



PEMBUATAN BAJA *OXIDE DISPERSION STRENGTHENED* FE-CR-NI MENGUNAKAN METODE ARC PLASMA SINTERING

Rohmad Salam, Arbi Dimiyati, Nanda Shabrina

Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, PSTBM-BATAN, Puspiptek, Indonesia

*email: salam_rd@yahoo.com

Received : 07 Januari 2020; Accepted : 18 Januari 2020; Publish : Januari 2020

Abstrak

ODS (Oxide Dispersion Strengthened) adalah salah satu material masa depan yang menjanjikan untuk aplikasi energi nuklir karena ketahanan korosinya yang tinggi di lingkungan suhu tinggi. Teknik metalurgi serbuk dan sintering yang membutuhkan biaya tinggi dan waktu pemrosesan yang lama umumnya digunakan untuk menghasilkan ODS. Arc Plasma Sintering (APS) adalah metode alternatif untuk mengatasi masalah ini. Dalam makalah ini, fase, struktur mikro dan sifat mekanik ODS Fe-17Cr-25Ni diproduksi menggunakan APS sebagai metode baru yang dikembangkan di Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju - Badan Nuklir Nasional Indonesia (PSTBM-BATAN) diteliti. Fe-17Cr-25Ni ODS dikembangkan dengan komposisi 58% Fe, 17% Cr, dan 25% Ni. Pada awalnya, penggilingan bubuk Cr diperlukan untuk mengurangi ukuran bubuk hingga 325 mesh. Sampel disiapkan dengan mencampur dan menggiling menggunakan High Energy Milling (HEM) selama 8 jam. Setelah milling, sampel digetar 2 menit untuk penekanan optimal. Sampel ditekan oleh mesin pengepres isostatik pada 20 ton, dan disiapkan untuk sintering dengan metode APS hingga 4 menit dengan 80 A. XRD (X-Ray Diffraction), Mikroskop Optik, SEM-EDS (Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy) dan uji Vickers Hardness dilakukan untuk mengkarakterisasi fase, morfologi dan untuk mengevaluasi sifat mekanik. Metode APS ini telah berhasil mensintesis Fe-Cr-Ni dengan komposisi akhir sama dengan komposisi awal. Namun, parameter sintesis 80A selama 4 menit kurang menunjukkan hasil yang optimal. Hasil struktur mikro sampel menunjukkan interdifusi yang tidak menyeluruh, sampel yang belum homogen, adanya cluster cluster fasa tunggal dan dugaan adanya oksida karbon. Analisa fasa menggunakan XRD tidak menunjukkan fasa austenitic tanpa adanya fasa lainnya dengan struktur kristal cubic centered (fcc). Didapatkan nilai kekerasannya berkisar 93,13-129 VN dengan rata-ratanya adalah 107,44VN.

Kata Kunci: ODS Fe 17 Cr 25 Ni, Metalografi, SEM-EDS, APS, XRD, Vickers Hardness.

Abstract

ODS (Oxide Dispersion Strengthened) is one of the promising future materials of nuclear energy applications because of its high corrosion resistance in high temperature environments. Powder metallurgy and sintering techniques to produce ODS, required high costs and long processing times. Arc Plasma Sintering (APS) is an alternative method to overcome this problem. In this paper, the phases, microstructure and mechanical properties of ODS Fe-17Cr-25Ni are produced using APS as a new method developed at the Center for Science and Technology of Advanced Materials - Indonesian National Nuclear Agency (PSTBM-BATAN). Fe-17Cr-25Ni ODS was developed with a composition of 58% Fe, 17% Cr, and 25% Ni. Reducing the particle size of Cr powder to 325 mesh required as the first process. The samples were prepared by mixing and milling using High Energy Milling (HEM) for 8 hours. After milling, to reach the optimal result, the sample was vibrated for 2 minutes. The sample was pressed by an isostatic press machine at 20 tons, and was sintered by APS method in 80A for 4 minutes. XRD (X-Ray Diffraction), Optical Microscopes, SEM-EDS (Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy) and Vickers Hardness test were carried out to characterize phases, morphology and evaluate the mechanical properties. As result, APS method has succeeded in synthesizing Fe-Cr-Ni with the same final composition as the initial composition. However, 80A for 4 minutes synthesis parameters of APDS showed less optimal results. The results of the microstructure of the sample show that the interdiffusion is not comprehensive, the sample is not yet homogeneous, the presence of single phases clusters and the presence of carbon oxides. Phase analysis using XRD doesn't show austenitic phase without the presence of other phases with a cubic centered crystal structure (fcc). Value of roughness obtained around 93.13 -129 VN with an average of 107.44VN.

