



❧

**PELAPISAN GRAFIT DENGAN TITANIUM KARBIDA  
MELALUI METODE PIRAC;  
KARAKTERISASI XRD DAN SEM**

❧

Oleh: Farah Aulia R.

Dosen Pembimbing: Prof. Dr. Suasmoro, DEA

## LATAR BELAKANG

- Bahan tahan panas banyak dimanfaatkan dalam bidang industri, untuk reaktor nuklir dan *nozzle rocket*.
- Semula pada *nozzle rocket* digunakan grafit untuk pemakaian pada temperatur tinggi.
- Material grafit sangat mudah mengalami oksidasi pada temperatur  $>400^{\circ}\text{C}$  dalam lingkungan yang mengandung oksigen maupun klor. Selain itu, kekerasannya 1-2 skala mho (Becker *et al*, 2010).
- Oleh karena itu, untuk 'memperbaiki' sifat grafit tersebut maka akan dilakukan pelapisan dengan bahan tahan panas.
- Dalam hal ini material yang paling memungkinkan adalah dari jenis karbida, yaitu titanium karbida.

## PERMASALAHAN

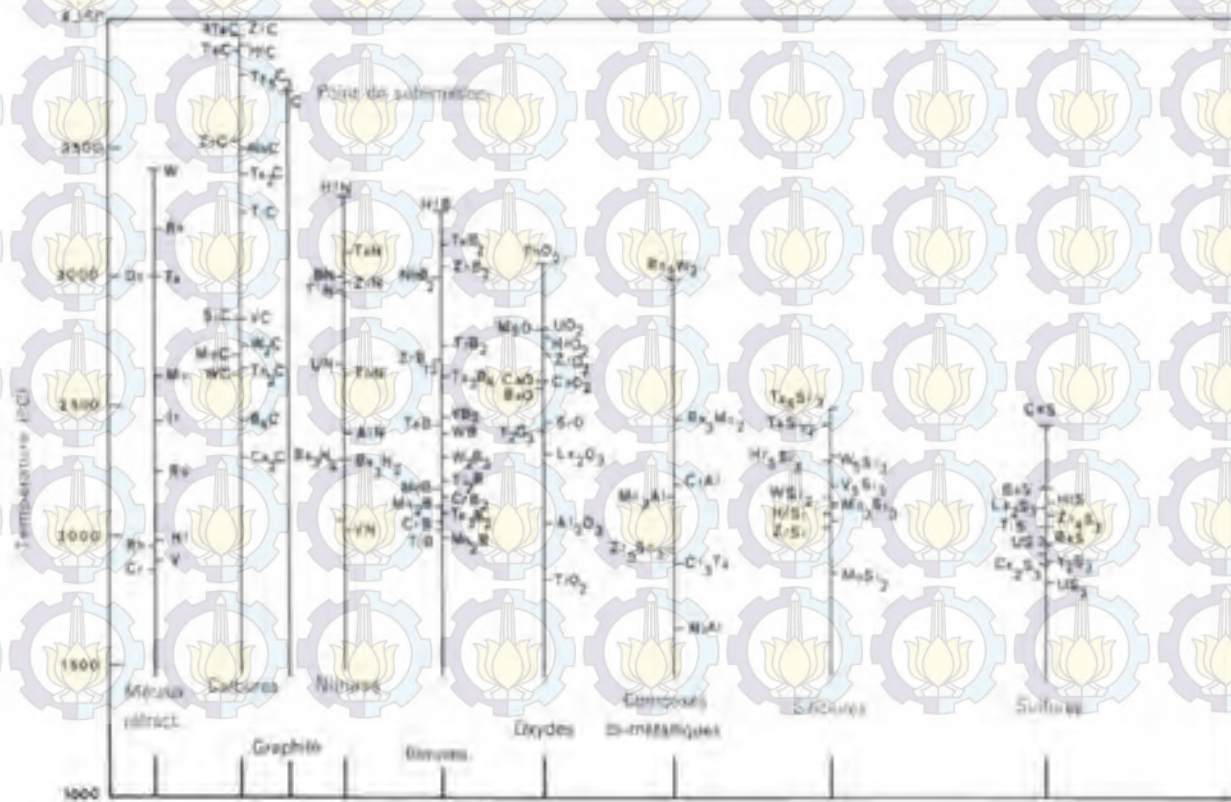
Bagaimanakah proses pelapisan titanium karbida pada permukaan grafit melalui metode PIRAC.

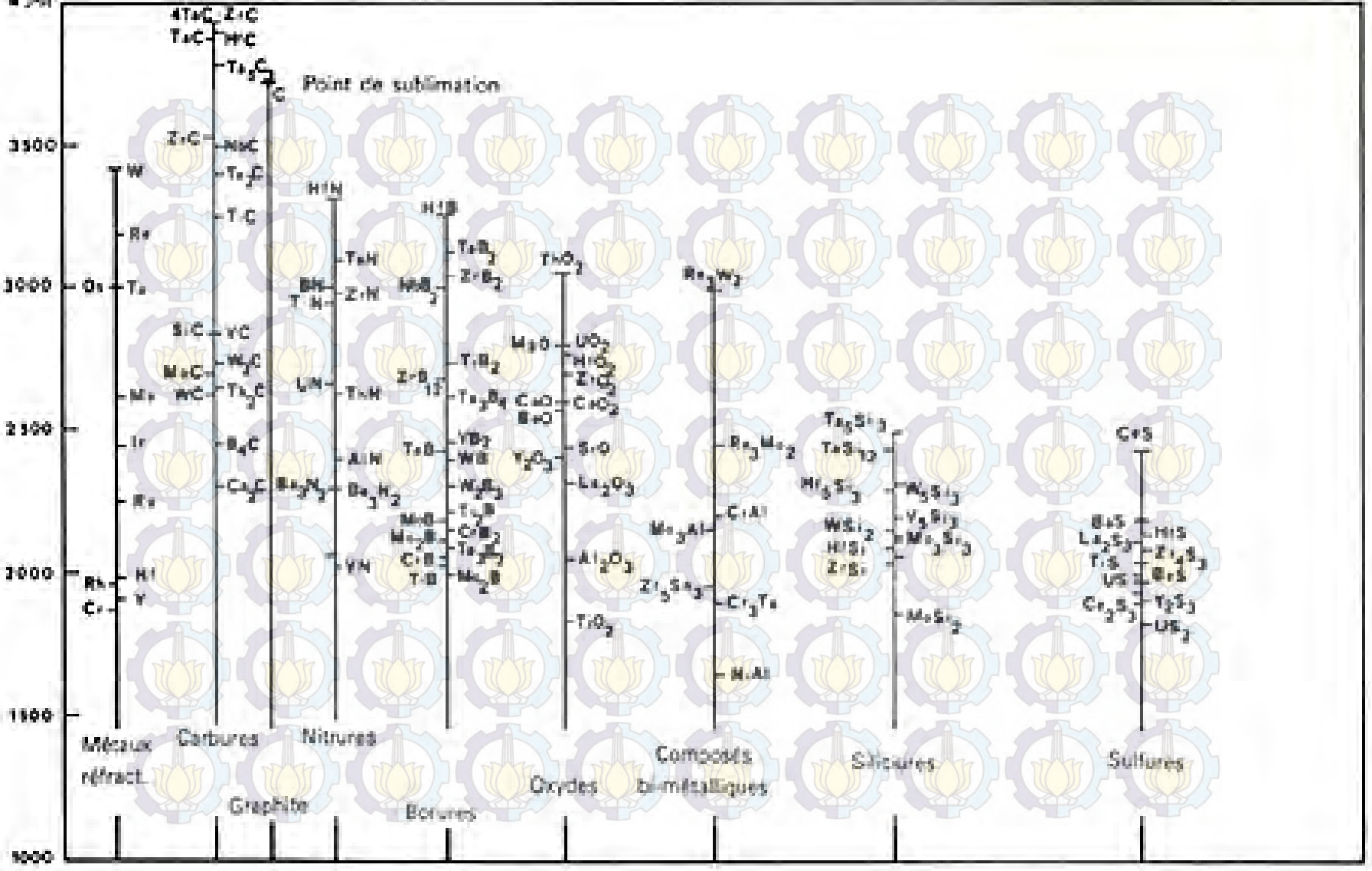
## TUJUAN

Untuk mengetahui proses pelapisan titanium karbida pada permukaan grafit melalui metode PIRAC.

## KAJIAN PUSTAKA

- Bahan tahan panas (refraktori) merupakan material yang memiliki titik lebur tinggi, sekitar  $>1800^{\circ}\text{C}$  dan memiliki stabilitas kimia yang tinggi (Pierson, 1996).





## KAJIAN PUSTAKA

- Difusi dalam material dinyatakan dalam Hukum I Fick:

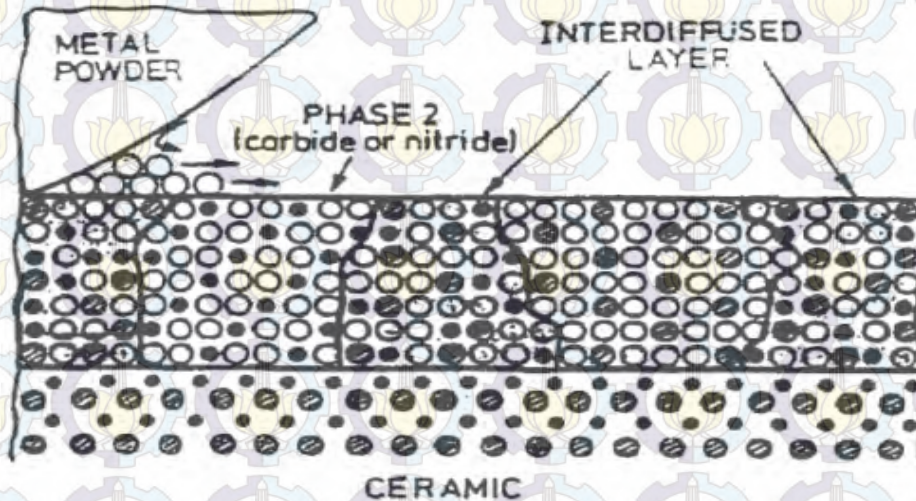
$$\hat{J}_i = -\hat{D}_i \frac{\partial C_i}{\partial x}$$

- Salah satu metode yang menggunakan prinsip difusional adalah metode PIRAC (*Powder Immersion Reaction Assisted Coating*).



Skema PIRAC; sampel keramik dibenamkan ke dalam serbuk metal (Gutmanas *et al*, 1992)

## KAJIAN PUSTAKA



Skema pertumbuhan Lapisan PIRAC; keramik yang digunakan  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , SiC dan grafit dan serbuk metal : Cr, V dan Ti (Gutmanas *et al*, 1992)

## KAJIAN PUSTAKA

- Metode PIRAC oleh Yin *et al* 2005,
  - Substrat grafit dibenamkan ke dalam campuran titanium dan yodium dalam wadah tertutup *stainless steel high-chromium*.
  - Pada proses ini, tekanan yang digunakan sangat rendah tidak melebihi  $10^{-5}$  Pa dan dilakukan pada temperatur 800–1000°C dalam furnace.
  - Pertumbuhan lapisan PIRAC ditentukan oleh difusi karbon.
  - Pertumbuhan lapisan dapat dinyatakan:

$$x = (Bt)^{1/2}$$

Dengan:  $x$  = ketebalan lapisan;  $t$  = lama waktu tahan dan  $B$  = konstanta laju difusi.

## METODOLOGI

- **Bahan yang digunakan:**

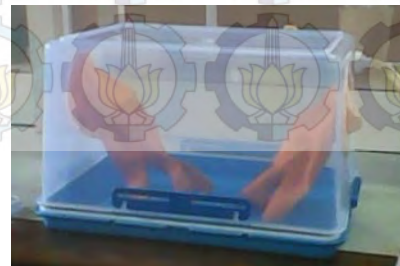
- \*Grafit,
- \*Serbuk titanium,
- \*Yodium,
- \*ZO-paint.

- **Peralatan yang digunakan:**

- \**crucible*,
- \*reaktor yang terbuat dari *Stainless steel high chrome S45C*,
- \*'*gloves box*' yaitu tempat untuk menyiapkan sampel berupa kotak plastik
- \*Pompa vakum,
- \**tube-furnace* dengan atmosfer argon 99,999% dan nitrogen 99,95%.



Sampel Grafrit dan Reaktor.



Gloves box

## METODOLOGI

- Tahapan Eksperimental Awal.

