

# Pengaruh NiCrAlY, Ni/CrO<sub>3</sub>/Cr<sub>x</sub>C<sub>y</sub> Sebagai Variasi *Bond Coat* dengan Penambahan Lapisan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan YSZ Pada Inconel 625 Terhadap Struktur Mikro Lapisan Menggunakan Metode *Flame Spraying*

Aprian Immanuel, Hariyati Purwaningsih, dan Sigit Tri Wicaksono

Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia

*e-mail*: hariyati@mat-eng.its.ac.id

**Abstrak**— Thermal Barrier Coating (TBC) berfungsi untuk mengurangi temperatur substrat serta meningkatkan daya tahannya terhadap korosi dan oksidasi guna meningkatkan efisiensi turbin dan memperpanjang umur pakai komponen. Pada penelitian ini, digunakan *flame spraying* dari variasi *bond coat* (Ni-Cr-Al-Y), (Ni/CrO<sub>3</sub>/Cr<sub>x</sub>C<sub>y</sub>) dan tanpa *bond coat* serta melapisi kembali lapisan *bond coat* dengan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·ZrO<sub>2</sub> – 8%Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebagai *Thermal Barrier Coating* untuk diteliti pengaruhnya terhadap struktur mikro lapisan yang terbentuk. Hasil *flame spray* NiCrAlY diamati dengan SEM dan ditemukan beberapa serbuk dari material top coat dengan beberapa kondisi yaitu meleleh (*meltd*), meleleh sebagian (*semi melted*), dan tidak meleleh (*unmeltd*). Selain itu, ditemukan poros yang merata hampir di seluruh permukaan sampel dan munculnya pengintian retak. Selain itu, variasi *bond coat* menghasilkan lapisan oksida dan mekanisme pengintian retak yang berbeda pula.

**Kata Kunci** — Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, *bond coat*, NiCrAlY, *Thermal Barrier Coating*.

## I. PENDAHULUAN

*Thermal Barrier Coating* (TBC) digunakan untuk melindungi peralatan seperti pada mesin turbin, dan pembangkit daya agar tahan terhadap panas dan lingkungan yang berubah-ubah. TBC berfungsi untuk mengurangi temperatur substrat serta meningkatkan daya tahannya terhadap korosi dan oksidasi guna meningkatkan efisiensi turbin dan memperpanjang umur pakai komponen.

Dalam beberapa dekade ini, kemajuan pada efisiensi turbin gas baik yang digunakan untuk mesin tenaga berbasis darat, mesin generator tenaga, aplikasi kapal laut, dan pesawat terbang sangat bergantung pada kenaikan temperatur gas yang signifikan. Kenaikan besar pada temperatur gas telah dinaikkan dengan pengembangan skema pendinginan dengan teknologi tinggi untuk substrat dan material yang mempunyai performa dan teknologi tinggi. Pendinginan telah dihitung memiliki andil sebesar 75% dalam kenaikan kapabilitas temperatur. Kemajuan paduan super ini tidak lepas dari pengembangan berkelanjutan pada pelapisan untuk melindungi komponen dari mekanisme degradasi sebagai akibat pengaruh dari lingkungan (National Academy Press, 2006)

Tujuan umum dari TBC adalah untuk menurunkan temperatur udara pada saat proses pendinginan pada mesin berlangsung, serta menaikkan temperatur operasi sehingga mengalami peningkatan efisiensi. Oleh karena itu, dibutuhkan sebuah desain sistem pelapisan yang bisa memerankan kedua tujuan tersebut. Pada penelitian kali ini, digunakan *flame spraying* dari variasi *bond coat* (Ni-Cr-Al-Y), (Ni/Cr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/Cr<sub>x</sub>C<sub>y</sub>) dan tanpa *bond coat* serta melapisi kembali lapisan *bond coat* dengan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan ZrO<sub>2</sub> – 8%Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebagai *Thermal Barrier Coating* untuk diteliti pengaruhnya terhadap struktur mikro lapisan yang terbentuk. Substrat yang digunakan adalah Inconel 625 yang sering digunakan baling-baling dan nozel. Pada jurnal-jurnal sebelumnya, diketahui Inconel 625 sering digunakan pada lingkungan agresif. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh variasi *bond coat* terhadap struktur mikro lapisan yang terbentuk sesudah dilakukan proses deposisi pada pelapisan tahan temperatur tinggi.

## II. METODOLOGI PENELITIAN

### A. Peralatan yang digunakan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini antara lain, Neraca Digital Analitik, *Siever Shaker dan Sieve*, *Planetary Ball Mill*, Pengering Serbuk (*Dryer*), *Sand Blasting*, *Flame Spray*, *Oxy Acetylene*, SEM (*Scanning Electron Microscope* dan EDX), Ring Mill, Alat Pendukung (sarung tangan, wadah tempat sampel, plastik tempat serbuk, dan *stopwatch*), Furnace, dan *Ultrasonic Cleaner Bath* dan XRD.

### B. Bahan yang digunakan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain, Serbuk 8% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - ZrO<sub>2</sub> (Yttria Stabilized Zirconia), Serbuk Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Serbuk NiCrAlY (Ni= bal., Cr = 21-23%, Al = 9-11%, Y = 0.8 – 1.2%), Kromium Oksida (CrO<sub>3</sub>), serbuk grafit (Carbon), dan gas Argon.