Keywords: ODS Fe 17 Cr 25 Ni, Metallography, SEM-EDS, APS, XRD, Vickers Hardness.



PENDAHULUAN

Salah satu teknik yang paling banyak digunakan untuk menghasilkan ODS di dunia adalah metalurgi serbuk menggunakan teknologi sintering konvensional [1]. Teknik ini memungkinkan untuk menghasilkan bahan dengan komposisi kimia yang seragam dengan karakteristik yang diinginkan. Tetapi menggunakan sintering konvensional membutuhkan biaya tinggi karena waktu pemrosesan yang lama dan butuh energi yang tinggi [1].

Pengembangan teknologi sintering telah dilakukan oleh Spark Plasma Sintering (SPS) pada tahun 1980, masih sulit di laboratorium eksperimental. Waktu yang dibutuhkan untuk sintering satu sampel adalah sekitar 30 menit hingga 1 jam. Teknologi SPS banyak digunakan di dunia [2]. Teknologi SPS dapat menghasilkan sampel komposisi kimia homogen yang tinggi dan seragam dalam operasi suhu sedang 900-1200°C [3]. Kelemahan dari teknologi ini adalah hanya dapat memproses dalam sampel bentuk koin dan investasi biaya tinggi.

Teknologi sintering alternatif baru yang disebut Arc Plasma Sintering (APS) telah dikembangkan di Pusat Sains dan Teknologi Material Maju - Badan Nuklir Nasional Indonesia (PSTBM-BATAN) selama 4 tahun [2-7]. APS adalah hasil kolaborasi antara PSTBM-BATAN, Universitas Surya, Universitas Indonesia dan industri manufaktur Indonesia-Elindo dan didukung oleh Kemenristekdikti melalui program INSINas.

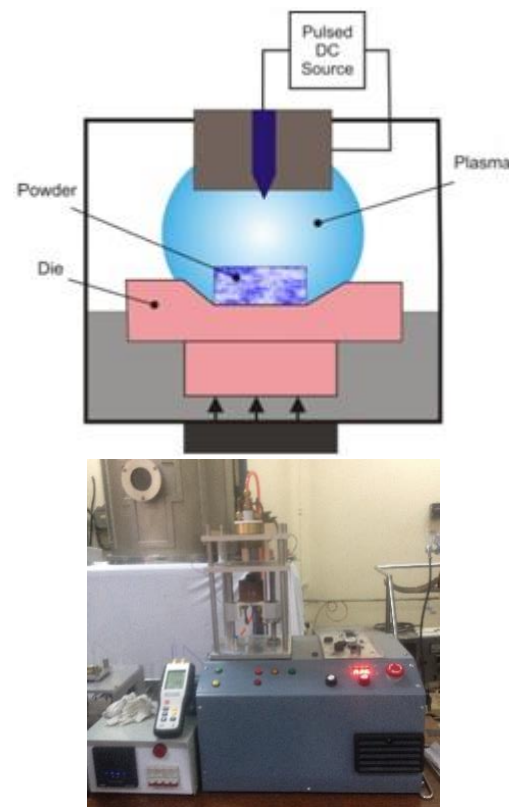
Dalam makalah ini, fase, struktur mikro dan sifat mekanik ODS Fe-17Cr-25Ni diproduksi menggunakan APS sebagai

metode baru. Uji XRD, Mikroskop Optik, SEM-EDS dan Vickers Hardness dilakukan untuk mengkarakterisasi fase, morfologi dan untuk mengevaluasi sifat-sifat mekani.

