinci dan menunjukkan biokompatibilitas yang baik. Degradasi scaffold utama selesai dalam 3 bulan dan jaringan baru berhasil tumbuh menggantikan implan Mg. Hasil menunjukkan bahwa implan berbasis Mg sangat menjanjikan pendekatan dalam pengembangan scaffold berpori yang cocok secara mekanik untuk menggantikan tulang subchondral [9]-[10].

Ada dua metode dasar untuk fabrikasi logam berpori, yaitu pembentukan pori secara langsung yang dimulai dari logam cair yang

disiapkan secara khusus kemudian diberikan dispersan yang merupakan partikel non-logam sebagai agen pengembang yang stabil yang tersebar merata. Agen pengembang ini mengeluarkan gas sehingga terbentuklah gelembung atau pori. Sedangkan pembuatan logam berpori secara tidak langsung yaitu dimulai dari prekursor padat yang terdiri dari matriks logam yang mengandung partikel pengembang (*blowing agent*) yang tersebar secara merata, umumnya logam yang berikatan dengan hidrida. Selama proses pelelehan matriks logam, prekursor ini mengembang dan membentuk pori. Pembuatan magnesium berpori dapat disiapkan dengan beberapa metode, seperti metalurgi serbuk [11], pelelehan dengan menggunakan agen pengembang [12], dan injeksi gas pada logam cair [13]. Diantara metode tersebut, metalurgi serbuk memiliki keunggulan diantaranya biaya proses relatif rendah, kontrol yang lebih baik terhadap ukuran dan bentuk pori, dan kemampuan produksi hampir mendekati cetakan (*near net shape*).

Beberapa logam berpori, seperti Mg, tidak bisa dibuat dengan menggunakan proses rapid prototyping karena kesulitan secara fisik dengan bentuknya yang serbuk karena secara alami sangat tinggi sifat mampu bakarnya. Karena alasan inilah dibutuhkan alternatif yang tepat untuk memproduksi logam Mg berpori secara aman [14]. NaCl merupakan salah satu alternatif *space holder* yang bisa digunakan karena sifatnya yang biokompatibilitas dan mudah untuk dihilangkan melalui metode pelarutan [9]-[10]. Selain itu, NaCl dipilih juga karena kompatibel dengan lingkungan biologis tubuh. NaCl digunakan sebagai *space holder* karena bentuknya semi-bulat (semi-spherical) yang menghasilkan pori makro yang lebih seragam. Jika ukuran pori dengan bentuk acicular tinggi, maka dapat menurunkan kekuatan dari logam [15]. Selain itu, penggunaan NaCl karena biaya yang murah, kemudahan pelarutan serta rendahnya resiko toksisitas [16].

Magnesium merupakan biomaterial yang cukup menjanjikan sebagai salah satu material pengganti tulang karena sifatnya yang sangat baik, seperti modulus Young yang relatif rendah dan kekuatan yang tepat [17], biokompatibilitas yang sangat baik, biodegradabilitas dan bioresorb-abilitas [18]. Karena sifatnya yang unik ini, magnesium dianggap ideal sebagai material dasar dari logam berpori untuk regenerasi jaringan tulang.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengembangkan logam paduan magnesium berpori dengan sifat mekanik mendekati tulang

asli dengan porositas di atas 35% dan ukuran pori 70-400 $\mu$ m menggunakan NaCl sebagai *space holder*.

## 2. PROSEDUR PERCOBAAN

### 2.1 Persiapan Material

Material dasar pada penelitian ini menggunakan serbuk Mg murni (ukuran partikel: 0,06-0,3 mm), Ca murni berbentuk *granule*, dan serbuk Zn (kemurnian >98%, ukuran partikel:  $\pm$  63  $\mu$ m) serta NaCl sebagai *space holder*. NaCl dipanaskan dahulu dalam tungku pada temperatur 200 °C selama 2 jam untuk menghilangkan lemak dan uap air. Lalu, dilakukan proses *dry milling* untuk mencampur serbuk Mg, Ca, dan Zn serta NaCl dalam *shaker mill* selama 30 menit sesuai dengan komposisi paduan pada Tabel 2. Setelah tercampur melalui proses pencampuran kering, campuran serbuk logam masing-masing 1 gram dimasukkan ke dalam cetakan dan dikompaksi dengan beban 600 Psi selama 2 menit kemudian dilanjutkan dengan beban 800 psi selama 3 menit. Dari hasil kompaksi diperoleh *green compact* dengan diameter 10 mm. Proses metalurgi serbuk kemudian dilanjutkan dengan *sintering* pada temperatur konstan 600 °C dalam atmosfer Ar dengan waktu tahan 3 jam. Spesimen hasil *sintering* kemudian dilakukan proses *leaching* atau penghilangan NaCl dari logam paduan Mg selama 48 jam guna membentuk pori. Larutan yang digunakan untuk penghilangan NaCl adalah campuran antara etanol dan gliserin dengan perbandingan 2:1. Kemudian spesimen dikarakterisasi lebih lanjut yang mencakup uji porositas, struktur mikro serta EDX *mapping*, kekuatan mekanik dengan uji kompresi, dan pembentukkan fasa.

### 2.2 Uji Porositas

Pengujian porositas dilakukan untuk melihat pengaruh penggunaan NaCl sebagai *space holder* pada paduan Mg. Pengujian porositas dan densitas dapat dilakukan dengan menggunakan metode Archimedes. Pada metode Archimedes, besaran yang diukur adalah massa kering spesimen, massa spesimen basah dan massa spesimen di dalam air.

### 2.3 Karakterisasi dan Struktur Mikro

Struktur mikro paduan Mg-Zn-Ca diamati dengan menggunakan SEM (*scanning electron microscopy*) serta dilakukan pula EDX (*energy dispersive x-ray spectroscopy*) *mapping* untuk melihat persebaran NaCl. Spesimen dipreparasi

dengan prosedur standar metalografi tanpa etsa dilanjutkan dengan pelapisan emas.

### 2.4 Analisa XRD

Analisa XRD (*x-ray diffraction*) digunakan untuk mengetahui fasa dari paduan Mg-Ca-Zn yang telah dilakukan proses *sintering* dan penghilangan NaCl dari paduan. Uji XRD dilakukan pada  $2\theta$  dari 20° hingga 90°. Pengukuran XRD dioperasikan pada 15 mA dan 40 kV, menggunakan radiasi Cu K $\alpha$ .

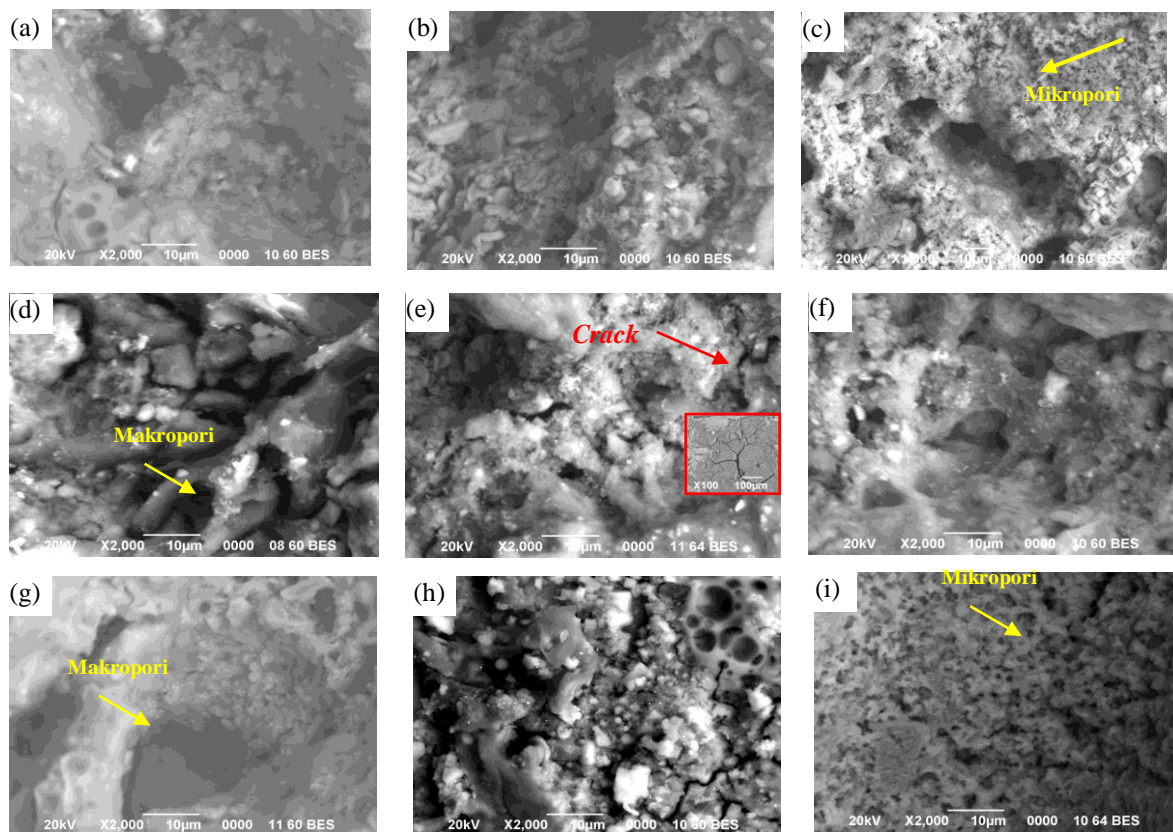
### 2.5 Pengujian Tekan

Untuk mengetahui nilai kekuatan mekanik paduan, dilakukan pengujian tekan. Pengujian ini dilakukan dengan menggunakan *universal testing machine* (Shimadzu AGS-10 KN) pada temperatur ruangan dengan laju kompresi 1,33 mm/menit. Spesimen uji tekan berbentuk silinder dengan diameter 10 mm dan tinggi 10 mm. Pengujian tekan dilakukan mengikuti standar ASTM D-695-02.

## 3. HASIL DAN DISKUSI

### 3.1 Struktur Mikro

Dari hasil SEM menunjukkan bahwa secara umum, mikrostruktur paduan Mg-Ca-Zn setelah dilakukan penghilangan partikel NaCl, terdapat 2 tipe porositas yang terbentuk di permukaan paduan Mg-Ca-Zn yaitu makropori dan mikropori. Makropori yang terbentuk akibat penghilangan dari partikel NaCl pada bagian terluar logam paduan Mg dan ukuran pori yang terbentuk ini dikontrol oleh partikel NaCl, seperti pada Gambar 1. Kemudian pori dengan ukuran kecil atau disebut juga mikropori, yang terbentuk akibat proses *sinter* dari serbuk magnesium *spherical*, seperti ditunjukkan pada Gambar 1(c) dan 1(i). Pori kecil terdistribusi pada dinding dari makropori dan terlihat jelas terdapat pori yang interkoneksi dan juga terisolasi. Pori yang interkoneksi sangat diharapkan terbentuk karena membantu dan memudahkan fluida melewati implan dan juga pertumbuhan jaringan tulang yang baru. Sedangkan pori yang terisolasi dengan area permukaan yang besar dan kekasaran yang tinggi, dapat membantu pelekatan jaringan dengan tulang induk. Struktur pori seperti itu dapat terlihat secara skematis pada Gambar 1(b), 1(d) dan 1(g).



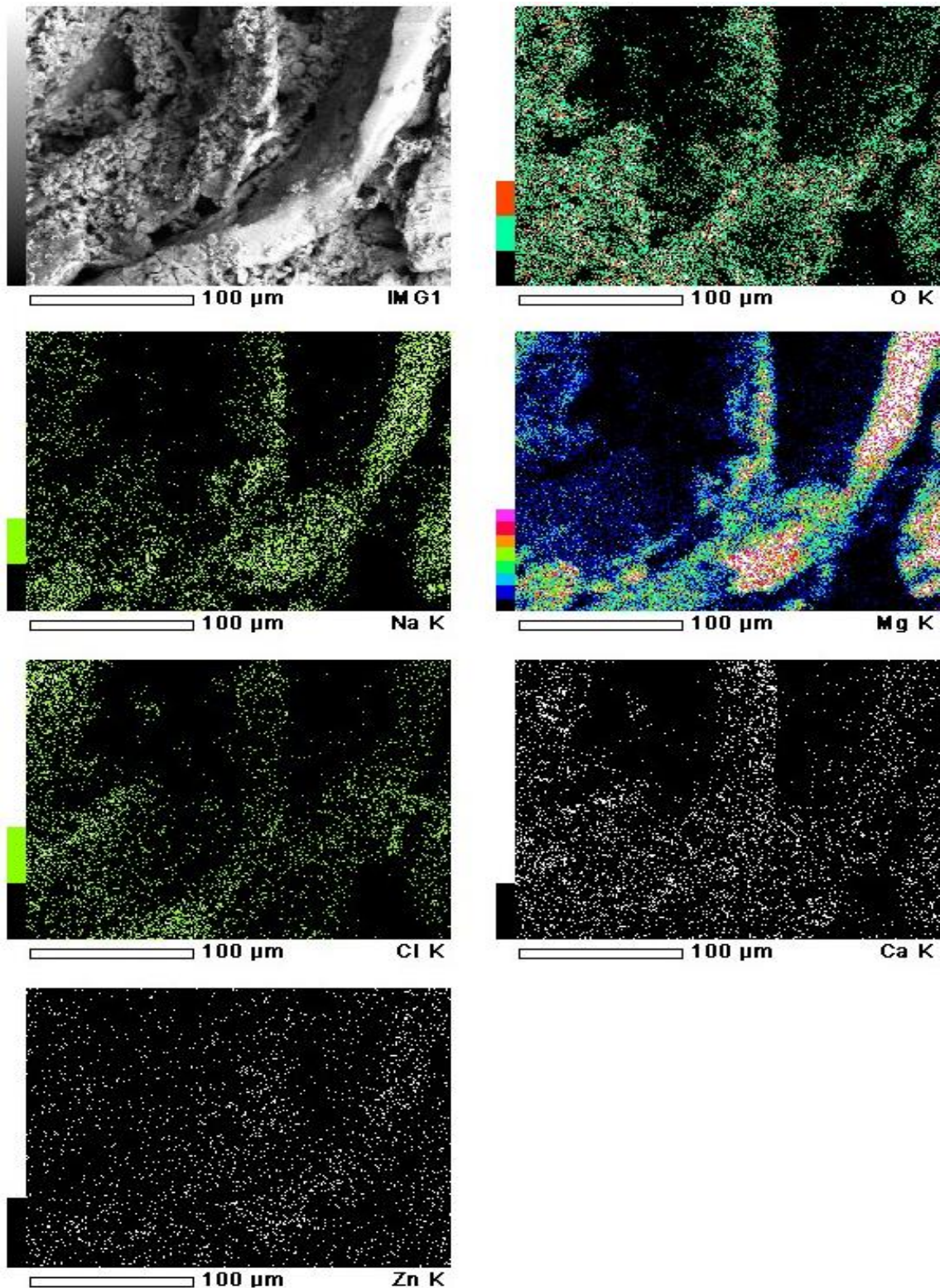
Gambar 1. Hasil SEM struktur mikro paduan Mg-Zn-Ca dengan temperatur disolusi ( $^{\circ}\text{C}$ ) dan % berat NaCl : (a) 600 - 5, (b) 600 - 10, (c) 600 - 20, (d) 650 - 5, (e) 650 - 10, (f) 650 - 20, (g) 700 - 5, (h) 700 - 10, dan (i) 700 - 20

Dari hasil morfologi dan topografi paduan Mg-Ca-Zn pada Gambar 1, pori yang terbentuk umumnya tertutup (*closed cell*) atau terisolasi yang tidak saling interkoneksi dengan pori lainnya. Terlihat bahwa pori paling besar terbentuk pada temperatur 600  $^{\circ}\text{C}$  dengan komposisi NaCl 20% berat, yaitu sekitar 30 - 500  $\mu\text{m}$ . Sedangkan pada komposisi 10% berat ukuran pori yang terbentuk sekitar 30 - 200  $\mu\text{m}$ . Terbentuknya makropori dari paduan Mg-Ca-Zn terlihat jelas menunjukkan akibat terlarutnya *space holder* pada waktu proses pelarutan NaCl dalam cairan gliserin+ethanol. Sedangkan mikro pori terbentuk proses *sintering* karena adanya proses difusi antar partikel pada saat proses *sintering*. Pori yang kecil biasanya terdistribusi di tengah-tengah, menghasilkan lubang panjang yang menyambung seperti terowongan sehingga membuat porositas terbuka (*open cell*). Dinding sel atau perbatasan antara dua mikropori dengan interval yang besar dan dikelilingi pori kecil yang banyak serta dimensi yang tidak seragam, dikhawatirkan bisa mengganggu fungsinya dalam pertumbuhan jaringan tulang. Mikropori dapat

pula terjadi akibat densifikasi ketika proses *sintering*. Diameter pori yang kecil terutama ditentukan oleh tekanan infiltrasi, besarnya partikel garam serta sudut pembasahan antara logam paduan Mg cair ketika *sintering* dengan partikel NaCl [19].

