

Pengaruh Proses Oksidasi Lapisan *Metal Matrix Composite* pada Substrat SS316

Erie Martides¹, Candra Dewi Romadhona², Djoko Hadi Prajitno³, Budi Prawara⁴

^{1,4}Pusat Penelitian Tenaga Listrik dan Mekatronik, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia
Kampus LIPI, Gedung 20, Bandung, Indonesia

²Jurusan Teknik Metalurgi, Universitas Jenderal Achmad Yani
Jl. Ters. Jenderal Gatot Subroto, Bandung, Indonesia

³Pusat Sains Teknologi Nuklir Terapan, Badan Tenaga Atom Nasional
Jl. Taman Sari No. 71 Bandung, Indonesia
erie.martides@lipi.go.id

Abstrak

Material SS316 seringkali digunakan untuk komponen yang bekerja pada temperatur tinggi dengan resiko mengalami oksidasi yang menyebabkan penurunan sifat material dan umur pakai dari komponen. Deposisi *Metal Matrix Composite* (MMC) NiCr+Cr₃C₂+Al₂O₃ dan NiCr+WC₁₂Co+Al₂O₃ menggunakan metode *High Velocity Oxygen Fuel* (HVOF) *thermal spray coating* dengan parameter konstan dilakukan sebagai proses perlakuan pada permukaan SS316 untuk meningkatkan nilai kekerasan dan ketahanan terhadap oksidasi. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh proses oksidasi lapisan MMC pada material substrat SS316. Proses oksidasi dilakukan dengan variasi temperatur 500° dan 600°C, penahanan temperatur selama 6 jam, kemudian diteruskan dengan karakterisasi serta perhitungan laju oksidasi. Hasil penelitian menunjukkan spesimen MMC NiCr+Cr₃C₂+Al₂O₃ yang dilakukan proses oksidasi pada suhu 500°C memiliki laju oksidasi terendah yaitu 6,67 x 10⁻⁷ gram/mm² jam.

Kata kunci: oksidasi, SS316, *metal matrix composite*, HVOF

Abstract

SS316 material is widely used for components that working at high temperature with the risk of oxidation which causes a decrease in material properties and service life of the components. Deposition of *Metal Matrix Composite* (MMC) of NiCr+Cr₃C₂+Al₂O₃ and NiCr+WC₁₂Co+Al₂O₃ using The *High Velocity Oxygen Fuel* (HVOF) *thermal spray coating method* with constant parameters, carried out as an SS316 surface treatment process to increase the hardness value and oxidation resistance. This research aims to study the effect of oxidation MMC layer on SS316 substrate. The oxidation process with a temperature variation of 500 ° and 600 ° C, holding temperature for 6 hours, then proceed with the characterization and calculation of the oxidation rate. The result shows that MMC NiCr + Cr₃C₂ + Al₂O₃ specimens carried out at the oxidation process at 500 ° C has the lowest oxidation rate of 6.67 x 10⁻⁷ grams/mm² hours.

Keywords: oxidation, SS316, *metal matrix composite*, HVOF

I. PENDAHULUAN

Kerusakan material yang diakibatkan oleh oksidasi seringkali terjadi pada komponen yang beroperasi pada suhu tinggi, seperti pada industri pembangkit listrik, otomotif, dan petrokimia. Pemilihan material dan proses perlakuan setelah proses manufaktur komponen sangat dibutuhkan untuk meminimalisir terjadinya proses oksidasi ketika beroperasi. *Stainless steel* seri 316 (SS316) merupakan salah satu jenis material yang sudah

banyak diaplikasikan pada berbagai komponen yang dikenai beban kerja panas, karena di dalamnya terdapat unsur krom dan *molibdenum* yang sengaja ditambahkan untuk meningkatkan ketahanan korosi, dan unsur nikel yang berfungsi untuk menstabilkan fasa pada temperatur tinggi [1]. Namun, pada lingkungan industri dengan temperatur operasi yang bervariasi, disertai dengan hadirnya kontaminan dan polutan seperti oksida sulfur, oksida nitrogen, hidrogen sulfida dan lainnya dapat mempercepat terjadinya korosi pada komponen yang terbuat dari *stainless steel* sekalipun [2].