BAHAN DAN METODE

1. Arc Plasma Sintering (APS)

APS adalah metode sintering baru dengan menggunakan teknologi plasma panas yang timbul dari perbedaan potensial antara anoda dan katoda. Kelebihan dari teknologi ini dibandingkan dengan SPS atau FPS (Fast Plasma Sintering) adalah kebutuhan listrik yang kecil, 12 V dengan arus 80A (daya kurang dari 1200 watt) dan tidak ada kebutuhan dalam lingkungan vakum.



Gambar 1. Skema Teknik APS

Komponen utama APS dapat dilihat pada Gambar 1, terdiri dari obor, sumber DC, gas Argon, dan tahap sampel. Ketika gas



argon mengalir melalui obor, lompatan tegangan terjadi dari transformasi AC 220 V dengan arus sinusoidal menjadi tegangan langsung 12 V dalam frekuensi tinggi. Busur listrik terjadi antara dua kutub di dalam nosel, beberapa gas argon berubah menjadi plasma. Bahan yang akan disinter terletak di dekat obor. Obor terdiri dari tiga bagian, katoda, isolator dan anoda. Di dalam obor, ada busur yang terjadi dari tegangan tinggi yang disebabkan oleh perbedaan potensial antara anoda dan katoda. Plasma terjadi di dekat sampel yang menyebabkan pengerasan permukaan. Sistem kontrol berfungsi sebagai dukungan untuk menaikkan dan menurunkan posisi sampel.

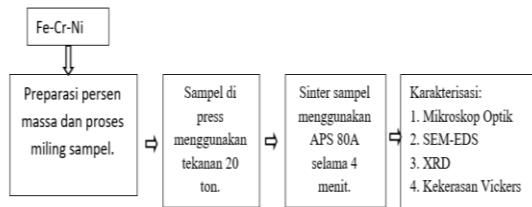


Gambar 3. HEM

Sampel ditekan oleh mesin pengepres isostatik pada beban tekan 20 ton / in² [2, 6]. daes yang digunakan memiliki diameter 15 mm dan waktu getaran adalah 2 menit dengan waktu penekanan 3 menit.

2 Preparasi

Diagram proses skematis dapat dilihat pada Gambar 2.



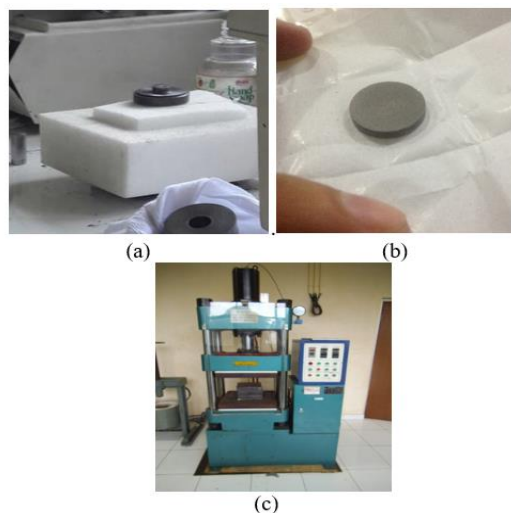
Gambar 2. Langkah kerja pembuatan Baja paduan Fe-Cr-Ni

Komposisi sampel seperti di bawah ini

Tabel 1. komposisi sampel

No	Nama sampel	Fe [% mass]	Cr [% mass]	Ni [% mass]
1	Fe-Cr-Ni	58	17	25

Sampel ditimbang 12 gr dengan akurasi 0,005 gr, dicampur selama 8 jam oleh High Energy Milling (HEM) ditunjukkan pada Gambar 3. Untuk mendapatkan paduan yang optimal, Cr digiling terlebih dahulu hingga 325 mesh.