Pembentukan balok grafit dengan dimensi 1x1x0,5cm

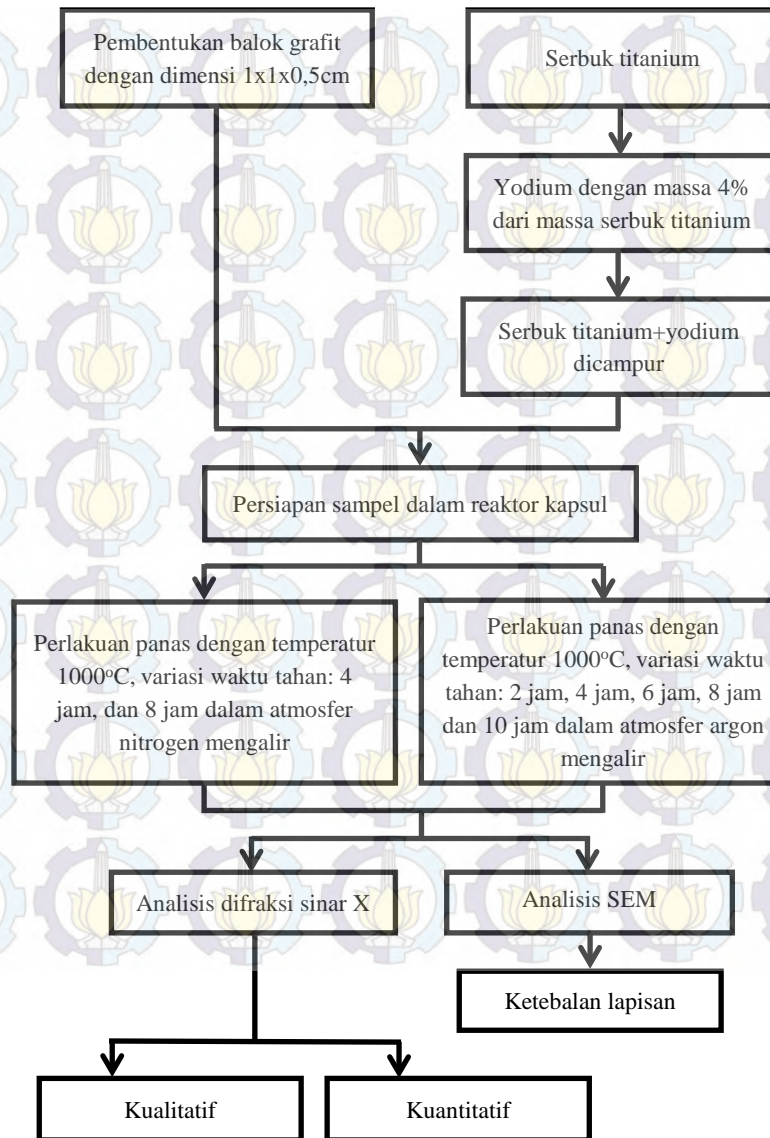
Serbuk titanium

Grafit dibenamkan dalam serbuk titanium diletakkan di *crucible*

Perlakuan panas dengan temperatur 1000°C selama 24 jam dalam atmosfer argon

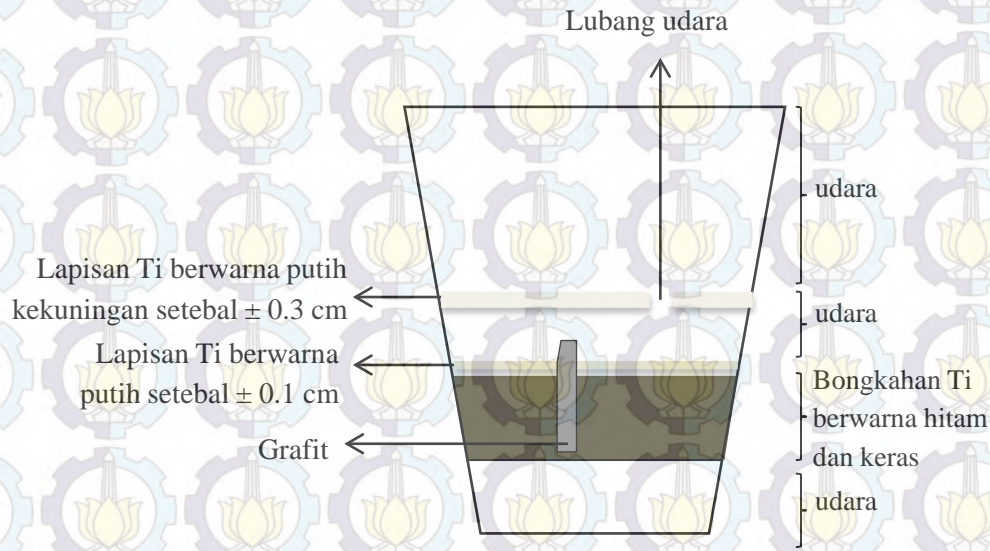
# METODOLOGI

- Tahapan Eksperimental Lanjutan



## ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

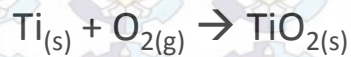
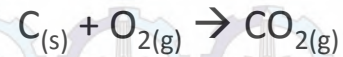
- Hasil eksperimental awal; Tanpa penambahan Yodium



Sketsa Susunan Sampel dalam *Crucible* Setelah Perlakuan Panas.

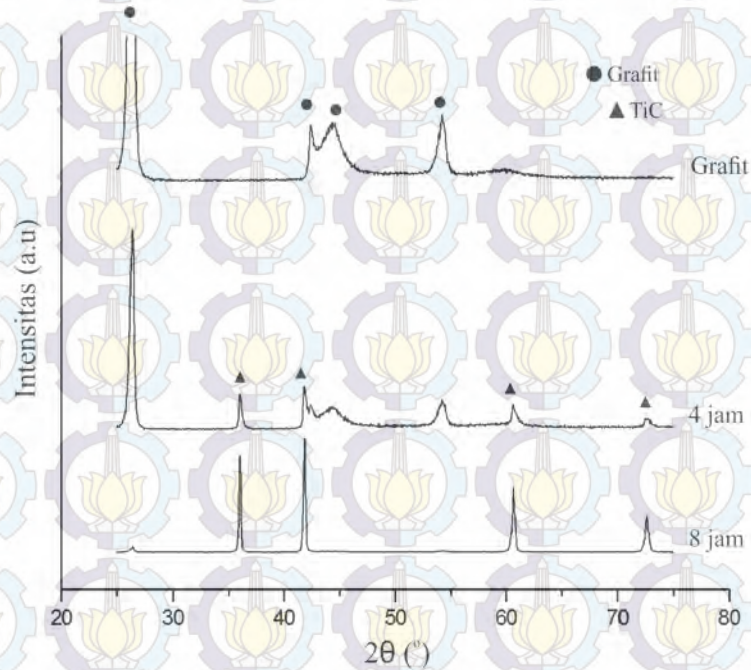
## ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

- Hasil eksperimental Awal; Tanpa penambahan Yodium
- Reaksi oksidasi yang mungkin terjadi adalah



## ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

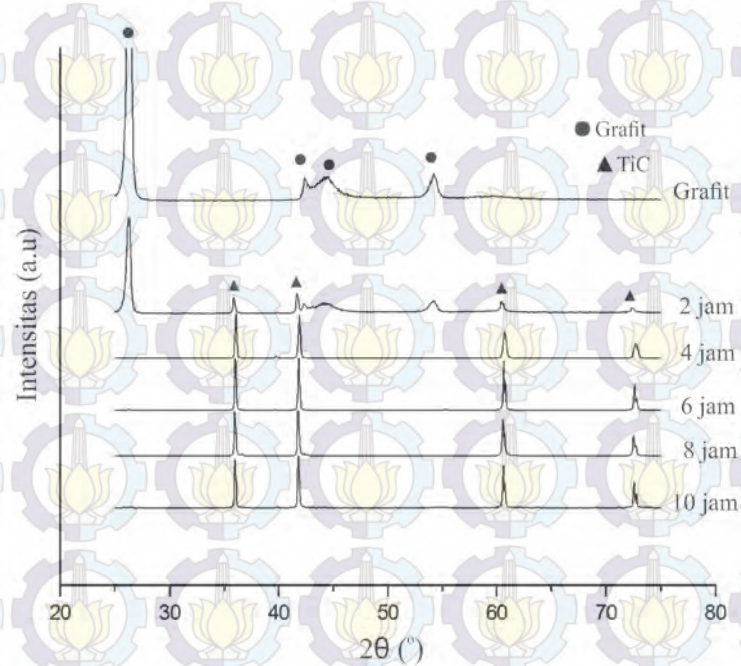
- Hasil eksperimental lanjutan; dalam atmosfer nitrogen



Hasil Identifikasi Fase untuk Grafit dan Sampel dalam Atmosfer Nitrogen.

## ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

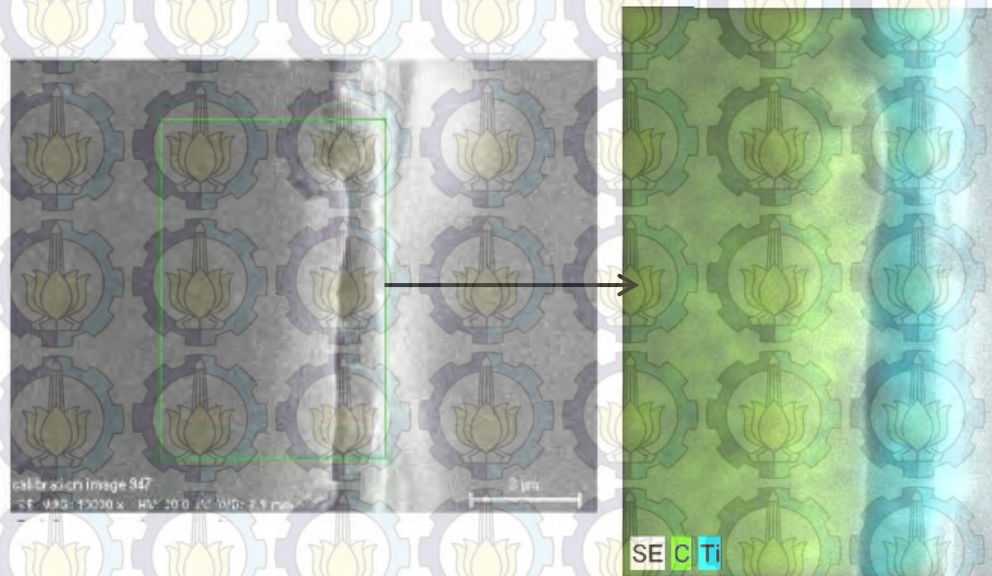
- Hasil eksperimental lanjutan; dalam atmosfer argon



Hasil Identifikasi Fase untuk Grafit dan Sampel dalam Atmosfer Argon.

## ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

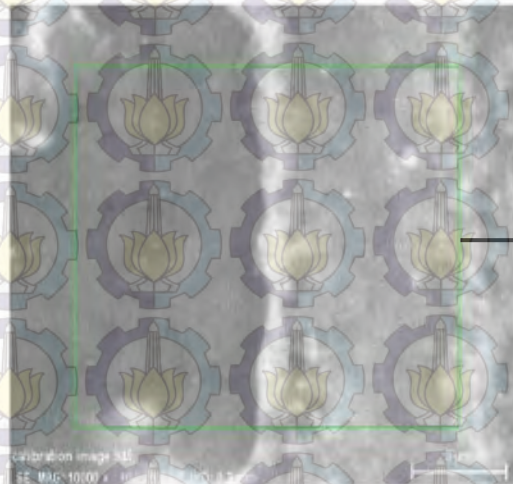
- Hasil eksperimen lanjutan
  - Terbentuknya lapisan TiC ini juga dapat diketahui dari hasil SEM – EDX yang menunjukkan adanya *mapping* elemen dari sampel.



Hasil SEM-EDX Sampel dengan Waktu Tahan Selama 4 Jam dalam Atmosfer Nitrogen.

## ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

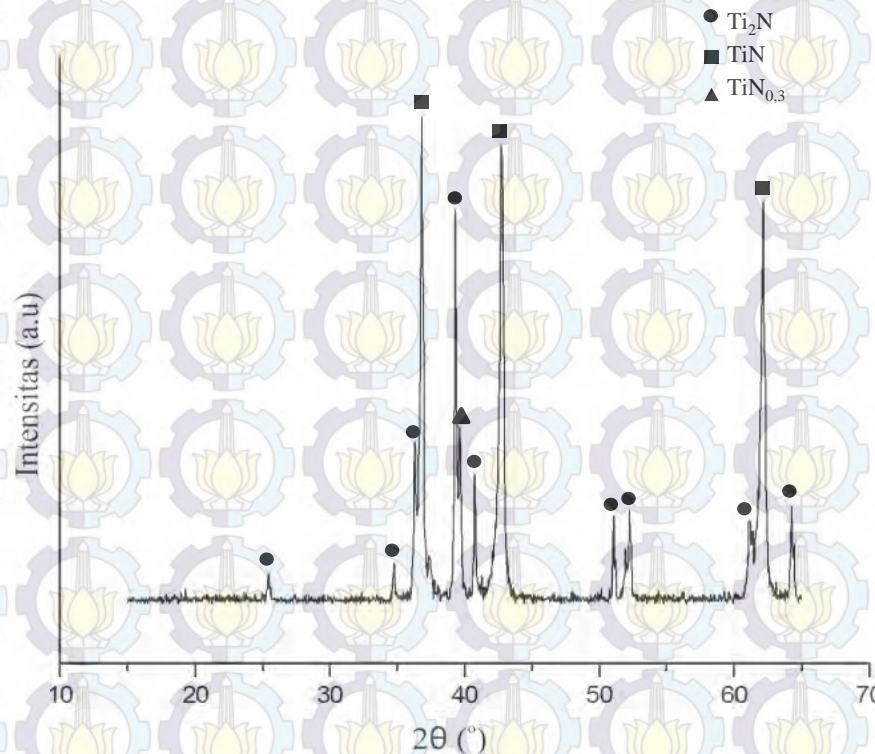
- Hasil eksperimental lanjutan



Hasil SEM-EDX Sampel dengan Waktu Tahan Selama 4 Jam dalam Atmosfer Argon.

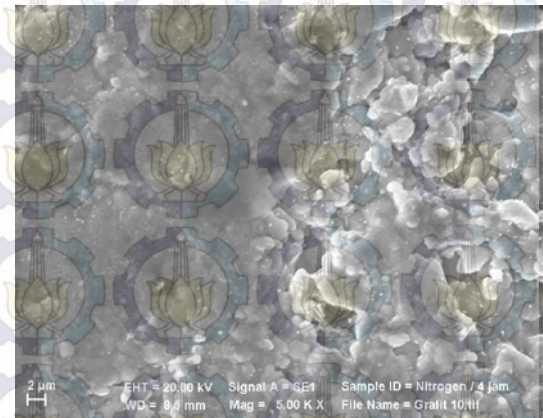
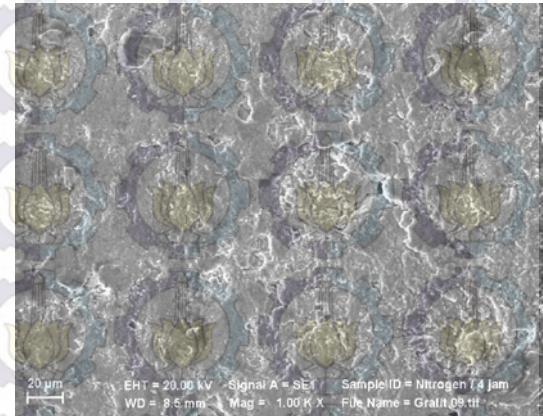
## ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

- Hasil eksperimental lanjutan



Hasil Identifikasi Fase Serbuk Titanium dalam Atmosfer Nitrogen selama 4 Jam. Teridentifikasi adanya titanium nitrida.

## ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN



Pengamatan Morfologi Permukaan Sampel yang Diproses dengan Atmosfer Nitrogen Selama 4 Jam.

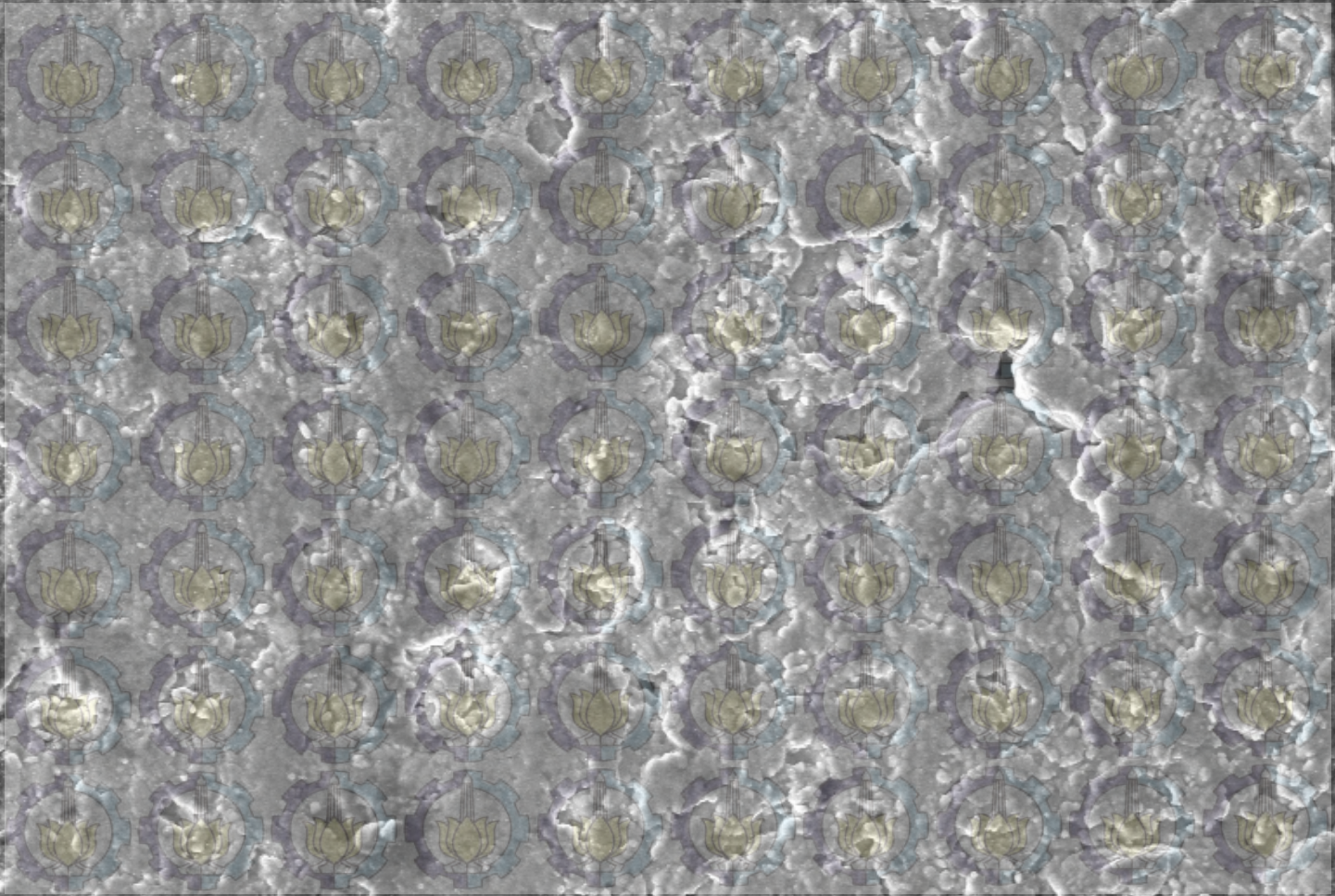
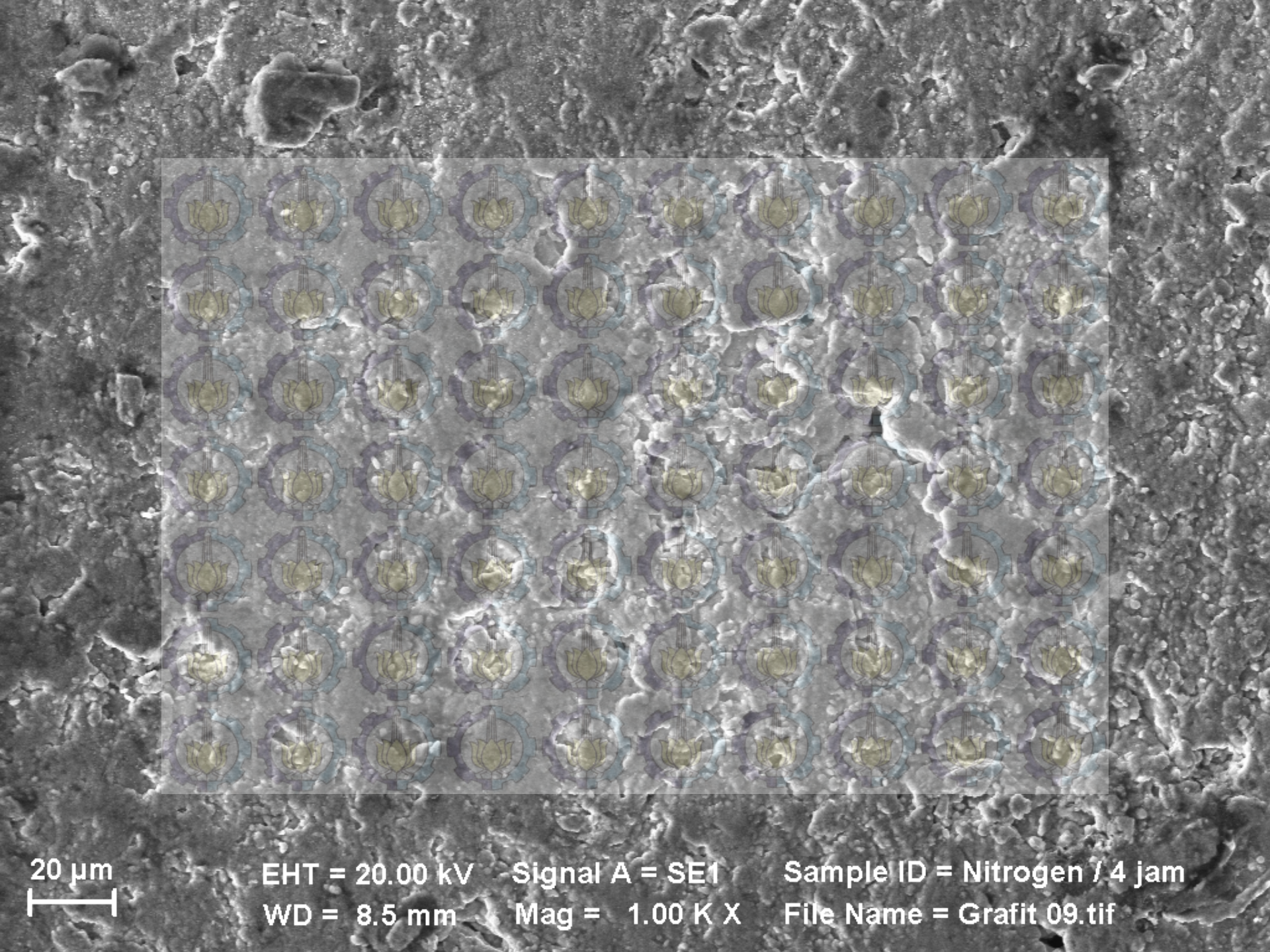


