

STUDI AWAL SINTESIS BAJA OXIDE DISPERSION STRENGTHENED DENGAN MEMANFAATKAN SUMBER DAYA ALAM LOKAL

**Abu Khalid Rivai, Arbi Dimiyati, Marzuki Silalahi,
Rohmad Salam dan Agus Sudjatno**

*Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) - BATAN
Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang Selatan
e-mail: rivai.abukhalid@batan.go.id*

ABSTRAK

STUDI AWAL SINTESIS BAJA OXIDE DISPERSION STRENGTHENED DENGAN MEMANFAATKAN SUMBER DAYA ALAM LOKAL. Studi awal sintesis baja *Oxide Dispersion Strengthened (ODS)* dengan memanfaatkan Sumber Daya Alam (SDA) lokal telah dilakukan. Baja *ODS* merupakan bahan maju yang diproyeksikan untuk digunakan pada sistem yang beroperasi pada suhu tinggi seperti untuk kelongsong bahan bakar dan struktur reaktor nuklir fisi maju (*Generation IV Reactors*), dan struktur reaktor nuklir fusi. Sintesis baja *ODS* dilakukan dengan menggunakan teknologi metalurgi serbuk (*powder metallurgy*) dan paduan mekanik (*mechanical alloying*). Bahan dasar yang digunakan adalah pasir besi lokal dari Tasikmalaya-Jawa Barat dengan ditambahkan 1% partikel oksida yttria (Y_2O_3) komersil berukuran nano meter sebagai bahan yang didispersi ke dalam matriks bahan pasir besi lokal tersebut. Pertama, bahan-bahan penyusun diaduk menggunakan alat *High Energy Ball Milling (HEM)* selama 8 jam. Setelah itu bahan hasil *milling* tersebut dikompaksi menjadi pelet menggunakan alat *single-action compaction/pressing* dengan tekanan 7000 *psi* hingga 8000 *psi*. Selanjutnya pelet tersebut di-*degassing* selama 1 jam pada suhu 140 °C untuk meminimalisasi gas-gas yang mungkin terperangkap diantara celah-celah sempit pelet. Setelah itu pelet tersebut di-*sinter* pada suhu 1150 °C selama 1 jam dalam kondisi gas argon. Selanjutnya sampel baja *ODS* dianalisis menggunakan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS)*, *X-Ray Diffraction Spectroscopy (XRD)* dan *Vickers Hardness Tester*. Hasil analisis menunjukkan bahwa sampel memiliki ikatan yang cukup kuat diantara bahan penyusun dan ditemukan ketidakhomogenan pada beberapa bagian. Lebih lanjut lagi, diperoleh nilai rata-rata kekerasan sampel 726HV yang menunjukkan kekerasan yang cukup tinggi.

Kata kunci: Baja, *ODS*, Y_2O_3 , Pasir besi lokal, Kekerasan

ABSTRACT

PRELIMINARY STUDY OF SYNTHESIS OF OXIDE DISPERSION STRENGTHENED STEELS UTILIZE LOCAL NATURAL RECOURSES. Preliminary study of synthesis of Oxide Dispersion Strengthened (ODS) steels utilize local natural recourses has been done. The ODS steel is an advanced material which is projected to be used for a system that is operated at high temperature such as for fuel cladding and structural of advanced fission nuclear reactors (Generation IV Reactors) and structural of fusion nuclear reactor. The synthesis was done using powder technology with mechanical alloying processes. Local ironsand from Tasikmalaya-West Java was used as the base materials with added 1% commercial nano-sized particle Y_2O_3 for dispersion material in the matrix of the ironsand. First, constituent materials were milled using High Energy Ball Milling (HEM) for 8 hours. Then, the mixed material was compacted become a pellet using a single-action compaction/pressing tool with 7000-8000 psi of pressure. Afterward, the pellet was degassed for 1 hour at 140 °C of temperature to minimize the gas that possibly trapped in the narrow gap of the pellet. Then, the pellet was sintered at 1150 °C of temperature for 1 hour inside the furnace under an argon gas atmosphere. Thereafter, the sample was characterized using Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS), X-Ray Diffraction Spectroscopy (XRD), and Vickers Hardness Tester. The results showed that the samples have good bonding among the constituent materials even inhomogeneity in some parts was found. Furthermore, the average hardness was relatively high i.e. 726HV.

