

Pelapisan Alloy FeNiAl Menggunakan Metode Detonation Gun (D-Gun)

M. R.T. Siregar, F. W. Machmud, Muchiar, G. E. Timuda, Cece

Pusat Penelitian Fisika – Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (P2F – LIPI), Kawasan

PUSPIPTEK Serpong – Tangerang Selatan

email: masb001@lipi.go.id; gera001@lipi.go.id

Abstrak

Pelapisan material alloy Fe₃₈Ni₁₀Al dilakukan dengan metode D-Gun untuk meningkatkan kekerasan material Stainless Steel AISI 316 L. Analisis parameter proses dilakukan dengan perangkat statistik ANOVA (Analysis of Variance) – Taguchi untuk memperoleh ukuran kristal, ketebalan dan tingkat kekerasan yang optimum. Lapisan paling tebal dimiliki oleh sampel SS03 sebesar 280 mikron, sedangkan sampel SS02 memiliki ketebalan paling rendah, 97 mikron. Ketebalan lapisan sangat dipengaruhi oleh laju aliran gas pembawa serbuk dengan rasio kontribusi sebesar 82,7%. Kekerasan optimum diperoleh sampel SS08 dengan tingkat kekerasan sebesar 281,6 HV yang jauh lebih besar dari tingkat kekerasan Stainless Steel tanpa lapisan (195,0 HV). Analisis struktur dan ukuran kristal dilakukan dengan menggunakan XRD dan Metode Scherrer yang menghasilkan struktur kristal Taenite (γ -(Fe,Ni)) dengan ukuran kristal pada orde nanometer (nanokristal) pada kisaran 27,5 hingga 37,7 nm. Ukuran kristal sangat dipengaruhi oleh parameter rasio gas asetilene – oksigen dengan rasio kontribusi 60,4 %.

Kata kunci: Detonation Gun (D-Gun), ANOVA –Taguchi, XRD, Nanokristal, Metode Scherer, Tingkat Kekerasan (*Hardness*)

Pendahuluan

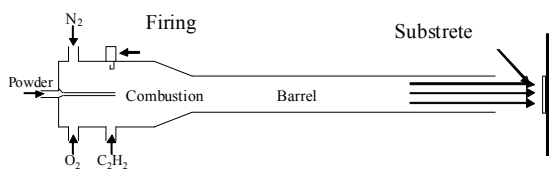
Teknologi pelapisan material telah menjadi perhatian besar di lingkungan penelitian dan industri dikarenakan merupakan cara yang efektif dan secara ekonomis lebih murah dalam menahan degradasi seperti keausan, oksidasi, korosi, atau kerusakan pada suhu tinggi tanpa mengorbankan material *bulk* yang dilapisinya [1]. Apalagi dengan telah ditemukannya teknologi untuk menghasilkan lapisan material berstruktur nano [2], yang memiliki sifat-sifat lebih unggul dibandingkan material serupa dengan struktur mikro membuat ketertarikan terhadap pelapisan material menjadi semakin besar.

Salah satu metode pelapisan yang telah diterima dengan baik di kalangan industri adalah pelapisan berbasis *thermal coating* karena kemudahannya untuk diaplikasikan pada pelapisan material dalam skala besar. Di antara metode tersebut adalah *plasma spray coating* dan *detonation gun (D-Gun) coating*. D-Gun *coating* mempunyai keunggulan dibandingkan dengan *plasma spray coating* antara lain konsumsi gas yang periodik sehingga lebih

sedikit konsumsi serta lebih efektif (dibandingkan plasma spray yang bersifat kontinu), serta menghasilkan lapisan dengan sifat mekanik lebih unggul (antara lain *hardness* dan ketahanan aus yang lebih besar, struktur mikro yang lebih padat serta porositas dan laju keausan yang lebih kecil) [1,3]. Selain itu, telah dilaporkan mampu dihasilkan lapisan yang memiliki struktur nanokristal dengan memanfaatkan gelombang kejut (*shock wave*) yang dihasilkan oleh D-Gun [2].