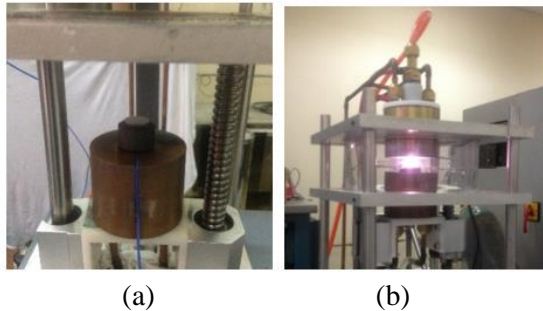
Gambar 4. Foto sampel saat (a) divibrasi sebelum proses penekanan (b) setelah ditekan (*green sample*), menggunakan (c) mesin tekan 60 Ton.

3 Sintering

Sampel disinter langsung tanpa ditutupi oleh grafit dalam APS selama 4 menit dengan jarak kerja 15 mm dari nozzle menggunakan arus 80 A dengan aliran gas argon 10 liter / menit, seperti yang ditunjukkan pada gambar 5. Proses sintering adalah semi-otomatis, yang mana sampel terkena plasma selama interval 10



detik dengan waktu tunda 2 detik. Mode itu disebut mode alternatif, yang sampelnya harus dipanaskan dan rileks untuk menghindari tegangan sisa akibat kejutan pemanasan.



Gambar 5. APS (a) Pemegang sampel, (b) proses sintering

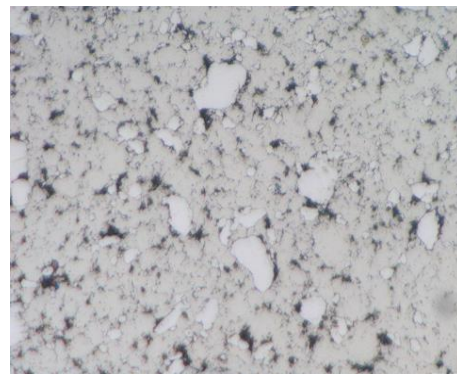
4 Karakterisasi

Sampel disiapkan dengan memoles dan grinding menggunakan kertas amplas grit 100, 800, 1000 dan 300 silikon karbida grinding. Setelah itu, sampel dietsa dengan larutan Kalling No. 2 (*CuCl₂ Hydrochloric acid Ethanol*). Besarnya uji keras Vickers diperoleh dengan kekerasan Vickers Micro dengan beban 200 gr. Metalografi sampel diperoleh dari mikroskop optik dan SEM.

HASIL DAN PEMBAHASAN

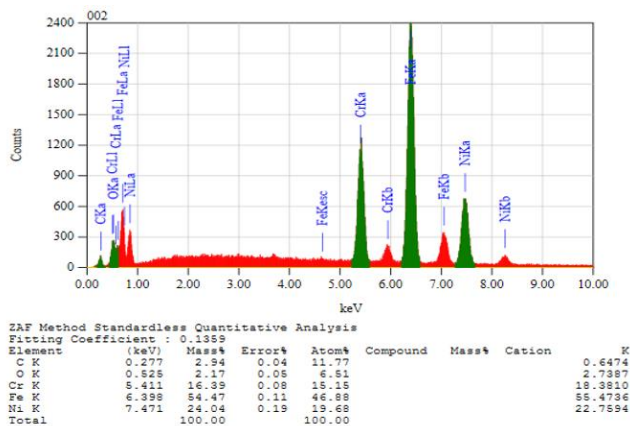
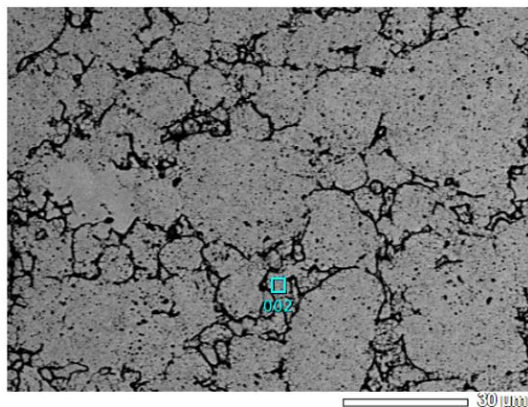
Karakterisasi struktur mikro bahan dilakukan menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 500x. Gambar 6 memperlihatkan bagian permukaan sampel Fe-Cr-Ni sintering menggunakan APS 80A selama 4 menit. Terlihat pada gambar 6 bahwa hasil morfologi menunjukkan ukuran butir dan struktur yang cukup homogen meskipun masih terdapat beberapa cluster fasa yang ditandai dengan butir-butir berukuran besar berwarna terang. Hal ini menunjukkan bahwa proses interdifusi tidak sepenuhnya terjadi pada