Diketahui dengan meningkatnya temperatur pemanasan, reaksi yang terjadi semakin tinggi. Hal ini membuat batas butir mulai berpindah sehingga butir mulai bertumbuh, terbentuknya saluran yang saling berhubungan sehingga intensitas ikatan antar unsur semakin tinggi yang membuat paduan semakin rapat. Kecepatan ikatan dipengaruhi oleh temperatur sebagai energi penggerak yang menyebabkan difusi antar batas butir dan terjadi penyusutan porositas yang akan meningkatkan densitas dan meningkatkan kekuatan. Selain itu, terbentuknya mikro pori juga diakibatkan oleh penguapan Zn karena pengaruh temperatur. Pada temperatur *sintering* 600 dan 650  $^{\circ}\text{C}$  temperatur terlalu tinggi untuk Zn, sehingga membentuk mikro pori pada paduan Mg-Ca-Zn [20].

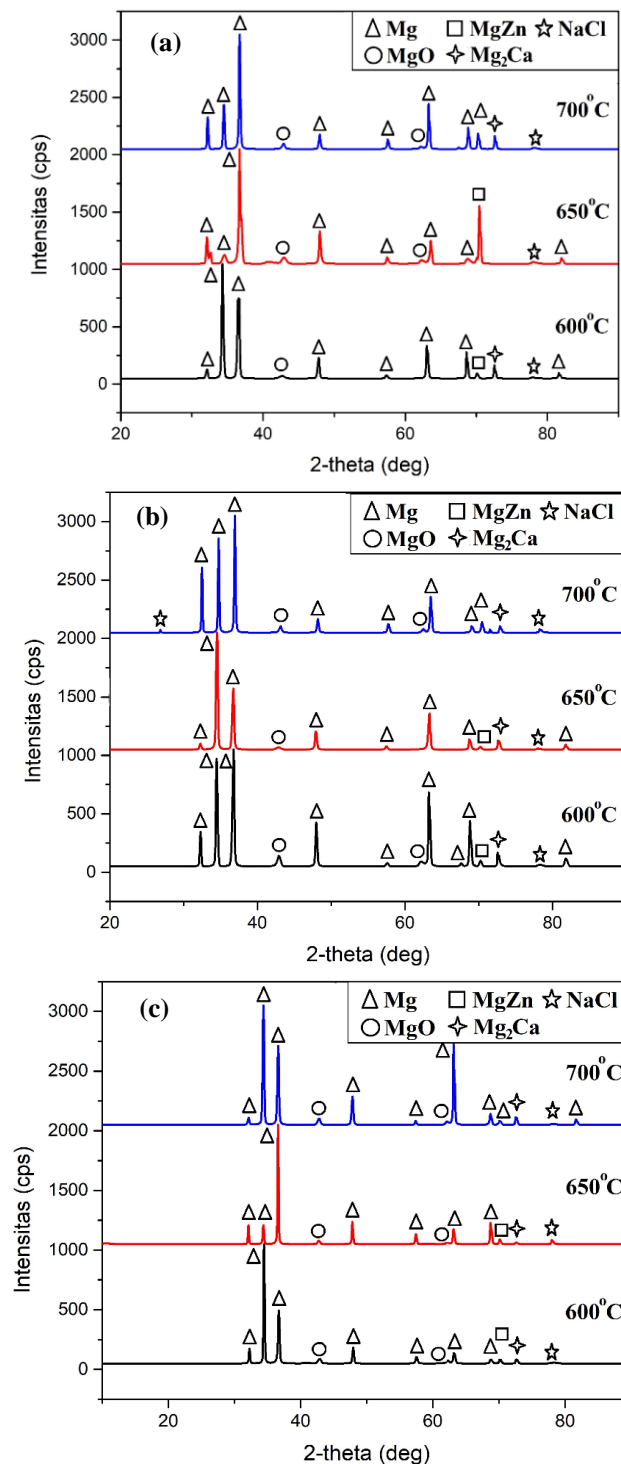




Gambar 2. Hasil *mapping* unsur dengan SEM-EDX perbesaran 500X pada paduan Mg-Ca-Zn dengan komposisi NaCl 10% berat pada temperatur 600°C : (a) O, (b) Na, (c) Mg, (d) Cl, (e) Ca, dan (f) Zn

Dari hasil SEM, dapat dilihat bahwa pori yang terbentuk dengan ukuran lebih besar terjadi pada temperatur *sintering* 600 °C dari pada temperatur 650 dan 700 °C. Hal ini menunjukkan bahwa peningkatan temperatur *sintering* mengakibatkan terjadinya penyusutan pori antara batas butir (*grain boundary*) dan diikuti oleh pertumbuhan *grain* serta peningkatan ikatan antar partikel yang

berdekatan. Pada temperatur 650 °C, diperkirakan bahwa Mg telah mengalami proses leleh sehingga viskositas meningkat. Pada metode metalurgi serbuk, semakin tinggi temperatur *sintering* hingga mendekati temperatur leleh logam cair, akan menghasilkan viskositas yang lebih tinggi dibandingkan dengan temperatur sinter yang jauh di bawah temperatur



Gambar 3. Hasil uji XRD campuran serbuk dan *sintering* paduan Mg-Zn-Ca pada temperatur 600, 650 dan 700 °C dengan komposisi NaCl (%berat) : (a) 5, (b) 10, dan (c) 20

leleh logam, sehingga penghilangan NaCl melalui pelindian akan lebih sulit karena larutan juga akan sulit menembus dinding antar partikel logam paduan. Berbeda dengan temperatur 600 °C, di bawah temperatur leleh, logam ikatan yang terbentuk tidak terlalu kuat sehingga pada saat penghilangan NaCl dengan larutan lebih mudah terjadi.

Dari pengamatan struktur mikro pada Gambar 1 juga terlihat adanya retak mikro (*micro cracking*). Retak mikro ini dihasilkan karena sisa

NaCl yang masih tertinggal pada paduan Mg-Ca-Zn selama proses pelarutan yang belum sempurna dan dapat menginisiasi kerusakan paduan Mg. Sifat NaCl yang higroskopis dan rapuh (*brittle*) akan mengawali pembentukan *crack*. Terlihat NaCl menyebabkan kerusakan berupa korosi sumuran pada permukaan paduan, yaitu terbentuknya retakan seperti bentuk jarum. Retakan terbentuk pada saat proses *sintering*, dimana akan terjadi korosi pada saat pemanasan. Sifat NaCl yang higroskopis akan mempermudah



Mg mengalami korosi. Namun, adanya residu NaCl dianggap bahwa partikel-partikel NaCl ini dapat menahan perambatan retak dalam proses deformasi kompresi. Karena itu, matriks magnesium yang diperkuat oleh partikel NaCl dapat menunjukkan kekuatan yang lebih tinggi, dibandingkan dengan magnesium murni berpori [21].

Hasil analisa kuantitatif unsur menggunakan *mapping* EDX, terlihat di semua komposisi NaCl masih meninggalkan unsur Na dan Cl pada paduan Mg-Ca-Zn. Ini menjadikan penghilangan *space holder* NaCl dengan larutan gliserin+ethanol selama 48 jam belum sempurna, residu NaCl masih tertinggal pada paduan Mg-Ca-Zn. Pada Gambar 2, merupakan contoh *mapping* EDX komposisi NaCl 10% berat pada temperatur *sintering* 600 °C.

Dari keseluruhan komposisi paduan Mg-Ca-Zn terdapat unsur O karena adanya proses oksidasi pada saat *sintering*. Ini menunjukkan terjadi proses oksidasi sulit dihindari pada saat proses *sintering*, meskipun sudah menggunakan gas argon agar atmosfer inert untuk menghindari proses oksidasi. Adapun O merupakan unsur yang tidak masuk dalam rancangan perhitungan sintesis paduan Mg-Ca-Zn namun memiliki kadar yang lebih banyak dari unsur awal paduan Mg-Ca-Zn yaitu Zn dan Ca. Unsur O lebih banyak pada komposisi NaCl 5%, dimana Mg yang digunakan sebagai unsur mayor lebih banyak daripada komposisi NaCl 10% dan 20%. Mg sangat mudah teroksidasi karena memiliki afinitas elektron yang tinggi, hal ini menunjukkan bahwa semakin banyaknya Mg maka akan semakin tinggi oksida yang dihasilkan.

### 3.2 Analisa XRD

Pengujian XRD pada penelitian ini dilakukan untuk mengetahui fasa yang ada dalam paduan Mg-Zn-Ca menggunakan *space holder* NaCl yang disintesis dengan metode metalurgi serbuk. Gambar 3 memperlihatkan hasil difraksi pada sintesis logam berpori Mg-Zn-Ca-NaCl dengan variasi komposisi NaCl (%berat) 5, 10 dan 20 pada temperatur 600, 650 dan 700 °C waktu tahan 3 jam dengan NaCl sebagai *space holder* setelah proses *sintering* dan penghilangan NaCl dari paduan Mg-Ca-Zn. Dari hasil difraksi hasil pencelupan dalam larutan etanol dan gliserin selama 48 jam mengindikasikan bahwa partikel garam sebagai *space holder* pada lapisan dalam dari paduan Mg masih mengindikasikan terdapatnya senyawa NaCl.

Analisis XRD menggunakan bantuan perangkat lunak *highscore plus*. Hasil pengujian XRD pada paduan Mg-Ca-Zn dengan variasi

temperatur *sintering* dan variasi komposisi NaCl ditampilkan pada Gambar 3.

Dari grafik XRD menunjukkan bahwa fasa-fasa yang terbentuk memiliki kesamaan seperti Mg, MgO, MgZn and NaCl. Juga dapat dilihat bahwa *space holder* NaCl pada paduan Mg-Ca-Zn tidak banyak memberikan pengaruh yang berbeda dari puncak-puncak karakteristik fasa yang terbentuk. Dari fasa yang terbentuk, terdapat senyawa oksida yaitu fasa MgO pada tiap pola XRD. Perbedaan yang tampak adalah tinggi puncak difraksi dimana puncak-puncak fasa MgO mengalami penurunan pada setiap peningkatan variasi temperatur *sintering*, hal ini menunjukkan semakin banyaknya Mg yang berikatan dengan oksigen. Ini dimungkinkan karena semakin tinggi temperatur, porositas semakin turun akibat proses densifikasi sehingga menyebabkan luas permukaan butir semakin kecil dan reaktivitas terhadap oksigen semakin menurun. Salah satu kelemahan metalurgi serbuk yaitu memiliki luas permukaan yang tinggi sehingga reaktif terhadap oksidasi.

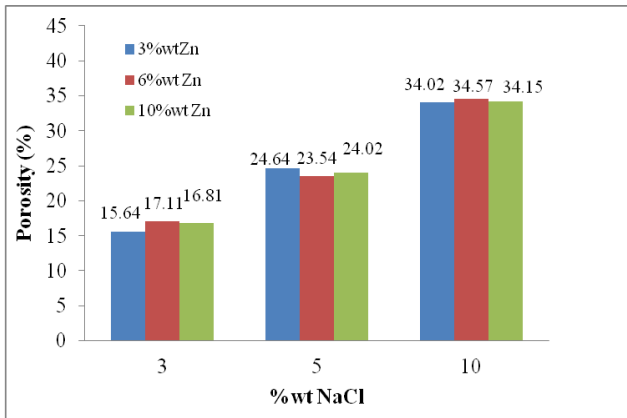
Paduan Zn pada fasa intermetalik MgZn merupakan fasa yang tidak stabil secara termal, sehingga meningkatkan sifat kekuatan dan ketahanan mulur (*creep*). Fasa Mg-Zn akan membentuk intermetalik dan akan mempengaruhi sifat mekanik paduan Mg, dimana diketahui akan meningkatkan kekerasan paduan Mg-Zn-Ca [22]. Namun fasa intermetalik ini juga dapat menyebabkan korosi galvanik dan kerapuhan (*brittleness*) sehingga dalam jumlah tertentu dapat menurunkan laju korosi paduan Mg [23].

### 3.3 Pengujian Porositas

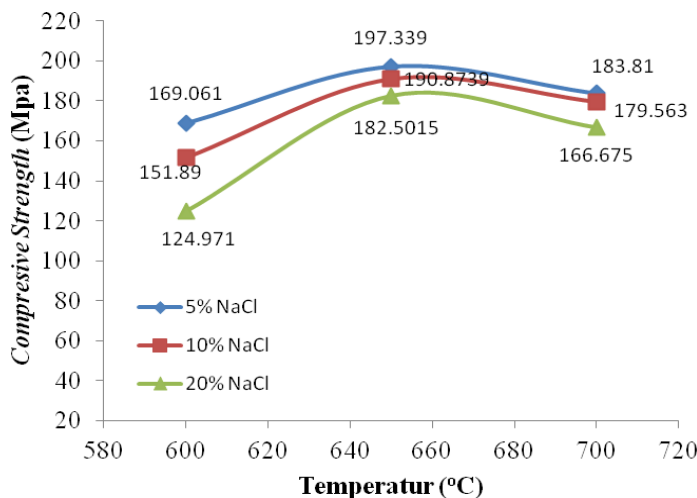
Dari hasil pengujian porositas, menunjukkan struktur pori bersifat heterogen dan berbentuk bulat dengan sel tertutup. Porositas paduan magnesium berpori yang diperoleh dengan menggunakan metode metalurgi serbuk ini bervariasi yaitu dalam kisaran 15,64-34,57%. Ukuran pori rata-rata bervariasi antara 10-500 µm, dan berubah dengan kandungan *space holder* serta temperatur *sintering*. Dari Gambar 4, dapat terlihat bahwa semakin banyak prosentase NaCl yang ditambahkan pada Mg-Zn-Ca, akan meningkatkan nilai porositas dari paduan tersebut. Nilai porositas terendah terdapat pada komposisi NaCl 5% berat yaitu 15,64% porositas. Sedangkan nilai porositas tertinggi terdapat pada komposisi NaCl 20% berat sekitar 34,57% porositas yang terbentuk.

Tren besarnya porositas yang terbentuk berdasarkan Gambar 4, terlihat bahwa pada setiap %berat NaCl yang sama baik 5, 10 dan 20 pada setiap temperatur *sintering* yang berbeda,

menghasilkan besar porositas yang nilainya tidak jauh berbeda. Hal ini mengindikasikan bahwa banyaknya pori yang terbentuk pada logam paduan Mg-Ca-Zn sangat dominan dipengaruhi oleh banyaknya NaCl yang terdissolusi di dalam larutan etanol dan gliserin. Semakin banyak NaCl yang larut, maka pori yang terbentuk akan semakin banyak.



Gambar 4. Hasil uji porositas dalam paduan Mg-Ca-Zn dengan variasi penambahan Zn dan *space holder* NaCl



Gambar 5. Hasil uji kompresi dalam paduan Mg-Ca-Zn dengan variasi *space holder* NaCl

Porositas diperlukan untuk mengakomodasi proliferasi sel yang akan membentuk jaringan tulang. Porositas dengan interkoneksi yang tinggi serta distribusi dan ukuran pori yang seragam juga sangat diinginkan sebagai media pelepasan metabolisme dan nutrisi bagi sel pembangun tulang. Logam berpori yang bioaktif juga dapat meningkatkan interaksi sel biomaterial, sel proliferasi, adesi serta pertumbuhan dan migrasi sel [24]. Meskipun porositas akan mengurangi sifat mekanik dari material, namun hal yang paling penting adalah paduan Mg berpori masih memiliki kekuatan yang mendekati tulang asli *cortical bone* dengan porositas hingga 30% [25].

### 3.4 Pengujian Tekan

Sifat mekanik dari paduan Mg berpori harus sesuai dengan target sebagai material untuk mensubstitusi implan tulang salah satunya sifat mekaniknya. Dari Gambar 5, pengujian tekan (*compressive test*) yang telah dilakukan, pada pengaruh komposisi NaCl dan temperatur *sintering*, diperoleh bahwa nilai kekuatan tekan yang paling tinggi pada paduan dengan temperatur *sintering* 650 °C adalah 197,339 MPa dengan 5% berat NaCl, nilai pengujian tekan yang paling rendah pada paduan dengan temperatur *sintering* 600 °C adalah 124,971 MPa dengan 20% berat NaCl. Dari pengujian pengujian tekan yang telah dilakukan, pada pengaruh komposisi NaCl terhadap kekuatan tekan dapat dilihat, bahwa semakin banyak penambahan NaCl pada paduan maka akan menurunkan sifat kuat tekan dari paduan.

Banyaknya *space holder* NaCl yang terlarut dalam larutan etanol dan gliserin menyebabkan pori yang terbentuk juga semakin banyak, sehingga dinding sel Mg berpori menjadi tipis dan sangat lemah sehingga dapat menurunkan sifat kuat tekan [26], sehingga 20% berat NaCl

pada paduan Mg memiliki nilai kuat tekan terendah. Sedangkan porositas terendah pada komposisi 5% berat NaCl dimana pori yang dihasilkan juga cukup rendah.