Tabel 1. Identifikasi material

Kode	Serbuk <i>Coating</i>		Komposisi	Pengujian Oksidasi	
			%wt	T (°C)	t (jam)
NCA 5006	Matriks	NiCr	60	500	6
	Penguat	Cr ₃ C ₂	30		
		Al ₂ O ₃	10		
NCA 6006	Matriks	NiCr	60	600	6
	Penguat	Cr ₃ C ₂	30		
		Al ₂ O ₃	10		
NWA 5006	Matriks	NiCr	60	500	6
	Penguat	WC ₁₂ Co	30		
		Al ₂ O ₃	10		
NWA 6006	Matriks	NiCr	60	600	6
	Penguat	WC ₁₂ Co	30		
		Al ₂ O ₃	10		

Proses perlakuan permukaan pada material SS316 menggunakan metode *thermal spray coating* banyak digunakan tidak hanya untuk meningkatkan ketahanan aus dan ketahanan korosi, tetapi juga sebagai *thermal barrier coating* dan lainnya yang disesuaikan dengan aplikasinya [3]. Lapisan yang dihasilkan dari *thermal spray* pada umumnya memiliki ciri karakteristik yaitu struktur lamelar dan padat sehingga dapat meningkatkan sifat mekanik, termal dan listrik yang sangat baik [3], [4]. Teknik *High Velocity Oxygen Fuel (HVOF) thermal spray coating* biasanya digunakan untuk menghasilkan lapisan yang sangat padat, daya lekat sangat tinggi, ketahanan aus dan korosi yang baik, dengan tingkat porositas dan oksidasi yang rendah [5]. Lapisan berbasis keramik seperti partikel karbida krom dan karbida tungsten sebagai matriks yang diberi tambahan penguat yaitu nikel yang sering merupakan perpaduan yang tepat digunakan untuk aplikasi ketahanan aus pada temperatur kamar maupun tinggi. Hal ini karena lapisan memiliki nilai kekerasan yang tinggi untuk menahan tumbukan secara tiba-tiba dan berulang. Selain itu, karena unsur pembentuknya memiliki fasa yang akan stabil pada temperatur yang tinggi.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk meningkatkan sifat mekanik yaitu nilai kekerasan dan ketahanan terhadap oksidasi dari SS316 yang beroperasi pada temperatur tinggi dengan mendeposisi dua variasi serbuk MMC dengan penambahan 10% Al₂O₃, yaitu NiCr + Cr₃C₂ + Al₂O₃ dan NiCr + WC₁₂Co + Al₂O₃ pada permukaan substrat menggunakan metode HVOF dengan parameter yang konstan. Dari hasil pemeriksaan laboratorium, analisa akan dilakukan untuk mengetahui jenis variasi MMC *coating* yang sesuai untuk aplikasi ketahanan oksidasi yang dapat dilihat dari nilai optimum laju oksidasinya.

II. METODE PENELITIAN

Pada penelitian ini digunakan serbuk *coating* 60% NiCr sebagai matriks dan 30% unsur penguat utama yaitu Cr₃C₂, WC₁₂Co, dan 10% Al₂O₃ sebagai unsur penguat tambahan, dengan identifikasi spesimen seperti yang terlihat pada Tabel 1.

