



## Pengaruh Annealing terhadap Fasa dan Mikrostruktur Lapisan Fe-Mo-Al pada Baja Karbon Rendah yang Didepositkan dengan Teknik Pemanduan Mekanis

Novan Hakiki<sup>1,a</sup>, Suryana<sup>2,b</sup>, Toto Sudiro<sup>3,c</sup>

<sup>a</sup>Jurusan Teknik Metalurgi, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Jl. Jendral Sudirman Km 3, Kotabumi Kec. Purwakarta, Kota Cilegon, Banten, 42435, Indonesia

<sup>1</sup>E-mail: [hakikion@gmail.com](mailto:hakikion@gmail.com)

### INFO ARTIKEL

#### Riwayat artikel:

Diajukan pada Agustus 21

Direvisi pada September 21

Disetujui pada Oktober 21

#### Kata kunci:

Baja karbon rendah, fasa intermetalik, struktur mikro, pemaduan mekanis, karakterisasi.

#### Keywords:

Low carbon steel, intermetallic phase, microstructure, mechanical alloy, characterization.

### ABSTRAK

Logam merupakan salah satu material yang paling banyak digunakan dalam kehidupan sehari-hari. Baja merupakan salah satu logam yang paling banyak dimanfaatkan terutama baja karbon rendah [World Steel Association, 2014]. Baja karbon rendah memiliki sifat mekanis yang baik namun memiliki ketahanan oksidasi yang rendah pada temperatur tinggi [Zhou, 2008]. Untuk melindungi logam pada temperatur tinggi dilakukan pelapisan dengan penambahan unsur seperti Fe Mo dan Al. Fasa intermetalik Fe-Al memiliki ketahanan korosi yang baik pada atmosfer karburasi, sulfidasi dan oksidasi [Haghighi, 2010]. Pemaduan mekanis merupakan salah satu metode untuk membentuk lapisan pada substrat secara mudah dan murah [Yongcan, 2014]. Pelapisan dengan teknik pemaduan mekanis dilakukan dalam *shaker mill* kemudian di *annealing* dengan temperatur 700°C dengan waktu tahan 1 jam. Kemudian dianalisa ketebalan lapisan yang berhasil didepositkan dengan menggunakan mikroskop optik. Karakterisasi fasa yang terbentuk sebelum dan setelah perlakuan panas dengan XRD dan *mapping* SEM-EDX untuk mengetahui distribusi unsur pada lapisan. Hasil menunjukkan bahwa lapisan Fe-Mo-Al terdepositasi pada substrat. Penambahan Al menunjukkan peningkatan ketebalan lapisan *coating* dengan rata-rata ketebalan 45,625µm menjadi 317,275µm dengan penambahan 50Al wt%. Proses *annealing* mendorong terbentuknya fasa-fasa intermetalik FeAl dan MoAl serta meningkatkan kerapatan lapisan *coating* yang terbentuk.

### ABSTRACT

Metal is one of the most widely used materials in everyday life. Steel is one of the most widely used metals, especially low carbon steel [World Steel Association, 2014]. Low carbon steel has good mechanical properties but has low oxidation resistance at high temperatures [Zhou, 2008]. To protect the metal at high temperatures, a coating is carried out with the addition of elements such as Fe Mo and Al. The Fe-Al intermetallic phase has good corrosion resistance in carburizing, sulfidation and oxidation atmospheres [Haghighi, 2010]. Mechanical alloying is one method to form a layer on the substrate easily and cheaply [Yongcan, 2014]. Coating with mechanical alloying technique is carried out in a shaker mill then annealed at a temperature of 700°C with a holding time of 1 hour. Then analyzed the thickness of the layer that was successfully deposited using an optical microscope. Characterization of the formed phase before and after heat treatment with XRD and SEM-EDX mapping to determine the distribution of elements in the layer. The results showed that the Fe-Mo-Al layer was deposited on the substrate. The addition of Al showed an increase in the thickness of the coating layer with an average thickness of 45.625µm to 317.275µm with the addition of 50Al wt%. The annealing process encourages the formation of FeAl and MoAl intermetallic phases and increases the density of the coating layer formed.