### C. Preparasi Substrat

Substrat Inconel 625 dilakukan proses *cutting*, *cleaning* dan *sand blasting* sebelum proses pelapisan. Proses *cutting* yang menggunakan alat gergaji. Spesimen yang awalnya berbentuk tube dengan  $d = 6.55$  mm dan  $h = 80.65$  mm dipotong sesuai dengan tabel 1. Ukuran hasil pemotongan yang sudah ditentukan diambil dari penentuan jumlah jenis variabel yang digunakan dengan masing – masing variabel memiliki 3 sampel uji. Setelah dilakukan pemotongan, hasil dari potongan yang berjumlah sembilan akan masih berbentuk *tube*. Sampel – sampel tersebut dipotong melintang. Setelah itu, hasil dari potongan melintang tersebut dipotong sehingga menghasilkan daerah yang cukup untuk memudahkan perubahan bentuk dari bentuk silindris menjadi pelat dengan bantuan ragum. Setelah itu, spesimen diberikan perlakuan permukaan dengan *ultrasonic cleaning pretreatment*. Tujuan dari *pretreatment* ini adalah untuk mengeliminasi pengotor yang ada pada spesimen untuk selanjutnya dilakukan proses *sandblasting*. Fungsi dari *sand blasting* disini selain untuk mengkasarkan permukaan pada logam, juga berfungsi untuk membersihkan permukaan logam dari kotoran – kotoran yang menempel termasuk karat [1]. Perlakuan permukaan dengan *sandblasting* dan kombinasi *sandblasting* dengan *ultrasonic cleaning pretreatment* akan meningkatkan kekuatan dari ikatan yang terjadi antara substrat dan *bondcoat*. Hasil dari *sand blasting* akan meningkatkan kekasaran permukaan. Semakin meningkatnya kekasaran permukaan, semakin baik pula ikatan mekanik (*mechanical bonding*) yang terbentuk [2],[3].

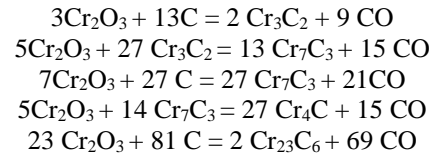
### D. Preparasi Serbuk

Serbuk komposit Ni/Cr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/Cr<sub>x</sub>C<sub>y</sub> digunakan sebagai variasi *bondcoat* dalam penelitian ini. Paduan ini digunakan karena sifat ketahanan thermal yang baik dengan nilai kekerasan yang tinggi. Paduan ini juga memiliki sifat ketahanan terhadap gesekan dan goresan serta ketahanan korosi yang baik. Serbuk ini merupakan serbuk paduan komposit yang direkomendasi dalam metode pendeposisian baik secara plasma, *thermal spray* maupun secara difusi HVOF [4]

Dalam proses preparasinya, Serbuk paduan Ni/CrO<sub>3</sub>/Cr<sub>x</sub>C<sub>y</sub> mengalami 3 proses preparasi. Proses preparasi pertama merupakan proses sintesis Kromium Karbida. Proses preparasi kedua merupakan proses material komposit Ni/CrO<sub>3</sub>. Proses preparasi terakhir merupakan proses pemaduan hasil proses pertama dan kedua, yaitu dengan memadukan secara mekanik (*mechanical alloying*) serbuk Kromium Karbida dan serbuk komposit Ni/CrO<sub>3</sub>. Setelah dipadukan secara mekanik, serbuk yang sudah homogen tersebut, dilakukan *sintering* pada temperatur 700°C

Pada preparasi pertama, dilakukan proses *mechanical alloying* antara Kromium Oksida (CrO<sub>3</sub>) dan serbuk grafit (Carbon). Hasil yang diharapkan dari proses ini adalah didapatkannya produk Kromium Karbida (Cr<sub>x</sub>C<sub>y</sub>). Tahap pertama yang dilakukan adalah menyeragamkan serbuk kromium oksida menggunakan *ring mill*. Distribusi ukuran partikel yang lebih seragam diperlukan agar reaksi yang berjalan selama proses pembentukan yang terjadi lebih efektif [5] *Ring Mill* dipilih karena material yang dapat diproses lebih beragam dari 1gram sampai 1kilogram. Setelah proses

*pulverizing* selesai, serbuk CrO<sub>3</sub> dipindahkan ke *Ball Mill* untuk dilakukan proses *mechanical alloying* dengan serbuk grafit. Persamaan reaksi pada proses sintesis Kromium Karbida didasarkan pada persamaan reaksi sebagai berikut [4]:



Serbuk yang telah dilakukan proses pemaduan secara mekanik dipindahkan ke wadah kaca yang kering. Selanjutnya, proses dilanjutkan ke proses preparasi kedua.

Pada proses preparasi kedua, dilakukan *mechanical alloying* antara serbuk Nikel dan serbuk Kromium Oksida (CrO<sub>3</sub>). Hasil yang diharapkan dari proses ini didapatkannya produk serbuk Nikrom. Proses ini dimulai dengan memasukkan serbuk Nikel dan Kromium Oksida (CrO<sub>3</sub>) yang sudah diberi perlakuan *pulverizing* dengan mesin *ring mill* ke dalam *chamber* mesin *Ball Mill*. Perbandingan komposisi Nikel dan Kromium pada serbuk NiCr adalah 1:4 [6].