Keywords: Steels, ODS, Y_2O_3 , Local ironsand, Hardness

PENDAHULUAN

Indonesia memiliki sumber daya alam pasir besi berbagai aplikasi termasuk bahan baku baja [1]. Baja yang cukup berlimpah yang dapat dimanfaatkan untuk merupakan salah satu material utama yang digunakan

dalam berbagai industri. Perkembangan industri saat ini mengarah pada pengoperasian sistem pada temperatur tinggi agar memiliki efisiensi yang semakin baik sehingga kompetitif secara ekonomi. Lebih lanjut lagi keuntungan pengoperasian sistem pada suhu tinggi seperti pada pembangkit tenaga (*power plant*) ditujukan untuk produk sampingan contohnya produksi hidrogen. Perkembangan ini tentunya berhubungan langsung dengan kebutuhan bahan baja yang kompatibel pada lingkungan dengan suhu tinggi. Oleh sebab itu pengembangan bahan baja yang dapat dioperasikan pada suhu tinggi merupakan kunci penting dalam pengembangan industri di dunia saat ini.

Industri baja merupakan industri yang sangat strategis bagi sebuah negara. Perkembangan teknologi baja dari waktu ke waktu terus berkembang pesat sesuai dengan kebutuhan, salah satunya adalah kebutuhan akan baja yang memiliki ketahanan pada kondisi ekstrim seperti suhu tinggi. Salah satu material baja yang pengembangan teknologinya relatif baru adalah baja *Oxide Dispersion Strengthened (ODS)*.

Baja *ODS* merupakan baja maju yang dari awal dikembangkan untuk aplikasi suhu tinggi [2-11]. Oleh sebab itu jenis material ini merupakan salah satu kandidat material kelongsong bahan bakar dan struktur reaktor nuklir fisi maju (*Generation IV Reactors*) dan struktur reaktor nuklir fusi karena sistem tersebut beroperasi pada suhu tinggi ($> 600\text{ }^{\circ}\text{C}$) serta paparan iradiasi yang juga tinggi ($> 200\text{ dpa}$) [2-9]. Baja *ODS* dikembangkan dengan teknik sebaran partikel-partikel oksida halus secara merata pada kisi-kisi bahan. Hal tersebut dilakukan menggunakan teknologi metalurgi serbuk (*powder metallurgy*) dengan teknik pemaduan mekanik (*mechanical alloying*) [2-9].

Mechanical alloying adalah teknik pengolahan serbuk yang memungkinkan dihasilkannya material homogen yang diawali dengan pencampuran serbuk unsur penyusun menggunakan *High Energy Milling (HEM)*. Pada teknik *mechanical alloying* ini terjadi penggabungan, penggerusan, penggabungan kembali yang terjadi berulang-ulang dan berkesinambungan dalam pengadukan energi tinggi (*HEM*) tersebut. Teknik *mechanical alloying* awalnya dikembangkan sebagai metode untuk memproduksi dispersi oksida yang memperkuat paduan nikel (*ODS nickel-alloy*) oleh sebelumnya pada Laboratorium Perusahaan International Nickel (INCO) sekitar 1966 [2,5]. Material dengan teknik sebaran partikel oksida ini memiliki keunggulan karena partikel-partikel oksida yang tersebar menjadi impuritas di dalam struktur material baja. Sebaran partikel-partikel oksida yang sangat kecil berukuran nano meter ini seragam dan sangat stabil. Partikel-partikel oksida ini berfungsi sebagai penjepit (*pinning*) yang menahan gerak dislokasi pada struktur material. Gerak dislokasi yang tertahan ini yang meningkatkan properti elastisitas bahan.

Adapun partikel oksida yang digunakan pada umumnya adalah partikel yttria oksida (Y_2O_3) dan titanium oksida (TiO_2). Melihat keunggulan baja *ODS* ini yang salah satunya sebagai salah satu kandidat material reaktor nuklir masa depan di dunia maka penguasaan teknologi pembuatan baja *ODS* memiliki nilai yang sangat strategis. Selain itu akhir-akhir ini di Amerika Serikat dan Inggris dikembangkan baja *ODS* untuk pengembangan instalasi pembangkit energi tenaga fosil dan instalasi industri kimia yang lebih maju yang dapat dioperasikan pada suhu tinggi [10-11].