100  $\mu\text{m}$   
└───┘

EHT = 20.00 kV  
WD = 8.5 mm

Signal A = SE1  
Mag = 200 X

Sample ID = Nitrogen / 4 jam  
File Name = Grafit 07.tif

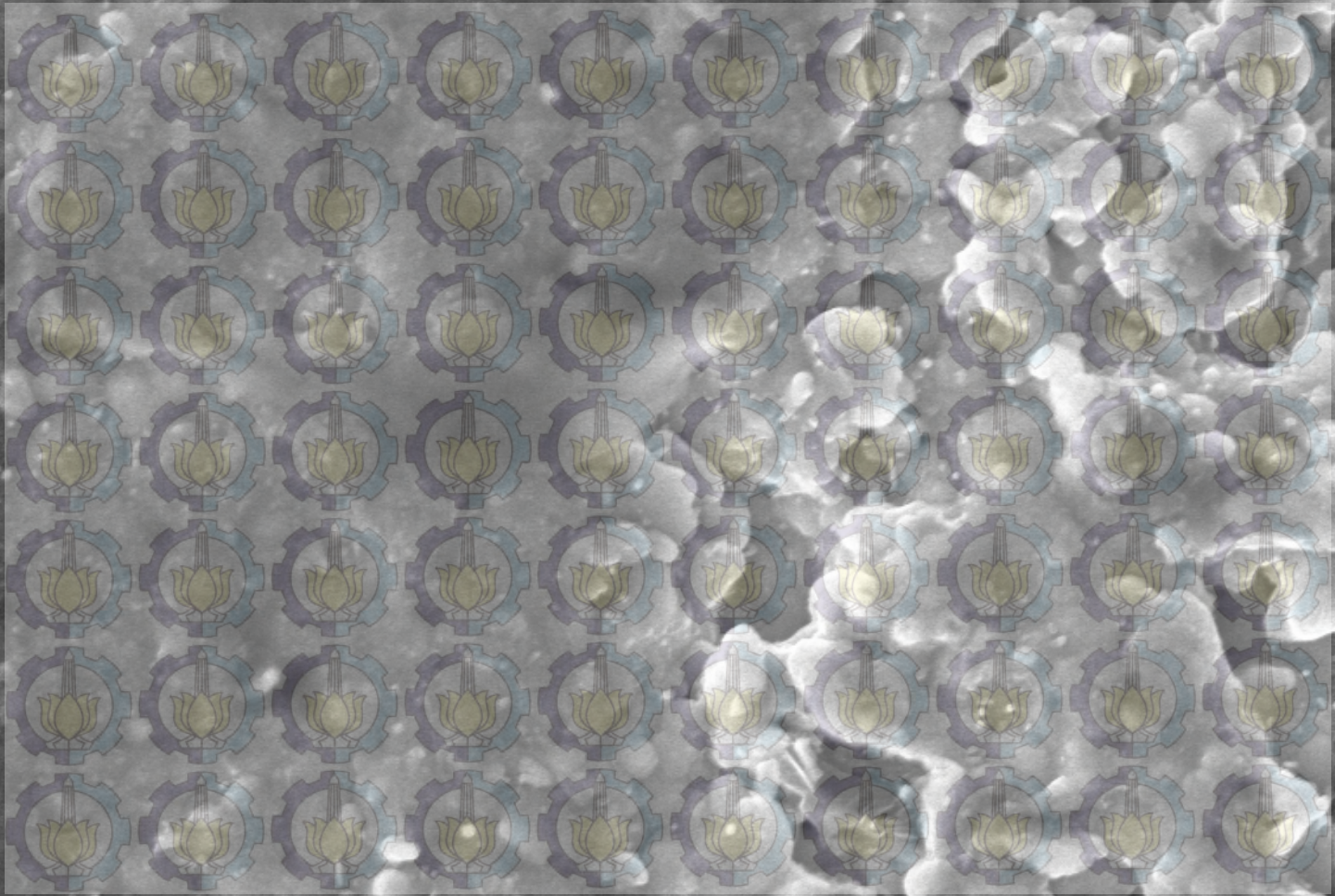
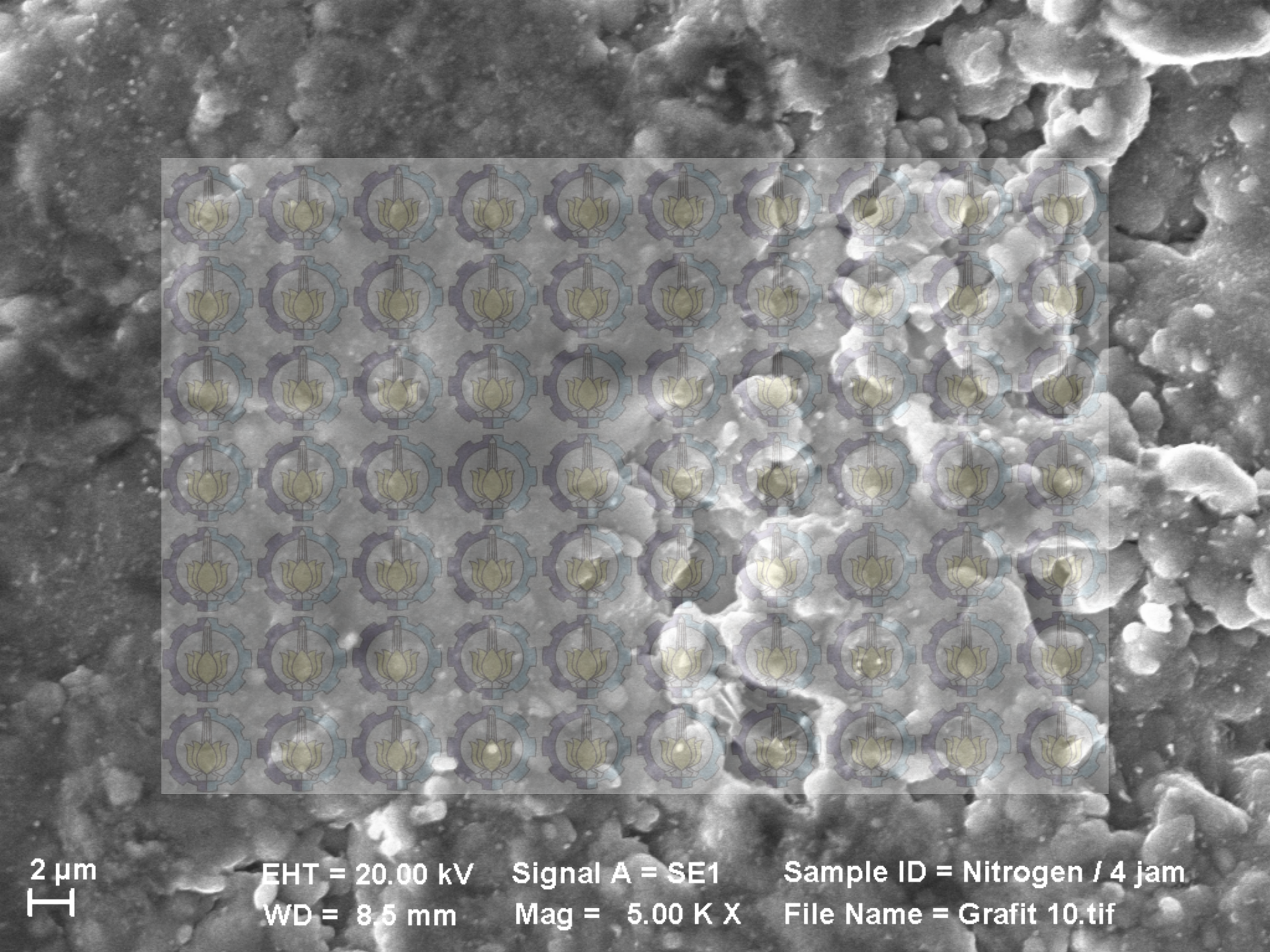


20  $\mu$ m

EHT = 20.00 kV  
WD = 8.5 mm

Signal A = SE1  
Mag = 1.00 K X

Sample ID = Nitrogen / 4 jam  
File Name = Grafit 09.tif



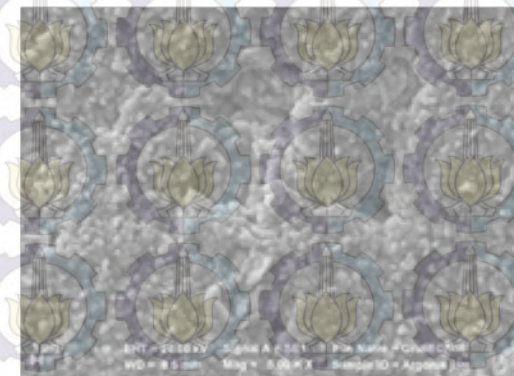
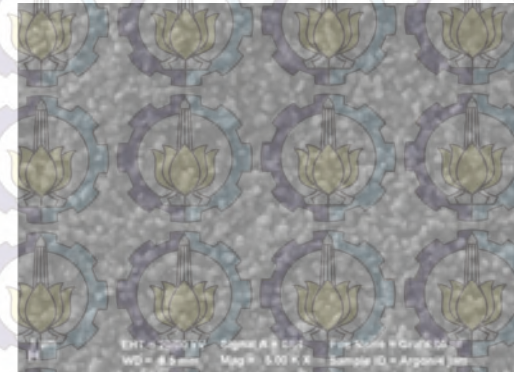
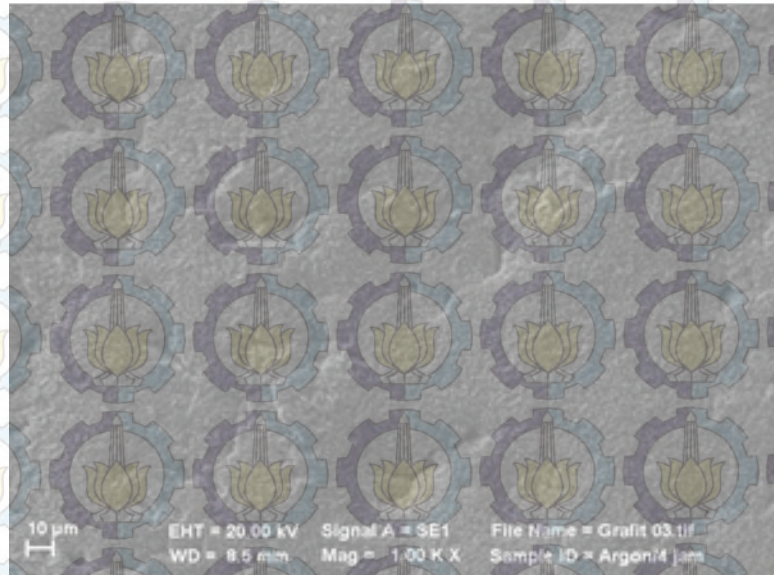
2  $\mu$ m  
┆

EHT = 20.00 kV  
WD = 8.5 mm

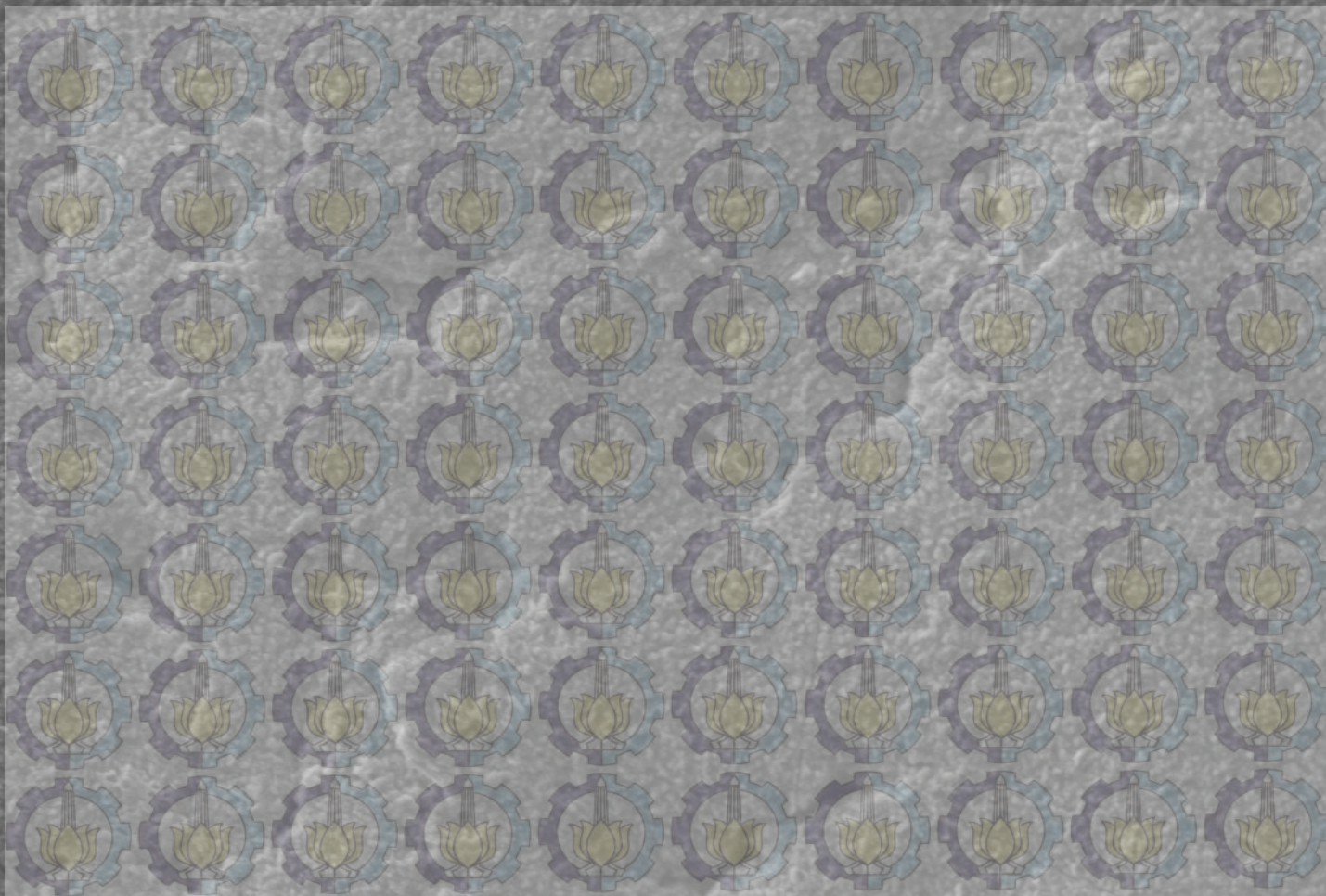
Signal A = SE1  
Mag = 5.00 K X

Sample ID = Nitrogen / 4 jam  
File Name = Grafit 10.tif

## ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN



Pengamatan Morfologi Permukaan Sampel yang Diproses dengan Atmosfer Argon Selama 4 Jam.

