

PENGARUH KOMPOSISI DAN VARIASI JUMLAH SAPUAN KOMPOSIT YSZ- Al_2O_3 TERHADAP KETAHANAN TERMAL DAN KEKUATAN LEKAT PADA YSZ/ Al_2O_3 -YSZ DOUBLE LAYER TBC UNTUK APLIKASI NOSEL ROKET

Ratna Tri Agustina dan Widyastuti

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

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111

E-mail: wiwid@mat-eng.its.ac.id

Abstrak—TBC (*Thermal Barrier Coating*) dengan YSZ/ Al_2O_3 -YSZ *top coat* (TC) dan MCrAlY sebagai *bond coat* (BC) yang selanjutnya disebut sebagai YSZ/ Al_2O_3 -YSZ *double layer* TBC dibuat dengan menggunakan metode *flame spray*. Hasil pelapisan sebelum dan sesudah diuji termal dikarakterisasi menggunakan SEM, EDX dan XRD. Dari hasil penelitian didapatkan bahwa semakin banyak jumlah sapuan membuat kompleksitas mikrostruktur semakin tinggi dan menyebabkan kekuatan lekat dan ketahanan termal semakin rendah. Lapisan komposit YSZ- Al_2O_3 juga sangat berpengaruh pada pertumbuhan TGO (*Thermally Grown Oxide*) setelah dilakukan uji termal. Komposisi optimum dengan pertumbuhan TGO yang paling rendah adalah pada YSZ- Al_2O_3 30%. Hasil pengujian TGA menunjukkan semua sampel yang *dcoating* mulai teroksidasi pada temperatur 900 °C, tetapi dengan analisa 1st Derivative didapatkan sampel paling stabil adalah YSZ- Al_2O_3 30% - 1x. Dari pengujian Thermal Torch sampel YSZ- Al_2O_3 30% - 1x memiliki ketahanan terhadap pengerusakan yang baik. Kekuatan lekat paling tinggi juga terdapat pada komposisi YSZ- Al_2O_3 30% - 1x dengan nilai rata-rata 15.35 Mpa.

Kata kunci: TBC, Nosel Roket, YSZ- Al_2O_3 , Sapuan, TGO, Kekuatan Lekat

I. PENDAHULUAN

Nosel roket (*nozzle*) adalah bagian yang berfungsi sebagai pengatur keluaran fluida keluar roket dan berperan penting dalam mengatur gaya dorong roket (*thrust*) [1]. Temperatur kerja nosel 800 – 1200 °C (yang bergantung pada jenis propelan yang digunakan). Sebagai material yang dapat digunakan dalam aplikasi nosel roket ini adalah *superalloy* yang dilapisi dengan material keramik (*Thermal Barrier Coating* - TBC). TBC banyak berfungsi untuk mengurangi transfer panas pada material. Namun TBC ini memiliki kekurangan yaitu dekohesi dari *bond coat* yang disebabkan oleh oksidasi dan pembentukan TGO (*Thermally Grown Oxide*).

Parindra (2014) melakukan penelitian dengan memvariasikan komposisi Al_2O_3 komposit YSZ- Al_2O_3 (5, 15, 30 wt%) dan *feed rate* (8, 14, 20 g/min) dengan metode *flame spray*. Hasil yang diperoleh adalah kekuatan lekat dan ketahanan termal yang paling baik terjadi pada sampel dengan komposisi komposit YSZ- Al_2O_3 15% [2]. Lazuardi (2014) dengan metode yang sama melakukan penelitian dengan

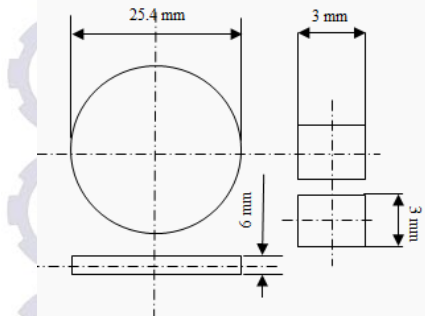
memvariasikan komposisi Al_2O_3 komposit YSZ- Al_2O_3 (5, 15, 30 wt%) dan jarak *spray* (150, 200, 250 mm). Hasil yang diperoleh adalah nilai kelekatan rata-rata paling tinggi pada sampel dengan komposisi komposit YSZ- Al_2O_3 30% dan nilai oksidasi paling rendah pada sampel dengan komposisi komposit YSZ- Al_2O_3 30% [3]. Dari kedua hasil tersebut masih belum dapat dipastikan komposisi komposit YSZ- Al_2O_3 yang optimum pada metode ini.