D-Gun *coating* merupakan pelapisan yang memanfaatkan gelombang ledakan (*detonation wave*) untuk memberikan energi yang sangat tinggi kepada material pelapis dalam bentuk serbuk yang diinjeksikan, sehingga mengalami kenaikan suhu yang tinggi dan terdorong dengan energi kinetik yang besar, yang membuatnya mampu terlapis dengan baik di atas substrat (Gambar 1) [4,5,6]. Sifat-sifat material yang terlapis menggunakan metode D-Gun sangat dipengaruhi oleh parameter-parameter proses pelapisan antara lain rasio gas asetilene–oksigen, laju aliran gas nitrogen

pembawa serbuk, jarak tembak antara ujung laras dan substrat, putaran substrat, frekuensi tembakan, serta jumlah tembakan. Oleh karena itu, perlu dilakukan pengamatan pengaruh beberapa parameter secara sekaligus terhadap karakteristik lapisan yang dihasilkan. Untuk melakukan hal tersebut, diperlukan bantuan statistik ANOVA–Taguchi yang terkenal mampu memberikan analisis yang akurat dengan jumlah sampel sekecil mungkin [7,8].



Gambar 1. (Atas) Diagram Skematik Sistem Pelapis D-Gun; (Bawah Kiri) Sistem Pelapis D-Gun yang Terdapat di Puslit Fisika LIPI; (Bawah Kanan) Sistem Pelapis D-Gun Saat Sedang Beroperasi

Metode Penelitian

Bahan dan Peralatan

Material yang digunakan untuk pelapisan adalah serbuk Fe38Ni10Al (Metco-Sultzter). Substrat yang dilapisi adalah Stainless Seel 316.

Peralatan pelapis adalah sistem pelapis D-Gun yang dirancang bangun dan dioperasikan di Pusat Penelitian Fisika LIPI. Gas yang diinjeksikan untuk menghasilkan gelombang ledakan adalah asetilene (C₂H₂) dan oksigen (O₂). Untuk mendorong serbuk digunakan gas nitrogen (N₂), yang juga digunakan untuk membilas laras setelah satu siklus ledakan dilampaui.

Eksperimental

Serbuk Fe38Ni10Al pertama kali diayak pada 200 mesh untuk mendapatkan serbuk dengan ukuran partikel yang lebih seragam (≤ 75 mikron). Setelah itu disimpan di dalam oven dengan suhu sekitar 60–70 °C untuk menghindari penggumpalan.

Substrat terlebih dahulu dipreparasi dengan metode *degreasing*. Pertama kali substrat dihaluskan dengan kertas amplas secara berurutan pada ukuran 400, 800, dan 1200 mesh pada permukaan yang akan dilapisi. Setelah itu dicuci dengan aquades dan teepol. Setelah dibilas dengan aquades, substrat secara berurutan dicelupkan ke dalam HCl 10% selama 10 menit, NH₃ 1% selama 10 menit, aquades selama 2 menit, dicuci dengan TCE, dicelupkan dalam alkohol selama 2 menit, dikeringkan di udara sejenak untuk kemudian dikeringkan di dalam oven bersuhu 60–70 °C selama 10 menit.

Pelapisan dilakukan dengan menempatkan substrat pada *holder* yang bisa berputar dengan kelajuan tinggi. Parameter-parameter proses pelapisan yang diatur bernilai tetap adalah frekuensi tembakan sebesar 1 Hz serta jumlah tembakan sebanyak 150 kali. Parameter-parameter lain dibuat bervariasi yaitu rasio gas asetilene – oksigen (parameter A) di antara 0,6 : 2,8 hingga 1,05 : 2,8; laju aliran gas nitrogen pembawa serbuk (parameter B) di antara 18 – 28 psi, tegangan pemutar substrat (parameter C) di antara 100–220 V serta jarak tembak (parameter D) antara 180–220 mm (Tabel 1).