Terkait hal tersebut, tujuan dalam penelitian ini adalah untuk mempelajari teknik sintesis baja *ODS* dengan memanfaatkan Sumber Daya Alam (SDA) lokal yaitu pasir besi dari Tasikmalaya-Jawa Barat. Sebagai partikel dispersi digunakan partikel Y_2O_3 berukuran nano meter. Penggunaan pasir besi lokal ini dilakukan untuk meneliti prospek pemanfaatan pasir besi lokal dalam menunjang pengembangan baja *ODS* ini.

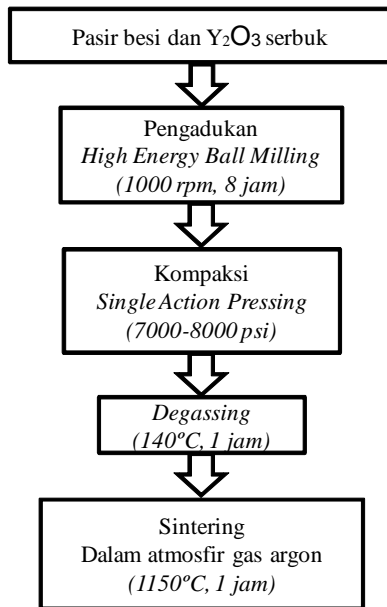
METODE PERCOBAAN

Proses sintesis baja *ODS* dengan memanfaatkan SDA pasir besi lokal dari Tasikmalaya-Jawa Barat pada percobaan ini ditunjukkan pada Gambar 1. Dilakukan preparasi bahan baku, *milling* (pengadukan), *degassing* dan *sintering*. Adapun alat-alat yang digunakan adalah *High Energy Ball Milling (HEM)*, *Single Action Pressing*, *Degassing* dan *Furnace* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.

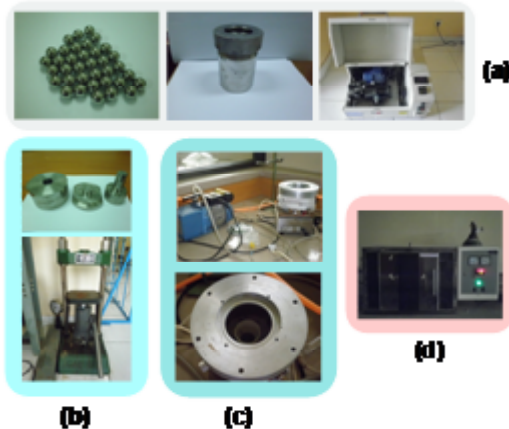
Bahan-bahan baku penyusun baja *ODS* yang digunakan adalah pasir besi lokal dan serbuk yttria/ oksida yttrium (Y_2O_3). Gambar 3 menunjukkan mikrofoto *Scanning Electron Microscope (SEM)* dari serbuk Y_2O_3 yang digunakan sebagai partikel dispersi dalam baja *ODS* ini. Partikel Y_2O_3 ini berukuran nano meter dan merupakan bahan kimia komersil dari perusahaan Sigma Aldrich.

Dilakukan penimbangan dengan perbandingan pasir besi dan serbuk Y_2O_3 adalah 99 : 1. Kemudian serbuk bahan-bahan penyusun ini digabungkan dengan dimasukkan ke dalam *vial*. Di dalam *vial* sebelumnya sudah ditempatkan bola-bola baja dengan perbandingan antara berat serbuk sampel dan bola giling adalah 1 : 3, dimasukkan ke dalam *Vial*. Kemudian serbuk gabungan di dalam *vial* tersebut *dimilling* menggunakan *HEM* dengan kecepatan *milling* adalah 1000 *rpm* selama 8 jam. Sebagai perbandingan telah dilaporkan *milling* dilakukan dengan kecepatan 250 *rpm* selama 48 jam [9]. Serbuk hasil *milling* dikompaksi menjadi sebuah pelet dengan menggunakan *single action pressing* dengan tekanan 7000 *Psi* hingga 8000 *Psi* pada *dies* berdiameter 1 inci. Pelet tersebut *didegassing* dengan memberikan perlakuan panas dengan suhu 140 $^{\circ}\text{C}$ selama 1 jam yang bertujuan untuk mengeluarkan gas-gas yang tidak diinginkan yang terperangkap di dalam pori-pori sampel pelet. Selanjutnya pelet tersebut *disinter* pada suhu 1150 $^{\circ}\text{C}$ selama 1 jam dalam kondisi aliran gas argon.