Porositas juga merupakan pusat konsentrasi tegangan eksternal yang dapat menurunkan kemampuan material dalam menahan beban eksternal. Keberadaan porositas yang tidak homogen dapat menyebabkan penurunan sifat mekanik material. Pengaruh temperatur terhadap kuat tekan dapat dilihat dari setiap kenaikan temperatur. Diketahui dengan meningkatnya temperatur pemanasan, reaksi yang terjadi semakin tinggi. Hal ini membuat batas butir mulai berpindah sehingga butir mulai tumbuh.

Terbentuk saluran yang saling berhubungan sehingga intensitas ikatan antar unsur semakin tinggi yang membuat paduan semakin rapat, namun mengalami penurunan pada temperatur 700 °C. Kondisi ini dikarenakan tidak terbentuknya fasa Mg-Zn pada temperatur tinggi karena sifatnya yang tidak stabil sehingga kekuatan tekanpun menurun.

Logam paduan Mg-Ca-Zn berpori dengan porositas yang berbeda menghasilkan kekuatan kompresi yang berbeda pula, yang juga dipengaruhi oleh jumlah NaCl sebagai sumber porositas. Sebagai hasil kompresi uniaksial, deformasi menyebar melalui pori, akhirnya menghasilkan sekelompok sel yang runtuh. Kekuatan tekan (*compressive strength*) dari paduan Mg-Ca-Zn berpori yang dihasilkan pada penelitian ini yaitu 124-197 MPa dengan porositas yaitu antara 15 – 34%, dimana sesuai dengan sifat mekanik dari *cancellous bone* dan *cortical bone* [25],[27].

#### 4. KESIMPULAN

Hasil studi menunjukkan bahwa logam paduan magnesium, kalsium dan seng dapat dibuat menjadi struktur berpori dengan menggunakan *space holder* NaCl sebagai sumber pori melalui metode metalurgi serbuk. Bentuk pori yang dihasilkan heterogen dengan ukuran bervariasi antara 30-500µm serta volume porositas dalam paduan berkisar 15,64-34,57%. Komposisi NaCl sebagai *space holder* memiliki peranan yang amat penting dalam menentukan besarnya pori yang tercipta pada paduan. Begitu juga proses penghilangan NaCl setelah *sinter* memiliki kontribusi penting terhadap struktur mikro dan morfologi porositas. Berdasarkan uji porositas, komposisi 20% NaCl sebagai *space holder* memiliki porositas tertinggi sekitar 34% dengan kekuatan tekan tertinggi dengan komposisi 5% berat NaCl pada temperatur sinter 650 °C yaitu 194 MPa. Porositas pada paduan Mg-Ca-Zn paduan logam Mg-Ca-Zn dengan *space holder* NaCl memiliki kecenderungan *closed cell* atau pori tertutup. Studi ini juga menggambarkan bahwa porositas dan kekuatan yang dihasilkan mendekati sifat tulang *cortical* dan *cancellous bone* pada tubuh manusia.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini didanai oleh INSINAS tahun 2018 Pusat Penelitian Metalurgidan Material Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia. Penulis mengucapkan terimakasih kepada Kementerian RISTEK DIKTI serta semua tim yang terlibat dalam penelitian ini.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] L. Lefebvre, J. Banhart, dan D.C. Dunand, "Porous metals and metallic foams : Current status and recent developments," *Advanced Engineering Materials*, vol. 10(9), pp. 775–787, 2008.
- [2] S. Chiras, D. R. Mumm, A. G. Evans, N. Wicks, J. W. Hutchinson, K. Dharmasena, H. N. G. Wadley, dan S. Fichter, "The structural performance of near-optimized truss core panels," *International Journal of Solids and Structures*, vol. 39(15), pp. 4093–4115, 2002.
- [3] A. J. T. Clemow, A. M. Weinstein, J. J. Klawitter, J. Koeneman, dan J. Anderson, "Interface mechanics of porous titanium implants," *J. Biomed. Mater. Res.*, vol. 15, pp. 73–82, 1981.
- [4] E. Tsuruga, H. Takita, H. Itoh, Y. Wakisaka, dan Y. Kuboki, "Pore size of porous hydroxyapatite as the cell-substratum controls BMP- induced osteogenesis," *J Biochem.*, vol. 121, pp. 317–324, 1997.
- [5] S. Yang, K. F. Leong, Z. Du, dan C. Chua, "The design of scaffolds for use in tissue engineering. Part I. traditional factors," *Tissue Eng.*, vol. 7(6), pp. 679–689, 2001.
- [6] K. Alvarez dan H. Nakajima, "Metallic scaffolds for bone regeneration," *Materials*, vol. 2, pp. 790–832, 2009.
- [7] S. J. Hollister, "Porous scaffold design for tissue engineering," *Nat. Mater.*, vol. 4, pp. 518–524, 2005.
- [8] V. Karageorgiou dan D. Kaplan, "Porosity of 3D biomaterial scaffolds and osteogenesis," *Biomaterials*, vol. 26, pp. 5474–5491, 2005.
- [9] F. Witte, H. Ulrich, M. Rudert, dan E. Willbold, "Biodegradable magnesium scaffolds: Part I: Appropriate inflammatory response," *J. Biomed. Mater. Res. A*, vol. 81, pp. 748–756, 2007.
- [10] F. Witte, H. Ulrich, C. Palm, dan E. Willbold, "Biodegradable magnesium scaffolds: Part II: Peri-implant bone remodeling," *J. Biomed. Mater. Res. A*, vol. 81, pp. 757–765, 2007.
- [11] Y. Bi, Y. Zheng, dan Y. Li, "Microstructure and mechanical properties of sintered porous magnesium using polymethyl methacrylate as the space holder," *Mater. Lett.*, vol. 161, pp. 583–586, 2015.
- [12] X. C. Xia, X. W. Chen, Z. Zhang, X. Chen, W. M. Zhao, B. Liao, dan B. Hur, "Effects of porosity and pore size on the compressive properties of closed-cell Mg alloy foam," *J. Magnes. Alloy.*, vol. 1, pp. 330–335, 2013.

- [13] J. Banhart, "Manufacture, characterization and application of cellular metals and metal foams," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 46, pp. 559–632, 2001.
- [14] Y. Yamada, K. Shimojima, Y. Sakaguchi, M. Mabuchi, M. Nakamura, T. Asahina, T. Mukai, H. Kanahashi, dan K. Higashi, "Processing of an open-cellular AZ91 magnesium alloy with a low density of 0.05 g/cm<sup>3</sup>," *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 18, pp. 1477–1480, 1999.
- [15] N. Tuncer dan G. Arslan, "Designing compressive properties of titanium foams," *J. Mater. Sci.*, vol. 44(6), pp. 1477–1484, 2009.
- [16] P. Patnaik, *Handbook of Inorganic Chemicals*, NY: McGraw-Hill, 2003.
- [17] M. Gupta dan N. M. L. Sharon, *Magnesium, magnesium alloys, and magnesium composites*, NJ: Wiley, 2010.
- [18] K. Yang dan L. Tan, "Control of biodegradation of magnesium (Mg) alloys for medical applications," *Corrosion Prevention of Magnesium Alloys*, pp. 509–543, 2013.
- [19] Y. Li, X. Wang, X. Wang, Y. Ren, F. Han, dan C. Wen, "Sound absorption characteristics of aluminum foam with spherical cells," *J. Appl. Phys.* 110 pp. 1–7, 2011.
- [20] Y. Zhou, A. Jiang, dan J. Liu, "The effect of sintering temperature to the microstructure and properties of AZ91 magnesium alloy by powder metallurgy," *Applied Mechanics and Materials*, vol. 377, pp. 250–254, 2013.
- [21] X. Zhang, X. Li, J. Li, dan X. Sun, "Processing, microstructure and mechanical properties of biomedical magnesium with a specific two-layer structure," *Prog. Nat. Sci. Mater. Int.*, vol. 23, pp. 183–189, 2013.
- [22] S. Cai, T. Lei, N. Li, dan F. Feng, "Effects of Zn on microstructure, mechanical properties and corrosion behavior of Mg-Zn alloys," *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 32, pp. 2570–2577, 2012.
- [23] H.R. Bakhsheshi-Rad, E. Hamzah, A. Fereidouni-Lotfabadi, M. Daroonparvar, M. A. M. Yajid, M. Mezbahul-Islam, M. Kasiri-Asgarani, dan M. Medraj, "Microstructure and bio-corrosion behavior of Mg-Zn and Mg-Zn-Ca alloys for biomedical applications," *Mater. Corros.*, vol. 65, pp. 1178–1187, 2014.
- [24] A. H. Yusop, A. A. Bakir, N. A. Shaharom, M. R. A. Kadir, dan H. Hermawan, "Porous biodegradable metals for hard tissue scaffolds: A Review," *Int. J. Biomat.*, vol. 2012, 2012.
- [25] S. Lee, M. Porter, S. Wasko, G. Lau, P. Chen, E. E. Novitskaya, A. P. Tomsia, A. Almutairi, M. A. Meyers, dan J. Mckittrick, "Potential bone replacement materials prepared by two methods," *MRS Proceedings*, vol. 1418, 2012.
- [26] Z. Hussain dan N. S. A. Suffin, "Microstructure and mechanical behaviour of aluminium foam produced by sintering dissolution process using NaCl space holder," *J. Eng. Sci.*, vol. 7, pp. 37–49, 2011.
- [27] C. E. Wen, Y. Yamada, K. Shimojima, Y. Chino, H. Hosokawa, dan M. Mabuchi, "Compressibility of porous magnesium foam: dependency on porosity and pore size," *Mat. Lett.*, vol. 58, pp. 357–360, 2004.



## STUDI AWAL STRUKTUR-MIKRO DAN PERILAKU OKSIDASI *HIGH ENTROPY ALLOYS* MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, DAN MoCrFeSiMnB

Didik Aryanto\*, Toto Sudiro, Agus Sukarto Wismogroho, Wahyu Bambang Widayatno, Perdamean Sebayang

Pusat Penelitian Fisika - LIPI

Gedung 440 Kawasan Puspitek, Serpong, Tangerang Selatan, Indonesia 15310

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

Masuk tanggal: 27-10-2018, revisi tanggal : 27-12-2018, diterima untuk diterbitkan tanggal : 09 -01-2019

### Intisari

Paduan entropi tinggi (HEA) MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, dan MoCrFeSiMnB telah difabrikasi dengan menggunakan teknik metalurgi serbuk. Profil struktur-mikro, kekerasan dan perilaku oksidasi dari paduan HEA tersebut dipelajari detil untuk mengetahui perbedaan karakteristik dari masing-masing paduan. Hasil analisis difraksi sinar-X menunjukkan bahwa HEA MoCrFeSiB dan MoCrFeSiMn memiliki kemiripan pola difraksi campuran fasa BCC (*body centered cubic*), FCC (*face centered cubic*), dan fasa yang kaya dengan Mo. Hasil yang berbeda ditunjukkan oleh HEA MoCrFeSiMnB, dimana fasa FCC menjadi lebih dominan, diikuti dengan kehadiran fasa yang kaya dengan Cr. Hasil pengamatan citra morfologi permukaan dengan mikroskop elektron mengindikasikan bahwa semua paduan HEA memiliki struktur berpori. HEA MoCrFeSiB dan MoCrFeSiMn menunjukkan morfologi yang mirip, dimana terdapat dua daerah dengan warna abu-abu gelap (dominan) dan abu-abu terang. Sementara HEA MoCrFeSiMnB memperlihatkan adanya tambahan struktur dendritik yang tidak didapatkan pada paduan HEA lainnya. Hasil EDX (*energy dispersive x-ray spectroscopy*) mengindikasikan bahwa daerah abu-abu gelap, abu-abu terang dan dendritik secara berurutan merupakan fasa HEA, fasa kaya Mo, dan fasa kaya Cr. Hasil uji kekerasan menunjukkan bahwa rata-rata nilai kekerasan HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn dan MoCrFeSiMnB setelah disinter pada 1200 °C secara berurutan adalah 537,70; 275,23 dan 627,31 HV. Perilaku oksidasi yang berbeda pada 900 dan 1000 °C diindikasikan oleh masing-masing paduan HEA pada uji oksidasi siklik 20×8-jam. Produk oksida yang terbentuk pada HEA setelah dioksidasi pada kedua suhu tersebut sangat kompleks, dimana unsur penyusun HEA sangat mempengaruhi ketahanan oksidasi dari paduan.

**Kata Kunci:** Panduan entropi tinggi, MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, MoCrFeSiMnB, oksidasi

### Abstract

MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, and MoCrFeSiMnB HEA (*high entropy alloys*) have been fabricated by using powder metallurgy. The microstructure profile, hardness and oxidation behaviour of HEA were studied thoroughly, in order to understand the characteristic differences of each alloy. The x-ray diffraction analysis results show that MoCrFeSiB and MoCrFeSiMn HEAs have similar diffraction pattern, which contain the mixture of BCC (*body centered cubic*), FCC (*face centered cubic*), and Mo-rich phase. In contrast, the fabricated MoCrFeSiMnB HEA exhibits the occurrence of FCC structure as a dominant phase, as well as the presence of the Cr-rich phase. The results of surface morphology observation using electron microscope indicate that all HEA alloys have porous structure. MoCrFeSiB and MoCrFeSiMn HEA show similar morphology, where two areas of dark gray (dominant) and light gray are observed. On the other hand, MoCrFeSiMnB HEA exhibits additional dendritic microstructure, which is not observed in other HEA alloys. The EDX (*energy dispersive x-ray spectroscopy*) results indicate that the dark gray, light gray and dendritic areas are HEA, Mo-rich, and Cr-rich phase, respectively. The result of hardness test shows that the average hardness values of MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn and MoCrFeSiMnB HEA after sintering at 1200 °C are 537.70; 275.23 and 627.31 HV, respectively. The different oxidation behaviours at 900 and 1000 °C were indicated by each HEA alloy on 20×8-h cyclic oxidation test. The formed oxide products after oxidation of HEA at both temperatures are very complex, where the constituent element of HEA greatly influences the oxidation resistance of the alloy.

**Keywords:** High entropy Alloys, MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, MoCrFeSiMnB, oxidation

## 1. PENDAHULUAN

Paduan konvensional merupakan paduan yang berisi satu atau dua unsur utama sebagai penyusunnya [1]-[3]. Berbagai unsur minor ditambahkan pada unsur utama untuk meningkatkan sifat dari paduan konvensional. Misalnya, paduan Fe, Al, Mg, Ni, dan Ti, dimana

unsur utama penyusunnya secara berurutan didasarkan pada unsur Fe, Al, Mg, Ni, dan Ti. Penggunaan hanya satu atau dua unsur utama tersebut membatasi jumlah paduan yang dapat dipelajari dan dimanfaatkan. Berdasarkan teori metalurgi konvensional, sistem paduan dengan unsur multi-prinsip dapat dengan mudah

mengarah pada pembentukan senyawa intermetalik atau senyawa rumit lainnya. Hal tersebut berakibat pada struktur mikro yang kompleks dan sifat mekanik yang buruk [4] sehingga akan membatasi dalam aplikasinya. Namun hasil penelitian dari pengembangan material baru yang terdiri dari lima unsur utama atau lebih dengan masing-masing konsentrasi unsur antara 5 sampai dengan 35 % atom (HEA) [1]-[5] menunjukkan bahwa pencampuran entropi yang lebih tinggi dalam paduan memfasilitasi pembentukan fase *solid solution* dengan struktur sederhana.

Konsep HEA (*high entropy alloy*) pertama kali diperkenalkan oleh Yeh, dkk. [6], dimana diberi nama HEA karena keadaan *solid solution* acaknya memiliki pencampuran entropi yang secara signifikan lebih tinggi daripada campuran konvensional [1]. Hasil penelitian sebelumnya telah mengungkapkan sifat dari HEA, seperti kekerasan yang tinggi [7], stabilitas termal yang baik [8], ketahanan aus dan ketahanan korosi yang sangat baik [9]-[10]. HEA biasanya disintesa atau difabrikasi dengan teknik *arc-melting (casting)* [11], *mechanical alloying* [3],[12], *vacuum hot pressing* [3], dan *spark plasma sintering* [4]. Namun, biaya bahan untuk HEA mungkin jauh lebih tinggi karena penambahan dari unsur paduan yang mahal, seperti Co, Ni, Cu, Ti, dan Cr. Penggunaan serbuk dengan kemurnian lebih dari 99% menambah biaya dalam fabrikasi HEA. Melihat poin tersebut, penggunaan bahan paduan Fe sebagai sumber unsur paduan memberikan solusi untuk masalah tersebut. HEA yang disusun berdasarkan unsur kombinasi dari paduan Fe dapat mengurangi biaya dalam fabrikasinya. Selain itu, sebagian besar penelitian HEA sebelumnya menggunakan unsur paduan Co [12]-[19], dimana sifatnya beracun.