seluruh bagian dari sampel sehingga homogenitas pencampuran tidak tercapai secara penuh. Adanya bintik-bintik hitam yang tersebar cukup banyak pada gambar 6, diduga merupakan presipitasi oksida karbon [11]. Parikin dkk [8] melaporkan hal yang sama, namun bintik-bintik hitam tersebut belum dapat dipastikan merupakan oksida dari baja akibat proses oksidasi.



Gambar 6. Hasil Mikroskop Optik dari Fe-Cr-Ni setelah sintering dengan APS

Analisa unsur bahan dilakukan menggunakan SEM-EDS untuk mengkonfirmasi hasil komposisi kimia. Pada pengambilan salah satu poin pada permukaan sampel bahan didapatkan hasil EDS komposisi kimia yang hampir sama dengan komposisi awal, yaitu, 54,47% massa Fe, 16,4% massa Cr, dan 24,04 % massa Ni. Dugaan bintik-bintik hitam yang merupakan presipitasi oksida karbon selaras dengan hasil EDS, yang menunjukkan adanya unsur 2,94% masa C dan 2,17% massa O. Meskipun belum bisa dipastikan apakah C dan O tersebut berikatan membentuk oksida karbon.

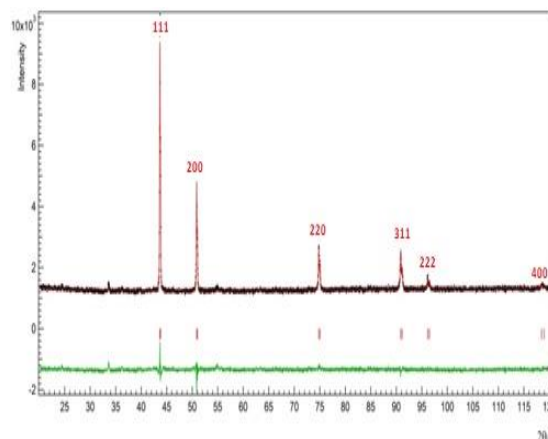


Gambar 7. Hasil SEM-EDS setelah sintering dengan APS

Karakterisasi Analisa fasa digunakan menggunakan XRD dengan pengukuran sudut $2\theta = 20^\circ - 120^\circ$. Analisa spektrum hasil XRD menggunakan program Match. Didapatkan hasil terdapat fasa austenitic tanpa adanya fasa lainnya dengan struktur kristal cubic centered (fcc) wajah dengan $a = b = c = 3,59 \text{ \AA}$. Parameter kisi. Puncak utama adalah: (111), (200), (220), (311) dan (222) dalam $2\theta = 43,87^\circ, 51,02^\circ, 74,91^\circ, \text{ dan } 90,97^\circ$ [8, 9]. Hasil ini sama dengan penelitian yang dilakukan oleh Parikin dkk [8], yang melaporkan bahwa tidak ada hasil oksida lainnya pada sintesis Fe-Cr-Ni dengan metode as-cast. Tidak adanya hasil oksida lain yang muncul ditandai dari tidak adanya pergeseran puncak-puncak pada pola difraksi tersebut. Mastuki dkk [10] melaporkan adanya oksida yang muncul berupa Fe_2O_3 dan Fe_3O_4 pada proses quenching yang ditandai pada pergeseran puncak, dan diidentifikasi pada suhu $2\theta = 57^\circ$ meskipun dengan intensitas yang sangat lemah.