Studi Awal Sintesis Baja Oxide Dispersion Strengthened dengan Memanfaatkan Sumber Daya Alam Lokal
(Abu Khalid Rivai)

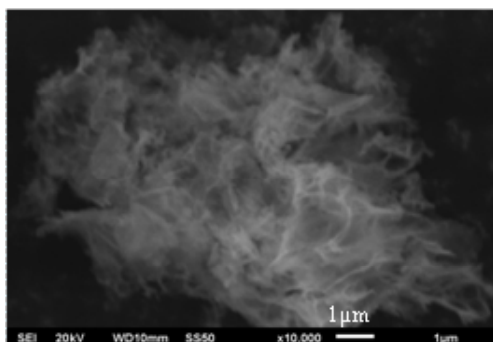


Gambar 1. Skema proses sintesis baja ODS dengan memanfaatkan pasir besi lokal.

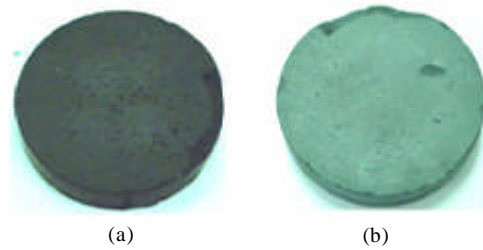


Gambar 2. Alat-alat dan aparatus sintesis (a). High Energy Ball Milling (HEM), (b). Single action pressing, (c). Degassing dan (d). Furnace

Kemudian sampel dipotong di bagian tengah dan dimasukkan ke dalam resin untuk selanjutnya dipoles sampai tahap mengkilap. Sampel di etsa menggunakan larutan nital (campuran 3 mL HNO₃ dan 97 mL etanol). Selanjutnya dilakukan pengamatan dan analisis strukturmikro sampel dengan menggunakan Scanning



Gambar 3. Mikrofoto SEM serbuk oksida yttrium Y₂O₃



Gambar 4. Foto *pellet* sampel (a). setelah kompaksi (b). setelah sintering

Electron Microscope-Energy Dispersive Spectroscope (SEM-EDS) dan X Ray Diffraction (XRD). Sedangkan pengujian kekerasan dilakukan dengan menggunakan Vickers hardness tester.

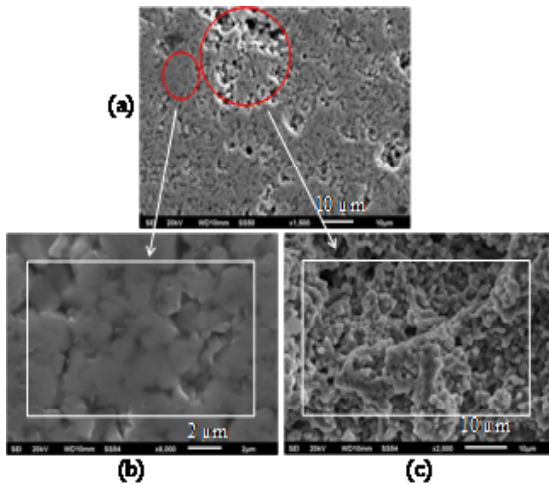
HASIL DAN PEMBAHASAN

Sampel hasil sintesis baja ODS ditunjukkan pada Gambar 4. Pelet dari kompaksi serbuk hasil *milling* ditunjukkan pada Gambar 4 (a). Pelet sampel ini masih belum memiliki ikatan paduan (*alloying*) yang kuat diantara bahan penyusunnya. Setelah proses *degassing* pelet sampel tersebut disinter yang hasilnya ditunjukkan pada Gambar 4 (b). Proses *sintering* ini menghasilkan ikatan yang kuat diantara bahan penyusun dengan membentuk paduan. Analisis strukturmikro pelet sampel baja ODS ini selanjutnya dilakukan dengan menggunakan SEM yang dikombinasikan dengan EDS. Analisis XRD dilakukan untuk menganalisis kandungan kristal atau fasa di dalam matriks sampel baja ODS hasil sintesis. Analisis kekerasan sampel hasil sintering dilakukan menggunakan Vickers hardness tester.