Pada penelitian ini dilakukan sintesa HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn dan MoCrFeSiMnB dengan menggunakan bahan paduan Fe dan teknik metalurgi serbuk. Sifat fisis dan ketahanan oksidasi dari HEA dipelajari dengan menggunakan SEM (*scanning electron microscopy*), XRD (*x-ray diffractometry*) dan uji keras dengan metoda Vickers. Selain menggunakan bahan paduan Fe, HEA disusun tanpa ada unsur Co. Hal itu bertujuan untuk mengurangi biaya dan penelitian yang dilaporkan oleh Munitz, dkk. [20] menunjukkan bahwa unsur Co tidak memainkan peran sentral dalam mempromosikan matriks BCC (*body centered cubic*). HEA yang disintesa dari paduan Fe dan bebas unsur Co ini memenuhi konsep HEA yang hemat biaya dan hasil dari penelitian ini akan

memberikan panduan yang berguna untuk HEAs dalam aplikasi suhu tinggi.

## 2. METODOLOGI PENELITIAN

### 2.1 Preparasi Paduan HEA (*High Entropy Alloy*)

Serbuk MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, dan MoCrFeSiMnB dengan jumlah atom tidak sama dipreparasi dari paduan Fe dengan menggunakan teknik paduan mekanik (*mechanical alloying*). Bongkahan paduan Fe dihancurkan dan disaring untuk mendapatkan serbuk paduan Fe. Serbuk HEA (*high entropy alloy*) yang telah disiapkan dengan komposisi seperti disajikan pada Tabel 1 selanjutnya dicampur dan digiling kering selama 2 jam dan kemudian digiling basah selama 2 jam di dalam heksana. Proses pencampuran dan penggilingan menggunakan *shaker mill* (frekuensi osilasi 700/menit) dengan perbandingan bola dan serbuk adalah 2:15. Serbuk hasil penggilingan kemudian dikompaksi menggunakan penekan hidrolik pada suhu ruang dengan tekanan sebesar  $5,08 \times 10^3$  kgf. Selanjutnya, sampel paduan HEA disinter pada suhu 1200 °C selama 2 jam dalam tungku vakum.

Tabel 1. Komposisi unsur penyusun HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, dan MoCrFeSiMnB

HEA	Komposisi (% berat)				
	Fe-Mo	Fe-Cr	Fe-Si	Fe-B	Fe-Mn
MoCrFeSiB	37,5	37,5	12,5	12,5	-
MoCrFeSiMn	37,5	37,5	12,5	-	12,5
MoCrFeSiMnB	35	35	10	10	10

### 2.2 Uji Oksidasi Siklik

Ketahanan oksidasi dari HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, dan MoCrFeSiMnB diuji dengan eksperimen oksidasi siklik. Sebelum proses oksidasi siklik, dimensi sampel HEA diukur dengan menggunakan jangka sorong digital. Setiap pengukuran dimensi sampel HEA dilakukan tiga kali dan hasilnya dirata-rata.

Eksperimen oksidasi siklik dilakukan di dalam tungku *muffle* dengan lingkungan atmosfer pada suhu 900 dan 1000 °C. Setiap sampel HEA ditempatkan dalam cawan atau wadah alumina persegi untuk mencegah kontaminasi. Pada setiap oksidasi siklik, sampel HEA dimasukkan ke dalam tungku pada suhu tinggi selama 20 jam dan kemudian dikeluarkan untuk pendinginan selama 30 menit. Proses ini diulang sampai delapan siklus. Pertambahan berat dari sampel HEA diukur tiga kali dengan menggunakan timbangan digital dengan akurasi 0,01 mg dan hasilnya dirata-rata.



## 2.3 Karakterisasi

Struktur kristal dari HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, dan MoCrFeSiMnB setelah disinter dan diuji oksidasi diidentifikasi menggunakan XRD (Smartlab-Rigaku) dengan radiasi CuK $\alpha$ . Data XRD didapatkan sudut 2 $\theta$  dari 10° sampai 90° menggunakan ukuran langkah (*step size*) 0,01° dan waktu penghitungan (*counting time*) 0,25/menit. SEM dengan EDX (*energy dispersive x-ray spectroscopy*) (SEM Hitachi SU 3500-EDX Horiba X-max<sup>N</sup>) digunakan untuk mempelajari struktur mikro dari HEA. Unsur berat seperti Mo, Cr, Fe, Si dan Mn dapat dikuantifikasi menggunakan analisis EDX. Namun, elemen ringan seperti B (boron) dalam penelitian ini tidak dapat dikuantifikasi dengan cocok atau sesuai. Oleh karena itu, komposisi B pada HEA dalam penelitian tidak diikuti dalam penentuan komposisi secara kuantitatif. Kekerasan dari HEA diukur dengan alat uji keras mikro (*micro hardness tester*) LECO LM 100AT dengan beban 200 kgf dan waktu tahan 15 detik. Nilai kekerasan yang dilaporkan adalah rata-rata dari tujuh kali pengukuran.

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 3.1 Analisa Struktur

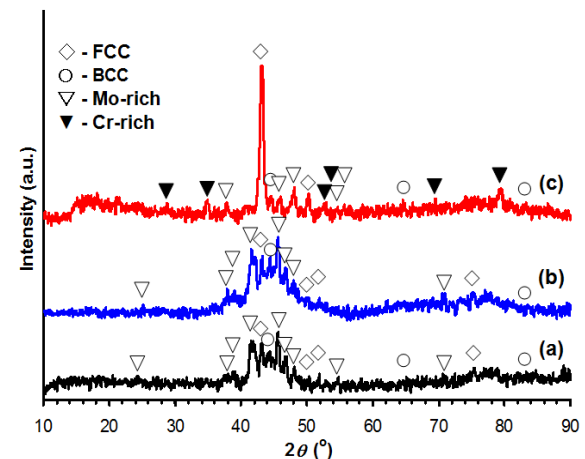
Gambar 1 menunjukkan pola XRD dari HEA (*high entropy alloy*) MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, dan MoCrFeSiMnB setelah disinter pada suhu 1200 °C. Hasil analisa XRD mengindikasikan bahwa HEA MoCrFeSiB dan MoCrFeSiMn memiliki campuran fasa BCC (*body centered cubic*), FCC (*face centered cubic*) dan kaya dengan Mo (*Mo-rich*). Sedangkan HEA MoCrFeSiMnB terdiri dari campuran fasa BCC, FCC, kaya dengan Mo dan kaya dengan Cr (*Cr-rich*). Pada Gambar 1 juga ditunjukkan pola XRD yang sangat berbeda dari HEA MoCrFeSiMnB, dimana terlihat puncak fasa FCC lebih dominan dibanding puncak yang lain. Peningkatan intensitas yang sangat signifikan pada fasa FCC diikuti dengan munculnya fasa kaya dengan Cr. Hal tersebut menunjukkan bahwa densifikasi pada suhu 1200 °C pada HEA MoCrFeSiMnB menghasilkan struktur FCC yang dominan dibanding struktur BCC. Pembentukan *solid solution* dari HEA dapat diprediksi dengan menentukan nilai entropinya, dimana kuantitas dari nilai entropi dapat dinyatakan dengan persamaan [5]:

$$\Delta S_{mix} = -R \sum_{i=1}^n c_i \ln c_i$$

dimana  $R$  adalah konstanta gas (8,314 J/K.mol),  $c_i$  adalah persen mol dari unsur. Hasil perhitungan disajikan dalam Tabel 2. Menurut Guo, dkk. [21]-[22], terjadi pembentukan solid solution pada HEA diindikasikan dengan nilai  $\Delta S_{mix}$  dalam rentang 11 sampai 19,5 J/K.mol. Hasil perhitungan entropi pada Tabel 2 dapat menguatkan hasil XRD, dimana terjadi pembentukan larutan padat (*solid solution*) sederhana dari HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, dan MoCrFeSiMnB.

Tabel 2. Paramater  $\Delta S_{mix}$  dari HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, dan MoCrFeSiMnB

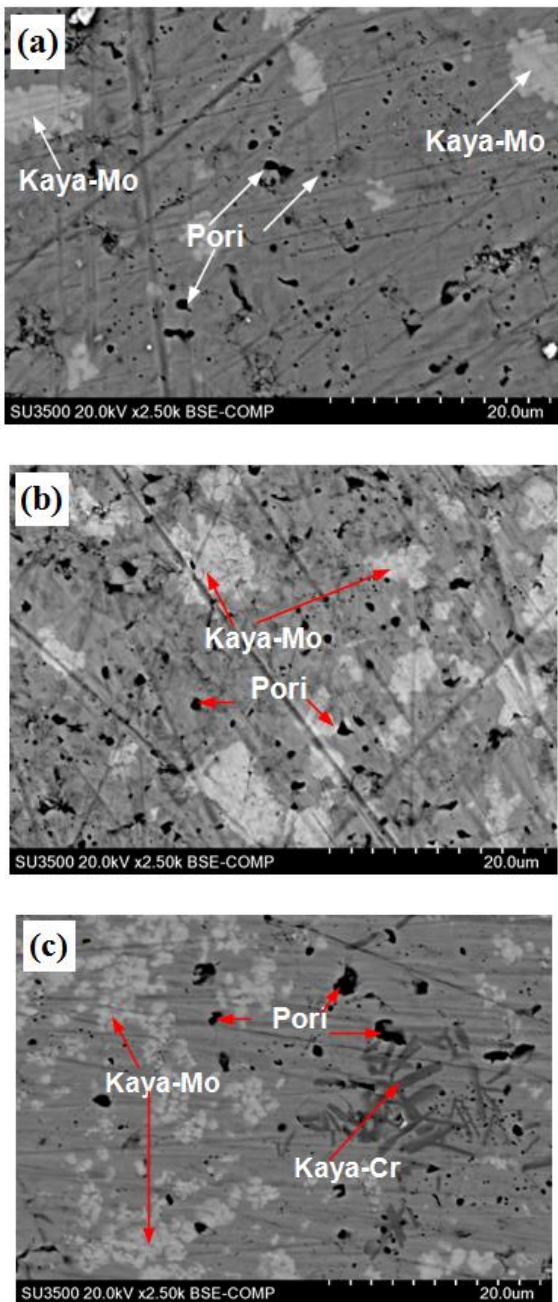
HEA	$\Delta S_{mix}$ (J/K.mol)
MoCrFeSiB	12,69
MoCrFeSiMn	12,77
MoCrFeSiMnB	13,83



Gambar 1. Pola XRD dari HEA (a) MoCrFeSiB, (b) MoCrFeSiMn, dan (c) MoCrFeSiMnB

Hasil citra SEM dari paduan HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn dan MoCrFeSiMnB yang disinter pada suhu 1200 °C ditunjukkan pada Gambar 2. Terlihat jelas pada Gambar 2 bahwa semua paduan HEA menunjukkan struktur berpori. Hal tersebut mengindikasikan bahwa proses konsolidasi atau pematatan selama sinter belum optimal. Selain itu, preparasi serbuk, proses kompaksi serbuk dan suhu sinter juga diyakini memberikan kontribusi pada struktur berpori dari hasil proses konsolidasi paduan HEA. Hasil citra SEM pada Gambar 2 juga menunjukkan bahwa batas butir pada semua paduan HEA tidak terlihat dengan jelas. Morfologi permukaan pada citra SEM dengan perbesaran yang rendah diyakini berkontribusi pada tidak teramatinya batas butir dari paduan HEA. Selain itu, proses preparasi paduan sebelum dikarakterisasi SEM juga ikut berperan.

Pada penelitian ini penghalusan permukaan dilakukan secara mekanik dan tidak diikuti dengan proses etsa atau proses kimia.



Gambar 2. Foto struktur mikro hasil SEM dari HEA : (a) MoCrFeSiB, (b) MoCrFeSiMn, dan (c) MoCrFeSiMnB

Pada Gambar 2, dapat dilihat bahwa HEA MoCrFeSiB dan MoCrFeSiMn memiliki morfologi permukaan yang hampir sama, dimana didominasi oleh daerah warna abu-abu gelap dan terdapat daerah seperti pulau-pulau dengan warna abu-abu terang. Jika diamati lebih detail, daerah dengan warna abu-abu terang pada HEA MoCrFeSiMn lebih banyak jumlahnya dan lebih luas jika dibanding dengan HEA MoCrFeSiB. Morfologi permukaan yang sangat berbeda

ditunjukkan pada HEA MoCrFeSiMnB, dimana daerah abu-abu gelap tetap dominan dengan adanya daerah abu-abu terang dalam bentuk pulau-pulau kecil yang berhubungan. Selain itu, terdapat struktur dendritik (seperti percabangan pohon). Hasil EDX dari morfologi permukaan HEA disajikan dalam Tabel 3. Unsur B (boron) tidak diikuti-sertakan dalam analisa kuantitatif karena termasuk unsur ringan (*light element*), dimana analisa kuantitatif dari EDX menghasilkan nilai yang tidak cocok atau sesuai. Daerah normal dalam Tabel 3 merupakan komposisi awal yang ditentukan dari perhitungan. Berdasarkan analisa EDX (Tabel 3), daerah abu-abu gelap merupakan HEA dan daerah abu-abu terang mengindikasikan HEA yang kaya dengan Mo. Sedangkan struktur dendritik (Tabel 3) menunjukkan daerah kaya dengan Cr. Hasil ini sesuai dengan penelitian yang dilaporkan oleh Zhang, dkk. [23], dimana paduan HEA AlCoCrCuFeNiSi<sub>0,5</sub> yang difabrikasi dengan *laser cladded* memiliki struktur dendritik yang kaya dengan unsur Cr dan Fe.

### 3.2 Analisa Kekerasan

Gambar 3 menunjukkan hasil dari pengukuran kekerasan-mikro *Vickers* dari HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn dan MoCrFeSiMnB yang disinter pada suhu 1200 °C. Rata-rata kekerasan dari HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn dan MoCrFeSiMnB setelah disinter dengan suhu 1200 °C secara berurutan adalah 537,70; 275,23 dan 627,31 HV. Meskipun struktur dan morfologi permukaan dari HEA MoCrFeSiB dan MoCrFeSiMn memiliki kesamaan (Gambar 2), namun nilai kekerasan jauh berbeda. Peningkatan kekerasan-mikro dapat dikaitkan dengan efek penguatan dari boron pada kekerasan *solid solution* dan penguatan batas butir [24]. Kedua hal tersebut secara efektif dapat menghambat gerakan dislokasi sehingga mengarah pada pengerasan HEA. Hasil ini diperkuat dengan nilai kekerasan-mikro HEA MoCrFeSiMnB, dimana nilainya lebih besar dari HEA MoCrFeSiB. Adanya unsur B mengarah pada pembentukan senyawa valensinya, dimana mengakibatkan pengerasan [1]. Nilai kekerasan dari HEA MoCrFeSiB (537,70 HV) dan MoCrFeSiMnB (627,31 HV) yang diperoleh dalam penelitian ini mendekati bahkan lebih besar jika dibandingkan dengan HEA yang difabrikasi dari unsur dan metode yang berbeda dari penelitian sebelumnya. Chen, dkk. [4] melaporkan efek unsur Al pada HEA FeNiCrCoAl<sub>x</sub>, dimana kekerasan yang diperoleh dalam rentang 110 HV sampai dengan 504 HV. HEA AlCrCuFeNiMn dan Al<sub>0,5</sub>CoCrFeMo<sub>0,5</sub>Ni yang dilaporkan oleh Matara,

dkk. [25] dan Zhuang, dkk. [26] secara berurutan memiliki kekerasan 575 V dan 571 HV. Sedangkan Jiang, dkk. [11] melaporkan bahwa penambahan unsur Ta pada HEA CoCrFeNiTa<sub>x</sub> menyebabkan peningkatan nilai kekerasan sampai dengan 550 HV. Nilai rata-rata kekerasan HEA MoCrFeSiMnB pada penelitian ini lebih tinggi jika dibanding dengan HEA FeNiCrCoAl<sub>x</sub>, AlCrCuFeNiMn, Al<sub>0,5</sub>CoCrFeMo<sub>0,5</sub> dan CoCrFeNiTa<sub>x</sub>.