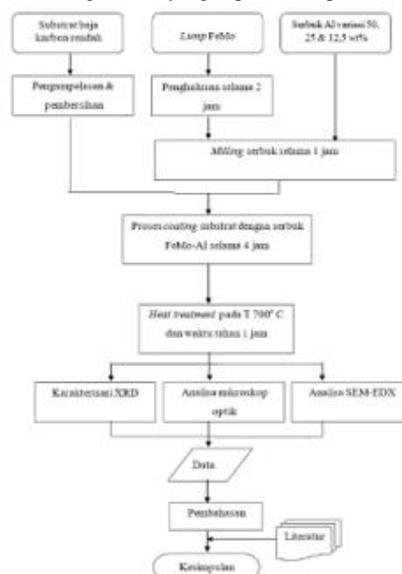
### 1. Pendahuluan

Data Logam merupakan salah satu material yang paling banyak dimanfaatkan dalam kehidupan sehari-hari. Di era modern ini, pemanfaatan logam digunakan hampir di seluruh sektor kehidupan, termasuk sektor industri. Dalam aplikasi temperatur tinggi, spesifikasi material yang digunakan merupakan faktor yang sangat penting. Pemilihan material dan proses fabrikasi material harus sesuai dengan spesifikasi yang dibutuhkan pada aplikasi tersebut. Material yang digunakan pada temperatur tinggi harus memiliki ketahanan oksidasi pada temperatur tinggi. Besi merupakan salah satu material yang umum digunakan. Baja merupakan besi dengan kandungan karbon kurang dari 2%. Baja karbon rendah merupakan baja yang memiliki ketahanan oksidasi rendah sehingga penggunaan baja ini cenderung terbatas pada temperatur tinggi.