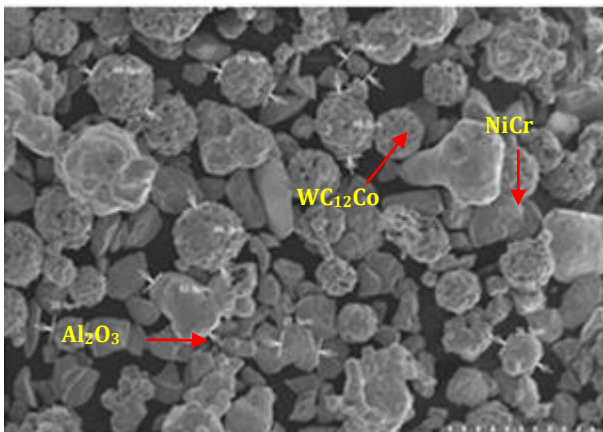
Variasi bahan *feedstock* pada percobaan ini memiliki ukuran serbuk yang sama dengan preparasi menggunakan proses *ball mill* dan *sieving* untuk mencapai ukuran 270 mesh. Proses untuk mendapatkan serbuk *feedstock* MMC yang homogen dilakukan dengan proses *blending* menggunakan *mixer* tipe Y selama 8 jam, yang kemudian dilanjutkan dengan pemanasan di dalam *oven* pada temperatur 80-100°C untuk menghilangkan uap air yang terdapat dalam serbuk. Bahan *feedstock* tersebut dikeluarkan dari *oven* sesaat akan dimasukkan ke dalam *powder feeder* untuk kemudian dilakukan proses penyemprotan.

Material substrat pada percobaan ini menggunakan jenis *austenitik stainless steel* dari kelas SS316 dengan dimensi 250 x 40 x 3 mm, dengan proses persiapan permukaan yang meliputi: pemotongan spesimen sesuai dengan kebutuhan pengujian laboratorium, pembentuk profil dan menghilangkan kontaminan pada permukaan menggunakan proses *blasting* dengan *white aluminium oxide* dengan ukuran partikelnya 24 mesh, jarak dan sudut penyemprotan berturut-turut 150 mm dan 45°.

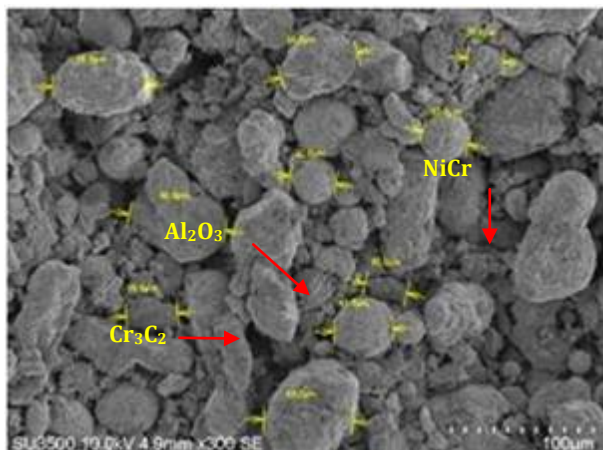
Teknik pelapisan pada percobaan ini yaitu dengan metode HVOF *thermal spray coating* menggunakan jenis mesin Hipojet 2700. Parameter untuk setiap variasi spesimen adalah sama seperti yang terlihat pada Tabel 2 dengan *range* target ketebalan lapisan yaitu 250-300µm.

Tabel 2. Parameter proses HVOF

Parameter	Satuan	Nilai
Tekanan udara	bar	6,2
Tekanan O ₂	bar	8
Tekanan N ₂	bar	5
Tekanan <i>propane</i>	bar	5,5
Putaran <i>powder feeder</i>	rpm	5
Panjang <i>torch</i>	mm	130
Jarak penyemprotan	mm	200
Sudut antara <i>gun</i> dan spesimen	°	90
<i>Pre-heat</i> substrat	°	≤150



Gambar 1. Morfologi serbuk NCA (NiCr-Cr₃C₂-Al₂O₃)



Gambar 2. Morfologi serbuk NWA (NiCr-WC₁₂Co-Al₂O₃)

Lapisan MMC yang telah terdeposisi pada permukaan substrat kemudian dilakukan pemeriksaan dan pengujian laboratorium untuk diketahui kualitasnya, yang meliputi pengujian kekerasan menggunakan *micro vickers*, metalografi menggunakan optical microscopy dan *scanning electron microscopy* (SEM), dan pengujian ketahanan oksidasi.