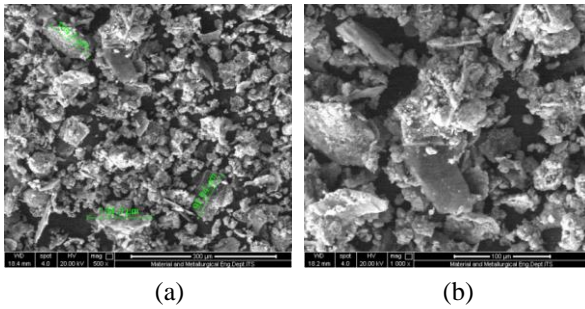
Proses ketiga yaitu melakukan proses *mechanical alloying* antara produk hasil proses preparasi pertama dan produk hasil proses preparasi kedua. Proses dimulai dengan memasukkan serbuk Ni/Cr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dan serbuk CrO<sub>3</sub>/graphite ke dalam *chamber* mesin *ring mill*. Setelah proses selesai, serbuk hasil proses dipindahkan ke sebuah wadah kaca yang kering untuk menghindari pengotor masuk pada saat penyimpanan

## III. DATA DAN PEMBAHASAN

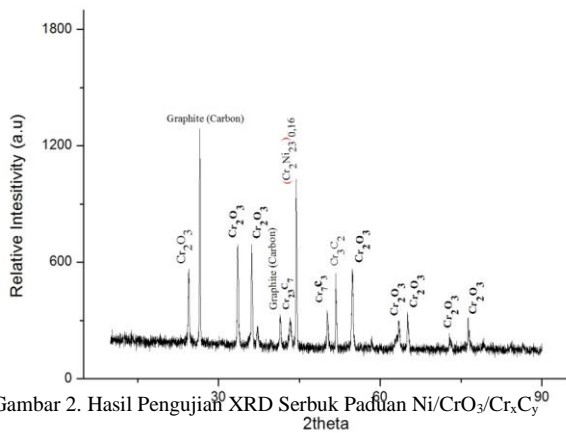
### A. Hasil Karakterisasi Serbuk

Hasil pengujian serbuk hasil sintesis Ni/Cr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/Cr<sub>x</sub>C<sub>y</sub> yang menggunakan X-Ray Diffraction PANalytical dengan sudut  $2\theta$   $10^\circ - 90^\circ$ , gelombang CuK $\alpha$  sebesar 1.5406Å dan analisa peak menggunakan *software* PCPDF WIN dan PDF 2 2011 untuk mencocokkan kartu PDF dengan puncak pada sampel menghasilkan identifikasi peak tertinggi pada  $2\theta = 26.55$ , yang merupakan fasa *graphite* dengan sistem kristal *hexagonal* dan bidang kristal (002). Senyawa *graphite* yang dikenal dengan nama umum karbon juga ditemukan pada puncak peak  $2\theta = 43.31$  dengan sistem kristal *Rhombohedral* dan bidang kristal (101). Pada peak kedua tertinggi, terdeteksi puncak  $2\theta = 44.42$ , yang merupakan fasa (Cr<sub>2</sub>Ni<sub>23</sub>)<sub>0.16</sub> yaitu *Chromium Nickel* dengan sistem kristal kubik dan bidang kristal (111). Pada peak ketiga tertinggi, terdeteksi Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan sistem kristal *rhomboidal* dengan muncul puncak  $2\theta = 33.56$  yang teridentifikasi pada bidang (104). Selain itu, puncak – puncak lainnya seperti 76.29 (217), 73.03 (1010), 65.071 (300), 63.46 (214), 54.82 (116), 36.17 (110), dan 24.47 (012) juga terdeteksi fasa Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan sistem kristal yang sama. Pada puncak  $2\theta = 50.22$  terdeteksi fasa Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub> dengan sistem kristal *hexagonal* dan bidang kristal (402). Pada puncak  $2\theta = 51.78$ , terdeteksi fasa Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> dengan sistem kristal *orthorhombic* dan bidang kristal (301). Senyawa kromium karbida lain juga ditemukan pada puncak  $2\theta = 41.45$  dengan rumus kimia Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, sistem kristal kubik dan bidang kristal (422). Hal ini ditunjukkan pada gambar 2. Selain itu, hasil pengujian SEM pada gambar 1 menunjukkan serbuk mempunyai bentuk partikel yang cukup

baik, dan seragam dengan ukuran partikel berkisar antara 87  $\mu\text{m}$  – 130  $\mu\text{m}$ . Bentuk partikel dari serbuk juga dapat dilihat memiliki bentuk yang tidak umum dan memiliki beberapa ujung yang tajam.



Gambar 1. Hasil Pengujian SEM Serbuk Ni/CrO<sub>3</sub>/Cr<sub>x</sub>C<sub>y</sub> dengan *Activated Self Propagation High Temperature Synthesis* pada perbesaran (a) 500x (b) 1000x

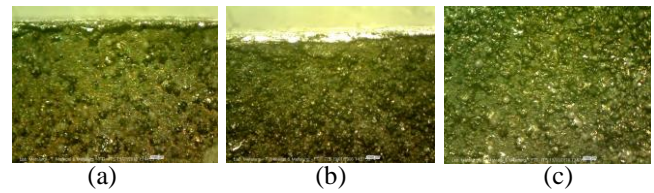


Gambar 2. Hasil Pengujian XRD Serbuk Paduan Ni/CrO<sub>3</sub>/Cr<sub>x</sub>C<sub>y</sub>