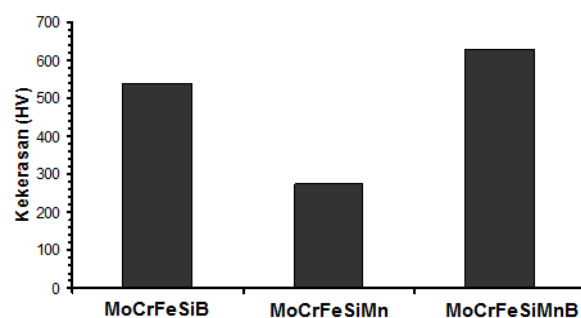
Tabel 3. Analisa SEM-EDX dari paduan HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn dan MoCrFeSiMnB

HEA	Daerah	Unsur (% atom)					
		Mo	Cr	Fe	Si	B	Mn
MoCrFeSiB	Normal	11,88	21,93	34,35	20,09	11,75	-
	Abu-abu terang	32,25	19,44	30,87	17,44	-	-
	Abu-abu gelap	12,75	32,86	33,80	10,59	-	-
MoCrFeSiMn	Normal	13,13	24,24	30,51	22,18	-	9,94
	Abu-abu terang	29,02	12,64	28,72	15,89	-	8,73
	Abu-abu gelap	10,67	26,88	37,71	18,19	-	7,55
MoCrFeSiMnB	Normal	11,43	21,11	33,28	17,08	9,68	7,42
	Abu-abu terang	36,02	31,27	21,76	5,93	-	5,02
	Abu-abu gelap	10,41	23,72	40,01	18,02	-	7,85
	<i>Dendritic</i>	3,25	63,22	22,71	2,98	-	7,84

### 3.3 Ketahanan Oksidasi

Gambar 4 menunjukkan kurva hasil uji oksidasi siklik HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn dan MoCrFeSiMnB pada suhu 900 dan 1000 °C. Terlihat hubungan antara pertambahan massa dari paduan HEA dengan jumlah siklus (8 kali), dimana masing-masing siklus 20 jam. Dalam semua kasus oksidasi, massa terakhir lebih tinggi dari yang awal. Selain itu, semua kasus menunjukkan pola kurva oksidasi dalam bentuk parabola dan akan mengalami saturasi jika lapisan oksidasi yang terbentuk sudah stabil. Namun, pada Gambar 4(a) dapat dilihat HEA MoCrFeSiMnB mengalami penurunan massa setelah siklus ke-3. Karakteristik tersebut dapat dianggap sebagai anomali dalam oksidasi siklik, karena material biasanya hanya memperoleh massa. Berkurangnya massa HEA MoCrFeSiMnB pada siklus ke-4 sampai ke-8 mungkin dikarenakan terjadinya spalasi. Jika paduan HEA yang diuji oksidasi mengalami spalasi terus menerus maka menyebabkan material mulai kehilangan massa [27]. Hasil uji oksidasi siklik pada suhu 900 °C menunjukkan bahwa HEA MoCrFeSiMn mengalami pertambahan massa yang lebih kecil dibanding paduan HEA yang lain, namun belum menunjukkan pola saturasi dalam 8 siklus. Beda halnya dengan HEA MoCrFeSiB, pertambahan massa yang signifikan pada siklus ke-4 dan ke-5,

dimana setelah itu kurva menunjukkan pola saturasi.

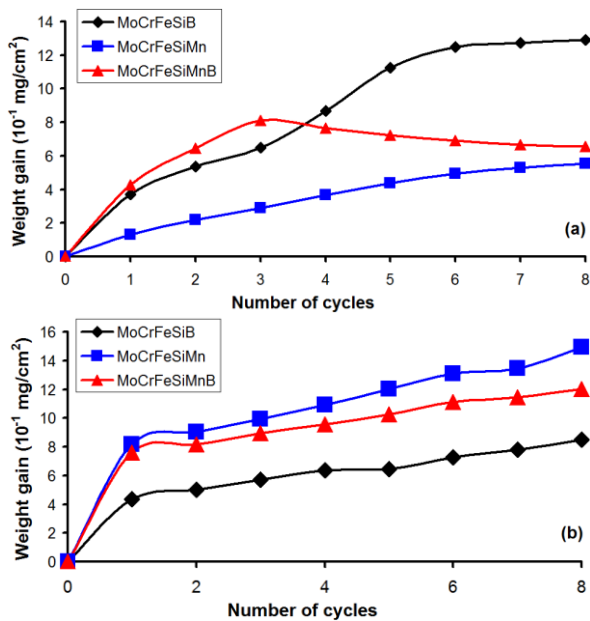


Gambar 3. Nilai rata-rata kekerasan dari HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, dan MoCrFeSiMnB

Kurva oksidasi HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn dan MoCrFeSiMnB selama 8 siklik pada suhu 1000 °C ditunjukkan pada Gambar 4(b). Terlihat pola kurva oksidasi dari paduan HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn dan MoCrFeSiMnB yang sama, dimana massa bertambah dengan bertambahnya siklik. Namun, terdapat perbedaan pada pertambahan massa dalam setiap siklusnya. Pertambahan massa setelah 8 siklik (160 jam) dari HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn dan MoCrFeSiMnB secara berurutan adalah 8,510; 12,016; dan 14,937 mg/cm<sup>2</sup>. Kenaikan massa yang lebih cepat terjadi pada paduan MoCrFeSiMn dan MoCrFeSiMnB. Hal ini mengindikasikan bahwa HEA MoCrFeSiB memiliki ketahanan oksidasi yang lebih baik pada suhu 1000 °C dibanding paduan HEA yang lain. Berdasarkan hasil uji oksidasi siklik pada suhu 900 dan 1000 °C menunjukkan karakteristik yang berbeda untuk masing-masing HEA. Hal ini mungkin dikarenakan karakteristik masing-masing unsur penyusun HEA yang berbeda ketika mendapat perlakuan panas pada suhu tertentu di lingkungan udara.

Fasa oksidasi yang terbentuk pada HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn dan MoCrFeSiMnB setelah uji oksidasi siklik (selama 8 siklik) pada suhu 900 dan 1000 °C dianalisis dengan XRD. Gambar 5 dan 6 menunjukkan pola XRD dari paduan HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn dan MoCrFeSiMnB setelah dioksidasi pada suhu 900 dan 1000 °C. Produk oksida yang terbentuk pada HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn dan MoCrFeSiMnB pada dasarnya terdiri dari Mo-O (Mo<sub>9</sub>O<sub>25</sub> atau Mo<sub>8</sub>O<sub>23</sub>) dan Si-O (SiO<sub>2</sub>). Selain itu, produk oksida lain juga terbentuk, seperti B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Cr<sub>2</sub>(SiO<sub>4</sub>), MnMoO<sub>4</sub>, CrO, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe-Si-O, Fe<sub>2</sub>(MoO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>, FeMn(SiO<sub>4</sub>) dan Fe-Cr-O.



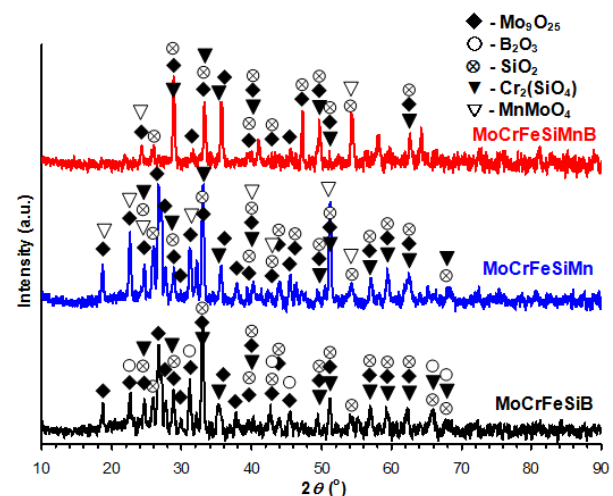


Gambar 4. Kurva pertambahan massa dari HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn dan MoCrFeSiMnB selama 8 siklik pada suhu ( $^{\circ}\text{C}$ ): (a) 900 dan (b) 1000

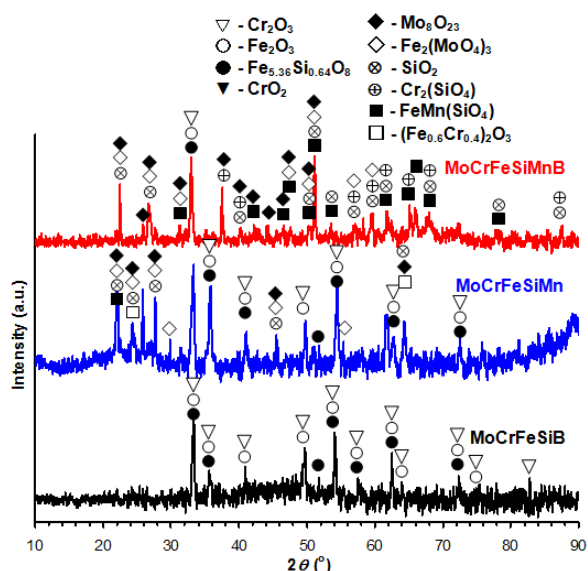
Pola XRD dari hasil oksidasi HEA pada suhu 900  $^{\circ}\text{C}$  (Gambar 5) menunjukkan bahwa tidak ada produk oksida Fe-O yang terbentuk. Hal ini mungkin dikarenakan adanya unsur Si dan Cr pada penyusun HEA yang memiliki afinitas terhadap  $\text{O}_2$  lebih besar daripada Fe [28]. Pada penelitian ini, Si dan Cr bereaksi dengan O membentuk lapisan oksida  $\text{Cr}_2(\text{SiO}_4)$ , sedangkan Si bereaksi dengan O membentuk  $\text{SiO}_2$ , dimana kedua produk oksida tersebut mengurangi peluang reaksi Fe dan O. Namun, produk oksida lain seperti seperti Mo-O,  $\text{B}_2\text{O}_3$  (produk dari unsur B) dan  $\text{MnMoO}_4$  (produk dari unsur Mn) juga terbentuk pada HEA. Pembentukan berbagai lapisan oksida tersebut diyakini menyebabkan ekspansi dan kontraksi volum yang mengakibatkan rongga atau celah dalam lapisan oksida [24]. Hal ini diindikasikan dengan bertambahnya massa dalam setiap siklus. Hasil yang berbeda pada HEA MoCrFeSiMnB mungkin dikarenakan produk oksida yang terbentuk dipermukaan lebih didominasi oleh fasa  $\text{Mo}_9\text{O}_{25}$  (identik dengan  $\text{MoO}_3$ ) yang diindikasikan dengan puncak XRD (Gambar 5) yang hampir sebagian besar teridentifikasi fasa  $\text{Mo}_9\text{O}_{25}$ . Produk oksida Mo-O khususnya  $\text{MoO}_3$  memiliki sifat mudah menguap pada suhu tinggi [28]. Sedangkan pada paduan HEA yang lain mungkin dapat dikatakan produk oksida lebih merata.

Gambar 6 menunjukkan pola XRD dari paduan HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn dan MoCrFeSiMnB setelah uji oksidasi siklik (8 siklik) pada suhu 1000  $^{\circ}\text{C}$ . Hasil analisa XRD mengindikasikan bahwa oksida yang terbentuk

pada permukaan paduan HEA cukup kompleks. Hal ini dikarenakan unsur yang sebelumnya dalam bentuk *solid solution*, ketika dipanaskan pada suhu 1000 $^{\circ}\text{C}$  di lingkungan udara akan bereaksi dengan  $\text{O}_2$ . Masing-masing unsur memiliki kecepatan difusi yang berbeda setelah terpapar panas dan selain itu memiliki afinitas terhadap  $\text{O}_2$  yang berbeda. Meskipun terbentuk  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , namun tidak serta merta menjadi penghalang masuknya oksigen ke dalam paduan. Hal tersebut dikarenakan selain  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  juga terbentuk oksida  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , Fe-Si-O,  $\text{Fe}_2(\text{MoO}_4)_3$ ,  $\text{FeMn}(\text{SiO}_4)$  dan Fe-Cr-O. Pembentukan  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  yang bersamaan dengan spinel ataupun produk oksida yang lain tidak dapat menjadi penghalang  $\text{O}_2$ , seperti dilaporkan oleh Salgado, dkk. [29]. Hasil analisis XRD dari HEA yang dioksidasi pada suhu 1000  $^{\circ}\text{C}$  pada HEA MoCrFeSiB tidak mengindikasikan terbentuknya fasa  $\text{B}_2\text{O}_3$ . Hal ini dikarenakan  $\text{Ba}_2\text{O}_3$  memiliki kemampuan untuk bereaksi dengan senyawa kromium silikat, sehingga diyakini pada suhu yang lebih tinggi (1000  $^{\circ}\text{C}$ ) dapat memecah ikatannya dan membentuk fasa kromium oksida yang lebih stabil [30]. Hasil tersebut menyebabkan tidak terjadi spalisasi pada paduan HEA yang dioksidasi pada suhu 1000  $^{\circ}\text{C}$ . Pertambahan massa terjadi selama 8 siklik sesuai dengan hasil uji oksidasi (Gambar 4). Produk oksida yang lebih kompleks dibanding hasil produk oksida pada suhu 900  $^{\circ}\text{C}$  diyakini menimbulkan rongga atau celah dalam lapisan oksida yang lebih besar. Fasa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  diyakini mempermudah difusi  $\text{O}_2$  kebagian dalam HEA, sehingga menyebabkan bertambahnya massa dalam setiap siklus. Hasil ini menguatkan dari kurva oksidasi (Gambar 4(b)), dimana dapat dikatakan setelah siklik ke-2 pertambahan massa semua paduan HEA linier.



Gambar 5. Pola XRD dari HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn dan MoCrFeSiMnB setelah uji oksidasi pada suhu 900  $^{\circ}\text{C}$



Gambar 6. Pola XRD dari HEA MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn dan MoCrFeSiMnB setelah uji oksidasi pada suhu 1000 °C

#### 4. KESIMPULAN

Telah dilakukan fabrikasi HEA (*high entropy alloys*) MoCrFeSiB, MoCrFeSiMn, dan MoCrFeSiMnB menggunakan teknik metalurgi serbuk. Hasil karakteristik struktur-mikro menunjukkan bahwa HEA MoCrFeSiB dan MoCrFeSiMn memiliki kemiripan morfologi dan pola XRD. Namun, hasil yang berbeda ditunjukkan oleh HEA MoCrFeSiMnB, dimana memiliki pola difraksi dominan fasa FCC. Semua paduan HEA memiliki struktur campuran fasa BCC, FCC, kaya dengan Mo (untuk MoCrFeSiB dan MoCrFeSiMn) dan kaya dengan Cr (untuk MoCrFeSiMnB). Hasil uji kekerasan mengindikasikan bahwa HEA MoCrFeSiMnB memiliki nilai kekerasan yang lebih tinggi dibanding dengan HEA FeNiCrCoAl<sub>x</sub>, AlCrCuFeNiMn, Al<sub>0.5</sub>CoCrFeMo<sub>0.5</sub> dan CoCrFeNiTa<sub>x</sub> dari penelitian sebelumnya. Kurva oksidasi pada suhu 900 dan 1000 °C yang menunjukkan perilaku oksidasi yang berbeda dari masing-masing HEA. Ketahanan oksidasi dari HEA dipengaruhi oleh produk oksida yang terbentuk pada HEA tersebut.

#### UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan trimakasih diberikan kepada Kementerian Riset, Teknologi, dan Pendidikan Tinggi, Indonesia yang telah mendukung dan mendanai penelitian ini melalui INSINAS dengan No. 013/P/RPL-LIPI/INSINAS-2/VII/2018. Para penulis juga berterima kasih kepada Pusat Penelitian Fisika-LIPI untuk fasilitas penelitian yang telah disediakan.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] M. H. Tsai dan J. W. Yeh, "High-entropy alloys: A critical review." *Materials Research Letters*, vol. 2, pp. 107-123, April 2014. <http://dx.doi.org/10.1080/21663831.2014.912690>.
- [2] X. Li, Z. Zheng, D. Dou, dan J. Li, "Microstructure and properties of coating of FeAlCuCrCoMn high entropy alloy deposited by direct current magnetron sputtering," *Materials Research*, vol. 19, pp. 802-806, June 2016. <http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2015-0536>.
- [3] C. Shang, E. Axinte, J. Sun, X. Li, P. Li, J. Du, P. Qiao, dan Y. Wang, "CoCrFeNi(W<sub>1-x</sub>Mo<sub>x</sub>) high-entropy alloy coatings with excellent mechanical properties and corrosion resistance prepared by mechanical alloying and hot pressing sintering," *Materials and Design*, vol. 117, pp. 193-202, March 2017. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2016.12.076>.
- [4] W. Chen, Z. Fu, S. Fang, H. Xiao, dan D. Zhu, "Alloying behavior, microstructure and mechanical properties in a FeNiCrCo<sub>0.3</sub>Al<sub>0.7</sub> high entropy alloy," *Materials and Design*, vol. 51, pp. 854-860, October 2013. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2013.04.061>.
- [5] S. Zhang, C. L. Wu, C. H. Zhang, M. Guan, dan J. Z. Tan, "Laser surface alloying of FeCoCrAlNi high-entropy alloy on 304 stainless steel to enhance corrosion and cavitation erosion resistance," *Optics & Laser Technology*, vol. 84, pp. 23-31, October 2016. <http://dx.doi.org/10.1016/j.optlastec.2016.04.011>.
- [6] J. W. Yeh, S. K. Chen, S. J. Lin, J. Y. Gan, T. S. Chin, T. T. Shun, C. H. Tsau, dan S. Y. Chang, "Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: novel alloy design concepts and outcomes," *Advanced Engineering Materials*, vol. 6, pp. 299-303, May 2004. <http://dx.doi.org/10.1002/adem.200300567>.
- [7] X. W. Qiu, dan C. G. Liu, "Microstructure and properties of Al<sub>2</sub>CrFeCoCuTiNi<sub>x</sub> high entropy alloys prepared by laser cladding," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 553, pp.216-220, March 2013. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.11.10>.