Studi dan penelitian telah dilakukan untuk meningkatkan ketahanan korosi baja karbon rendah, khususnya pada permukaan logam dimana umumnya aluminium ditambahkan karena memiliki ketahanan korosi yang baik [Zhou, 2008]. Baja karbon rendah merupakan salah satu baja yang umum digunakan pada aplikasi struktural dan konstruksi. Baja jenis ini memiliki sifat mekanis seperti kekuatan dan keuletan yang baik, mudah dibentuk dan memiliki harga yang relatif murah. Oleh karena itu, baja karbon rendah merupakan baja yang paling banyak digunakan dibanding baja jenis lainnya [World Steel Association, 2014]. Aplikasi temperatur tinggi umumnya menggunakan material seperti superalloy dan keramik dikarenakan memiliki properties yang baik meskipun digunakan pada temperatur tinggi. Di lain sisi, aplikasi baja pada temperatur tinggi umumnya melalui proses pemaduan dengan unsur-unsur lain atau dengan proses pelapisan. Bertujuan untuk meningkatkan ketahanan korosi dan mempertahankan sifat mekanis yang cenderung menurun seiring dengan meningkatnya temperatur kerja, beberapa proses tersebut cenderung kompleks dan memiliki biaya yang cukup tinggi. Pengembangan dan studi akan potensi baja karbon rendah terus dilakukan agar dapat menciptakan material yang memenuhi kriteria namun memiliki biaya produksi yang lebih rendah [Moumeni, 2006]. Proses pemaduan baja umumnya dengan menambahkan unsur-unsur yang sesuai dengan aplikasi yang diinginkan. Unsur seperti kromium (Cr), aluminium (Al), molibdenum (Mo) dan vanadium (V) umumnya digunakan untuk meningkatkan ketahanan korosi dalam lingkungan bertemperatur tinggi. Mo umumnya ditambahkan pada baja karbon tinggi sebagai baja perkakas (tool steel) karena meningkatkan kekuatan pada temperatur tinggi dan ketahanan korosi (pitting corrosion) pada austenitic stainless steel [American Welding Society, 2011]. Sedangkan unsur Al merupakan unsur yang umum digunakan sebagai unsur padu baja yang berguna untuk meningkatkan ketahanan oksidasi. Al dikenal sebagai pembentuk alumina ( $Al_2O_3$ ). Oksida ini muncul pada permukaan logam paduan dan bertindak sebagai lapisan pelindung yang memisahkan logam paduan dengan lingkungan sekitar. Sehingga dengan penambahan Al, logam paduan dapat digunakan pada lingkungan oksida bertemperatur tinggi. Meskipun Al memiliki ketahanan oksida yang baik, pada beberapa aplikasi temperatur tinggi seperti petrokimia, batubara dan pemurnian minyak, melibatkan lingkungan yang mengandung beragam oksida. Lingkungan ini umumnya terdiri dari tekanan parsial sulfur yang tinggi (high partial pressure of sulphur) dan tekanan parsial oksigen yang rendah (low partial pressure of oxygen). Pada beberapa kasus, dilaporkan bahwa paduan yang memiliki ketahanan oksida yang baik cenderung memiliki ketahanan sulfidasi yang buruk. Sehingga unsur refraktori logam seperti Mo, Nb, Ta dan W ditambahkan untuk meningkatkan ketahanan sulfidasi [Kai, 1993]. Di sisi lain, studi mengenai pengaruh unsur-unsur refraktori logam ini masih jarang meskipun unsur-unsur tersebut memiliki laju sulfidasi yang rendah. Salah satu cara meningkatkan ketahanan korosi adalah melalui proses pelapisan. Kendala umum dari proses fabrikasi lapisan menggunakan metode konvensional diantaranya laju deposisi yang rendah dan perbedaan sifat fisik seperti titik leleh dan jenis ikatan kimia yang cenderung berbeda antara substrat dan material pelapis [Aykut, 2013]. Beberapa proses pelapisan seperti plasma spray menggunakan temperatur tinggi sehingga dapat menimbulkan dekomposisi karbida atau menimbulkan oksidasi berlebih. Proses lainnya seperti CVD (chemical vapor deposition) selain menggunakan temperatur tinggi juga memiliki proses yang cenderung kompleks dan menggunakan gas korosif. Sehingga proses-proses ini hanya dapat digunakan pada material yang tidak mengalami efek merugikan meskipun diberikan pelapisan tersebut. Pemaduan mekanis (mechanical alloying) merupakan teknik pemrosesan serbuk yang digunakan untuk mensintesis beragam material pada temperatur ruang pada suatu alat milling. Teknik ini merupakan suatu area penelitian baru yang dapat digunakan untuk membentuk fasa intermetalik pada permukaan baja. Metode ini menggunakan bola-bola milling yang ditempatkan pada suatu wadah (vial) dimana wadah ini berputar pada kecepatan 200-700 rpm. Selama proses milling, partikel-partikel serbuk berbenturan dengan bola-bola milling dan dinding wadah. Putaran yang tinggi secara kontinu dan energi impak yang dihasilkan mengakibatkan serbuk mengalami penggerusan (flattened), coldwelded, terpisah-pisah (fractured) dan kembali menyambung (rewelded). Pada proses ini terjadi deformasi besar pada partikel-partikel yang ditunjukkan dengan adanya cacat-cacat kristal seperti dislokasi, vakansi, stacking fault dan peningkatan jumlah batas butir. Cacat ini meningkatkan kemampuan difusi dari unsur-unsur terlarut ke dalam matriks [Suryanarayana, 2001]. Dengan metode ini proses pelapisan dapat dilakukan melalui mekanisme cold-weld dimana logam dapat menyambung satu sama lain sehingga pelapis dalam bentuk serbuk dapat menempel pada substrat. Dalam studi ini serbuk FeMo dan Al akan melapisi substrat baja karbon rendah dengan metode pemaduan mekanis. Kemudian mempelajari pengaruh komposisi Al pada lapisan dan pengaruh temperatur terhadap lapisan yang dihasilkan.