**B. Hasil Proses Pelapisan**

Setelah substrat selesai dipreparasi, dilakukan pelapisan dengan urutan yang pertama pelapisan lapisan *bond coat* NiCrAlY, pelapisan lapisan *bond coat* Ni/CrO<sub>3</sub>/Cr<sub>x</sub>C<sub>y</sub>, pelapisan lapisan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, pelapisan YSZ secara berurutan. Sebelum dilakukan proses pelapisan, spesimen dilakukan pemanasan awal (*pre heat*) pada temperatur 300-400°C untuk mengurangi *thermal shock* ketika proses pelapisan dilakukan. Parameter pelapisan lapisan *bond coat* NiCrAlY, pelapisan lapisan *bond coat* Ni/CrO<sub>3</sub>/Cr<sub>x</sub>C<sub>y</sub>, pelapisan lapisan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, pelapisan YSZ dilakukan. *Flame spray* adalah salah satu proses dari *thermal spray* yang menggunakan energi kimia sebagai bahan bakar untuk menghasilkan panas. Jenis *flame spray* yang digunakan pada penelitian ini adalah *powder flame spray*, dimana serbuk dari keramik dimasukkan ke *hopper* (tempat serbuk) kemudian serbuk akan jatuh melalui lubang dan terbawa oleh aliran nyala api yang panas dan kencang. Sehingga serbuk akan meleleh atau semi meleleh dan menempel pada substrat [7]. Proses *flame spray* dilakukan dengan parameter kondisi tekanan oksigen 20 kg/cm<sup>2</sup> dan Asetilin 30 kg/m<sup>2</sup>. Pengujian XRD dilakukan dengan menggunakan X-Ray Diffraction PANalytical dengan sudut 2 $\theta$  10° – 90°, gelombang CuK $\alpha$  sebesar 1.5406Å. Analisa peak dari hasil XRD dilakukan dengan menggunakan *software* PCPDF WIN dan PDF 2 2011 untuk mencocokkan kartu PDF dengan puncak pada sampel. Pada gambar 3 (a) sampel NiCrAlY + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – YSZ teridentifikasi peak tertinggi pada 2 $\theta$

= 43.8339, yang merupakan fasa  $\beta$ -Al<sub>45</sub>Cr<sub>7</sub> dengan sistem kristal *monoclinic* dan bidang kristal (820).

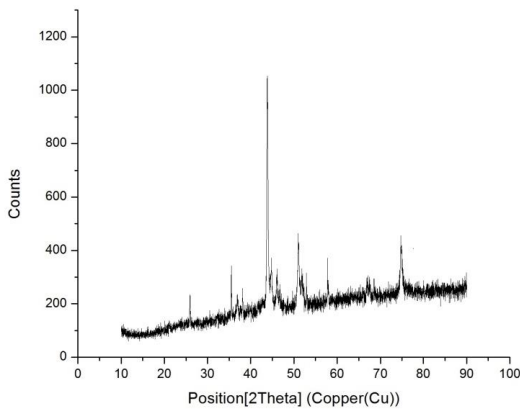


Gambar 3. Sampel uji sesudah pelapisan (a) *bond coat* MCrAlY/*top coat* Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan YSZ (b) *bond coat* Ni/CrO<sub>3</sub>/Cr<sub>x</sub>C<sub>y</sub>/*top coat* Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan YSZ (c) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan YSZ

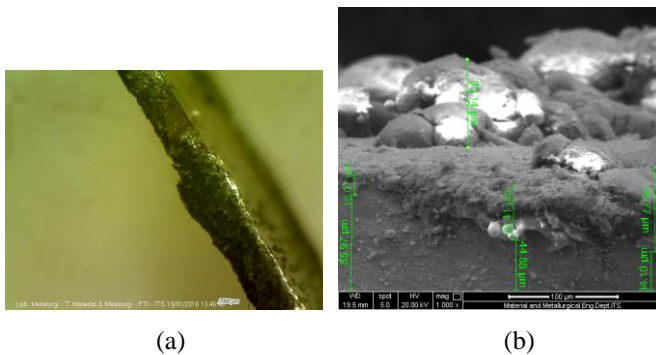
Fasa  $\beta$ -Al<sub>45</sub>Cr<sub>7</sub> yang dikenal dengan nama umum *aluminium chromium* juga ditemukan pada puncak peak 2 $\theta$  = 25.9276 dengan bidang kristal (401) dan puncak peak 2 $\theta$  = 46.0706 dengan bidang kristal (1000) Pada peak kedua tertinggi, terdeteksi puncak 2 $\theta$  = 74.7614, yang merupakan fasa Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yaitu *Aluminium Oxide* dengan sistem kristal *rhombohedral* dan bidang kristal (208). Pada peak ketiga tertinggi, terdeteksi lagi  $\beta$ -Al<sub>45</sub>Cr<sub>7</sub> dengan muncul puncak 2 $\theta$  = 51.0143 yang teridentifikasi pada bidang (-716). Selain itu, puncak – puncak lainnya seperti 52.8800 (042), 44.8132 (-731) juga terdeteksi fasa  $\beta$ -Al<sub>45</sub>Cr<sub>7</sub> dengan sistem kristal yang sama. Pada puncak 2 $\theta$  = 35.5300 terdeteksi fasa AlNi<sub>3</sub> dengan sistem kristal *cubic* dan bidang kristal (110). Pada puncak 2 $\theta$  = 36.9598, terdeteksi fasa Al<sub>4</sub>Ni<sub>3</sub> dengan sistem kristal *cubic* dan bidang kristal (332). Pada puncak 2 $\theta$  = 63.4266, terdeteksi fase Cr<sub>5</sub>Al<sub>8</sub> dengan sistem kristal *rhombohedral*, bidang kristal (107). Pada puncak 2 $\theta$  = 68.5677, terdeteksi Al<sub>18</sub>Co<sub>5</sub>Ni<sub>3</sub> dengan sistem kristal *monoclinic* dan bidang kristal (024). Selain itu, senyawa Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> lain juga ditemukan pada puncak 2 $\theta$  = 38.127 dengan sistem kristal *rhombohedral* dan bidang kristal (110) dan puncak 2 $\theta$  = 57.8191 dengan sistem kristal yang sama dan bidang kristal (116). Hal ini juga didukung dengan gambar 4.