- [8] C. Huang, Y. Z. Zhang, J. Y. Shen, dan R. Vilar, "Thermal stability and oxidation resistance of laser clad TiVCrAlSi high entropy alloy coatings on Ti-6Al-4V alloy," *Surface and Coatings Technology*, vol. 206, pp. 1389-1395, December 2011. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2011.08.063>.
- [9] G. H. Meng, T. M. Yue, X. Lin, H. O. Yang, H. Xie, dan X. Ding, "Laser surface forming of AlCoCrCuFeNi particle reinforced AZ91D matrix composites," *Optics & Laser Technology*, vol. 70, pp. 119-127, July 2015. <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2015.02.001>.
- [10] C. M. Lin, dan H. L. Tsai. "Evolution of microstructure, hardness, and corrosion properties of high-entropy Al<sub>0.5</sub>CoCrFeNi alloy," *Intermetallics*, vol. 19, pp. 288-294, March 2011. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2010.10.008>.
- [11] H. Jiang, K. Han, D. Qiao, Y. Lu, Z. Cao, dan T. Li, "Effects of Ta Addition on the Microstructures and Mechanical Properties of CoCrFeNi High Entropy Alloy," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 210, pp. 43-48, May 2018. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2017.05.056>.
- [12] M. Murali, S. P. K. Babu, B. J. Krishna, dan A. Vallimanalan, "Synthesis and characterization of AlCoCrCuFeZn<sub>x</sub> high-entropy alloy by mechanical alloying," *Progress in Natural Science: Materials International*, vol. 26, pp. 380-384, August 2016. <http://dx.doi.org/10.1016/j.pnsc.2016.06.008>
- [13] X. F. Wang, Y. Zhang, Y. Qiao, dan G. L. Chen. "Novel microstructure and properties of multicomponent CoCrCuFeNiTi<sub>x</sub> alloys," *Intermetallics*, vol. 15, pp. 357-362, March 2007. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2006.08.005>.
- [14] K. B. Zhang, Z. Y. Fu, J. Y. Zhang, J. Shi, W. M. Wang, H. Wang, Y. C. Wang, dan Q. J. Zhang, "Nanocrystalline CoCrFeNiCuAl high-entropy solid solution synthesized by mechanical alloying," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 485, pp. L31-L34, October 2009. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.05.144>.
- [15] Z. Fu, W. Chen, H. Xiao, L. Zhou, D. Zhu, dan S. Yang, "Fabrication and properties of nanocrystalline Co<sub>0.5</sub>FeNiCrTi<sub>0.5</sub> high entropy alloy by MA-SPS technique," *Materials and Design*, vol. 44, pp. 535-539, February 2013. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2012.08.048>.
- [16] N. G. Jones, J. W. Aveson, A. Bhowmik, B. D. Conduit, dan H. J. Stone, "On the entropic stabilisation of an Al<sub>0.5</sub>CrFeCoNiCu high entropy alloy," *Intermetallics*, vol. 54, pp. 148-153, November 2014. <http://dx.doi.org/10.1016/j.intermet.2014.06.004>.
- [17] N. G. Jones, R. Izzo, P. M. Mignanelli, K. A. Christofidou, dan H. J. Stone, "Phase evolution in an Al<sub>0.5</sub>CrFeCoNiCu High Entropy Alloy," *Intermetallics*, vol. 71, pp. 43-50, April 2016. <http://dx.doi.org/10.1016/j.intermet.2015.12.001>.
- [18] G. Laplanche, U. F. Volkert, G. Eggeler, dan E. P. George, "Oxidation Behavior of the CrMnFeCoNi High-Entropy Alloy," *Oxidation Metals*, vol. 85, pp. 629-645, June 2016. <http://dx.doi.org/10.1007/s11085-016-9616-1>.
- [19] Q. Ye, K. Feng, Z. Li, F. Lu, R. Li, J. Huang, dan Y. Wu, "Microstructure and corrosion properties of CrMnFeCoNi high entropy alloy coating," *Applied Surface Science*, vol. 396, pp. 1420-1426, February 2017. <http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.11.176>.
- [20] A. Munitz, L. Meshi, dan M. J. Kaufman, "Heat treatments' effects on the microstructure and mechanical properties of an equiatomic Al-Cr-Fe-Mn-Ni high entropy alloy," *Materials Science & Engineering A*, vol. 689, pp. 384-394, March 2017. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.02.072>.
- [21] S. Guo, C. Ng, J. Lu, dan C. T. Liu, "Effect of valence electron concentration on stability of fcc or bcc phase in high entropy alloys," *Journal of Applied Physics*, vol. 109, pp. 505-510, April 2011. <http://doi.org/10.1063/1.3587228>.
- [22] S. Guo, dan C. T. Liu, "Phase stability in high entropy alloys: formation of solid-solution phase or amorphous phase," *Progress in Natural Science: Materials International*, vol. 21, pp. 433-446, December 2011. [http://doi.org/10.1016/S1002-0071\(12\)60080-X](http://doi.org/10.1016/S1002-0071(12)60080-X).



- [23] H. Zhang, W. Wu, Y. He, M. Li, dan S. Guo, "Formation of core-shell structure in high entropy alloy coating by laser cladding," *Applied Surface Science*, vol. 363, pp. 543-547, February 2016. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.12.059>.
- [24] F. Jia, H. Peng, L. Zheng, H. Guo, S. Gong, dan H. Xu, "Effect of different B contents on the mechanical properties and cyclic oxidation behaviour of b-NiAlDy coatings," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 623, pp. 83-88, February 2015. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.10.116>.
- [25] M. A. Matara, I. Csaki, G. Popescu, C. A. Popescu, V. Soare, A. Soare, dan D. Mitrică, "AlCrCuFeNiMn high entropy alloy obtained by powder metallurgy route," *U.P.B. Sci. Bull., Series B*, vol. 77, pp. 351-358, June 2015. [https://www.scientificbulletin.upb.ro/rev\\_docs\\_arhiva/fullff6\\_121998.pdf](https://www.scientificbulletin.upb.ro/rev_docs_arhiva/fullff6_121998.pdf).
- [26] Y. X. Zhuang, X. L. Zhang, dan X. Y. Gu. "Effect of molybdenum on phases, microstructure and mechanical properties of Al<sub>0.5</sub>CoCrFeMo<sub>x</sub>Ni high entropy alloys," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 743, pp. 514-522, April 2018. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.02.003>.
- [27] A. M. de S. Malafaia, dan M. F. de Oliveira. "Anomalous cyclic oxidation behaviour of a Fe-Mn-Si-Cr-Ni shape memory alloy," *Corrosion Science*, vol. 119, pp. 112-117, May 2017. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2017.02.026>.
- [28] M. Zhang, S. S. Liu, S. X. Luo, dan K. L. Qu, "Effect of molybdenum on the high temperature properties of TiC-TiB<sub>2</sub> reinforced Fe-based composite laser cladding coatings," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 742, pp. 383-390, April 2018. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.01.275>.
- [29] M. de F. Salgado, S. C. S. Rodrigues, D. M. Santos, A. S. Brandim, dan V. F. C. Lins, "Cyclic oxidation resistance of ferritic stainless steels used in mufflers of automobiles," *Engineering Failure Analysis*, vol. 79, pp. 89-97, September 2017. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2017.04.013>.
- [30] B. M. Cullum dan T. Vo-Dinh, "Sample collection and preparation of liquid and solids," in *Handbook of Spectroscopy*, vol. 2, G. Gaughiltz and T. Vo-Dinh, Ed. Germany: Wiley-VCH GmbH&cO, 2006, pp. 17-152.





## PENGARUH PEMESINAN *MILLING* TERHADAP KEKASARAN PERMUKAAN BAJA TAHAN KARAT MARTENSITIK MODIFIKASI AISI 410 3Mo – 3Ni DAN KEAUSAN MATERIAL *CUTTER END MILL*

Hady Zhakwan Nugroho<sup>1</sup>, Mochamad Syaiful Anwar<sup>2\*</sup>, Slamet Wiyono<sup>1</sup>, Efendi Mabruri<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa

Jl. Jendral Soedirman Km 3, Cilegon, Indonesia, 4235

<sup>2</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material-LIPI

Gedung 470 Kawasan Puspiptek, Tangerang Selatan, Indonesia, 1531

\*Email : [moch026@lipi.go.id](mailto:moch026@lipi.go.id)

Masuk Tanggal : 23-04-2018, revisi tanggal : 27-12-2018, diterima untuk diterbitkan tanggal : 09-01-2019

### Intisari

Proses pemesinan logam selalu terjadi interaksi antara alat potong dengan benda kerja yang menyebabkan pahat atau pisau potong mengalami gesekan dan keausan. Tujuan dari penelitian ini mengetahui pengaruh kecepatan putar spindle dan kecepatan pemakanan terhadap tingkat kekasaran permukaan baja tahan karat martensitik modifikasi AISI 410 3Mo-3Ni dan keausan material *cutter end mill*. Metode analisis variasi digunakan dalam analisis hasil pemesinan. Hasil dari penelitian ini adalah nilai kekasaran permukaan terkecil didapat pada kondisi pemotongan kecepatan putar spindle sebesar 1300 rpm dan kecepatan pemakanan 190 mm/menit. Nilai kekasaran permukaan terbesar didapat pada kecepatan putar spindle sebesar 950 rpm dan kecepatan pemakanan 760 mm/menit. Kemudian, nilai keausan tepi mata *cutter end mill* terkecil didapat pada variasi kecepatan putar spindle sebesar 950 rpm dan kecepatan pemakanan 190 mm/menit sebesar 40,16  $\mu\text{m}$  dan nilai keausan tepi terbesar dihasilkan pada variasi kecepatan putar spindle sebesar 1300 rpm dan kecepatan pemakanan 760 mm/menit sebesar 255,23  $\mu\text{m}$ .

**Kata Kunci:** Baja tahan karat martensitik modifikasi AISI 410 3Mo-3Ni, kekasaran permukaan, keausan *cutter end mill*

### Abstract

*Process of machining always occurs interaction between cutting tool and workpiece causing chisel or cutting knife experience friction and wear. The purpose of this research is to observe the effect of spindle speed and feed rate on surface roughness of martensitic stainless steel modified AISI 410 3Mo-3Ni and wear of cutter endmill. The method of variance analysis is used in the analysis of machining results. The result of this research is the smallest surface roughness value obtained at 1300 rpm of spindle speed cutting and 190 mm/min of feed rate. The largest surface roughness value obtained on 950 rpm of spindle speed and 760 mm/min of feed rate. Then, the smallest wear value of edge of cutter endmill of 40.16  $\mu\text{m}$  is found on spindle speed variation of 950 rpm and feed rate 190 mm/min and the largest wear value of edge of cutter end mill of 255.23  $\mu\text{m}$  is found on spindle speed variation of 1300 rpm and feed rate 760 mm/min.*

**Keywords:** Martensitic stainless steel modified AISI 410 3Mo-3Ni, surface roughness, edge wear *cutter end mill*

## 1. PENDAHULUAN

Material baja tahan karat martensitik tipe 13Cr (AISI 403/410/420) telah banyak digunakan untuk bahan sudu turbin di sistem turbin uap [1]. Pembuatan sudu turbin umumnya dilakukan secara manual yaitu dengan cara dicor kemudian proses *finishing* atau pembentukannya dengan menggunakan alat perkakas seperti kikir. Sehingga mengakibatkan tingkat kekasaran yang tinggi pada permukaan sudu turbin yang dapat menyebabkan kavitasi. Kavitasi dapat menyebabkan sudu-sudu turbin menjadi

berlubang-lubang kecil, sehingga mengurangi efisiensi turbin yang akhirnya dapat pula merusak sudu turbin. Pembuatan runner turbin propeler menggunakan CNC (*computer numerical control*) menghasilkan bahwa sudu turbin yang dibuat dengan menggunakan CNC bebas dari cacat fisik, sedangkan sudu turbin hasil pengerjaan konvensional menunjukkan adanya cacat pada beberapa tempat [2]. Dalam proses *milling*, kekasaran permukaan adalah hal yang sangat penting. Dalam hal ini standar kekasaran sudu turbin secara umum berkisar 0,2 sampai 2  $\mu\text{m}$  [3]. Hasil pengerjaan mesin CNC *milling* sangat

bergantung pada parameter pemesinan yang digunakan, seperti kecepatan potong (*cutting speed*), kecepatan pemakanan (*feed rate*), kedalaman pemotongan (*depth of cut*), material benda kerja, karakteristik pahat atau pisau potong, pendinginan dan lainnya [4]. Sejumlah penelitian telah dilakukan dalam rangka memprediksi dampak parameter tersebut terhadap kualitas permukaan suatu produk agar dapat merencanakan proses pemesinan yang lebih baik [5]. Selama proses pemesinan berlangsung terjadi interaksi antara alat potong dengan benda kerja, di mana benda kerja terpotong sedangkan pahat atau pisau potong mengalami gesekan dan keausan [4].

Keausan alat potong dapat terjadi melalui beberapa mekanisme yang berbeda seperti adhesi, abrasi atau oksidasi [6]-[7]. Selain itu, keausan alat potong juga mempengaruhi kualitas permukaan yang mengalami proses pemesinan secara signifikan. Umumnya, kualitas permukaan ini dapat ditingkatkan dengan cara mengganti alat potong sesering mungkin dan pemberian lapisan permukaan yang berkualitas tinggi namun hal tersebut menimbulkan dampak pada penambahan biaya produksi [8].

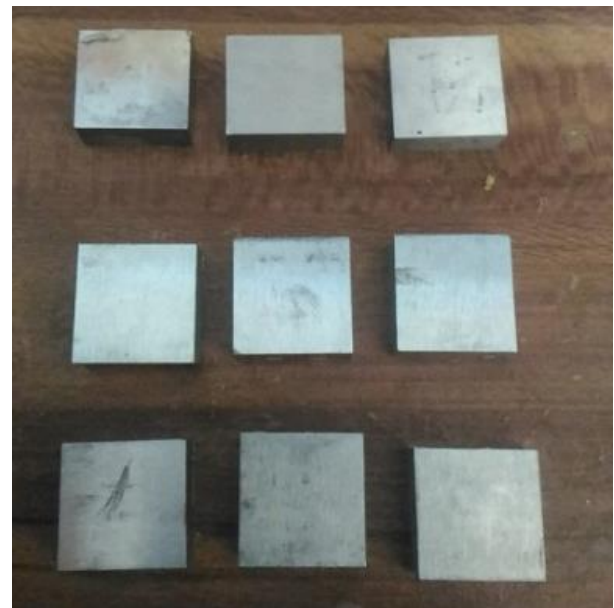
Kekasaran permukaan (*surface roughness*) merupakan salah satu metode telah digunakan untuk memonitor keausan alat potong secara tidak langsung dimana hal tersebut dilakukan untuk menghindari kegagalan yang fatal pada saat pemesinan dan untuk menurunkan konsumsi energi pemesinan [9].

Oleh karena itu, pada penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi pemesinan terhadap kekasaran permukaan baja tahan karat martensitik modifikasi AISI 410 3Mo-3Ni kondisi *temper* dan keausan material *cutter end mill*.

## 2. METODOLOGI PENELITIAN

### 2.1 Disain Eksperimen

Pada penelitian ini material baja tahan karat martensitik modifikasi 410 3Mo-3Ni dengan dimensi 20 x 20 mm kondisi *temper* 600 °C dilakukan proses pemesinan dengan berbagai kecepatan putar spindel (*spindle speed*) dan kecepatan pemakanan (*feed rate*). Setelah melakukan proses pemesinan, kemudian dilakukan uji kekasaran permukaan baja tahan karat modifikasi 410 3Mo-3Ni dan uji keausan pada *cutter end mill*.



Gambar 1. Sampel uji material *stainless steel* martensitik modifikasi 410 3Mo-3Ni



Gambar 2. Foto dari *cutter end mill solid carbide*



Gambar 3. Sampel *cutter end mill* uji SEM

Nilai parameter uji dibedakan dalam tiga level antara lain level rendah (simbol 0), level sedang (simbol 1) dan level tinggi (simbol 2).

Data hasil eksperimen selanjutnya dianalisa menggunakan metode analisa varian untuk

mendapatkan tingkatan hasil variasi parameter pemesinan.

## 2.2 Kondisi Pemotongan

*Cutter end mill* yang digunakan dalam percobaan ini adalah perkakas jenis GM-4E-D6.0 bahan *solid carbide* dengan informasi teknis sebagai berikut :

- Diameter 6 mm
- Kecepatan potong ( $v$ ) = 80 m/min, untuk material baja tahan karat hasil *temper*
- Material baja tahan karat martensitik kondisi *temper*
- CPT = 0,05 mm

Pada Tabel 1 menunjukkan disain level dan parameter kecepatan putar spindel dan kecepatan pemakanan.

Tabel 1. Disain level dan parameter pengujian

Level	Parameter Pengujian	
	Spindle Speed (rpm)	Feed Rate (mm/menit)
Rendah (0)	950	190
Sedang (1)	1125	475
Medium (2)	1300	760

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 3.1 Pengukuran Kekasaran Permukaan

Tabel 2 menunjukkan nilai kekasaran permukaan baja tahan karat martensitik modifikasi AISI 410 3Mo-3Ni setelah mengalami proses pemesinan *milling*.