## 2. Metode Penelitian

Secara skematik, penelitian ini digambarkan dalam bentuk diagram alir yang dapat dilihat pada Gambar 1.

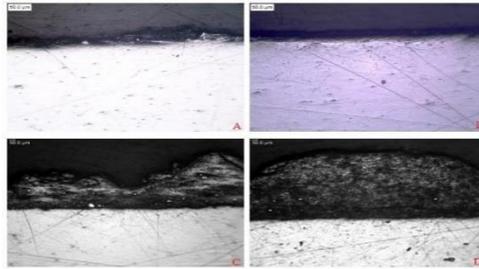


Gambar 1. Diagram Alir Penelitian

### 3. Hasil dan Pembahasan

#### 3.1 Analisis Ketebalan Lapisan Fe-Mo-Al pada Baja Karbon Rendah Sebelum Heat Treatment menggunakan Mikroskop Optik

Struktur Hasil pengamatan mikroskop optik pada spesimen tanpa perlakuan panas dengan variasi komposisi 100FeMo, 87,5FeMo:12,5Al, 75FeMo:25Al, 50FeMo:50Al (wt%) ditunjukkan pada berikut:

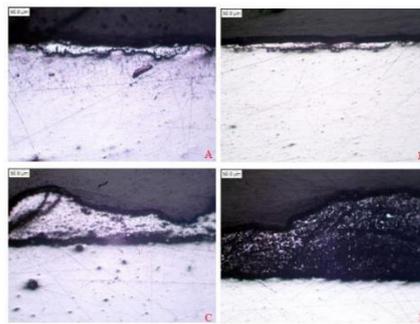


**Gambar 2. Hasil Pengamatan Mikroskop Optik Lapisan Fe-Mo-Al Sebelum Perlakuan Panas (A) 100FeMo (B)87,5FeMo-12,5Al (C) 75FeMo25Al (D) 50FeMo-50Al dalam (wt%)**

Dari hasil pengamatan fisik dan dengan mikroskop optik, didapati bahwa permukaan lapisan coating menjadi semakin kasar dan berbulir (granular) seiring dengan peningkatan komposisi Al yang ditambahkan. Spesimen dengan komposisi 100%FeMo memiliki morfologi lapisan yang relatif lebih halus dan rata dibanding spesimen 50FeMo-50Al (wt%) yang memiliki morfologi permukaan yang cenderung berbukit. Morfologi ini memiliki kemiripan dengan permukaan material ulet yang fraktur [Chen, 2014] menandakan bahwa serbuk ulet akan menghasilkan permukaan yang cenderung berbukit.

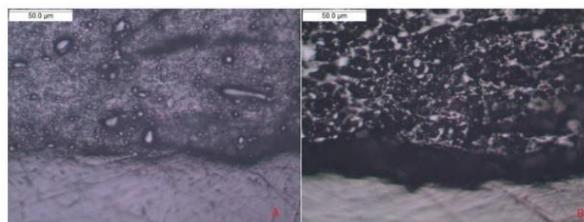
#### 3.2 Analisis Ketebalan Lapisan Fe-Mo-Al pada Baja Karbon Rendah Setelah Heat Treatment menggunakan Mikroskop Optik

Analisa Hasil pengamatan spesimen setelah perlakuan panas menggunakan mikroskop optik ditunjukkan Gambar 3 berikut:



**Gambar 3 Hasil Pengamatan Mikroskop Optik Lapisan Fe-Mo-Al Setelah Perlakuan Panas (A) 100FeMo (B)87,5FeMo-12,5Al (C) 75FeMo-25Al (D) 50FeMo-50Al(wt%)**