Pengujian makroskopik menggunakan *stereo microscope* ZEISS Stemi 308 yang berada pada Laboratorium Metalurgi Jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya, Indonesia. Pengujian menggunakan perbesaran 2000 $\mu\text{m}$ . Pengujian dilakukan bertujuan untuk mengamati secara jelas tampak permukaan baik secara horizontal maupun melintang fenomena – fenomena yang terjadi setelah dilakukan proses pelapisan Hasil pengujian makroskopik menunjukkan hasil proses pelapisan yang tidak terdistribusi seragam di seluruh permukaan sampel. Hal ini ditunjukkan pada gambar 1 (a). Pada gambar 5(a), sampel pada gambar 1(a) diuji dengan tampak melintang. Dari hasil pengujian tersebut, diketahui adanya permukaan yang mengalami peristiwa delaminasi. Proses delaminasi adalah proses dimana terlepasnya lapisan dari substrat [8]. Selain itu, terlihat juga lapisan yang membentuk lapisan dengan ketebalan tidak merata di permukaan substrat ditambah dengan adanya lapisan yang memiliki ketebalan yang lebih tinggi dibanding pada bagian permukaan lain. Hal ini juga ditunjukkan dengan gambar 5(b). Gambar 5 (b) menunjukkan struktur mikro lapisan TBC yang terdiri dari ZrO<sub>2</sub> – 8% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebagai *topcoat* dan Ni-22Cr-10Al-1Y (wt%) sebagai *bondcoat*. Gambar 5 (b) menunjukkan lapisan keramik yang mempunyai porositas dan retak mirip diskontinuitas. Lapisan *bondcoat* pada gambar 5(b)

tidak memiliki kepadatan yang penuh dan sulit dibedakan antara lapisan *bond coat* dan lapisan *top coat*.



Gambar 4. Hasil Pengujian XRD Sampel NiCrAlY + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + YSZ

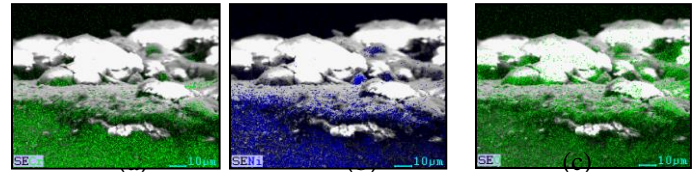


Gambar 5. Hasil Pengujian dengan variasi *bond coat* NiCrAlY (a) Makroskopik tampak atas melintang (b) Struktur mikro tampak melintang perbesaran 1000x

Aluminium tidak terdistribusi secara seragam pada lapisan karena pembentukan alumina selama proses *thermal spray*. Hal ini ditunjukkan pada gambar 4(a). Konsentrasi aluminium ditemukan dengan kadar sangat rendah (<14 at% or 7.8 wt.%) di beberapa daerah permukaan lapisan *topcoat/bond coat*.

Nikel dan kromium terdistribusi lebih seragam. Namun, segregasi dari nikel masih bisa dilihat, diindikasikan pada gambar 6(b). Gambar 6(a) menunjukkan persebaran aluminium yang mirip dengan persebaran oksigen yang dibuktikan juga dengan gambar 6(c). Persebaran unsur nikel juga memiliki lokasi yang mirip dengan lokasi persebaran unsur oksigen yang diindikasikan oleh gambar 6(b) dan gambar 6(c). Dengan kata lain, lapisan keramik *top coat* berada di atas lokasi persebaran oksigen. Sedangkan lapisan *bond coat* berada di bawah lapisan oksida. Lapisan oksidasi massif ini berada didalam daerah lapisan permukaan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/lapisan keramik *top coat*.

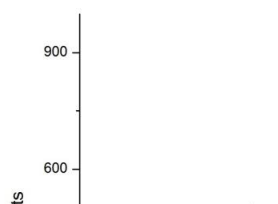
Pembentukan lapisan oksida massif diikuti dengan pembentukan spinel – spinel (Cr,Al)<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ni(Cr,Al)<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dan NiO. Spinel – spinel ini berada di dalam daerah lapisan permukaan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/lapisan keramik *top coat* [8]. Spinel merupakan mineral yang terbentuk dari beberapa variasi komposisi dimana kation dari mineral tersebut terdistribusi diantara dua sub-kisi molekul-molekul penyusunnya yang membentuk larutan padat [9].



Gambar 6. Persebaran unsur pada spesimen variasi *bond coat* NiCrAlY (a) Aluminium (b) Nikel (c) Oksigen

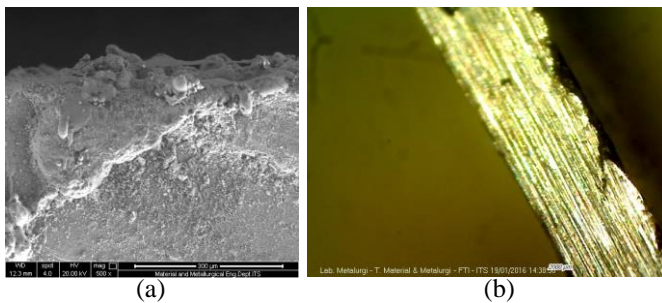
Karakteristik oksidasi Ni - 22Cr – 10Al – 1Y pada 950°C dan 980°C serupa dengan 930°C. Proses pemanasan di udara pada 1200°C, (Cr,Al)<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ni(Cr,Al)<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dan NiO bertumbuh secara cepat pada lapisan TBC/daerah permukaan *Bond Coat*. Pertumbuhan secara cepat ini akan mengakibatkan pengintian retak. Pengintian retak biasanya diisi oleh (Cr,Al)<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ni(Cr,Al)<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dan NiO dan terus bertumbuh menuju lapisan keramik *top coat*. Pada tahap selanjutnya, retak antar permukaan bersatu membentuk sebuah lapisan retak yang menonjol pada lapisan keramik *top coat* dekat permukaan dengan orientasi mode pembelahan lapisan. pertumbuhan dari oksida (Cr,Al)<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ni(Cr,Al)<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dan NiO cukup heterogen. Oleh karena itu, pertumbuhan kinetik mereka tidak dapat dihitung. Secara umum, semakin meningkatnya temperatur, semakin bertambahnya volume (Cr,Al)<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ni(Cr,Al)<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dan NiO terbentuk. Akan tetapi, diatas temperatur 930°C, volume dari (Cr,Al)<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ni(Cr,Al)<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dan NiO tidak bertambah mengikuti peningkatan waktu pemanasan. Disamping itu, lapisan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> terbentuk lebih seragam pada permukaan antara keramik dan lapisan *bond coat*. Ketebalan lapisan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> meningkat secara monoton seiring dengan waktu pemanasan berlangsung [8].