Pengujian ketahanan oksidasi dilakukan pada tungku *muffle* dengan variasi temperatur pemanasan 500°C dan 600°C, *holding time* selama 6 jam, kemudian didinginkan di dalam tungku. Analisa setelah pengujian ketahanan oksidasi yaitu dengan perhitungan laju oksidasi yang didapat dari data utama pengurangan/pertambahan berat spesimen, luas permukaan spesimen uji serta waktu pengujian seperti pada persamaan (1) dan (2), yang didukung dengan pengamatan metalografi.

Luas permukaan spesimen uji:

$$A_0 = p \times l \quad (1)$$

Laju oksidasi:

$$\text{Laju Oksidasi} = \frac{\Delta w}{(A_0 \times t)} \quad (2)$$

dimana :

Δw = pertambahan berat hasil pengujian oksidasi

A_0 = luas permukaan spesimen uji

t = waktu pengujian

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

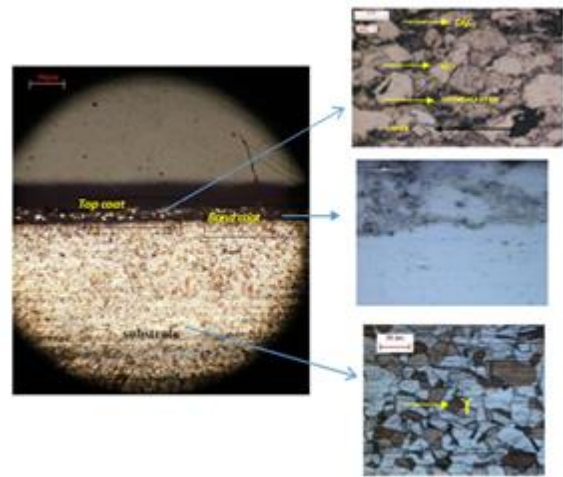
Serbuk MMC hasil preparasi menggunakan proses *ball mill*, *sieving*, dan *blending* dilakukan pemeriksaan menggunakan SEM untuk mengetahui morfologi dari serbuk MM. Dari Gambar 1 dan Gambar 2 hasil karakterisasi SEM dengan metode *secondary electron*, dapat diketahui bahwa ukuran serbuk bervariasi yaitu antara 20-70µm. Morfologi yang berbeda untuk setiap jenis serbuk *coating* dipengaruhi dari proses pembuatan dari serbuk *coating* tersebut. Serbuk *coating* NiCr, Cr₃C₂ dan WC₁₂Co memiliki morfologi *spheroidal* dan *spheroidal* berongga. Serbuk dengan bentuk *spheroidal* merupakan serbuk NiCr hasil dari proses *water atomized*, sedangkan serbuk dengan bentuk *spheroidal* berongga merupakan serbuk Cr₃C₂ dan WC₁₂Co dengan pembuatannya menggunakan metode *agglomerated* dan *sintered*. Untuk serbuk penguat Al₂O₃ memiliki bentuk yang *angular/blocky* sesuai dengan proses pembuatannya yaitu *aglomerasi* dan *sintering*. Morfologi dan variasi komposisi dari serbuk *coating* akan mempengaruhi pada saat proses HVOF berlangsung, jumlah, bentuk dan distribusi porositas berlangsung [6].

Morfologi dan variasi komposisi serbuk *coating* akan mempengaruhi lapisan yang terbentuk pada permukaan substrat serta akan berefek pula pada sifat mekaniknya. Gambar 3 dan Gambar 4 merupakan gambar struktur mikro lapisan hasil