Dari hasil pengamatan ketebalan didapati bahwa pada hasil spesimen setelah perlakuan panas didapati bahwa tidak ada peningkatan ketebalan lapisan secara signifikan. Spesimen yang diberi perlakuan panas menghasilkan struktur mikro lapisan yang berbeda dengan spesimen tanpa perlakuan panas seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4 di bawah ini :

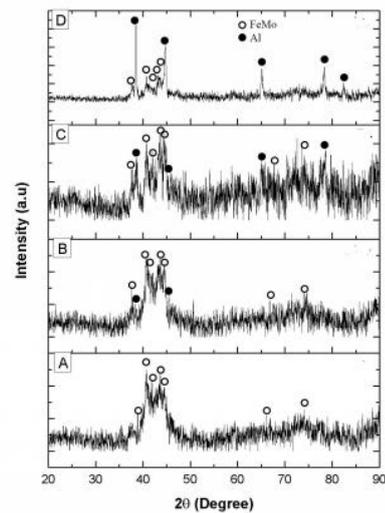


**Gambar 4 Perbandingan Mikrostruktur Lapisan Spesimen 50FeMo-50Alwt% (A) Sebelum Perlakuan Panas (B) Setelah Perlakuan Panas**

Dari Gambar 4 dapat diamati bahwa terjadi perubahan mikrostruktur pada spesimen setelah diberi perlakuan panas. Pada spesimen 50FeMo-50Al terjadi perubahan struktur mikro lapisan yang cukup signifikan yaitu dari berbentuk butiran menjadi bentuk serabut-serabut. Pembentukan stuktur berbentuk serabut ini terjadi selama proses milling yang efisien dan selama proses berikatannya substrat dengan partikel-partikel coating [Chen, 2014]. Temperatur anil akan meningkatkan peningkatan energi aktivasi yang memicu pergerakan atom sehingga mendorong proses ikatan antara substrat dan lapisan

#### 3.3 Analisis Fasa Lapisan Fe-Mo-Al pada Baja Karbon Rendah sebelum Perlakuan Panas

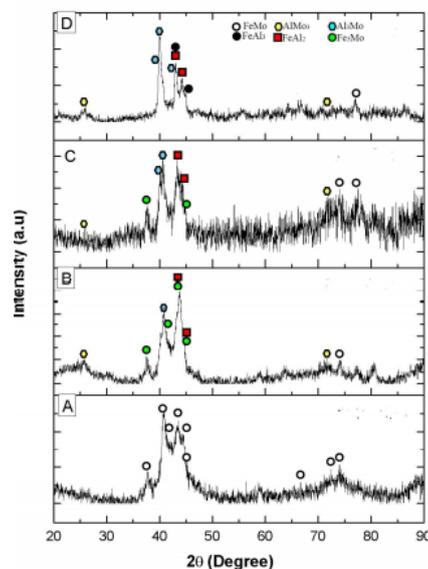
Hasil analisa XRD pada spesimen sebelum perlakuan panas dapat dilihat pada Gambar 5 di bawah ini :



**Gambar 5** Pola Difraksi Sinar-X Lapisan Fe-Mo-Al Sebelum Perlakuan Panas (A) 100FeMo (B)87,5FeMo-12,5Al (C) 75FeMo-25Al (D) 50FeMo-50Al(wt%)

Dari Gambar 5 didapati adanya perubahan peak terutama pada unsur FeMo yang cenderung mengalami penurunan ketinggian peak seiring dengan peningkatan Al. Perubahan peak ditimbulkan oleh meningkatnya parameter kisi. Selama pemaduan mekanis impak menyebabkan deformasi pada substrat dan serbuk memicu munculnya tegangan dalam dan menghalusnya ukuran butir akan merubah bentuk peak menjadi melebar [Wang, 2009].