Gambar 3(b) merupakan sampel uji sesudah dilakukan pendeposisian *bondcoat* serbuk Ni/Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Cr<sub>x</sub>C<sub>y</sub>. Dari pengujian XRD, diketahui peak tertinggi terletak pada 2θ = 43.3894, yang merupakan fasa Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> dengan sistem kristal *orthorhombic* dan bidang kristal (023). Fasa Ni(Cr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) yang dikenal dengan nama umum *nickel dichromat* ditemukan pada puncak peak 2θ = 62.9764 dengan bidang kristal (224). Pada peak kedua tertinggi, terdeteksi lagi puncak 2θ = 35.4797, yang merupakan fasa Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> yaitu *Chromium Carbide* dengan sistem kristal *orthorhombic* dan bidang kristal (111). Selain itu, puncak – puncak lainnya seperti 54.6448 (116), dan 57.2294 (211) terdeteksi fasa Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan sistem kristal *rhombohedral*. Pada puncak 2θ = 30.0785 terdeteksi fasa ZrO<sub>2</sub> dengan sistem kristal *tetragonal* dan bidang kristal (110). Pada puncak 2θ = 50.5299, terdeteksi fasa ZrO<sub>1.95</sub> dengan sistem kristal *tetragonal* dan bidang kristal (220). Pada puncak 2θ = 41.2734, terdeteksi fase Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> dengan sistem kristal *orthorhombic*, bidang kristal (041). Dari hasil pengujian XRD, diketahui lapisan oksida yang terbentuk adalah Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Hal ini dibuktikan dengan berturut-turut Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mengisi puncak data 54.6448 dan 57.229 dengan struktur kristal yang sama. Selain itu, terbentuk pula berbagai bentuk karbida kromium seperti Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub> dan Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> yang menjadi harapan hasil saat dilakukannya proses sintesis. Hal ini ditunjukkan pada gambar 7



Gambar 7. Hasil pengujian XRD sampel uji sesudah dilakukan pendeposisi *bondcoat* serbuk Ni/CrO<sub>3</sub>/Cr<sub>x</sub>C<sub>y</sub>

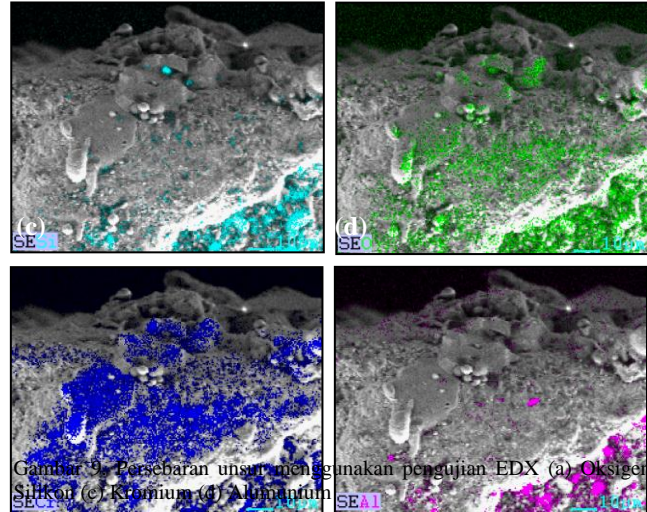
Karbida kromium dalam komposit paduan Kromium Karbida dan Nikel Kromium berfungsi sebagai *reinforced* sedangkan NiCr sebagai *matrix*. Paduan komposit ini diharapkan menghasilkan sebuah lapisan dengan sifat anti gores yang sangat baik, ketahanan korosi yang maksimal, serta mempunyai ketahanan temperatur tinggi yang baik.



Gambar 8. Hasil pengujian sampel uji sesudah dilakukan pendeposisi *bondcoat* serbuk Ni/CrO<sub>3</sub>/Cr<sub>x</sub>C<sub>y</sub> (a) SEM tampak melintang pada perbesaran 500x (b) Makroskopik tampak atas melintang

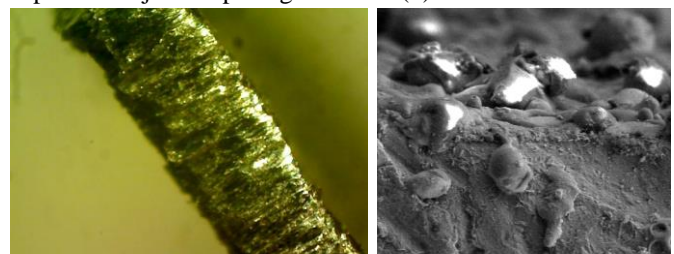
Terbentuknya lapisan oksida tidak diikuti dengan kepadatan lapisan yang baik. Hal ini dapat diketahui dari gambar 8. Terlihat banyaknya porositas hampir diseluruh permukaan. Lapisan *oksida* tidak memiliki kepadatan yang penuh. Porositas dan nilai kekerasan akan semakin meningkat seiring dengan meningkatnya jarak dari penyemprotan. Hal ini terjadi karena ketika jarak penyemprotan besar, temperatur partikel hasil penyemprotan akan menurun, jumlah udara yang diambil pada saat penyemprotan meningkat. Akibatnya, laju pendinginan lapisan akan meningkat [10].