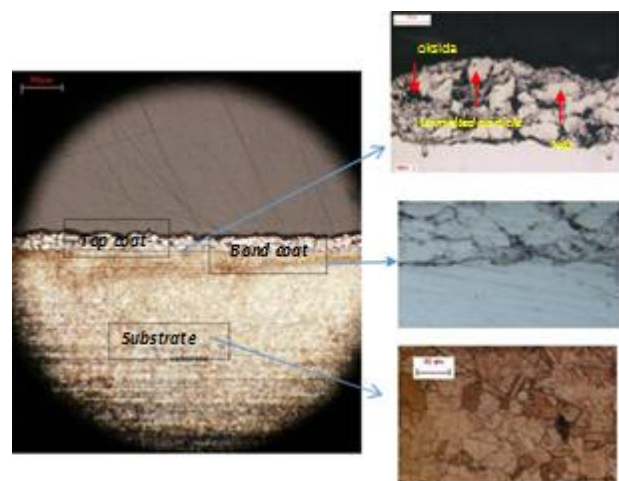
pengamatan menggunakan SEM dengan metode *back scattered electron* sehingga memunculkan *splats*, *unmelted particle*, dan juga adanya porositas atau oksidasi yang terindikasi dari perbedaan gradasi warna dan morfologi.

Gambar 3 merupakan penampang lapisan NiCr-Cr₃C₂-Al₂O₃ (NCA) dimana menghasilkan tiga kontras warna, yaitu berwarna abu terang merupakan *splat* NiCr, daerah berwarna abu terang yaitu Cr₃C₂ dan daerah berwarna hitam yang di indikasi sebagai porositas atau oksida. Begitu pula pada Gambar 4, yaitu gambar penampang lapisan NiCr-WC₁₂Co-Al₂O₃ (NWA).

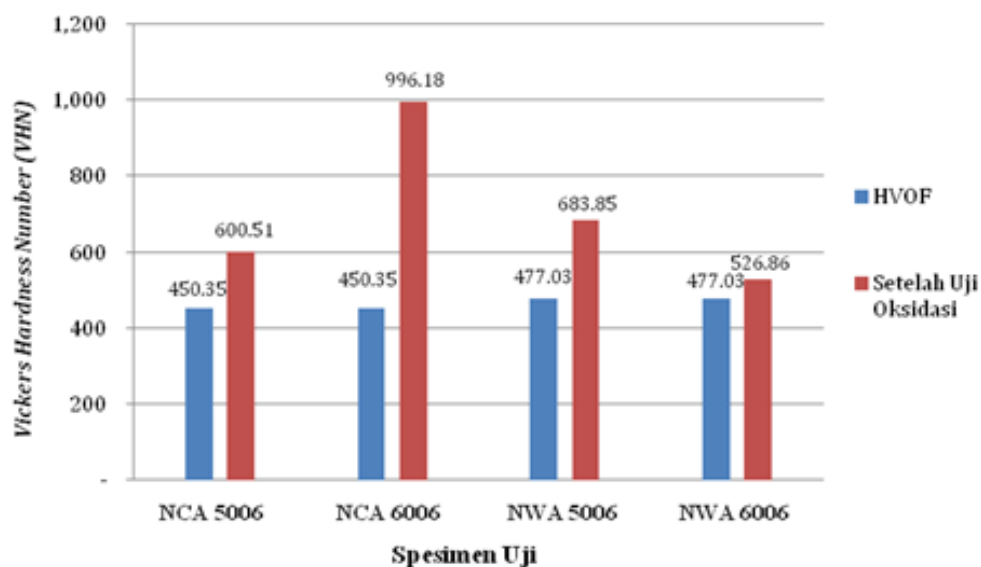
Keberadaan *unmelted particle*, porositas atau karbida pada masing-masing lapisan sangat dipengaruhi oleh parameter proses HVOF seperti jarak penyemprotan, *flow rate*, temperatur proses dan substrat, serta kecepatan penyemprotan yang [7]. Pada gambar struktur mikro, *unmelted particle* masih terlihat berbentuk *spheroidal* seperti bentuk *feedstock* awalnya. Hal tersebut dapat disebabkan adanya *aglomerasi* pada *feedstock* sehingga sulit untuk mencair secara sempurna dan sudah kembali membeku pada permukaan substrat. Sedangkan porositas atau oksida yang terbentuk pada lapisan disebabkan adanya reaksi antara *feedstock* dan gas O₂ pada saat pembakaran, atau interaksi *feedstock* dengan udara di lingkungan pada saat proses penyemprotan [8].