### 3.4 Analisis Fasa pada Lapisan FeMoAl Setelah Perlakuan Panas

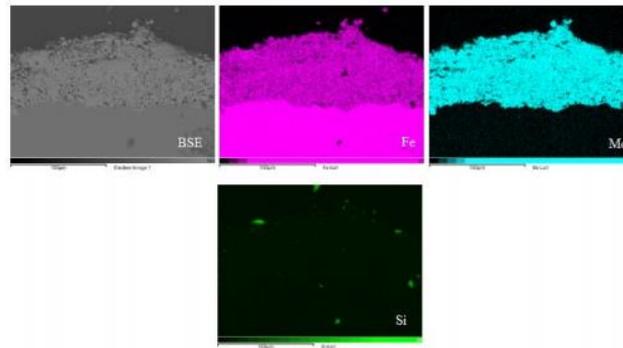


**Gambar 6** Pola Difraksi Sinar-X Lapisan Fe-Mo-Al Sesudah Perlakuan Panas (A) 100FeMo (B)87,5FeMo-12,5Al (C) 75FeMo-25Al (D) 50FeMo-50Al(wt%)

Pada Gambar 6 (A) tidak terdeteksi fasa Al karena serbuk yang digunakan sebagai pelapis adalah 100%FeMo tanpa penambahan serbuk Al. Hasil 45 XRD setelah perlakuan panas menunjukkan terbentuknya beberapa fasa intermetalik yang tidak terbentuk sebelum proses perlakuan panas. Fasa-fasa intermetalik ini terbentuk akibat adanya perlakuan panas dimana peningkatan temperatur akan meningkatkan energi aktivasi atom-atom sehingga memudahkan adanya pergerakan atom [Wang, 2009]. Fasa AlMo<sub>3</sub> memiliki intensitas rendah ketika dilakukan analisis fasa ditunjukkan dengan nilai FOM yang relatif rendah.

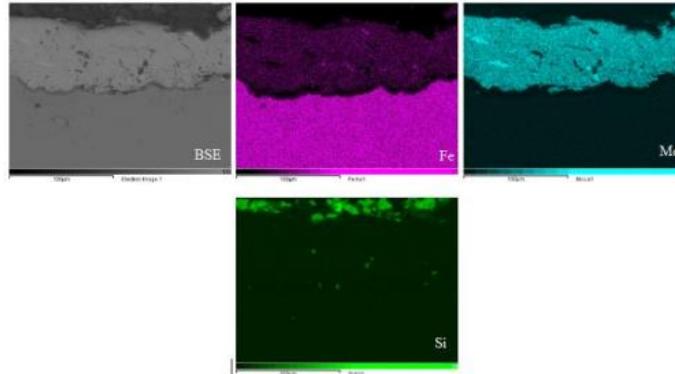
### 3.5 Analisis SEM-EDX Pada Lapisan FeMoAl Hasil Pemaduan Mekanis Setelah Perlakuan Panas

Hasil analisis SEM-EDX terhadap spesimen sebelum perlakuan panas dapat dilihat pada Gambar 7. Dari Gambar 7 didapati unsur-unsur yang terdeteksi oleh mapping EDX. Pada mapping EDX terdapat warna yang mewakili masing-masing unsur seperti pada Gambar 4.9. Semakin banyak warna yang muncul maka semakin banyak distribusi unsur tersebut. Intensitas warna menandakan tinggi atau rendahnya kadar unsur tersebut. Dari hasil point analysis didapat bahwa unsur penyusun coating yang paling utama adalah molibdenum. Sedangkan pada bagian interface substrat dengan coating tersusun dari unsur Fe.