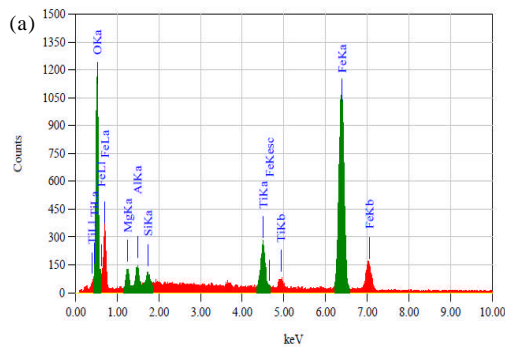
Analisis SEM-EDS

Mikrofoto SEM tampak lintang sampel baja ODS ditunjukkan pada Gambar 5. Tampak bahwa matrik sampel baja ODS terdiri dari dua bagian besar yaitu bagian matriks yang sudah membentuk paduan yang kompak dan bagian matriks yang seperti poros. Bagian matrik yang sudah membentuk paduan yang kompak lebih detil diperlihatkan pada mikrofoto Gambar 5(a). Tampak bahwa hasil *sintering* yang dilakukan menghasilkan matrik paduan dengan ikatan yang cukup baik. Sedangkan Gambar 5(b) menunjukkan dengan lebih detil bagian matrik yang poros. Tampak bahwa pada daerah tersebut masih terlihat bagian-bagian yang terpisah yang belum terbentuk ikatan paduan yang baik.

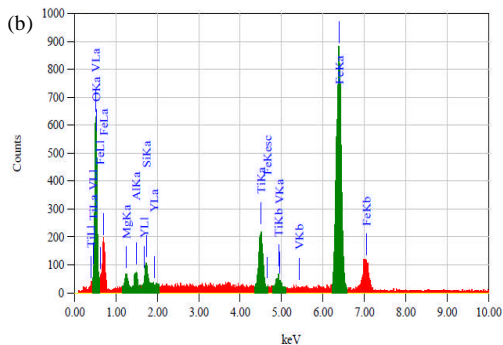
Hasil mikrofoto SEM pada Gambar 5 ini menunjukkan bahwa proses sintesis khususnya *sintering* yang dilakukan belum menghasilkan matrik paduan yang merata sempurna pada seluruh bagian. Hal ini terjadi mungkin disebabkan oleh suhu sintering yang kurang tinggi atau waktu sintering yang kurang lama. Hal lainnya mungkin disebabkan oleh proses *milling* yang belum sempurna sehingga serbuk adukan yang



Gambar 5. Mikrofoto SEM sampel baja ODS hasil sintesis



Unsur	% Massa	% Atom
O	34,22	62,27
Mg	2,16	2,59
Al	1,84	1,98
Si	0,90	0,93
Ti	5,67	3,45
Fe	55,21	28,78
Total	100	100



Unsur	% Massa	% Atom
O	27,79	55,21
Mg	1,49	1,95
Al	1,59	1,87
Si	1,76	1,99
Ti	7,27	4,82
V	0,20	0,12
Fe	59,63	33,93
Y	0,27	0,10
Total	100	100

Gambar 6. Analisis EDS sampel baja ODS dari mikrofoto SEM Gambar 5 (a). untuk Gambar 5(a) dan (b). untuk Gambar 5(b).

dihasilkan belum tercampur secara merata. Ini mungkin dikarenakan waktu *milling* yang masih kurang lama. Waktu *milling* yang lebih lama yang telah dilaporkan oleh peneliti sebelumnya [9].