Tabel 2. Nilai kekasaran permukaan (Ra) pada baja tahan karat martensitik modifikasi AISI 410 3Mo-3Ni setelah mengalami proses pemesinan *milling*

Order Test	Parameter Pengujian		Pengukuran Ra ( $\mu$ m)			
	Spindle Speed	Feed Rate	I	II	III	Rata-Rata
1	2	0	0,365	0,354	0,337	0,352
2	2	2	1,307	1,27	1,309	1,295
3	1	2	2,250	2,548	2,249	2,349
4	1	0	0,583	0,606	0,591	0,593
5	2	1	0,613	0,582	0,618	0,604
6	0	2	2,793	2,249	2,548	2,530
7	1	1	1,691	1,440	1,600	1,691
8	0	1	1,440	1,747	1,670	1,619
9	0	0	0,618	0,613	0,606	0,612

Pada Tabel 2 dapat dilihat bahwa nilai kekasaran permukaan yang dihasilkan pada baja

tahan karat martensitik modifikasi AISI 410 3Mo-3Ni setelah mengalami proses pemesinan *milling* memiliki range nilai antara 0,352  $\mu$ m hingga 2,530  $\mu$ m. Nilai kekasaran permukaan terkecil didapat pada kondisi pemotongan kecepatan putaran spindel sebesar 1300 rpm dan kecepatan pemakanan 190 mm/menit. Hal tersebut mengindikasikan bahwa penyelesaian permukaan (*surface finishing*) yang paling bagus pada kondisi putaran spindel yang tinggi dan kecepatan pemakanan yang rendah. Hasil yang sama juga terdapat pada penelitian Harsh Y Valera, dkk. [10] yang menginvestigasi kekasaran permukaan dan konsumsi energi pada saat pemesinan pada baja paduan EN 31 dan penelitian N.S. Kumar, dkk. [11] yang meneliti pengaruh kecepatan putar spindel dan kecepatan pemakanan terhadap kekasaran permukaan baja karbon pada proses CNC (*computer numerical control*).

### 3.2 Pengukuran Keausan Tepi *Cutter End Mill*

Setelah proses pemesinan *milling*, keausan yang terjadi pada material *cutter end mill* diamati dengan menggunakan SEM (*scanning electron microscopy*) dan nilai keausan tepi *cutter end mill* diukur dengan menggunakan *image J*. Hasil pengukurannya ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Nilai keausan tepi *cutter end mill* setelah proses pemesinan *milling*

Order Test	Parameter Pengujian		Keausan Tepi Vb ( $\mu$ m)
	Spindle Speed	Feed Rate	
1	2	0	150,74
2	2	2	255,23
3	1	2	159,60
4	1	0	82,00
5	2	1	160,34
6	0	2	115,45
7	1	1	139,01
8	0	1	99,01
9	0	0	40,16

Dari Tabel 3 dapat dilihat bahwa nilai keausan tepi yang dihasilkan pada variasi parameter pemesinan memiliki *range* nilai antara 40,16  $\mu$ m hingga 255,23  $\mu$ m. Nilai keausan tepi *cutter end mill* terbesar didapat pada kondisi pemotongan kecepatan putaran spindel sebesar 1300 rpm dan kecepatan pemakanan 760 mm/menit. Hal tersebut mengindikasikan bahwa kecepatan putaran spindel dan pemakanan yang

tinggi pada saat proses pemesinan mengakibatkan umur pakai alat potong *cutter end mill* menurun. Hal yang sama juga terdapat pada penelitian O.O. Ayodeji, dkk. [12] yang meneliti tentang umur pakai alat potong pada proses pembuatan *shaft*.

### 3.4 Pengaruh Variasi Pemesinan Kecepatan Putar Spindel dan Kecepatan Pemakanan terhadap Kekasaran Permukaan dengan Ra Model ANOVA

Susunan hipotesa untuk model ini adalah :

- Hipotesa awal (H0) = ditetapkan bahwa faktor berpengaruh signifikan terhadap kekasaran permukaan
- Hipotesis alternatif (H1) = ditetapkan penolakan terhadap H0
- dimana H0 ditolak jika  $P > \alpha$  atau apabila nilai F melebihi nilai F  $\alpha$ , df-num, df-den

#### General Linear Model: Roughness av versus Spindle speed; Feed rate (m

Factor	Type	Levels	Values
Spindle speed (rpm)	fixed	3	950; 1125; 1300
Feed rate (mm/min)	fixed	3	190; 475; 760

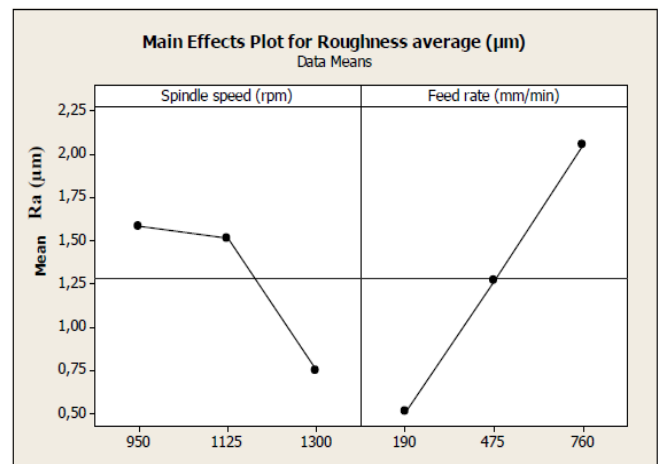
Analysis of Variance for Roughness average ( $\mu\text{m}$ ), using Adjusted SS for Tests

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Spindle speed (rpm)	2	1,2889	1,2889	0,6444	8,13	0,039
Feed rate (mm/min)	2	3,5527	3,5527	1,7763	22,40	0,007
Error	4	0,3172	0,3172	0,0793		
Total	8	5,1588				

S = 0,281623 R-Sq = 93,85% R-Sq(adj) = 87,70%

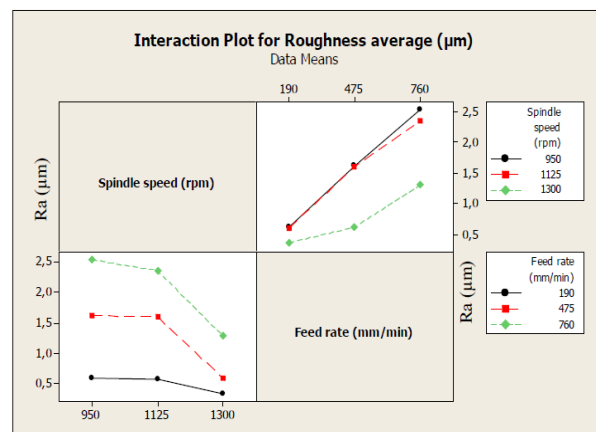
Gambar 4. *General linear model* Ra terhadap kecepatan putar spindel dan kecepatan pemakanan

Gambar 4 merupakan GLM (*general linear model*), atau DOE (*design of experiment*) yang menunjukkan bahwa kecepatan putar spindel (rpm) dan kecepatan pemakanan (mm/menit) mempunyai peran signifikan terhadap kekasaran permukaan ( $\mu\text{m}$ ). Hal ini dibuktikan dengan nilai  $P < \alpha$ , yang berarti membuktikan hipotesis yang diterima merupakan hipotesis awal (H0). Selanjutnya, untuk melihat pengaruh dari faktor-faktor yang digunakan terhadap kekasaran permukaan ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Plot efek utama faktor-faktor terhadap kekasaran permukaan

Efek faktor kecepatan putaran spindel menunjukkan kecenderungan hubungan linier yang negatif terhadap kekasaran permukaan hasil pemesinan. Dengan kata lain, makin besar kecepatan putaran spindel maka kekasaran permukaan yang terbentuk semakin kecil. Hubungan linier positif terlihat pada faktor kecepatan pemakanan, dimana menunjukkan semakin besar kecepatan pemakanan maka semakin besar nilai kekasaran permukaan. Untuk melihat interaksi antara faktor-faktor terhadap respon yang ditentukan kita dapat melihatnya pada Gambar 6.



Gambar 6. Interaksi antar faktor terhadap respon yang ditentukan

Gambar 6 menunjukkan interaksi antar faktor (*independent variable*) terhadap kekasaran permukaan hasil pemesinan (*response*). Dari grafik di atas (Gambar 6), dapat dilihat dengan jelas bahwa untuk menghasilkan nilai kekasaran permukaan yang rendah, maka kombinasi antar faktor yang dapat digunakan yaitu kecepatan putaran spindel paling tinggi yaitu 1300 rpm dan



kecepatan pemakanan yang paling rendah 190 mm/menit.

#### 4.4 Pengaruh Variasi Pemesinan Kecepatan Putar Spindel dan Kecepatan Pemakanan terhadap Kekasaran Permukaan dengan *Flank Wear Analysis ANOVA*

Susunan hipotesa untuk model ini adalah :

- Hipotesa awal (H0) = ditetapkan faktor berpengaruh signifikan terhadap kekasaran permukaan
- Hipotesis alternatif (H1) = ditetapkan penolakan terhadap H0
- dimana H0 ditolak jika  $P > \alpha$  atau apabila nilai F melebihi nilai  $F_{\alpha, df-num, df-den}$

##### General Linear Model: Flank wear ( versus Spindle speed; Feed rate (m

Factor	Type	Levels	Values
Spindle speed (rpm)	fixed	3	950; 1125; 1300
Feed rate (mm/min)	fixed	3	190; 475; 760

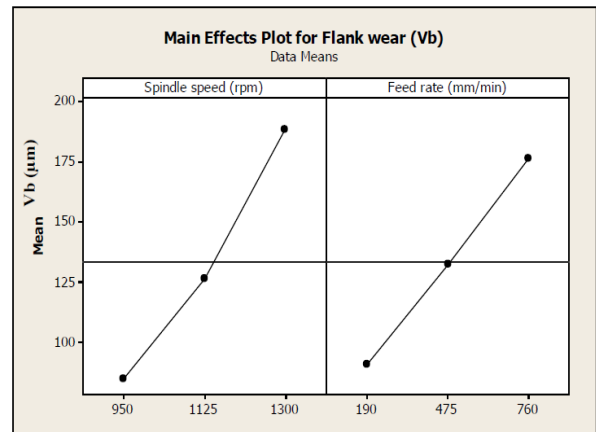
Analysis of Variance for Flank wear (Vb), using Adjusted SS for Tests

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Spindle speed (rpm)	2	16405,4	16405,4	8202,7	16,45	0,012
Feed rate (mm/min)	2	11056,7	11056,7	5528,3	11,08	0,023
Error	4	1995,1	1995,1	498,8		
Total	8	29457,2				

S = 22,3334 R-Sq = 93,23% R-Sq(adj) = 86,45%

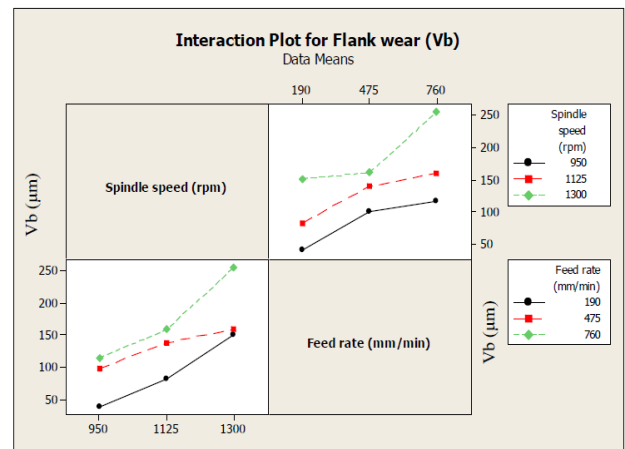
Gambar 7. *General linear model Flank wear* terhadap kecepatan putar spindel dan kecepatan pemakanan

Dari hasil analisis data menggunakan pendekatan GLM (*general linear model*), atau DOE (*design of experiment*) dapat dilihat bahwa baik kecepatan putar spindel (rpm) dan kecepatan pemakanan (mm/menit) mempunyai peran signifikan terhadap keausan tepi ( $\mu\text{m}$ ). Hal ini dibuktikan dengan nilai  $P < \alpha$ , yang berarti membuktikan hipotesis yang diterima merupakan hipotesis awal (H0). Selanjutnya, untuk melihat pengaruh dari faktor-faktor yang digunakan terhadap kekasaran permukaan, dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Plot efek utama faktor-faktor terhadap kekasaran permukaan

Hasil uji anova ini memperkuat hasil pengolahan data yang ada pada pembahasan sebelumnya. Efek faktor kecepatan putar spindel dan kecepatan pemakanan menunjukkan kecenderungan hubungan yang linier terhadap keausan *cutter* hasil pemesinan. Dengan kata lain, makin besar kecepatan putaran spindel dan kecepatan pemakanan maka keausan *cutter* yang terbentuk semakin besar. Untuk melihat interaksi antara faktor-faktor terhadap *response* yang ditentukan kita dapat melihatnya pada Gambar 9.

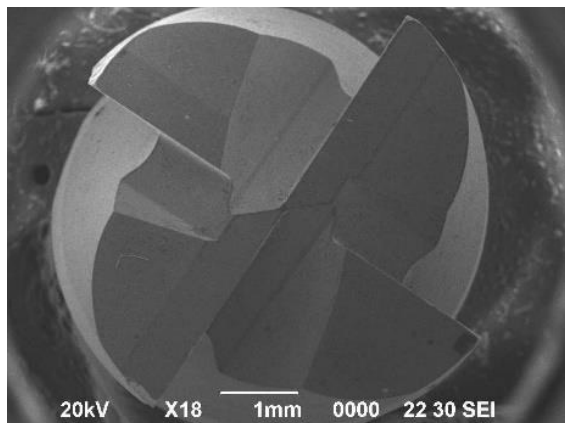


Gambar 9. Interaksi antar faktor terhadap respon yang ditentukan pada kekasaran permukaan hasil pemesinan

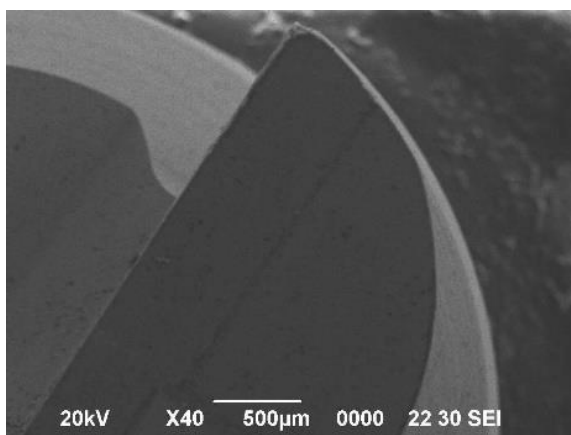
Gambar 9 menunjukkan interaksi antar faktor (*independent variable*) terhadap *response* kekasaran permukaan hasil pemesinan. Dari grafik di atas, dapat dilihat dengan jelas bahwa untuk menghasilkan nilai keausan tepi yang rendah, maka kombinasi antar faktor yang dapat digunakan yaitu kecepatan putaran spindel rendah dan kecepatan pemakanan yang paling rendah. Dalam penelitian ini nilai yang dihasilkan berturut-turut adalah 950 rpm dan 190 mm/menit.

### 3.5 Pengamatan dengan SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

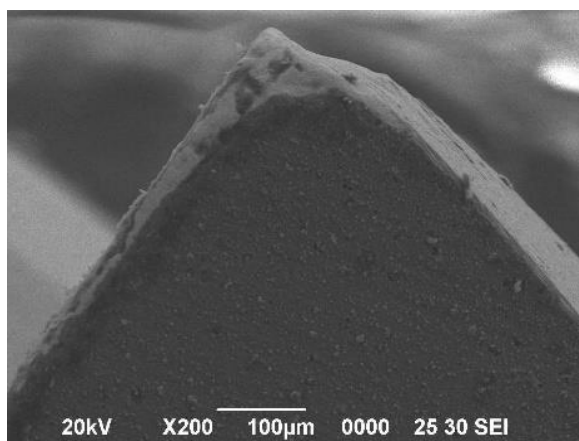
Gambar 10 menunjukkan hasil pengamatan SEM pada alat potong *cut end mill*.



(a)



(b)



(c)

Gambar 10. Foto hasil SEM pada *cut end mill* dengan kecepatan putar spindle 950 rpm dan kecepatan pemakanan 190 mm/menit. (a) Perbesaran 18X, (b) Perbesaran 40X, (c) Perbesaran 200X

Berdasarkan pengamatan hasil SEM dan dengan bantuan *software image J* sisi pada Gambar 10, mata *cut end mill* hasil pemesinan

*CNC milling* dengan kecepatan putaran spindle 950 rpm dan kecepatan pemakanan 190 mm/menit terlihat keausan *cutter* yang terjadi yaitu keausan tepi (*flank wear*) dengan tingkat keausan paling rendah sebesar 40,16µm. Menurut R. Suresh, dkk. [13] keausan tepi *cutter end mill* pada kecepatan yang rendah diakibatkan karena adanya adhesi pada saat proses pemesinan. Adhesi merupakan salah satu mekanisme keausan pada kecepatan putar spindle dan kecepatan pemakanan yang rendah.