Gambar 9(a) dan (b) menunjukkan persebaran Oksigen dan Silikon. Persebaran unsur oksigen dan unsur silikon memiliki perbedaan. Silikon memiliki persebaran yang sama dengan unsur Al. Namun, unsur kromium tidak memiliki lokasi persebaran yang sama. Kromium sendiri terkonsentrasi persebarannya diatas lapisan antar-permukaan antara lapisan oksidasi dan substrat. Kromium dimungkinkan untuk terdifusi dari substrat menuju lapisan oksida yang baru [11]. Hal ini sesuai seperti yang ditunjukkan pada gambar 9(c), dimana persebaran Kromium menandakan lapisan oksida yang sebenarnya karena hasil dari difusi tersebut akan menghasilkan lapisan Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



Gambar 9. Persebaran unsur menggunakan pengujian EDX (a) Oksigen (b) Silikon (c) Kromium (d) Aluminium

Gambar 3(c) merupakan sampel yang terdeposisi Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan ZrO<sub>2</sub> - 8%Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Pengujian makroskopik menggunakan *stereo microscope* ZEISS Stemi 308 yang berada pada Laboratorium Metalurgi Jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya, Indonesia. Pengujian menggunakan perbesaran 2000µm. Pengujian dilakukan bertujuan untuk mengamati secara jelas tampak permukaan baik secara horizontal maupun melintang fenomena – fenomena yang terjadi setelah dilakukan proses pelapisan dan proses *oxyacetylene torch flame heat treatment*. Hasil pengujian makroskopik menunjukkan hasil proses pelapisan sebelum dilakukan *oxyacetylene torch flame heat treatment* bahwa permukaan sampel terlihat memiliki rata permukaan yang lebih rendah jika dibandingkan dengan sisi permukaan lainnya. Hal ini juga ditunjukkan dengan panah b. Selain itu, permukaan juga memiliki permukaan yang tidak rata, terdapat porositas yang menyebar hampir diseluruh permukaan sampel, serta tampaknya partikel – partikel yang tidak meleleh dan semi meleleh di seluruh permukaan sampel. Hal ini juga dibuktikan pada gambar 10(b). Gambar 10(b) menunjukkan lapisan yang terdiri dari keramik Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan ZrO<sub>2</sub> - 8%Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Lapisan keramik banyak terdapat porositas yang menyerupai kawah –kawah kosong dan tidak meratanya persebaran Aluminium pada lapisan yang diindikasikan pada gambar 11(d) serta adanya partikel yang tidak meleleh sempurna. Hal ini disebabkan tingginya kecepatan pendinginan dan mendaratnya partikel pada substrat [12]. Selain itu, lapisan ini terdiri dari struktur yang pipih sebagai akibat dari jenis *coating* yang digunakan. Partikel yang berbentuk seperti percikan-percikan merupakan hasil pengintian yang sangat cepat dari lapisan. Percikan-percikan ini dipisahkan dari diantara poros-poros yang ada di lapisan bersifat tipis tersebut. Nikel dan Kromium tersebar lebih merata pada setiap permukaan lapisan. Namun, masih terdapatnya segregasi nikel seperti ditunjukkan pada gambar 11 (b).