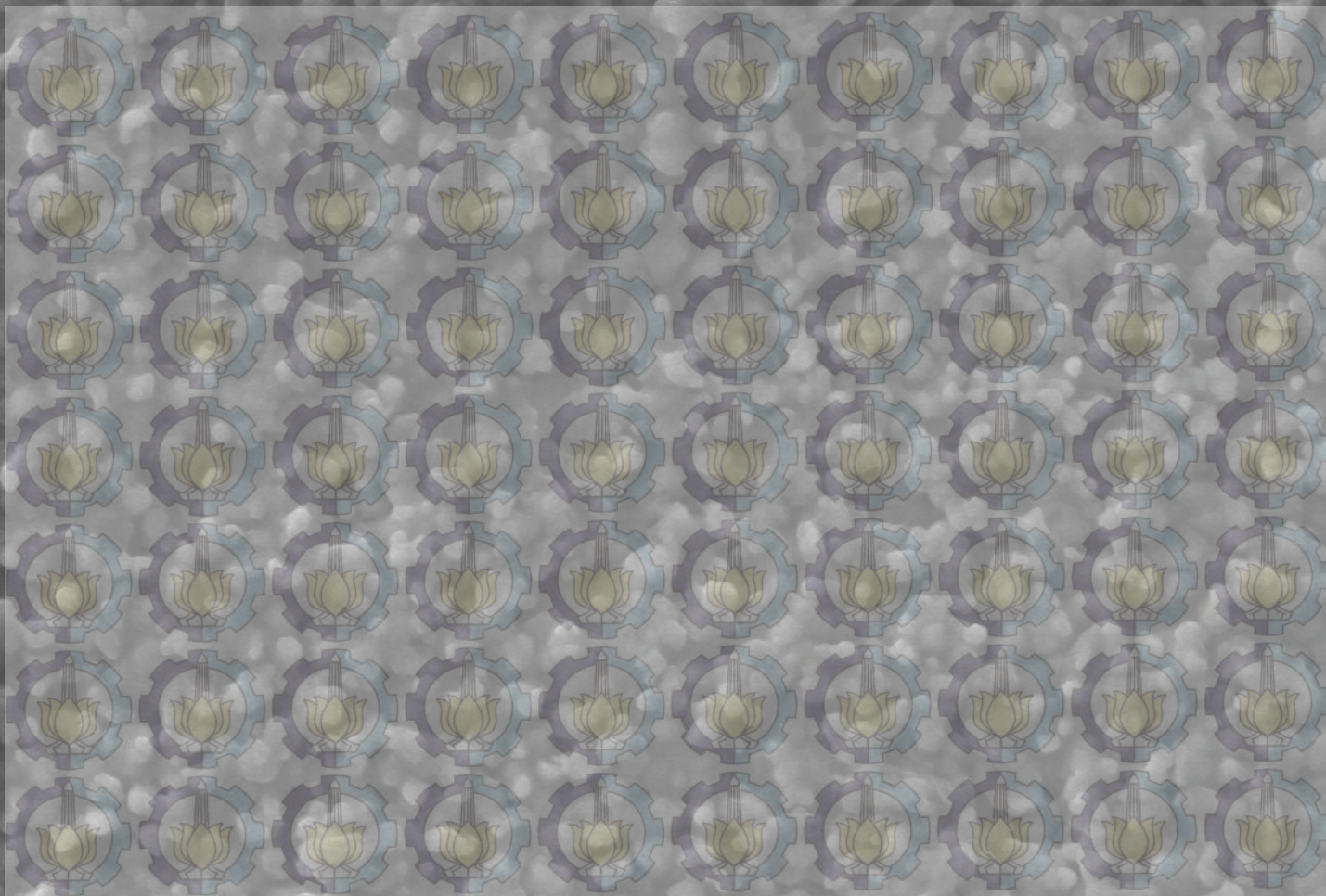


10  $\mu$ m  
┆

EHT = 20.00 kV  
WD = 8.5 mm

Signal A = SE1  
Mag = 1.00 K X

File Name = Grafit 03.tif  
Sample ID = Argon/4 jam

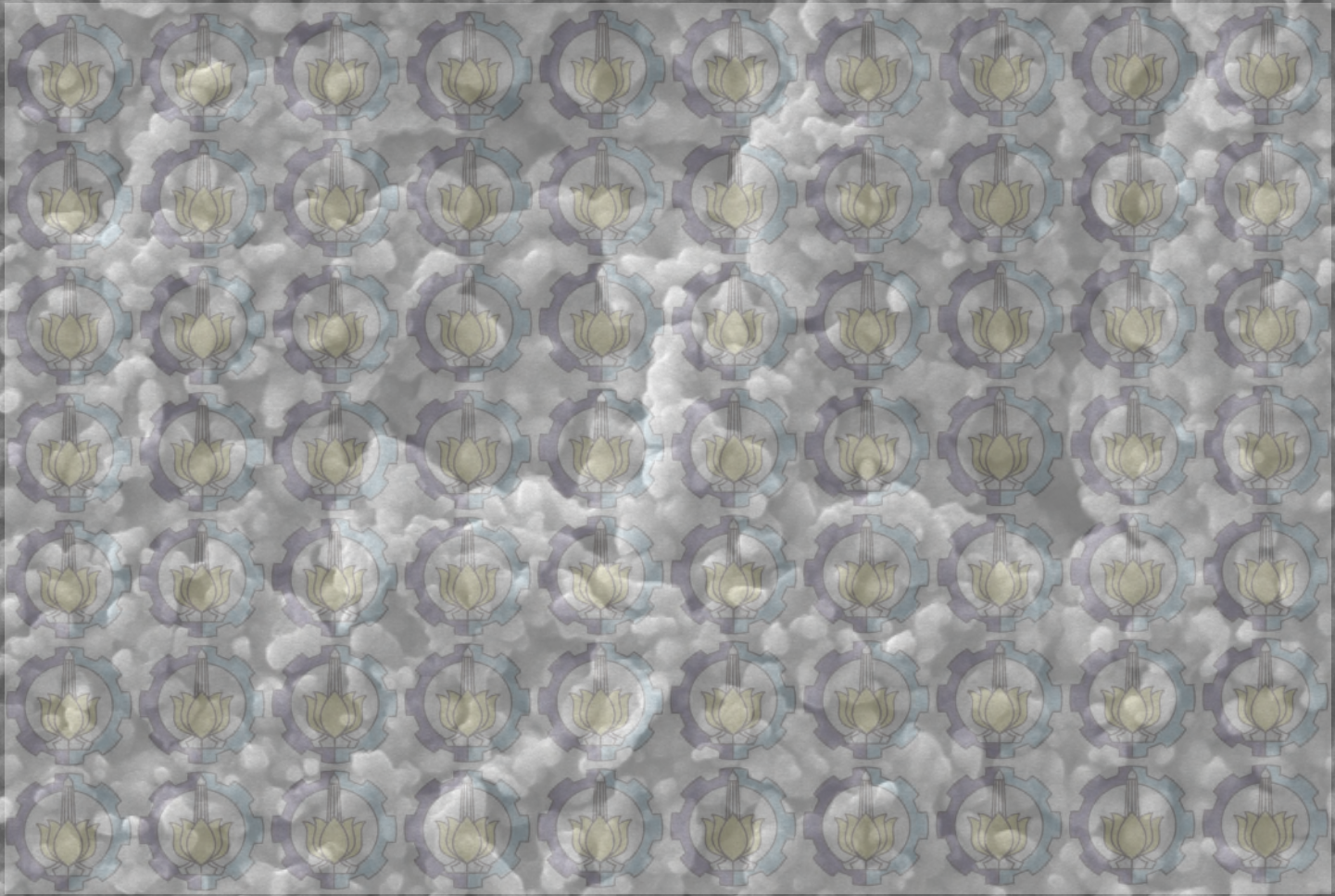
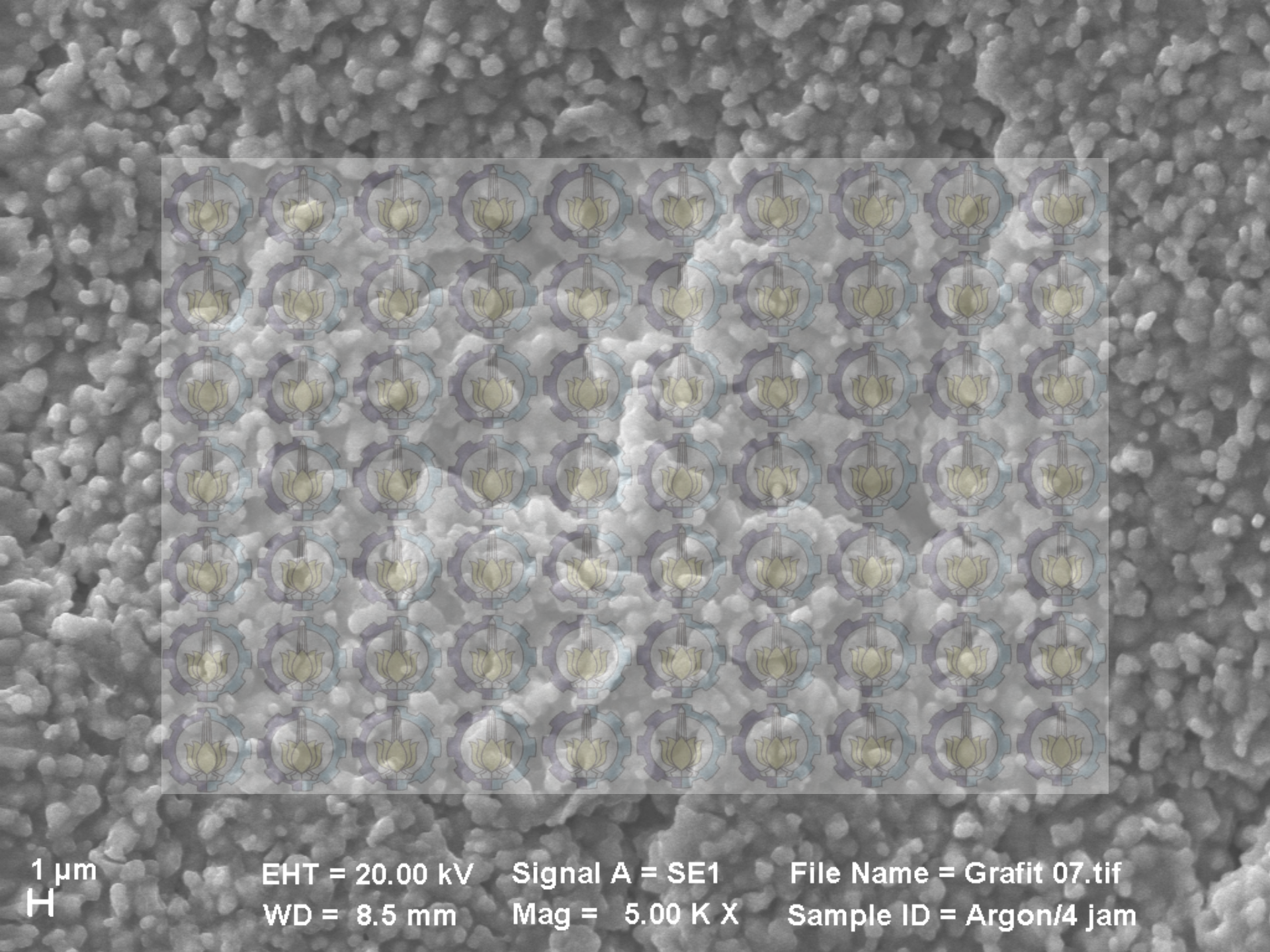