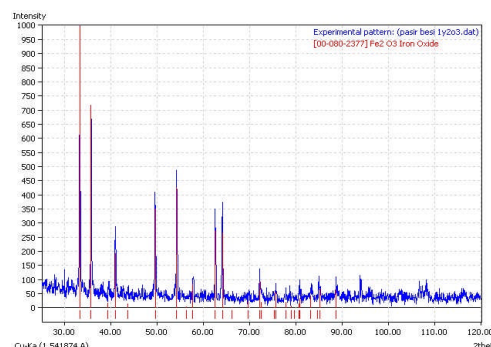
Analisis EDS sampel baja ODS dari mikrofoto SEM Gambar 5(a) dan Gambar 5(b) berturut-turut ditunjukkan pada Gambar 6(a) dan Gambar 6(b). Hasil analisis EDS menunjukkan bahwa puncak-puncak didominasi oleh besi (Fe) dan oksigen (O). Hasil analisis EDS menunjukkan bahwa jumlah besi pada Gambar 6 (a) dan Gambar 6(b) adalah berturut-turut 55,2 % massa; 28,8 % atom dan 59,6 % massa; 33,9 % atom. Sedangkan jumlah oksigen pada Gambar 6(a) dan Gambar 6(b) adalah berturut-turut adalah 34,2 % massa; 62,3 % atom dan 27,8 % massa; 55,2 % atom. Hal ini menunjukkan bahwa secara umum matriks baja ODS ini didominasi oleh oksida besi yang merupakan penyusun utama pasir besi. Tampak juga dari hasil analisis EDS puncak-puncak yang lebih rendah yaitu unsur magnesium (Mg), aluminium (Al), silikon (Si), dan titanium (Ti). Unsur-unsur tersebut secara umum adalah unsur-unsur yang terkandung dalam pasir besi. Selain itu pada Gambar 6(b) menunjukkan unsur yttrium yang terdeteksi dalam jumlah kecil yang tidak terdeteksi pada Gambar 6(a).

Hal ini terjadi kemungkinan karena pada beberapa bagian matriks oksida yttrium sudah tersebar merata dan pada bagian lain belum tersebar merata. Namun dari jumlah yttrium yang terdeteksi dalam jumlah kecil tersebut dapat diprediksi bahwa tidak terjadi penggumpalan oksida yttrium yang berarti di dalam matriks sampel baja ODS hasil sintesis.

Analisis XRD

Hasil analisis XRD sampel baja ODS hasil sintering ditunjukkan pada Gambar 7. Alat XRD ini menggunakan unsur target CuK α dengan panjang gelombang 1,54 Å.

Hasil analisis XRD ini menunjukkan bahwa pelet sampel baja ODS hasil sintesis ini didominasi oleh kristal oksida besi Fe₂O₃. Oksida besi ini merupakan bagian utama dari pasir besi yang merupakan bahan penyusun utama baja ODS ini. Hasil analisis XRD ini juga memperkuat dan mendetilkan analisis EDS sebelumnya.



Gambar 7. Analisis XRD pelet hasil sintering sampel baja ODS.

Studi Awal Sintesis Baja Oxide Dispersion Strengthened dengan Memanfaatkan Sumber Daya Alam Lokal (Abu Khalid Rivai)

Tabel 1. Vickers Hardness Number sampel baja ODS.

No.	d1 (µm)	d2 (µm)	(d1+d2)/2	HV
1	36.2	36.1	36.15	709
2	34	33.2	33.6	821
3	37.8	37.8	37.8	649
4	35	34.2	34.6	774
5	37.2	36.8	37	677
Rata-rata				726

Hasil analisis ini menunjukkan bahwa matriks baja ODS hasil sintesis dengan menggunakan bahan utama pasir besi lokal ini secara umum didominasi oleh oksida besi Fe₂O₃.

Analisis Kekerasan

Pada pengujian ini diberikan beban sebesar 500gf dan dilakukan di 5 titik pada permukaan sampel yang rata dan mengkilap. Hasil uji kekerasan dalam Vickers Hardness Number (VHN) ditunjukkan pada Tabel 1.

Hasil uji kekerasan sampel baja ODS ini menunjukkan bahwa nilai rata-rata kekerasan adalah 726HV. Adapun nilai kekerasan tertinggi adalah 821HV dan nilai kekerasan terendah adalah 677HV. Nilai kekerasan ini di atas nilai kekerasan baja sekitar 250HV dan berada pada rentang nilai kekerasan baja ODS sekitar 800HV. Hal ini menunjukkan bahwa hasil sintesis baja ODS ini menghasilkan kekerasan yang cukup baik.