Oleh karena itu penelitian ini mencoba memvariasikan komposisi Al_2O_3 pada komposit YSZ- Al_2O_3 (15, 30, 45 wt%) untuk menapatkan hasil yang optimum dengan menggunakan metode *flame spray*. Saremi (2012) melakukan percobaan dengan memvariasikan komposisi berat dari alumina dengan metode APS dan menarik kesimpulan bahwa semakin tinggi komposisi berat dari alumina membuat hasil *coating* memiliki properties yang lebih baik. TGO yang terbentuk semakin tipis [4]. Selain itu penelitian ini juga memvariasikan jumlah sapuan komposit YSZ- Al_2O_3 . Pada tahun 2013 Yungi Yao melakukan percobaan dengan memvariasikan jumlah layer Al_2O_3 pada komposit YSZ- Al_2O_3 dengan metode APS dan mengambil kesimpulan bahwa semakin banyak layer ketahanan oksida dan ketahanan terhadap *spallation* semakin baik [5]. Tujuan penelitian ini untuk menganalisa komposisi Al_2O_3 dan sapuan komposit YSZ- Al_2O_3 terhadap kekuatan lekat dan ketahanan termal untuk menghasilkan sifat lapisan yang paling optimal dengan menggunakan metode *flame spray*.

II. METODE PENELITIAN

Serbuk YSZ (Metco 204NS, USA) yang digunakan memiliki ukuran partikel 71.88 μm . Serbuk Al_2O_3 yang digunakan merupakan γ - Al_2O_3 (Merck, Jerman) dengan ukuran butir rata-rata sebesar 37.7 μm . *Bondcoat* yang digunakan berupa senyawa NiCrAlY (Amdry 962 Sulzer Metco, USA) dengan kandungan Ni = bal., Cr = 21-23%, Al = 9-11%, Y = 0.8-1.2% dan ukuran butir rata-rata 87.98 μm . Substrat Hastelloy X (Haynes Int., USA) dipotong dengan ukuran d = 1 inch dan t = 6 mm untuk sampel uji tekan lekat dan *Thermal Torch*, sedangkan 3x3x3 mm untuk sampel uji TGA, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1. Preparasi dilakukan dengan mencampurkan serbuk YSZ dengan Al_2O_3 menggunakan *dry mixing* dengan variasi komposisi Al_2O_3 15%, 30% dan 45%. Proses *grit blasting* pada substrat Hastelloy X dilakukan untuk mengkasarkan permukaan substrat sebelum dilapisi. Proses pelapisan dilakukan dengan

metode *flame spray* dengan parameter *spray* seperti yang ditunjukkan pada tabel 1. Proses pelapisan diawali dengan melapiskan serbuk *bond coat* pada substrat kemudian lapisan YSZ- Al_2O_3 dan terakhir lapisan YSZ paling luar.



Gambar 1. Dimensi spesimen (a) Uji *Thermal Torch* dan *Pull Off*, (b) Uji TGA

Tabel 1. Parameter *Spray* yang digunakan

Lapisan	Komposisi wt% Al_2O_3	Sapuan	<i>Feed Rate</i> (g/min)	Jarak Spray (mm)	Tebal (μm)
YSZ	-	1	20	200	230
YSZ- Al_2O_3	15 30 45	1 2 3	20	200	-
<i>Bond coat</i>	-	1	20	200	120