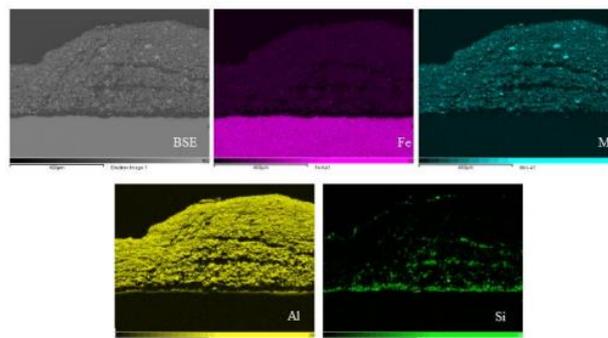
Gambar 7 Hasil mapping EDX Spesimen 100%FeMo Sebelum Perlakuan Panas

### 3.6 Analisis SEM-EDX Pada Lapisan FeMoAl Hasil Pemaduan Mekanis Setelah Perlakuan Panas



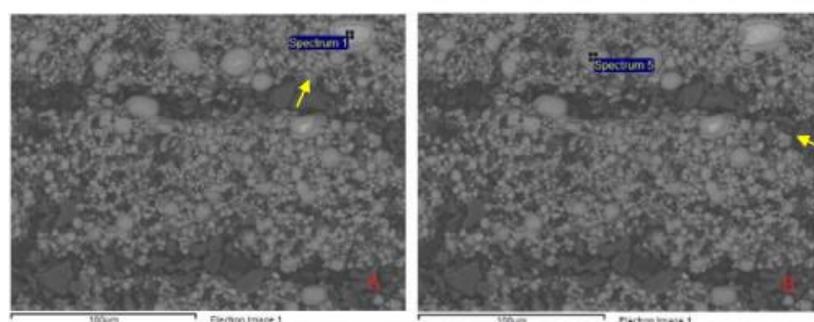
Gambar 8 Hasil Mapping EDX Spesimen 100%FeMo Setelah Perlakuan Panas

Pada hasil pengamatan SEM EDX Gambar 8 dan beberapa titik point analysis didapat bahwa unsur coating yang dominan adalah molibdenum. Peningkatan unsur Fe pada lapisan coating dibandingkan dengan spesimen sebelum perlakuan panas diakibatkan adanya unsur Fe yang berasal dari substrat masuk ke lapisan coating [Wang,2009]. Saat perlakuan panas, difusi tidak hanya dapat terjadi pada lapisan coating tapi juga dapat terjadi pada antarmuka substrat dan lapisan coating. Perlakuan panas dapat meningkatkan keseragaman distribusi unsur pada lapisan dan menghilangkan pori-pori [Wang, 2009]. Poros-poros yang hilang akan menghasilkan lapisan yang lebih rapat. Hal ini dapat dilihat dari pengamatan SEM-EDX pada spesimen 100%FeMo sebelum HT dan setelah HT. Sedangkan hasil analisa pada spesimen penambahan Al50wt%, menunjukkan bahwa proses 50 anil memperkecil ukuran partikel Mo sehingga morfologi lapisan menjadi lebih homogen. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 9 di bawah ini.



Gambar 9 Hasil Mapping EDX Spesimen 50%FeMo-50%Al Setelah Perlakuan Panas

Pada pengamatan point analisis didapati fasa-fasa intermetalik mulai terbentuk. Secara umum pembentukan fasa-fasa intermetalik pada lapisan coating dapat dilihat pada gambar 10 berikut.



Gambar 10 Hasil Point Analysis Spesimen Perlakuan Panas 50FeMo-50Al (wt)% (A) Point 1 (B) point 2

Pada Gambar 10 A, hasil analisis menunjukkan kadar 11,51%Fe, 87,22%Mo, 0,96% Al dan 0,32% Si dalam at% menunjukkan bahwa partikel partikel besar pada lapisan coating tersusun sebagian besar dari unsur Mo. Hasil penelitian menemukan bahwa partikel-partikel besar Mo ini mengalami penyusutan ukuran selama perlakuan panas. Pada Gambar 4.14 A, dapat diamati bahwa di sekeliling partikel Mo terdapat lapisan yang disebut sebagai diffusion layer. Lapisan berwarna keabuan adalah Al yang bereaksi dan menyebabkan 'inti' Mo semakin mengecil hingga membentuk partikel seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 4.14 B. Pengamatan pada point 2 menghasilkan kadar 11,33% Fe, 18,68% Mo, 69,44% Al dan 0,55% Si dalam at% menunjukkan bahwa mulai bereaksinya unsur-unsur tersebut selama perlakuan panas.