1  $\mu\text{m}$   
H

EHT = 20.00 kV  
WD = 8.5 mm

Signal A = SE1  
Mag = 5.00 K X

File Name = Grafit 05.tif  
Sample ID = Argon/4 jam



1  $\mu$ m  
H

EHT = 20.00 kV  
WD = 8.5 mm

Signal A = SE1  
Mag = 5.00 K X

File Name = Grafit 07.tif  
Sample ID = Argon/4 jam

## ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

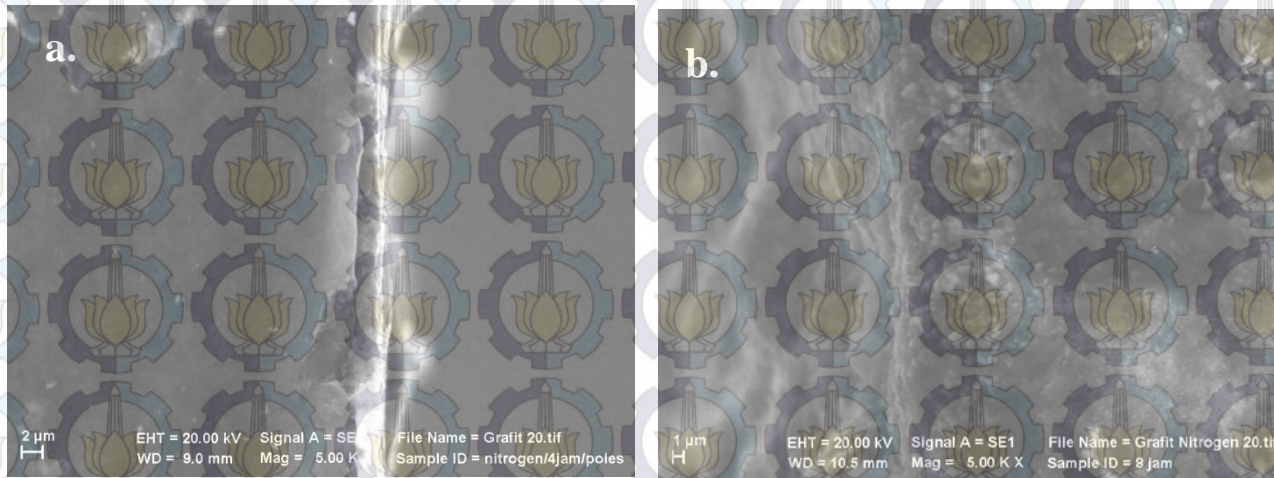
- Hasil eksperimen lanjutan
  - Analisis hasil XRD dengan metode *refinement* (pencocokan) Rietveld

Waktu tahan (jam)	Parameter kisi (Å) (Nitrogen)	Parameter kisi (Å) (Argon)
2 jam	-	$4,3208 \pm 0,0014$
4 jam	$4,3162 \pm 0,0005$	$4,3187 \pm 0,0004$
6 jam	-	$4,3030 \pm 0,0005$
8 jam	$4,3176 \pm 0,0005$	$4,3270 \pm 0,0003$
10 jam	-	$4,3155 \pm 0,0001$

Berdasarkan hasil *refinement* tersebut diperoleh besar parameter kisi yang tidak sistematis untuk variasi waktu tahan maupun atmosfer yang digunakan.

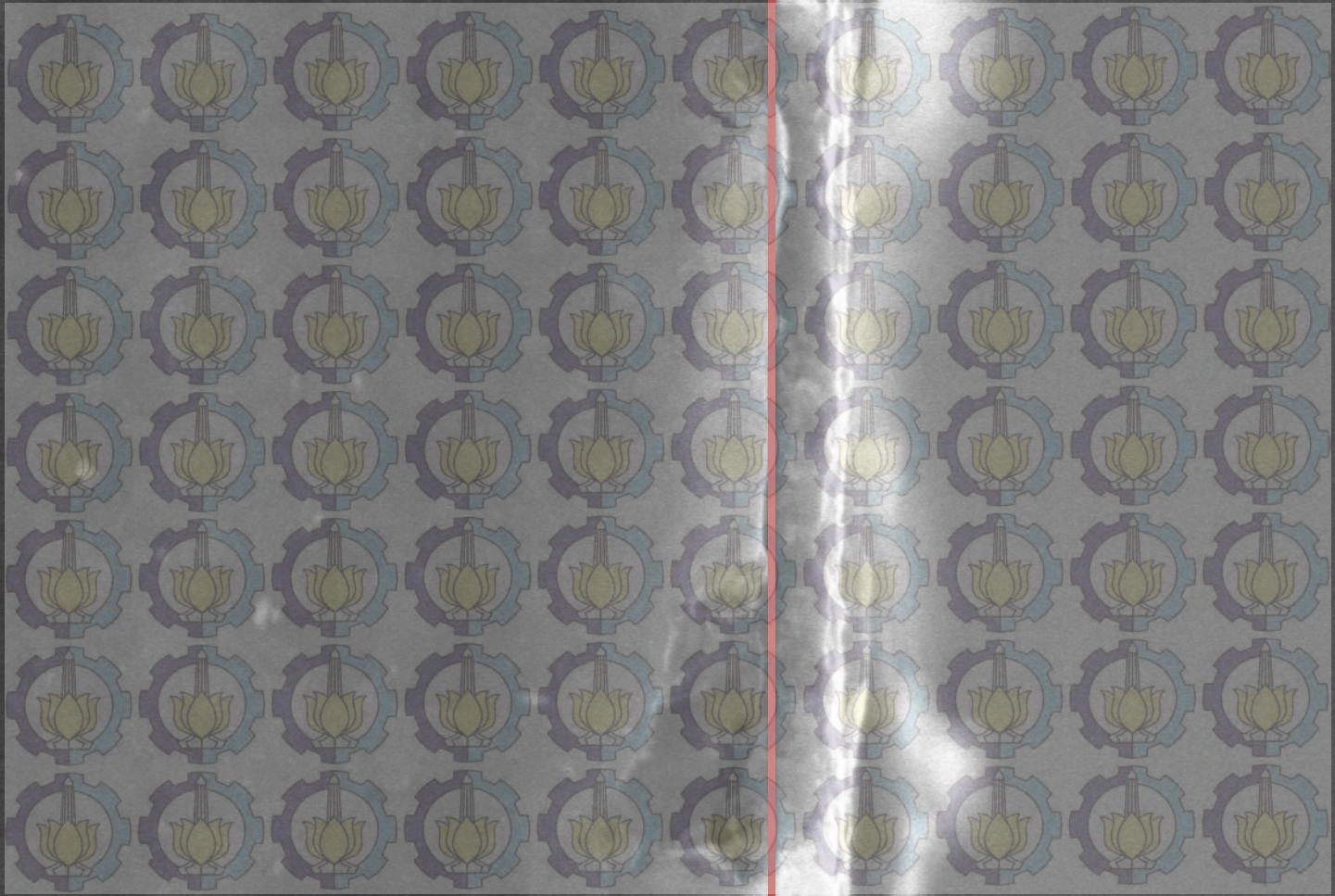
## ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

- Hasil eksperimen lanjutan; Analisis Ketebalan



Hasil Karakterisasi SEM untuk sampel yang Diproses dalam Atmosfer Nitrogen dengan Waktu Tahan Selama: (a) 4 Jam; (b) 8 Jam