Gambar 3. Struktur mikro lapisan NCA (NiCr-Cr₃C₂-Al₂O₃)



Gambar 4. Struktur mikro lapisan NWA (NiCr-WC₁₂Co-Al₂O₃)

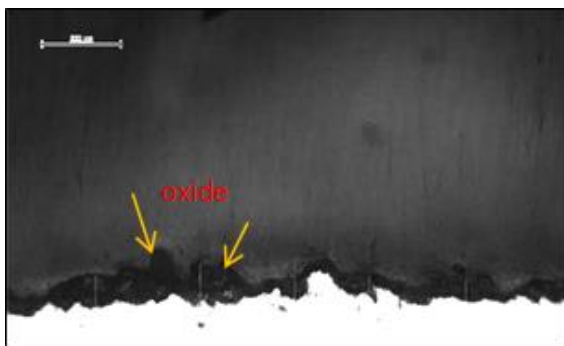
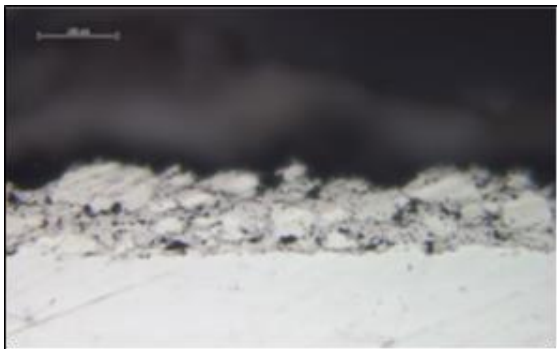


Gambar 5. Nilai Kekerasan spesimen stelah proses HVOF dan setelah uji ketahanan oksidasi

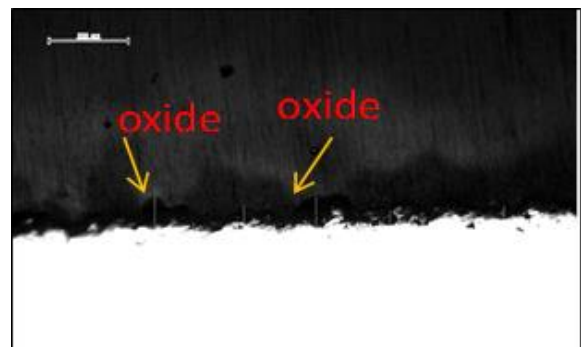
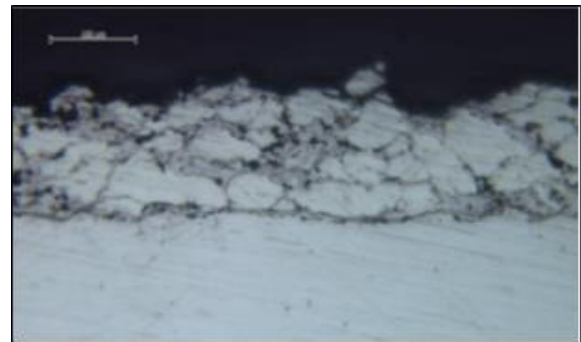
Tabel 3. Perubahan berat hasil pengujian oksidasi

Kode Spesimen	W ₀ (gram)	W ₁ (gram)	ΔW (gram)	A ₀ (mm ²)	ΔW / A ₀ (gram/mm ²)	Laju Oksidasi (gram/mm ² jam)
NCA5006	17,06	17,10	0,04	1000	4 x 10 ⁻⁶	6,67 x 10 ⁻⁷
NCA6006	20,03	20,08	0,05	1000	5 x 10 ⁻⁶	8,33 x 10 ⁻⁷
NWA5006	21,52	21,59	0,07	1000	7 x 10 ⁻⁶	1,17 x 10 ⁻⁶
NWA6006	20,58	20,66	0,08	1000	8 x 10 ⁻⁶	1,33 x 10 ⁻⁶