#### 4. Kesimpulan

Berdasarkan riset yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Lapisan FeMoAl berhasil didepositkan dengan teknik pemaduan mekanis
2. Peningkatan kadar Al menghasilkan struktur mikro lapisan yang lebih rapat namun membentuk morfologi lapisan berbukit-bukit.
3. Penambahan kadar Al meningkatkan ketebalan lapisan coating yang terbentuk. Spesimen tanpa penambahan Al memiliki ketebalan rata-rata 45,625 $\mu$ m sedangkan spesimen dengan penambahan 50wt%Al memiliki ketebalan rata-rata 317,275  $\mu$ m.
4. Fasa yang terbentuk pada lapisan sebelum perlakuan panas umumnya adalah FeMo dan Al sedangkan setelah perlakuan panas adalah fasa intermetalik FeAl dan MoAl .
5. Perlakuan panas mendorong terbentuknya fasa-fasa intermetalik
6. Perlakuan panas dapat meningkatkan kerapatan lapisan coating Lampiran A.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] C.-J. Wang, S.-M. Chen, The high-temperature oxidation behavior of hot-dipping Al-Si coating on low carbon steel, *Surface and Coatings Technology* 200 (2006) 6601-6605
- [2] Z.Zhou, F. Xie, J. Hu, A novel powder aluminizing technology assisted by direct current field at low temperatur, *Surfaces and Coatings Technology* 203 (2008) 23-27
- [3] A. Canacki, F. Erdemir, Formation of Fe-Al intermetallic coating on low carbon steel by a novel mechanical alloying technique, *Powder Technology* 247 (2013) 24-29
- [4] L.D'Angelo, L.D'Onofrio, G.Gonzalez, Nanophase intermetallic FeAl obtained by sintering after mechanical alloying. *Journal of Alloys and Compounds* 483 (2009) 154158
- [5] A.Canakci, F. Erdemir, T. Varol, and S. Ozkaya, Formation of Fe-Al intermetallic coating on low-carbon steel by a novel mechanical alloying technique, *Powder Technology* 247 (2013) 24-29
- [6] R. Kant, U. Prakash, V. Agarwala, and V.V.S. Prasad, Wear behaviour of an FeAl intermetallic alloy containing carbon and titanium, *Intermetallics* 61 (2015) 21-26
- [7] Y. Zheng, F. Wang, T. Ai, and C. Li, Structural, elastic and electronic properties of B2type modified by ternary additions FeAl-based intermetallics: First-principles study, *Journal of Alloys and Compounds* 710 (2017) 581-588
- [8] G. Gupta, K. Mondal, and R. Balasubramaniam, In situ nanocrystalline Fe-Si coating by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds* 482 (2009) 118-122
- [9] D. Aryanto, T. Sudiro, Preparation of ferrosilicon-aluminium coating using a mechanical alloying technique: study of thermal annealing on their structural characteristics, *Surface & Coatings Technology* (2018)  
C.Chen, J.Zhan, C.Duan, X.Feng, *Investigation of CreAl composite coatings fabricated on pure Ti substrate via mechanical alloying method. Journal of Alloys and Compounds* 660(2016). 208 – 219.
- [10] H.T Wang, C.J Li, G.J Yang, Effect of heat treatment on the microstructure and property of cold-sprayed nanostructured FeAl/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>intermetallic composite coating. *Vacuum* 83 (2009) 146 -152.