Grafit Lapisan TiC

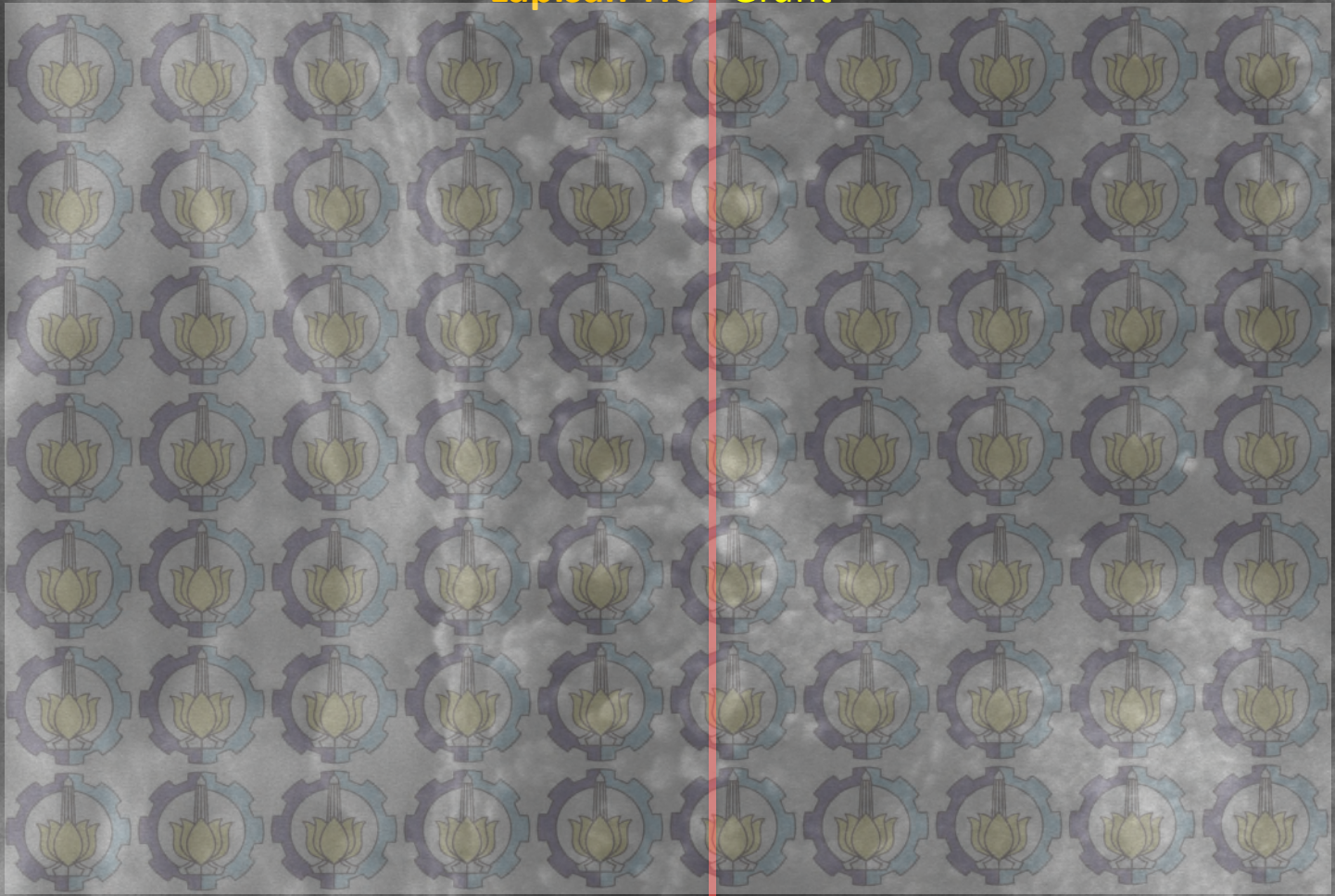


2  $\mu$ m  
┆

EHT = 20.00 kV    Signal A = SE  
WD = 9.0 mm      Mag = 5.00 K

File Name = Grafit 20.tif  
Sample ID = nitrogen/4jam/poles

Lapisan TiC    Grafit



1  $\mu$ m  
H

EHT = 20.00 kV

Signal A = SE1

File Name = Grafit Nitrogen 20.tif

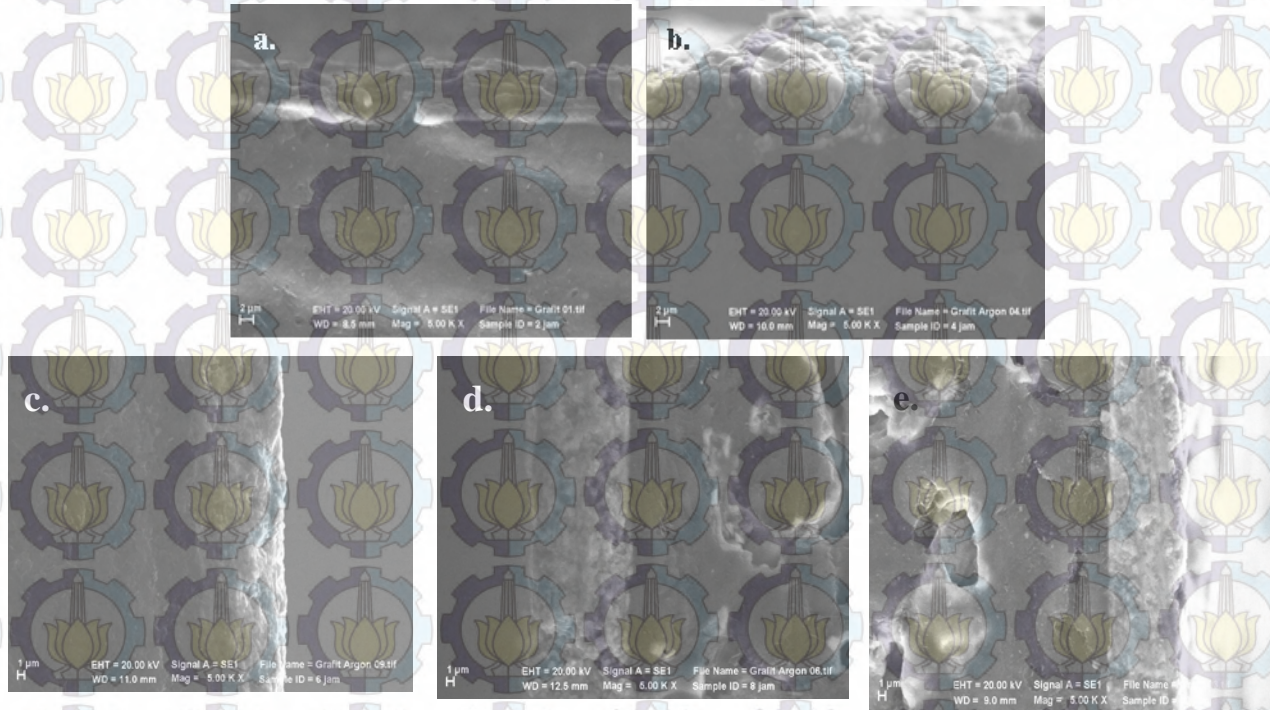
WD = 10.5 mm

Mag = 5.00 K X

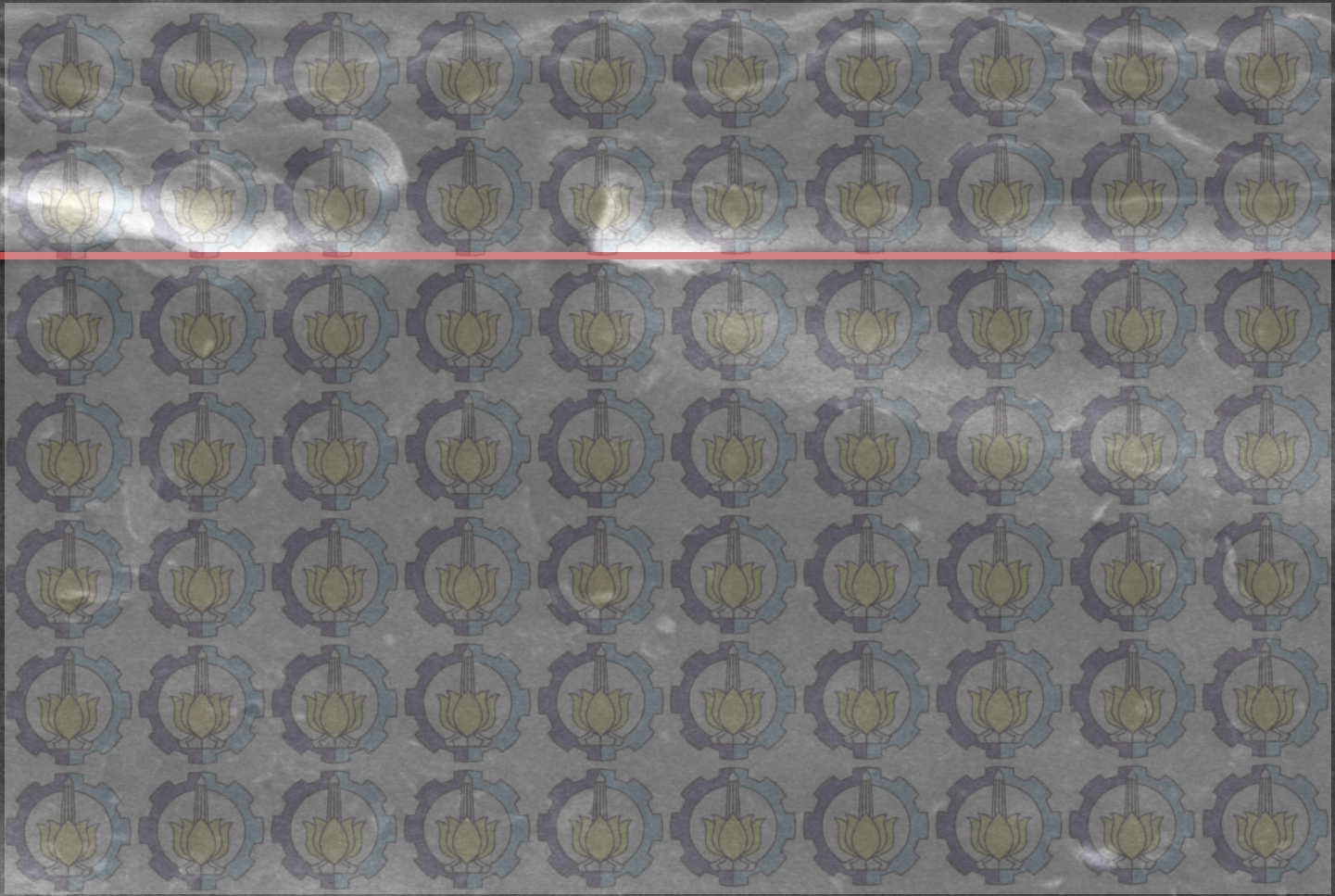
Sample ID = 8 jam

## ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

- Hasil eksperimental lanjutan; analisis ketebalan



Hasil Karakterisasi SEM untuk sampel yang Diproses dalam Atmofer Argon dengan Waktu Tahan Selama: (a) 2 Jam; (b) 4 Jam; (c) 6 Jam; (d) 8 Jam dan 10 Jam.