Tabel 1. Parameter proses pelapisan

Parameter	Rasio C ₂ H ₂ :O ₂	Laju aliran gas pembawa serbuk		Jarak tembak	Tegangan Pemutar substrat
		A	B (psi)		
Standar (0)	A0 = 0,80:2,8	B0 = 23	C0 = 200	D0 = 160	
Level 1 (1)	A1 = 1,05:2,8	B1 = 28	C1 = 220	D1 = 220	
Level 2 (2)	A2 = 0,60:2,8	B2 = 18	C2 = 180	D2 = 100	

Semua sampel lapisan yang dihasilkan dikarakterisasi antara lain struktur kristalnya

menggunakan XRD (Rigaku), tebal lapisan menggunakan micrometer digital Mitutoyo (ketelitian sampai 1 μm dan telah disertifikasi), *hardness* menggunakan *micro hardness tester* Motzuzawa MST50

Desain Eksperimental dan Analisis ANOVA-Taguchi

Untuk meminimalisir jumlah sampel yang diperlukan, digunakan matriks *orthogonal-array* Taguchi dengan 2 level dan 4 parameter, $L_8(2^4)$. Sehingga, didapatkan 8 *setup* eksperimen ditambah 1 *setup* standar (Tabel 2). Proses pelapisan dilakukan secara acak untuk menghindari kesalahan terstruktur (*structural error*).

Tabel 2. Orthogonal Array Taguchi $L_8(2^4)$

Sampel	Parameter			
	A	B	C	D
SS04	A1	B1	C1	D1
SS03	A1	B1	C2	D2
SS02	A1	B2	C1	D2
SS01	A1	B2	C2	D1
SS08	A2	B1	C1	D2
SS07	A2	B1	C2	D1
SS06	A2	B2	C1	D1
SS05	A2	B2	C2	D2
SS09	A0	B0	C0	D0

Untuk mengetahui pengaruh parameter proses terhadap ukuran kristal, ketebalan dan kekerasan yang dihasilkan, digunakan *analysis of variance* (ANOVA)-Taguchi. Metode analisis ini tidak secara langsung menganalisis data tetapi keberagaman (variance) dari data. Prosedur yang perlu dilakukan adalah menentukan nilai Sum of Squares (SS) yang terdiri dari SS total (SS_T), SS masing-masing variabel (SS_A , SS_B , SS_C , SS_D), SS karena rata-rata (SS_m) dan SS error (SS_e), Variance (V), F-ratio (F), serta rasio kontribusi (ρ) berdasarkan persamaan [7,8]:

$$SS_T = \sum_{i=1}^n y_i^2 \quad (1)$$

$$SS_m = ny^2 \quad (2)$$

$$SS_A = \frac{(\sum A_1)^2}{n_1} + \frac{(\sum A_2)^2}{n_2} - \frac{(\sum A)^2}{n_1 + n_2} \quad (3)$$

dimana A_1 dan A_2 adalah parameter A level 1 dan level 2, n_1 dan n_2 adalah banyaknya data level 1 dan level 2. Dengan cara yang sama, SS_B , SS_C dan SS_D bisa ditentukan.

$$SS_e = SS_T - SS_m - SS_A - SS_B - SS_C - SS_D \quad (4)$$

$$V_x = SS_x / df_x \quad (5)$$

dimana df adalah derajat kebebasan.

$$F_x = V_x / V_e \quad (6)$$

dengan V_e adalah *variance* error.

$$\rho_x = \frac{SS_x}{ST} \times 100\% \quad (7)$$

Selain itu, perlu pula dibuat tabel respon untuk mengetahui respon masing-masing level terhadap ukuran kristal yang dihasilkan. Pengaruh parameter A pada level 1 dan level 2 diberikan oleh [8]:

$$\bar{A}_1 = \frac{\sum A_1}{n_{A_1}} \quad (8)$$

dan

$$\bar{A}_2 = \frac{\sum A_2}{n_{A_2}} \quad (9)$$

Dengan cara yang sama pengaruh parameter yang lain bisa dicari.