Struktur mikro setiap lapisan akan berkaitan dengan kualitas *coating* yang terlihat dari sifat mekanik melalui pemeriksaan laboratorium. Sifat mekanik yang ditandai dengan nilai kekerasan spesimen meningkat dari substrat SS316 (sebelum proses *coating*) yaitu 298,54 HVN [9] setelah proses *coating* dan setelah proses uji ketahanan oksidasi, seperti yang terlihat pada Gambar 5. Nilai kekerasan yang tertinggi setelah proses *coating* dimiliki oleh spesimen dengan MMC *coating* NiCr-WC₁₂Co-Al₂O₃ yaitu 477,03 VHN. Nilai kekerasan sangat dipengaruhi oleh variasi *feedstock*, jumlah *splat*, jumlah oksida/porositas yang terbentuk pada lapisan. Partikel penguat WC₁₂Co memiliki nilai kekerasan dan titik leleh tinggi sehingga menghasilkan nilai kekerasan yang lebih tinggi pada spesimen NWA dibandingkan pada spesimen NCA dengan partikel penguat Cr₃C₂.

Gambar 6. Struktur mikro setelah pengujian oksidasi pada spesimen NiCr-Cr₃C₂-Al₂O₃

Sample hasil *coating* diuji oksidasi dengan temperatur 500°C dan 600°C selama 6 jam dimana untuk mengetahui laju oksidasi yang terjadi. Secara fisik sampel hasil *coating* dengan serbuk NCA631 masih terlihat cukup baik pada temperatur 500°-600°C namun secara metalografi terbentuk lapisan oksida. Seperti pada Tabel 3, pada *sample* NCA 5006 terdapat penambahan berat sebesar 4 x 10⁻⁶ gram/mm² sedangkan untuk NCA 6006 sebesar 5 x 10⁻⁶ gram/mm², *sample* NWA 5006 terjadi penambahan berat sebesar 7 x 10⁻⁶ gram/mm², sedangkan NWA 6006 mengalami pertambahan berat sebesar 8 x 10⁻⁶ gram/mm². Laju oksidasi dipengaruhi banyaknya oksigen yang masuk ke permukaan *sample*. Semakin besar laju oksidasi maka semakin banyak lapisan oksida yang melekat. Untuk oksida dengan P_B_{ratio} lebih besar dari 1 maka oksida yang terbentuk akan berfungsi sebagai lapisan pelindung. Dimana laju oksidasi tertinggi pada *sample* NWA6006 sebesar 1,33 x 10⁻⁶ gram/mm²jam dan laju oksidasi terendah pada *sample* NCA 5006 sebesar 6,67 x 10⁻⁷ gram/mm²jam.

Gambar 7. Struktur mikro setelah pengujian oksidasi pada spesimen NiCr-WC₁₂Co-Al₂O₃

Proses oksidasi dipengaruhi dari waktu, konsentrasi, komposisi unsur, temperatur oksidasi, dan juga densitas dari lapisan yang terbentuk pada permukaan substrat [10]. Pada baja tahan karat, kandungan krom yang tinggi akan memperkaya lapisan pada besi oksida. Untuk *sample* NCA631 yang dioksidasi akan terbentuk lapisan oksida berdasarkan antara lain Al_2O_3 sebesar 16,8%, Cr_2O_3 sebesar 22,0%, Cr_7C_3 sebesar 24,6%, dan Cr_3C_2 sebesar 36,6%. Sedangkan untuk sampel NWA631 hasil oksidasi menghasilkan lapisan oksida Al_2O_3 sebesar 30,6%, $\text{Co}_3\text{W}_3\text{C}$ sebanyak 24,2%, W_2C sebanyak 29,8%, dan WC sebanyak 15,4%. Berdasarkan hasil perhitungan didapat dengan semakin meningkatnya temperatur maka laju oksidasinya meningkat dan semakin tinggi temperatur maka pertambahan berat yang terjadi semakin besar.