Lapisan TiC

Grafit

2  $\mu$ m  
┆

EHT = 20.00 kV

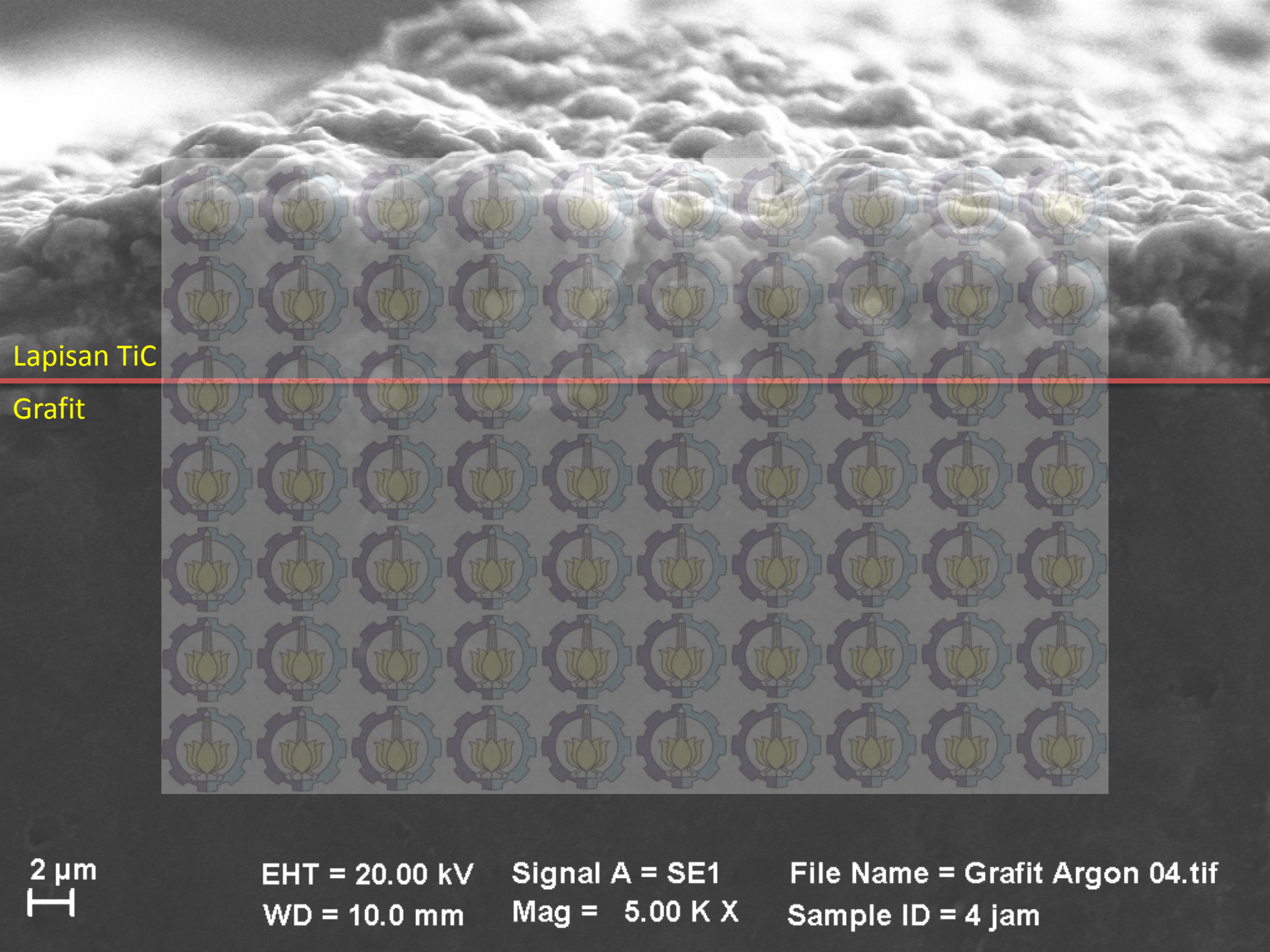
WD = 8.5 mm

Signal A = SE1

Mag = 5.00 K X

File Name = Grafit 01.tif

Sample ID = 2 jam



Lapisan TiC

Grafit

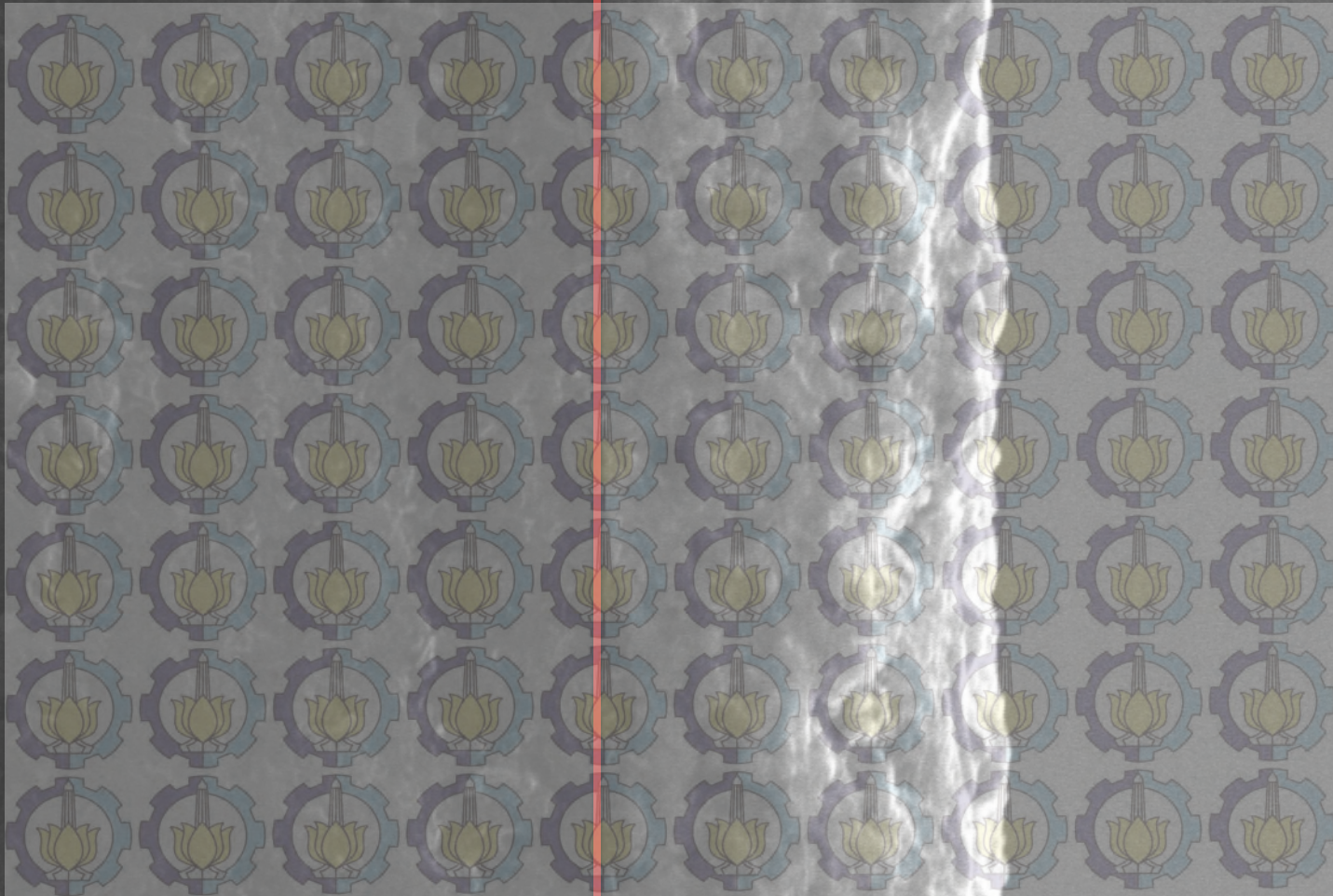
2  $\mu$ m  
┆

EHT = 20.00 kV  
WD = 10.0 mm

Signal A = SE1  
Mag = 5.00 K X

File Name = Grafit Argon 04.tif  
Sample ID = 4 jam

Grafit Lapisan TiC



1  $\mu$ m  
H

EHT = 20.00 kV

Signal A = SE1

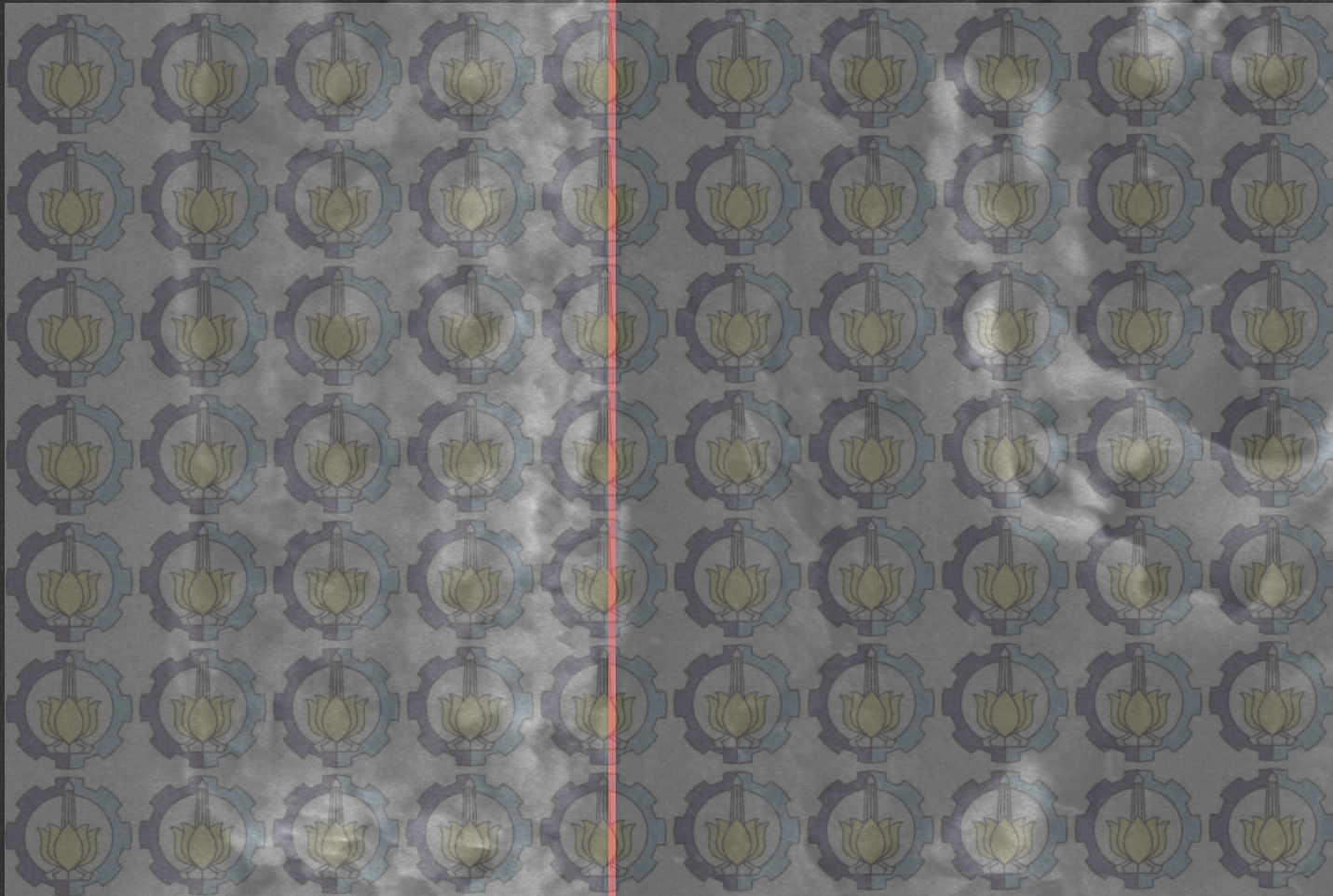
File Name = Grafit Argon 09.tif

WD = 11.0 mm

Mag = 5.00 K X

Sample ID = 6 jam

Lapisan TiC    Grafit



1  $\mu$ m  
H

EHT = 20.00 kV

Signal A = SE1

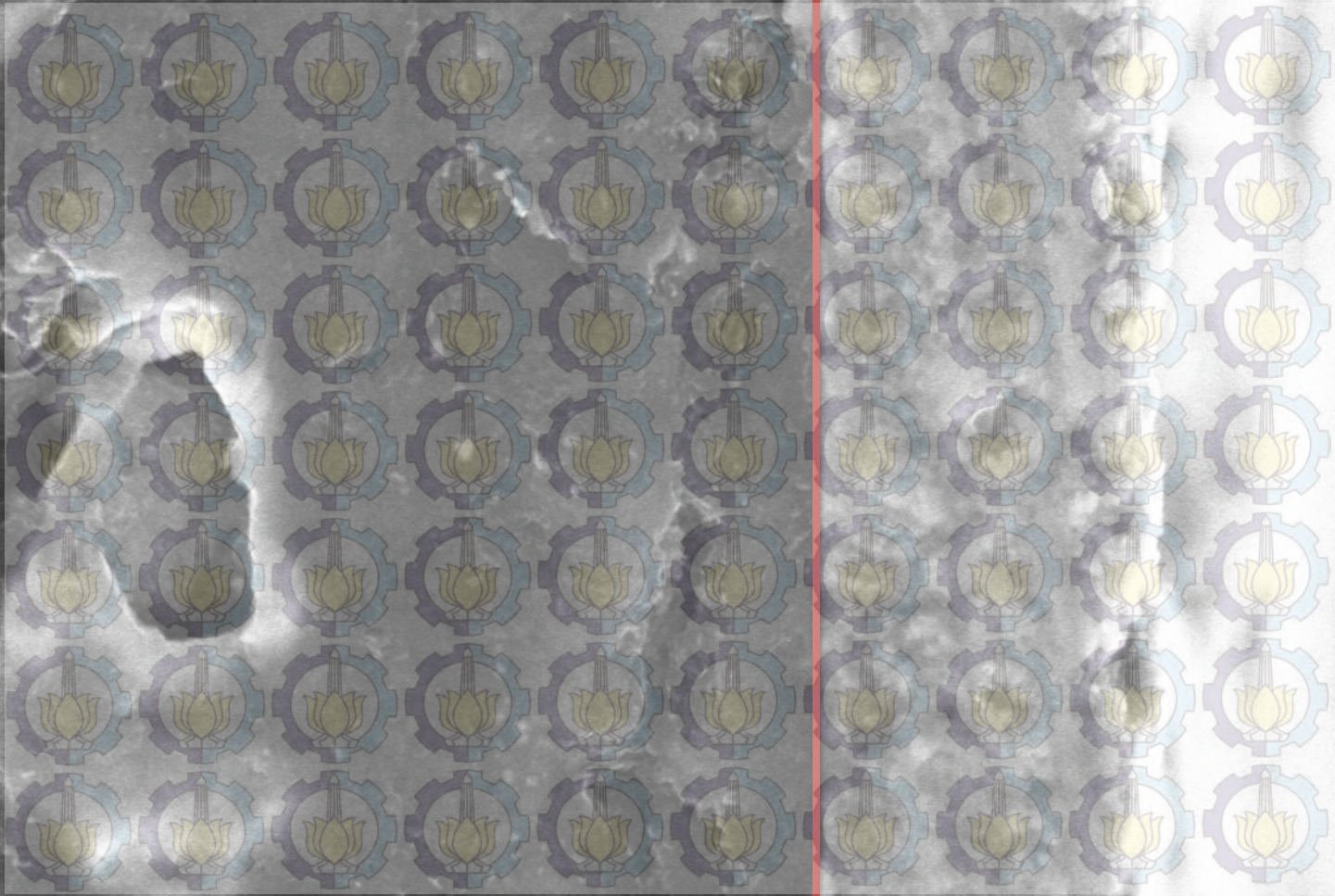
File Name = Grafit Argon 06.tif

WD = 12.5 mm

Mag = 5.00 K X

Sample ID = 8 jam

Grafit Lapisan TiC



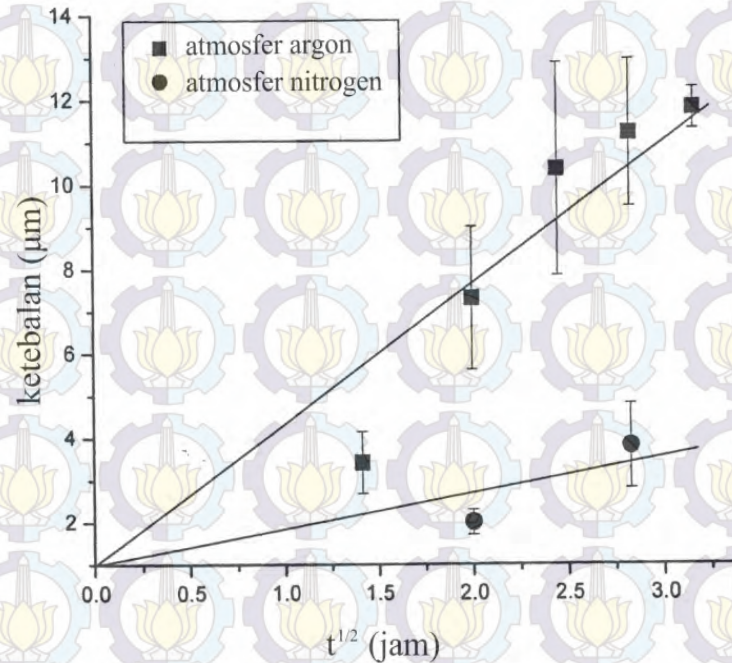
1  $\mu$ m  
H

EHT = 20.00 kV    Signal A = SE1  
WD = 9.0 mm    Mag = 5.00 K X

File Name = Grafit\_03.tif  
Sample ID = 1000000

## ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

- Hasil eksperimen lanjutan; analisis ketebalan



Grafik Hubungan Waktu Tahan terhadap Ketebalan Lapisan Titanium Karbida.

Hubungan tersebut dapat dituliskan:  $x \approx t^{1/2}$

## KESIMPULAN

- Proses difusi dengan metode PIRAC tanpa adanya penambahan yodium dalam serbuk titanium maka tidak dapat menghasilkan lapisan titanium karbida pada permukaan substrat grafit.
- Proses difusi metode PIRAC yang dilakukan dengan penambahan yodium dalam serbuk titanium dalam atmosfer nitrogen diperoleh lapisan titanium karbida, namun masih tipis.
- Proses difusi metode PIRAC yang dilakukan dengan penambahan yodium dalam serbuk titanium dalam atmosfer argon, diperoleh pembentukan lapisan titanium karbida yang optimal untuk waktu tahan lebih dari sama dengan 4 jam.



**TERIMA KASIH :)**