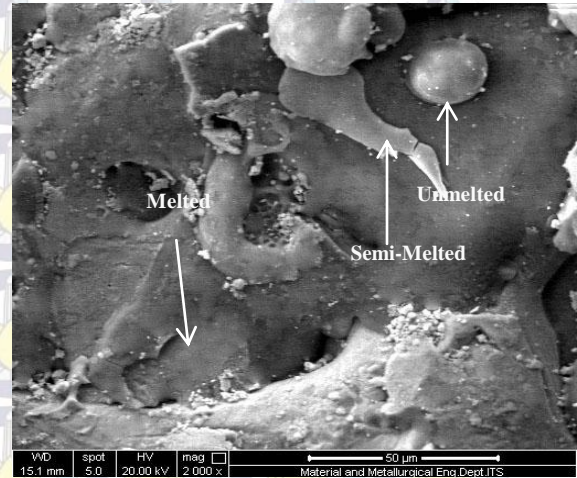
Setelah selesai dilapisi spesimen dilakukan pengujian kelekatan dilakukan dengan menggunakan alat *Portable Adhesive Tester type II* untuk mengukur kekuatan lekat antara pelapis dan substrat. Pengujian *Thermal Torch* dengan busur las *oxyacetylene* selama 25 detik dan diamati kerusakan yang terjadi pada lapisan keramik. *Non-Isothermal Oxidation* dilakukan dengan alat TGA (Thermogravimetri) pada temperatur 1000 °C (*heating rate* 10 °C/min) untuk mengetahui bagaimana kestabilan dari lapisan. Karakterisasi dilakukan sebelum dan sesudah pengujian termal TGA menggunakan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscope*) dan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui ukuran daerah TGO dan fasa-fasa yang terbentuk.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Analisa Uji *Scanning Electron Microscope* (SEM)

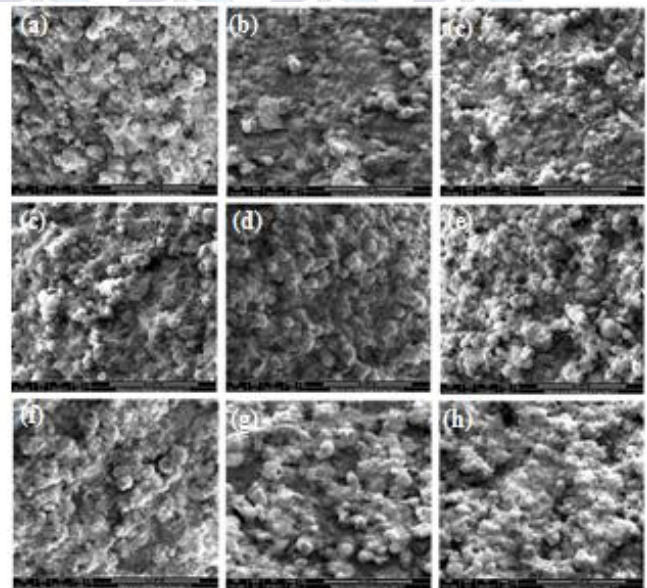
Setelah *Flame Spray*

Gambar 2 menunjukkan morfologi secara umum pada spesimen hasil proses *flame spray*. Di mana ditemui beberapa serbuk dari material *top coat* dengan beberapa kondisi antara lain meleleh (*melted*), meleleh sebagian (*semi melted*) dan tidak meleleh (*unmelted*). Seperti yang dijelaskan pada *ASM Handbook of Thermal Spray* [6] bahwa material serbuk ditembakkan dengan kecepatan sekitar 30 m/s (untuk *flame spray*) menuju permukaan substrat. Kecepatan ini dapat dikategorikan rendah, dibandingkan dengan metode lainnya sehingga ketika proses *spray* serbuk mengalami pendinginan di udara sedikit lebih lama, mengakibatkan serbuk sebagian ada yang tidak meleleh atau semi leleh ketika menyentuh permukaan substrat.



Gambar 2. Hasil pengujian SEM permukaan *coating* pada perbesaran 2000x YSZ- Al_2O_3 15% - 3x

Hasil pengujian SEM pada permukaan sampel setelah proses *flame spray* ditunjukkan pada Gambar 3. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa struktur yang dihasilkan oleh metode *flame spray* memang cenderung kurang teratur dan kasar. Hal ini karena temperatur nyala api maksimal yang dihasilkan oleh metode ini sekitar 2700 °C [6]. Sehingga menyebabkan serbuk belum sempat meleleh dengan sempurna. Pada permukaan *coating* terlihat banyak porositas terbuka.