Dugaan adanya unsur C dan O yang terdeteksi melalui EDS dan terkonfirmasi lewat bitnik-bintik hitam di struktur mikro sampel melalui Optik, tidak terdeteksi pada pola difraksi sampel. Hal ini

dikarenakan limitasi XRD hanya dapat mendeteksi unsur diatas 5% [12]. Unsur dibawah 5% sebagai dopan tidak cukup mendistorsi parameter kisi baik secara interstisi maupun substitusi sehingga tidak ada perubahan yang terjadi pada puncak-puncak pada pola difraksi.



Gambar 8. Puncak difraksi sampel setelah sintering dengan APS selama 4 menit.

Permorma sifat mekanik bahan didapatkan melalui pengujian kekerasan Vickers untuk mengetahui nilai kekerasan dari bahan. Hasil uji kekerasan Vickers dari sampel ditunjukkan ada Tabel 2 yang diambil pada 5 titik pengambilan data. Didapatkan nilai kekerasan bervariasi dari 93,13-129 VN sehingga rata-ratanya adalah 107,44VN. Nilai ini masih lebih kecil dibanding nilai referensi [13], yakni berkisar antara 204 VN – 266 VN. Hal ini dikarenakan adanya interdifusi yang tidak



menyeluruh, sampel yang belum homogen, adanya cluster cluster fasa tunggal yang terdeteksi pada struktur mikro bahan dan dugaan adanya oksida karbon, yang kesemuanya itu berkontribusi pada nilai kekerasan yang rendah.

Tabel 2. Hasil Uji Kekerasan Vickers hardness.

Sampel	APS	Point of Measurement	HV	
				median
1	80 A, 4min	1	129.09	
		2	118.79	
		3	99.98	107.44
		4	93.13	
		5	96.21	

KESIMPULAN

ODS Fe-Cr-Ni dengan 58% Fe, 17% Cr, 25% Ni telah berhasil disintesis menggunakan APS 80A selama 4 menit sebagai metode sintering baru. Metode APS ini telah berhasil mensintesis Fe-Cr-Ni dengan komposisi akhir sama dengan komposisi awal. Namun, parameter sintesis 80A selama 4 menit kurang menunjukkan hasil yang optimal. Hasil struktur mikro sampel menunjukkan interdifusi yang tidak menyeluruh, sampel yang belum homogen, adanya cluster cluster fasa tunggal dan dugaan adanya oksida karbon. Analisa fasa menggunakan XRD tidak menunjukkan fasa austenitic tanpa adanya fasa lainnya dengan struktur kristal cubic centered (fcc). Didapatkan nilai kekerasannya berkisar 93,13-129 VN dengan rata-ratanya adalah 107,44VN. Diperlukan penelitian lebih lanjut mengenai parameter arus dan lama sintering APS untuk mendapatkan hasil pembentukan Fe-Cr-Ni yang optimal.

Ucapan terimakasih

Penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada Kepala Pusat Sains dan Teknologi Bahan Lanjutan (PSTBM) - BATAN atas dukungan dan dorongannya. Penelitian ini didukung oleh Direktorat Penguatan Riset

dan Pengembangan Kemenristekdikti melalui Program INSINas 2017.