## IV. KESIMPULAN

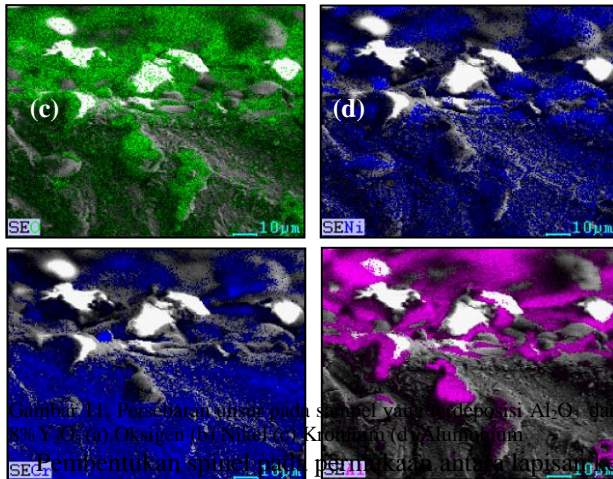
Hasil pelapisan menggunakan metode *flame spray* menghasilkan lapisan dengan porositas yang menyebar hampir diseluruh permukaan sampel. Terdapatnya partikel yang terdeposisi dalam keadaan meleleh, meleleh sebagian, dan tidak meleleh. Terdapat juga segregasi nikel yang beresiko menginisiasi retak di seluruh spesimen. Hasil Pengujian XRD sampel NiCrAlY + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – YSZ menunjukkan puncak tertinggi 2 $\theta$  = 43.8339 yang merupakan fasa  $\beta$ -Al<sub>45</sub>Cr<sub>7</sub>. Hasil pengujian XRD sampel Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + ZrO<sub>2</sub> – 8% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menunjukkan puncak tertinggi 2 $\theta$  = 51.2974, yang merupakan fasa (Al<sub>0.9</sub>Cr<sub>0.1</sub>)O<sub>3</sub>. Hasil pengujian XRD menunjukkan puncak tertinggi pada 2 $\theta$  = 43.3894, yang merupakan fasa Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>. Substrat sebaiknya dipreparasi dengan ukuran yang cukup besar supaya dalam proses pelapisan, desain parameter sesuai dengan keadaan lapangan. Temperatur sintesis Kromium Karbida + Nikel Kromium sebaiknya menggunakan temperatur lebih dari 1000°C agar menghasilkan hasil yang lebih sesuai dengan penelitian sebelumnya. Penentuan jarak penyemprotan serbuk sebaiknya tidak lebih dari 10mm agar mempunyai hasil lapisan yang lebih efektif dan efisien.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] R. J. Mills, "Abrasive Blasting with Post-Process and In-Situ Characterization," Master science in materials science and engineering. Blacksburg: Departement of Materials Science and Engineering Virginia Polytechnic Institute and State University (2014)
- [2] I. Watanabe, Kurtz K.S., Kabcenell J.L., Okabe T., "Effect of sandblasting and silicoating on bond strength of polymer glass composite to cast titanium," J. Prosthet Dent (1999) 82: 462-467
- [3] B.S. Lim, Heo SM, Lee YK Kim CW., "Shear bond strength between titanium alloys and composite resin: sandblasting versus fluoride-gel treatment," J.Biomed Mater Res B (2003) 64: 48-43
- [4] K. Szymański, B. Formanek, "Process of high temperature synthesis in producing composite carbide powders for thermally sprayed coating," IOP Conference Series Materials and Engineering (2011) 22 012003
- [5] German R.M, *Powder Metallurgy Science* 2<sup>nd</sup> Edition USA: The Pennsylvania State University
- [6] J.K.N Murthy, K. Satya, K. Gopinath, B. Venkataraman, "Charaterisation of HVOF Sprayed Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-50(Ni20Cr) Coating and the influence of binder properties on solid particle erosion behavior," *Surface and Coating Technology* (2010) 204 pp. 3975-3985
- [7] ASM Handbook of Thermal Spray, ASM Interational (2004)
- [8] W.R Chen, X. Wu, B.R. Maple, P.C. Patnaik, "Oxidation and crack nucleation/growth in an air-plasma thermal barrier coating with NiCrAlY bond coat," *Surface and Coatings Technology* (2005) 127 pp. 109-115
- [9] V.A. Kurepin, D.A. Kulik, A. Hiltbold, M. Nicolet, *Thermodynamic Modelling of Fe-Cr-Ni Spinel Formation at the Light-Water Reactor Conditions*. Ukraine: PSI Bericht (2002) ISSN: 1019-0643
- [10] T. Kobayashi, T. Maruyama, dan M. Kano, "Charaterization of Pure Alumunium and Zinc Sprayed Coating Produced by Flame Spraying," *Materials Transactions* Vol 44, No. 12 (2003) pp. 2711 -2717
- [11] Kumar S., D. Mudgal, S. Singh, S. Prakash, "Cyclic oxidation behavior of bare and Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-25(NiCr) coated super alloy at elevated temperature," *Advance Material Letter* (2013) Vol. 4 Ed. 10 pp. 754-761
- [12] Shanmugavelayutham, G and Kobayashi A. "Effect of Processing Parameters on Microstruture and Mechanical Properties of Zirconia/Alumina Composite Coatings by Gas Tunnel Type Plasma Spraying," Osaka: *JWRI*, 567-0047.

(a) (b)

Gambar 10. Hasil pengujian sampel sampel yang terdeposisi Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan ZrO<sub>2</sub> - 8% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (a) tampak atas melintang sampel (b) SEM tampak atas melintang perbesaran 100x



Gambar 11. Perserbaran unsur pada sampel yang terdeposisi Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan ZrO<sub>2</sub> - 8% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (a) Oksigen (b) Nikel (c) Kromium (d) Alumunium

Pembentukan spinel pada permukaan antara lapisan keramik dan lapisan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> terjadi akibat transportasi nikel yang melewati lapisan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Spinel ini akan menyebabkan pengintian retak pada lapisan yang akan terus menjalar sampai ke seluruh permukaan lapisan sampai gagal [8]. Oleh sebab itu, segregasi nikel akan mempercepat proses pengintian dan pertumbuhan retak. Semakin banyaknya konsentrasi nikel pada daerah lapisan, semakin besar resiko gagalnya lapisan tersebut.

Hasil pengujian XRD menunjukkan identifikasi peak tertinggi terletak pada 2 $\theta$  = 51.2974, yang merupakan fasa (Al<sub>0.9</sub>Cr<sub>0.1</sub>)O<sub>3</sub> dengan sistem kristal *rhombohedral* dan bidang kristal (024). Fasa  $\beta$ -Al<sub>45</sub>Cr<sub>7</sub> yang dikenal dengan nama umum *alumunium chromium* ditemukan pada puncak peak 2 $\theta$  = 45.6712 dengan bidang kristal (403). Pada peak kedua tertinggi, terdeteksi puncak 2 $\theta$  = 43.5076, yang merupakan fasa Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yaitu *Alumunium Oxide* dengan sistem kristal *rhombohedral* dan bidang kristal (113). Selain itu, puncak – puncak lainnya seperti 35.0819 (104), dan 75.6343 (119) terdeteksi fasa  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan sistem kristal *rhombohedral*. Pada puncak 2 $\theta$  = 36.4340 terdeteksi fasa ZrO<sub>2</sub> dengan sistem kristal *cubic* dan bidang kristal (220) (*ref code* 01-070-6832). Pada puncak 2 $\theta$  = 36.9598, terdeteksi fasa Al<sub>4</sub>Ni<sub>3</sub> dengan sistem kristal *cubic* dan bidang kristal (332). Pada puncak 2 $\theta$  = 63.4266, terdeteksi fase Cr<sub>5</sub>Al<sub>8</sub> dengan sistem kristal *rhombohedral*, bidang kristal (107). Pada puncak 2 $\theta$  = 68.5677, terdeteksi Al<sub>18</sub>Co<sub>5</sub>Ni<sub>3</sub> dengan sistem kristal *monoclinic* dan bidang kristal (024). Selain itu, senyawa Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> lain juga ditemukan pada puncak 2 $\theta$  = 74.4202 dengan sistem kristal *rhombohedral* dan bidang kristal (208).