Gambar 6 dan Gambar 7 merupakan gambar hasil pemeriksaan metalografi yang dilakukan pada spesimen setelah proses pengujian ketahanan oksidasi. Pada Gambar 6 yaitu hasil metalografi untuk spesimen $\text{NiCr-Cr}_3\text{C}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ terlihat adanya *unmelted particle* dengan jumlah yang tidak banyak dibandingkan dengan *unmelted particle* pada Gambar 7. Hal tersebut terjadi sebagai sebab temperatur uji oksidasi tidak cukup tinggi untuk dapat melelehkan lapisan karena adanya unsur tungsten pada lapisan Gambar 7 dimana memiliki titik leleh yang tinggi. Hasil metalografi setelah dilakukan proses oksidasi mengakibatkan lapisan hasil *coating* menipis dan menghasilkan lapisan oksida seperti pada Gambar 6 dan Gambar 7 dimana diduga oksida ini berperan melindungi substrat terhadap korosi temperatur tinggi dan bersifat *passive*.

IV. KESIMPULAN

Proses deposisi MMC dengan dua variasi *feedstock* pada permukaan substrat SS316 menggunakan teknik HVOF berhasil meningkatkan sifat mekanik yang ditandai dengan meningkatnya nilai kekerasan. Pengujian ketahanan oksidasi setelah proses *coating* juga mempengaruhi sifat mekanik material yaitu meningkatkan nilai kekerasan dan nilai laju oksidasi. Variasi lapisan MMC $\text{NiCr+Cr}_3\text{C}_2+\text{Al}_2\text{O}_3$ (NCA) menghasilkan kualitas lapisan yang paling baik untuk aplikasi

pada temperatur tinggi yaitu dengan nilai laju oksidasi terendah $6,67 \times 10^{-7}$ gram/ mm^2 .jam. Penambahan variasi temperatur pada pengujian ketahanan oksidasi dapat dilakukan pada penelitian selanjutnya.

REFERENSI

- [1] P. Lambert, *Sustainability of Construction Materials (Second Edition)*, Sheffield Hallam University, Sheffield, United Kingdom, 2 September 2016.
- [2] A. Hamid, H. Saricimen, A. Quddus, A. Mohammed, and L. M. Al-Hems, "Corrosion study of SS304 and SS316 alloys in atmospheric, underground and seawater splash zone in the Arabian Gulf," *Corrosion Engineering Science and Technology*, vol. 52, no. 2, pp. 1-7, 2017.
- [3] P. A. Kumar, S. Pandey, R. Mishra, and R. Yadav, "Characterization of Stainless Steel 316L Coated by Thermal Spray Coating," *International Journal of Advance Research, Ideas and Innovations in Technology*, vol. 2, no. 3, 2016.
- [4] R. Huang, M. Sone, W. Ma, and H. Fukanuma, "The Effects of Heat Treatment on the Mechanical Properties of Cold-Sprayed Coatings," *Surface & Coating Technology*, vol. 261, pp 278-288, 2015.
- [5] B. Pratap, V. Bhatt, and V. Chaudhary, "A Review on Thermal Spray Coating," *International Journal of Scientific & Engineering Research*, vol. 6, no. 5, 2015.
- [6] M. Moayeri and A. Kafrou, "Effect of powder shape thermal conductivity of Cu-Ni porous coatings," *Journal of Materials research and technology*, vol. 7, no. 4, pp. 403-409, 2018.
- [7] M. Xie, Y. Lin, P. Ke, S. Wang, S. Zhang, Z. Zhen, and L. Ge, "Influence of Process Parameters on High Velocity Oxy-Fuel Sprayed Cr_3C_2 -25%NiCr Coatings," *Coatings*, vol. 7, no. 98, 2017.
- [8] B. Song, M. Bai, K. T. Voiscy, and T. Hussain, "Role of Oxides and Porosity on High-Temperature Oxidation of Liquid-Fueled HVOF Thermal-Sprayed Ni50Cr Coatings," *Journal of Thermal Spray Technology*, 2017.
- [9] ASTM Handbook. A240-12. *Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications*, ASTM International.
- [10] J. A. Cabral-Miramontes, "Parameter studies on High-Velocity Oxy-Fuel Spraying of CoNiCrAlY Coatings Used in the Aeronautical Industry," *International Journal of Corrosion*, 2014.