DAFTAR PUSTAKA

1. Zhang H, Huang Y, Ning H, AW Ceri, JL Andrew, Dawson K, Hong Z, Gorley MJ, Grovenor CRM, Tatlock GJ, Roberts SG, Reece MJ, Yan H, Grant PS. Processing and microstructure characterisation of oxide dispersion strengthened Fe-14Cr-0.4Ti-0.25Y2O3 ferritic steels fabricated by spark plasma sintering. *Journal of Nuclear Materials*, Vol 464, pp 61-68.
2. B Bandriyana, Dimiyati A. Aplikasi Peralatan Arc Plasma Sintering Dalam Sintesis Paduan Berbasis Fe-Cr For Reactor Structure Materials. *National Seminar on Nuclear Science and Technology 2017. ISSN 1858-3601*
3. Rohmad Salam, Sumaryo, dan Arbi Dimiyati. Pengaruh Tekanan Terhadap Pembentukan Mikrostruktur Fe Sebelum Proses Sinter. *Prosiding Pertemuan Ilmiah Ilmu Bahan-PIIB2016. ISSN 1411-2213*
4. Rohmad salam dan Arbi Dimiyati, Desain dan Perakitan Arc Plasma Sintering Type APS.2 *Nuclear Science and Technology Nuclear Science and Technology Basic Research Meeting and Presentation 2017 ISSN 0216-3128*
5. Rohmad Salam, Arbi Dimiyati, Ade Mardiyadi. Rekayasa Permukaan Baja Karbon Menggunakan Arc Plasma Sintering *National Seminar on Nuclear Science and Technology 2017. ISSN 1858-3601*
6. A. Sujatno, R. Salam, B. Bandriyana, A. Dimiyati, Studi Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk Karakterisasi Proses Oksidasi Paduan Zirkonium, *Seminar Nasional X, SDM Teknologi Nuklir (2014)*, 346-354.
7. B bandriyana , arbi Dimiyati, B sugeng, Rohmad salam, sumaryo, agus Sudjatno *Microstructur and*



- phase analysis of Zirconia-ODS (Oxide Dispersion Strengthen) alloy sintered by APS with milling time variation IOP publishing Material Science and 243 (2018) 012035..
8. Parikin, B. Sugeng, M. Dani, dan S.G Sukaryo. Ketahanan Oksidasi Baja Super Austenitik 15%Cr-25%Ni pada Suhu 850C. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, vol.18, no.4, 2017
 9. Parikin, AH Ismoyo, R Iskandar, A. Dimiyati. Residual Stress Measurements on the TIG Weld Joint of 57Fe15Cr25Ni Austenitic Steel for Structural Material Applications by Means X-Ray Diffraction Techniques. *Makara J Teknologi* 21/2(2017), 49-57
 10. Matsuki, MA Baqiya, Darminto. Sintesis dan Karakterisasi Kalsium Ferit Menggunakan Pasir Besi dan Batu Kapur. *Jurnal Sains dan Seni ITS*, vol.1 no.1 pp. B76-B80, 2012.
 11. M Dani, Parikin, AK Rivai, AH Ismoyo, R Iskandar, A Dimiyati. Microstructures of the 57Fe-17Cr-25Ni-0.9Si-0.5Mn Austenitic Superalloy Steel for structure material application. *Prosiding pertemuan ilmiah ilmu bahan 2016*, serpong, pp 50, 2016.
 12. Venketesh GM, Barnet ME, Owusu FC, Galop M. Detection of low levels of the amorphous phase in crystalline pharmaceutical materials by thermally stimulated current spectrometry. *Pharm Res*, 2011 Jan, 18(1):98-103.
 13. Rohmad salam, sumaryo,A Sudjatno, Imam wahyono, Arbi Dimiyati. Studi Struktur Mikro baja Fe12Cr-Y2O3 Hasil Proses Arc Plasma Sintering, *Proceedings of the XIX National Seminar on Chemistry in Development 2016*. **ISSN: 0854-4778**
 14. D. Sebayang, D. S. Khaerudini, H. Saryanto, M.A. Othman, M. H. Saleh, D. Fredrick, P. Untoro, "Microstructure and Mechanical Properties of Nanocrystalline FeCr Alloy Prepared by Spark Plasma Sintering", *Applied Mechanics and Materials*, Vols. 52-54, pp. 2197-2202, 2011
 15. H. Wang, W. M. Wang, Z. Y. Fu, "Microstructure and Properties of Mulite-FeCr Multifunctional Composite", *Advanced Materials Research*, Vol. 66, pp. 81-84, 2009
 16. A. Agüero, M. Gutiérrez, R. Muelas, "Steam Oxidation Testing of Coatings for Next Generation Steam Power Plant Components", *Materials Science Forum*, Vols. 522-523, pp. 205-212, 2006
 17. H. Wang, W. M. Wang, Z. Y. Fu, "Microstructure and Properties of Mulite-FeCr Multifunctional Composite", *Advanced Materials Research*, Vol. 66, pp. 81-84, 2009