KESIMPULAN

Sintesis baja ODS dengan menggunakan pasir besi lokal sebagai bahan utama dan partikel oksida yttrium sebagai partikel dispersi telah dilakukan. Hasil analisis strukturmikro menunjukkan bahwa sebagian besar matriks telah terbentuk menjadi paduan yang didominasi oleh oksida besi Fe₂O₃. Hasil analisis juga menunjukkan secara umum tidak terjadi penggumpalan partikel oksida yttrium di dalam matriks. Analisis kekerasan menunjukkan bahwa baja ODS hasil sintesis ini memiliki kekerasan yang cukup baik. Hasil sintesis ini menunjukkan bahwa desain teknologi sintesis baja ODS yang dilakukan sudah cukup baik walaupun masih perlu disempurnakan. Lebih lanjut lagi, pasir besi lokal memiliki potensi untuk digunakan dalam pengembangan baja ODS.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Kementerian Ristek yang telah mendanai penelitian ini

(Riset Insentif Ristek no. RT-2012-660 Konsorsium, Pusat Penelitian Metalurgi LIPI dengan PU Konsorsium Dr. Nurul Taufiqu Rochman). Diucapkan terima kasih juga kepada Drs. Bambang Sugeng dan Imam Wahyono, S.ST. yang telah membantu dalam penelitian ini.

DAFTAR ACUAN

- [1]. EDI HERIANTO, Potensi Pengembangan Sumber Daya Mineral Pasir Besi Di Indonesia, *Seminar Material Metalurgi Pusat Penelitian Metalurgi-LIPI*, (2009)
- [2]. C. SURYANARAYANA, *Progress in Materials Science*, **46** (2001) 1-184
- [3]. RAHIM GHELANI, *Oxide Dispersion-Strengthened (ODS) Materials*, Mechanical and Aerospace Engineering Department, UCLA, April 10, (2009)
- [4]. YANN DE CARLAN, JEAN HENRY, ANAALAMO, ARNAUD MONNIER, RAPHAEL COUTURIER, EMMANUEL RIGAL, CÉLINE CABET, *ODS Steels – Part I : Manufacture, Mechanical Properties and Oxidation Behaviour*, CEA-France, (2009)
- [5]. M. SHERIF EL-ESKANDARANY, *Mechanical Alloying For Fabrication of Advanced Engineering Materials*, Noyes Publications-William Andrew Publishing, Norwich, New York, U.S.A., (2001)
- [6]. ABU KHALID RIVAI, SHIGERU SAITO, CHIAKI KATO, MASAO TEZUKA, KENJI KIKUCHI, AKIHIKO KIMURA, *Atomic Energy Society of Japan-AESJ Fall Meeting 2009, Sendai 16-18 September*, (2009).
- [7]. MASAKI INOUE, TAKEJI KAITO, SATOSHI OHTSUKA, Research and Development of Oxide Dispersion Strengthened Ferritic Steels for Sodium Cooled Fast Breeder Reactor Fuels, *Materials for Generation IV Nuclear Reactors, NATO Advanced Study Institute, Cargese, Corsica, France*, (2007)
- [8]. AKIHIKO KIMURA, Design Windows of Candidate Fusion Structural Materials, *US/Japan Workshop on Power Plant Studies and Related Advanced Technologies With EU Participation, San Diego, CA, USA*, (2002)
- [9]. SHIGEHARU UKAI, SHUNJI MIZUTA, MASAYUKI FUJIWARA, TAKANARI OKUDA, TOSHIMI KOBAYASHI, *Journal of Nuclear Science and Technology*, **39** (7) (2002) 778-788
- [11]. OFFICE of INDUSTRIAL TECHNOLOGIES ENERGY EFFICIENCY and RENEWABLE ENERGY U.S. Department of Energy, *High-Performance, Oxide-Dispersion-Strengthened Tubes For Production of Ethylene and Other Industrial Chemicals*, Project Fact Sheet, (2002)