Perhitungan Ukuran Kristal

Perhitungan ukuran kristal dilakukan dengan mengolah data hasil karakterisasi XRD menggunakan Metode Scherrer berdasarkan persamaan [9]:

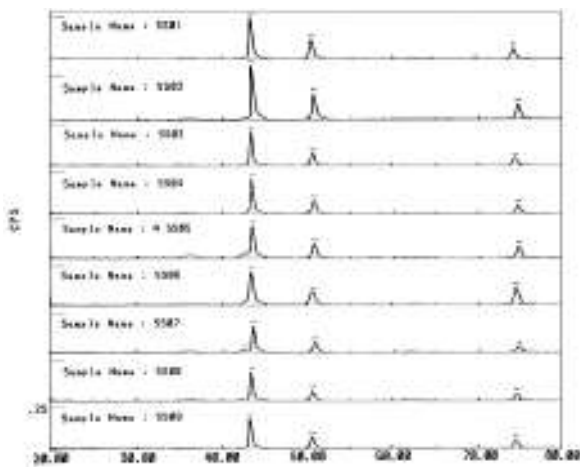
$$D = K \frac{\lambda}{B \cos \theta_B} \quad (10)$$

dengan D adalah ukuran (diameter) kristalin, λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan (sebesar 0,15400598 nm untuk Cu-K α), θ_B adalah sudut Bragg, B adalah FWHM satu puncak yang dipilih, dan K adalah konstanta material (nilainya kurang dari 1, biasanya sebesar 0,89).

**Hasil dan Pembahasan
Karakterisasi XRD**

Hasil karakterisasi XRD ditampilkan pada Gambar 2. Semua sampel memperlihatkan fase kristal taenite (γ -(Fe,Ni)). Dari kurva XRD tersebut dapat diamati secara kualitatif bahwa bentuk puncak yang teramati relatif lebar yang menandakan ukuran kristal yang kecil.

Hasil perhitungan ukuran kristal ditampilkan pada Tabel 3, beserta data hasil pengukuran ketebalan dan tingkat kekerasan. Dari tabel tersebut dapat diamati bahwa ukuran kristal untuk semua lapisan berada dalam orde nanometer dalam rentang 27,53 hingga 37,71 nm.



Gambar 2. Kurva XRD Sampel SS01 – SS09

Tabel 3. Ukuran kristal, ketebalan dan tingkat kekerasan lapisan

Sampel	Ukuran Kristal (nm)	Tebal Lapisan (μm)	Tingkat Kekerasan (HV)
SS01	37,69	108	207.2
SS02	35,37	97	194.7
SS03	36,53	280	255.7
SS04	37,71	247	251.9
SS05	34,00	99	190.9
SS06	27,53	101	190.5
SS07	33,61	173	226.4
SS08	32,76	207	281.6
SS09	36,42	204	242.3

Hasil perhitungan pengaruh parameter proses ditampilkan pada Tabel 4. Dari

perhitungan tersebut dapat diamati bahwa ukuran kristal yang dihasilkan sangat dipengaruhi oleh parameter proses A yaitu rasio gas asetilene – oksigen, dengan rasio kontribusi sebesar 60,38%. Menyusul parameter C yaitu jarak tembak dengan rasio kontribusi sebesar 11,46%. Laju aliran gas pembawa serbuk mempengaruhi hanya sebesar 5,83% sementara putaran substrat tidak signifikan mempengaruhi dengan rasio kontribusi sebesar 0,73%.

Tabel respon ditampilkan dalam Tabel 5. Ukuran kristal yang optimum adalah ukuran yang paling kecil. Nilai optimum mendasari analisis data pada Tabel 5 dimana level optimum adalah yang memiliki pengaruh parameter bernilai lebih kecil. Untuk parameter A dan B, nilai optimum dicapai ketika berada pada level 2/- (rasio gas 0,6:2,8 dan laju gas pembawa serbuk 18 psi). Sementara untuk parameter C dan D, nilai optimum dicapai pada level 1/+ (jarak tembak 220 mm dan tegangan pemutar substrat 220 V).