### 4. KESIMPULAN

Pengaruh variasi kecepatan putar spindle (*spindle speed*) dan kecepatan pemakanan (*feed rate*) terhadap kualitas permukaan produk, diperoleh bahwa semakin bertambah kecepatan pemakanan maka nilai kekasaran permukaan produk mengalami kenaikan dan semakin bertambah kecepatan putar spindle, kekasaran produk mengalami penurunan. Nilai kekasaran permukaan terkecil sebesar 0,352 µm didapat pada kondisi pemotongan kecepatan putaran spindle sebesar 1300 rpm dan kecepatan pemakanan 190 mm/menit dan nilai kekasaran permukaan terbesar yaitu sebesar 2,530 µm didapat pada kondisi pemotongan kecepatan putaran spindle sebesar 950 rpm dan kecepatan pemakanan 760 mm/menit. Berdasarkan analisa varian dengan tingkat kepercayaan 95%, diperoleh bahwa kedua variasi yaitu kecepatan putaran spindle dan kecepatan pemakanan memberikan pengaruh signifikan terhadap nilai kekasaran produk. Jenis keausan yang terjadi pada *cut end mill* pada proses pemesinan yaitu keausan tepi (*flank wear*). Berdasarkan hasil pengolahan data keausan tepi mata *cut end mill*, diperoleh hasil bahwa semakin bertambah kecepatan pemakanan dan kecepatan putar spindle, maka nilai keausan tepi mengalami kenaikan. Nilai keausan tepi terkecil didapat pada kondisi pemotongan kecepatan putar spindle sebesar 950 rpm dan kecepatan pemakanan 190 mm/menit yaitu 40,16 µm dan nilai keausan tepi terbesar didapat pada kondisi pemotongan kecepatan putar spindle sebesar 1300 rpm dan kecepatan pemakanan 760 mm/menit yaitu 255,23 µm. Berdasarkan analisa varian dengan tingkat kepercayaan 95%, kedua variasi yaitu kecepatan pemakanan dan kecepatan putar spindle memberikan pengaruh signifikan terhadap keausan tepi mata *cut end mill*.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Terima kasih kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Material (P2MM)-Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) yang telah mendanai kegiatan ini melalui Tematik 2018 serta Balai Teknologi Mesin Perkakas, Produksi, dan Otomasi-BPPT dan jurusan teknik mesin UNTIRTA yang telah mendukung dalam melakukan penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] E. Mabruri, M. S. Anwar, S. Prifiharni, T. B. Romijarso, dan B. Ajiantoro, "Tensile properties of the modified 13Cr martensitic stainless steels," *AIP Conference Proceedings* 1725, 020039, 2016; doi: 10.1063/1.49454932016.
- [2] Haryadi, D. Mulyana, "Pembuatan runner turbin propeler menggunakan CNC dan pengujiannya," *Jurnal Metrik*, vol. 6, no. 2, pp. 1-7, 2012.
- [3] E. L. Houghton, P. W. Carpenter, S. Collicott, dan D. Valentine, *Aerodynamics for Engineering Students*, 7<sup>th</sup> edition, pp. 688. Butterworth Heinemann, London, 2016.
- [4] T. U. Nugroho, H. Saputro, dan Y. Estriyanto, "Pengaruh kecepatan pemakanan dan waktu pemberian pendingin terhadap tingkat keausan cutter end mill HSS hasil pemesinan CNC milling pada baja ST 40," *Maj. Nosel*, vol. 1, no. 1, pp. 79-89, 2012.
- [5] G. Kiswanto, A. S. Danardono, dan S. Wiyono, "Pengaruh parameter pemesinan terhadap kualitas permukaan Baja DF-3 (AISI 01) yang dikeraskan," *Jurnal Teknologi*, vol. 3, pp. 185-192, 2005.
- [6] M. T. Prado, A. Pereira, J. A. Perez, dan T. G. Mathia, "Methodology for tool wear analysis by a simple procedure during milling of AISI H13 and its impact on surface morphology," *Procedia Manufacturing*, vol. 13, pp. 348-355, 2017.
- [7] M. T. Prado, A. Pereira, J. A. Perez, dan T. G. Mathia, "Methodology for tool wear Analysis by electrical measuring during milling of AISI H13 and its impact on surface morphology," *Procedia Manufacturing*, vol. 13, pp. 356-363, 2017.
- [8] X. Luan, S. Zhang, J. Li, G. Mendis, F. Zhao, dan J. W. Sutherland, "Trade-off analysis of tool wear, machining quality, and energy efficiency of alloys cast iron milling process," *Procedia Manufacturing*, vol. 26, pp. 383-393, 2018.
- [9] N. Ambhore, D. Kamble, S. Chinchankar, dan V. Wayal, "Tool condition monitoring system: A review," *Materials Today:Proceeding*, vol. 2, pp. 3419-3428, 2015.
- [10] Y. Harsh, Valera, dan S. N. Bhavsar, "Experimental investigation of surface roughness and power consumption in turning operation of EN 31 alloy steel," *Procedia Technology*, vol. 14, pp. 528-534, 2014.
- [11] N. S. Kumara, A. Shettyb, A. Shettyb, K. Ananth, dan H. Shettyba, "Effect of spindle speed and feed rate on surface roughness of carbon steels in CNC turning," *Procedia Engineering*, vol. 38, pp. 691-697, 2012.
- [12] O. O. Ayodeji, M. S. Abolarin, J. J. Yisa, P. S. Olaoluwa, dan A. C. Kehinde, "Effect of cutting speed and feed rate on tool wear rate and surface roughness in lathe turning process," *International Journal of Engineering Trends and Technology (IJETT)*, vol. 22, no. 4, pp. 173-175, 2015.
- [13] R. Suresh, dan S. Basavarajappa, "Effect of process parameters on tool wear and surface roughness during turning of hardened steel with coated ceramic tool," *Procedia Materials Science*, vol. 5, pp.1450-1459, 2014.



## Indeks Penulis

### A

Adnyana, 109

Agus Sukarto Wismogroho, 135

Aprilia Erryani, 125

### B

Budi Prawara, 101

### D

Didik Aryanto, 135

Djoko Hadi Prajitno, 101

### E

Efendi Mabruri, 145

Endro Junianto, 101

Erie Martides. 101

### F

Fadhlan Hidayat, 125

Franciska Pramuji Lestari, 125

Frida Rahmania Putri, 101

### H

Hady Zhakwan Nugroho, 145

### I

Ika Kartika, 125

Muhammad Satrio Utomo, 125

Mochamad Syaiful Anwar, 145

### P

Perdamean Sebayang, 135

### T

Toto Sudiro, 135

### W

Wahyu Bambang Widayatno, 135

### Y

Yudi Nugraha Thaha, 125



## Indeks Kata

### A

AISI 410 3Mo-3Ni, 145, 155, 156

### B

Baja Tahan Karat 316, 106

Baja Tahan Karat Martensitik, 145

### E

Edge Wear Cutter End Mill, 145

### H

High Entropy Alloys, 135

High Velocity Oxygen Fuel, 106

### I

Implan mampu luruh, 125

### K

Keausan cutter end mill, 145, 160

Kekasaran permukaan, 145, 155, 156, 157, 158, 159

Ketel uap, 109

### M

Martensitic stainless steel, 145

Metal matrix composites coating, 106

Mocrfesib, 135, 136, 137, 138, 139, 140

Mocrfesib, mocrfesimn, 135, 136, 137, 138, 139, 140

Mocrfesimnb, 135, 136, 137, 138, 139, 140

Modified, 145, 160

Modifikasi, 145, 155, 156

### O

Oksidasi, 135, 136, 138, 139, 140, 141

Oxidation, 135, 141, 142, 143

### P

Paduan Mg, 125, 127, 128, 130, 131, 132, 133

Panduan entropy tinggi, 135

Pembuat ruang nacl, 125

Pengujian metalurgi dan analisa umur, 109

Pipa uap bertekanan tinggi, 109

### S

Stainless steel 316, 106

Struktur berpori, 125, 133

Surface roughness, 145, 155, 160, 161



## 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 form pernyataan bahwa naskah tersebut belum pernah diterbitkan atau tidak sedang menunggu penerbitannya dalam media tertulis manapun.
2. Penulis diminta mencantumkan nama tanpa gelar (nama ditulis panjang, tidak disingkat), 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 meminimalisir penggunaan bahasa asing.
5. Isi naskah terdiri dari Judul Naskah, Nama Penulis (ditulis panjang, tidak disingkat) dan Institusi beserta email, Intisari/Abstract, Pendahuluan, Prosedur Percobaan, Hasil Percobaan, Pembahasan, Kesimpulan, Daftar Pustaka, dan Ucapan Terimakasih. Pakailah bahasa yang baik dan benar, singkat tapi jelas, rapi, tepat dan informatif serta mudah dicerna/dimengerti. Sub-sub judul ditulis dengan huruf kapital pada setiap awal kata (TNR font 11 **Bold**), misalnya :
  - 1. PENDAHULUAN (SMALL CAPS)**
    - 1.1 Perangkat Lunak (TNR)**
  - 2. 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/keyword s ditulis tebal.



**Keywords** : kata kunci terdiri dari 3 sampai 4 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 10 dengan spasi 1. Akhir keterangan tabel dan gambar tidak diberi tanda titik. Untuk Tabel dan Gambar dalam bentuk grafik tidak dalam bentuk pdf.  
**Contoh** : Tabel 1. Harga kekerasan baja SS 316L
  - Penulisan keterangan gambar ditulis di bawah gambar, rata kiri dengan TNR 10 jarak 1 spasi, format "*in line with text*". Akhir keterangan tidak diberi tanda titik.  
**Contoh** : Gambar 1. Strukturmikro 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 untuk 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 sesuai urutan.
  - Angka kutipan ditulis sebelum tanda akhir kalimat dengan spasi, dengan tanda kurung siku dan tidak ditebalkan.
  - Jika menyebut nama, maka angka kutipan langsung dibubuhkan setelah nama tersebut, dan tidak perlu memakai catatan kaki.
  - Urutan dalam Daftar Pustaka ditulis sesuai dengan nomor urut kutipan dalam naskah.
13. Pustaka berjumlah minimal 10 buah dengan tingkat kebaruan 5 (lima) tahun terakhir dari naskah yang diajukan.
14. 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 :

#### **Electronic Documents**

##### **E-books**

- [1] L. Bass, P. Clements, and R. Kazman, *Software Architecture in Practice*, 2nd ed. Reading, MA: Addison Wesley, 2003. [E-book] Available: Safari e-book.

##### **Article in Online Encyclopedia**

- [2] D. Ince, "Acoustic coupler," in *A Dictionary of the Internet*. Oxford University Press, [online document], 2001. Available: Oxford Reference Online, <http://www.oxfordreference.com> [Accessed: May 24, 2007].

##### **Journal Article Abstract (accessed from online database)**

- [1] M. T. Kimour and D. Meslati, "Deriving objects from use cases in real-time embedded systems," *Information and Software Technology*, vol. 47, no. 8, p. 533, June 2005. [Abstract]. Available: ProQuest, <http://www.umi.com/proquest/>. [Accessed November 12, 2007].



## **Journal Article in Scholarly Journal (published free of charge on the Internet)**

- [2] A. Altun, "Understanding hypertext in the context of reading on the web: Language learners' experience," *Current Issues in Education*, vol. 6, no. 12, July, 2005. [Online serial]. Available: <http://cie.ed.asu.edu/volume6/number12/>. [Accessed Dec. 2, 2007].

## **Newspaper Article from the Internet**

- [3] C. Wilson-Clark, "Computers ranked as key literacy," *The Atlanta Journal Constitution*, para. 3, March 29, 2007. [Online], Available: <http://www.thewest.com.au>. [Accessed Sept. 18, 2007].

## **Internet Documents**

### **Professional Internet Site**

- [1] European Telecommunications Standards Institute, "Digital Video Broadcasting (DVB): Implementation guide for DVB terrestrial services; transmission aspects," European Telecommunications Standards Institute, ETSI-TR-101, 2007. [Online]. Available: <http://www.etsi.org>. [Accessed: Nov. 12, 2007].

### **General Internet Site**

- [2] J. Gerald, "Sega Ends Production of Dreamcast," *vnunet.com*, para. 2, Jan. 31, 2007. [Online]. Available: <http://nli.vnunet.com/news/1116995>. [Accessed Sept. 12, 2007].

### **Personal Internet Site**

- [3] G. Sussman, "Home Page-Dr. Gerald Sussman," July, 2002. [Online]. Available: <http://www.comm.edu.faculty/sussman/sussmanpage.htm>. [Accessed Nov. 14, 2007].

### **Email**

- [4] J. Aston. "RE: new location, okay?" Personal email (July 3, 2007).

### **Internet Newsgroup**

- [5] G. G. Gavin, "Climbing and limb torsion #3387," *USENET: sci.climb.torsion*, August 19, 2007. [Accessed December 4, 2007].

## **Books**

### **Single Author**

- [1] W. K. Chen, *Linear Networks and Systems*. Belmont, CA: Wadsworth Press, 2003.





## **Edited Book**

- [2] J. L. Spudich and B. H. Satir, Eds., *Sensory Receptors and Signal Transduction*. New York: Wiley-Liss, 2001.

## **Selection in an Edited Book**

- [3] E. D. Lipson and B. D. Horwitz, "Photosensory reception and transduction," in *Sensory Receptors and Signal Transduction*, J. L. Spudich and B. H. Satir, Eds. New York: Wiley-Liss, 2001, pp-1-64.

## **Three or More Authors**

- [4] R. Hayes, G. Pisano, and S. Wheelwright, *Operations, Strategy, and Technical Knowledge*. Hoboken, NJ: Wiley, 2007.

## **Book by an Institutional or Organizational Author**

- [5] Council of Biology Editors, *Scientific Style and Format: The CBE Manual for Authors, Editors, and Publishers*, 6th ed., Chicago: Cambridge University Press, 2006.

## **Patent/Standard**

- [9] K. Kimura and A. Lipeles, "Fuzzy controller component," U. S. Patent 14, 860,040, 14 Dec., 2006.

## **Paper Published in Conference Proceedings**

- [12] J. Smith, R. Jones, and K. Trello, "Adaptive filtering in data communications with self improved error reference," In *Proc. IEEE International Conference on Wireless Communications '04*, 2004, pp. 65-68.

## **Papers Presented at Conferences (unpublished)**

- [13] H. A. Nimr, "Defuzzification of the outputs of fuzzy controllers," presented at 5th International Conference on Fuzzy Systems, Cairo, Egypt, 2006.

## **Thesis or Dissertation (unpublished)**

- [14] H. Zhang, "Delay-insensitive networks," M. S. thesis, University of Chicago, Chicago, IL, 2007.

## **Article in Encyclopedia, Signed**

- [15] O. Singh, "Computer graphics," in *McGraw-Hill Encyclopedia of Science and Technology*, New York: McGraw-Hill, 2007, pp. 279-291.



## Journal Articles

Article in Journal (paginated by annual volume)

- [8] K. A. Nelson, R. J. Davis, D. R. Lutz, and W. Smith, "Optical generation of tunable ultrasonic waves," *Journal of Applied Physics*, vol. 53, no. 2, Feb., pp. 1144-1149, 2002.

## Article in Professional Journal (paginated by issue)

- [9] J. Attapangittya, "Social studies in gibberish," *Quarterly Review of Doublespeak*, vol. 20, no. 1, pp. 9-10, 2003.

## Article in Monthly or Bimonthly Periodical

- [10] J. Fallows, "Networking technology," *Atlantic Monthly*, Jul., pp. 34-36, 2007.

## Article in Daily, Weekly, or Biweekly Newspaper or Magazine

- [11] B. Metcalfe, "The numbers show how slowly the Internet runs today," *Infoworld*, 30 Sep., p. 34, 2006.

15. Ucapan terimakasih yang menunjukkan pendanaan penelitian dan apresiasi **WAJIB DICANTUMKAN** dan ditulis dengan huruf kapital TNR font 12 dan ditebalkan. Isi dari ucapan terimakasih ditulis dengan TNR 11 dan spasi 1.
16. Naskah yang dinilai kurang tepat untuk dimuat di dalam majalah akan dikirim kembali kepada penulis. Saran-saran akan diberikan apabila ketidak tepatan tersebut hanya 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 naskah penulis utama tersebut ditempatkan pada penulis kedua.

Tangerang Selatan, Juli 2017

**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.

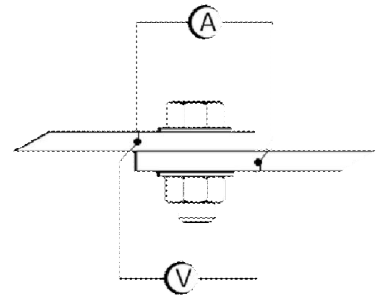


Figure 1. Figure caption

## 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 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 ↑