Tabel 4. Tabel ANOVA Ukuran Kristal

Parameter	df	SS	V	F	ρ (%)
A	1	47,01	7,01	8.38	60,38
B	1	4,54	4,54	0.81	5,83
C	1	8,92	8,92	1.59	11,46
D	1	0,57	0,57	0.10	0,73
Erör	3	16,82	5,61	1.00	21,61
Total	7	77,86			100,00

Tabel 5. Tabel respon

	A	B	C	D
Level 1 (+)	53,52	51,09	48,47	49,61
Level 2 (-)	46,48	48,91	51,53	50,39
Selisih	7,05	2,19	3,07	0,77
Ranking	1	3	2	4

Ketebalan

Ketebalan lapisan ditampilkan pada Tabel 3, dan analisa statistik ANOVA ditunjukkan dalam Tabel 6. Tebal lapisan bervariasi antara 97 μm hingga 280 μm. Ini berarti bahwa rasio C₂H₂/O₂, laju carrier gas, jarak tembak dan putaran substrat mempengaruhi tebal lapisan. Dari perhitungan ANOVA, telah diperoleh bahwa laju carrier gas dari powder merupakan

faktor yang dominan dalam peningkatan tebal lapisan. Fraktor ini memiliki rasio kontribusi sebesar 82,67%, disusul dengan rasio C_2H_2/O_2 sebesar 7,54%. Jarak tembak dan putaran substrat sedikit sekali pengaruhnya, dengan estimasi eror sebesar 8,72%.

Tabel 6. Hasil ANOVA Ketebalan

Parameter	df	SS	V	F	P%
A	1	2888,00	2888,00	2,59	7,54
B	1	31668,89	31668,89	28,42	82,67
C	1	8,00	8,00	0,01	0,02
D	1	401,29	401,29	0,36	1,05
Error	3	3342,41	1114,14	1,00	8,72
Total	7	38308,60			100,00

Pengukuran Tingkat Kekerasan

Nilai rata-rata tingkat kekerasan yang diukur terhadap sampel-sampel SS01 sampai SS09 disajikan dalam Tabel 3. Hardness tertinggi adalah 294.7 HV yang diperoleh dari sampel SS02, dan hardness terendah adalah 190.5 HV yang diperoleh dari sampel SS06. Sebagai bahan perbandingan, hardness dari substrat baja adalah 194 HV. Nilai hardness lapisan yang lebih rendah dari hardness substrat baja masih perlu dikonfirmasi ulang, sebab ketika lapisan dipreparasi dengan *polishing* sampai mengkilat kemungkinan lapisannya tergerus semua. Ini dapat terlihat dari perhitungan ANOVA, dimana kontribusi faktor-faktor hampir merata (Tabel 7).

Tabel 7. Hasil ANOVA Tingkat Kekerasan

Parameter	df	S	V	F	P%
A	1	50,50	50,50	0,13	0,60
B	1	6745,41	6745,41	16,82	79,74
C	1	185,28	185,28	0,46	2,19
D	1	274,95	274,95	0,69	3,25
Error	3	1203,31	401,10	1,00	14,22
Total	7	8459,46			100,00

Kesimpulan

Dari hasil-hasil yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa :

1. Telah digunakan desain eksperimen *Taguchi fractional factorial* (L_8) pada pelapisan alloy

Fe38Ni10Al dengan substrat SS AISI 316 L. Parameter-parameter yang diteliti dalam penelitian ini adalah rasio campuran gas acetylene (C_2H_2) terhadap oksigen (O_2), laju aliran gas pembawa serbuk, jarak tembak dan putaran substrat pada frekuensi tembakan 1 Hz dan optimasi tebal lapisan terbesar didapat pada kondisi operasi rasio $C_2H_2 : O_2 = 1 : 2,67$, laju gas pembawa adalah 28 Psi, jarak tembak 140 mm dan putaran substrat pada 100 volt, yang bersesuaian dengan sampel SS03. Ketebalan lapisan sangat dipengaruhi oleh laju aliran gas pembawa serbuk dengan rasio kontribusi sebesar 82,67%, disusul oleh rasio campuran gas *acetylene*-oksigen dengan rasio kontribusi sebesar 7,54 %.

2. Tingkat kekerasan tertinggi diperoleh pada kondisi operasi rasio $C_2H_2 : O_2 = 1 : 4,67$, laju gas pembawa adalah 28 Psi, jarak tembak 180 mm dan putaran substrat pada 100 volt, yang bersesuaian dengan sampel SS08. Nilai tingkat kekerasan sangat dipengaruhi laju aliran gas pembawa serbuk dengan rasio kontribusi sebesar 79.74 %.
3. Metode D-Gun telah berhasil melapiskan alloy sistem Fe-Al-Ni dengan struktur taenite (γ -(Fe,Ni)) dengan ukuran kristal dalam skala nanometer (nanokristalin), berada pada rentang 27,5 hingga 37,7 nm.
4. Parameter proses pelapisan yang paling mempengaruhi ukuran kristal yang dihasilkan adalah rasio gas asetilene-oksigen dengan rasio kontribusi sebesar 60,38%, dimana semakin kecil kandungan gas asetilene menghasilkan ukuran kristal yang paling optimal.

Daftar Pustaka

- [1]. Sundararajan, G., Prasad, K.U.M., Rao, D.S. & Joshi, S.V. 1998. A Comparative Study of Tribological Behavior of Plasma and D-Gun Sprayed Coatings under Different Wear Modes, *Journal of Materials Engineering and Performance* (JMEPEG), 7(3): 343 – 351.
- [2]. Zhao, H., Liu, Z., Wu, X., Wang, H., & He, Y. 2002. A New Physical Metallurgy Phenomenon – the Shock Wave

- [3]. Nanocrystallization of Amorphous Alloys, *J. Mater. Sci. Technol.*, 18(5): 398 – 400.
- [4]. Saravanan, P., Selvarajan, V. Srivastava, M.P., Rao, D.S., Joshi, S.V. & Sundararajan, G. 2000. Study of Plasma and Detonation Gun-Sprayed Alumina Coatings Using Taguchi Experimental Design, *Journal of Thermal Spray Technology* 9(4): 505 – 512.
- [5]. Machmud, F.W.(1), Siregar, M.R.T., Cece. 2009. Study of Rapid Cooling of Iron Nickel Aluminium Alloy Deposited by D-Gun, Makalah disajikan dalam ASEAN-India Workshop and Annual Meeting on Surface Engineering (AISE) II, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Serpong, 1-3 Desember.
- [6]. Machmud, F.W.(2), Siregar, M.R.T., Muchiar. 2009. Ketergantungan tebal lapisan terhadap beberapa parameter proses pelapisan D-Gun dengan menggunakan pendekatan statistik ANOVA. Prosiding Seminar Nasional *Applied Science for Technology Innovation (ASTECHNOVA)*, Universitas Gajah Mada, Yogyakarta, 8 Oktober, Vol.1 No.1 pp.IV-19 – IV-29
- [7]. Siregar, M.R.T., Machmud, F.W., Timuda, G.E. 2010. Pengukuran porositas lapisan tipis paduan besi nikel aluminium hasil proses D-Gun. Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah Kalibrasi, Instrumentasi dan Metrologi (PPI-KIM) ke-36, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Serpong, 15 – 16 Juni, pp. 206 – 213.
- [8]. Roy, R.K. 1990. *A primer on the Taguchi Method*, London: Van Nostrand Reinhold
- [9]. Soejanto, I. 2009. *Desain Eksperimen dengan Metode Taguchi*, Yogyakarta: Graha Ilmu.
- [10]. Abdullah, M. 2009. *Pengantar Nanosains*, Bandung: Penerbit ITB.