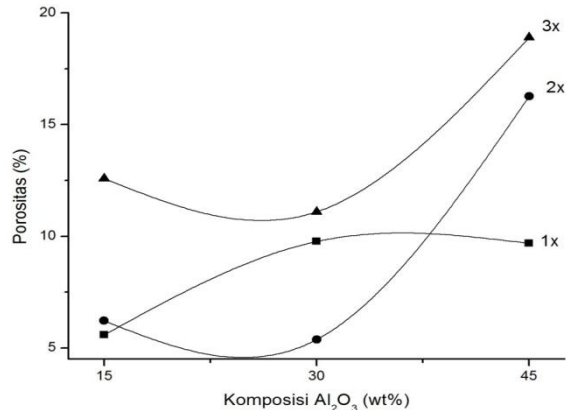


Gambar 3. Hasil pengujian SEM permukaan *coating* pada perbesaran 250x (a) YSZ- Al_2O_3 15% - 1x,

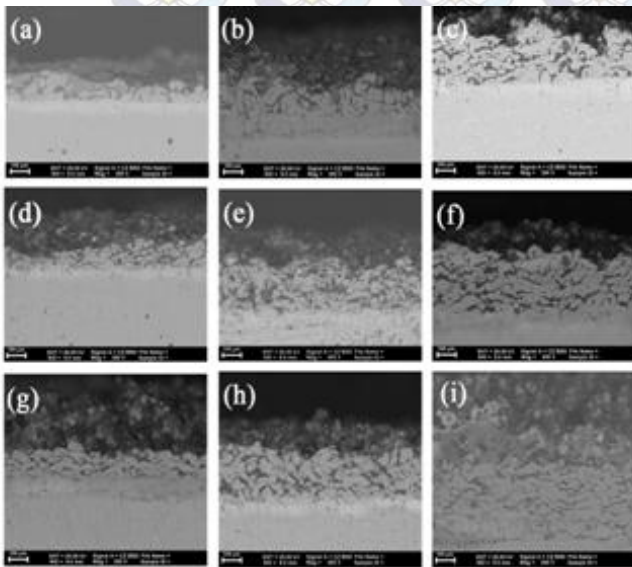
- (b) YSZ- Al_2O_3 15% - 2x, (c) YSZ- Al_2O_3 15% - 3x, (d) YSZ- Al_2O_3 30% - 1x, (e) YSZ- Al_2O_3 30% - 2x, (f) YSZ- Al_2O_3 30% - 3x, (g) YSZ- Al_2O_3 45% - 1x, (h) YSZ- Al_2O_3 45% - 2x, (i) YSZ- Al_2O_3 45% - 3x

Dapat dilihat dari grafik Gambar 4 sampel dengan komposisi YSZ- Al_2O_3 45% memiliki porositas yang besar dibandingkan sampel yang lain. Hal ini dikarenakan jumlah serbuk Al_2O_3 yang berukuran lebih kecil lebih banyak, serbuk dengan ukuran yang lebih kecil ini memiliki luas permukaan

yang lebih besar menyebabkan friksi antar partikel yang tinggi sehingga mudah memadat. Pencampuran yang terjadi tidak merata. Selain itu, serbuk yang memadat ini menyebabkan kemacetan pada proses *coating* sehingga serbuk komposit tidak terdepositasi pada permukaan dengan merata. Namun variasi dari komposisi Al_2O_3 dan jumlah sapuan pada komposit tidak dapat menggambarkan pada luasan porositas. Hal ini dikarenakan lapisan terluar hasil *coating* adalah lapisan YSZ yang tidak divariasikan pada penelitian ini..



Gambar 4. Grafik Presentase Luasan Porositas pada Permukaan Hasil Coating tiap Sampel



Gambar 5. Hasil Pengujian SEM Penampang Melintang pada Perbesaran 250x (a) YSZ- Al_2O_3 15% - 1x, (b) YSZ- Al_2O_3 15% - 2x, (c) YSZ- Al_2O_3 15% - 3x, (d) YSZ- Al_2O_3 30% - 1x, (e) YSZ- Al_2O_3 30% - 2x, (f) YSZ- Al_2O_3 30% - 3x, (g) YSZ- Al_2O_3 45% - 1x, (h) YSZ- Al_2O_3 45% - 2x, (i) YSZ- Al_2O_3 45% - 3x

Hasil SEM penampang melintang sampel pada tiap sapuan setelah *flame spray* ditunjukkan pada Gambar 6. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa kompleksitas mikrostruktur semakin banyak dengan semakin tingginya jumlah sapuan, terlihat bahwa inklusi oksida pada hasil *coating* semakin banyak seiring dengan bertambahnya jumlah sapuan. Rajasekaran, dkk [7] pada penelitiannya mengatakan

bahwa semakin banyak jumlah sapuan maka mikrostruktur menjadi semakin kompleks.

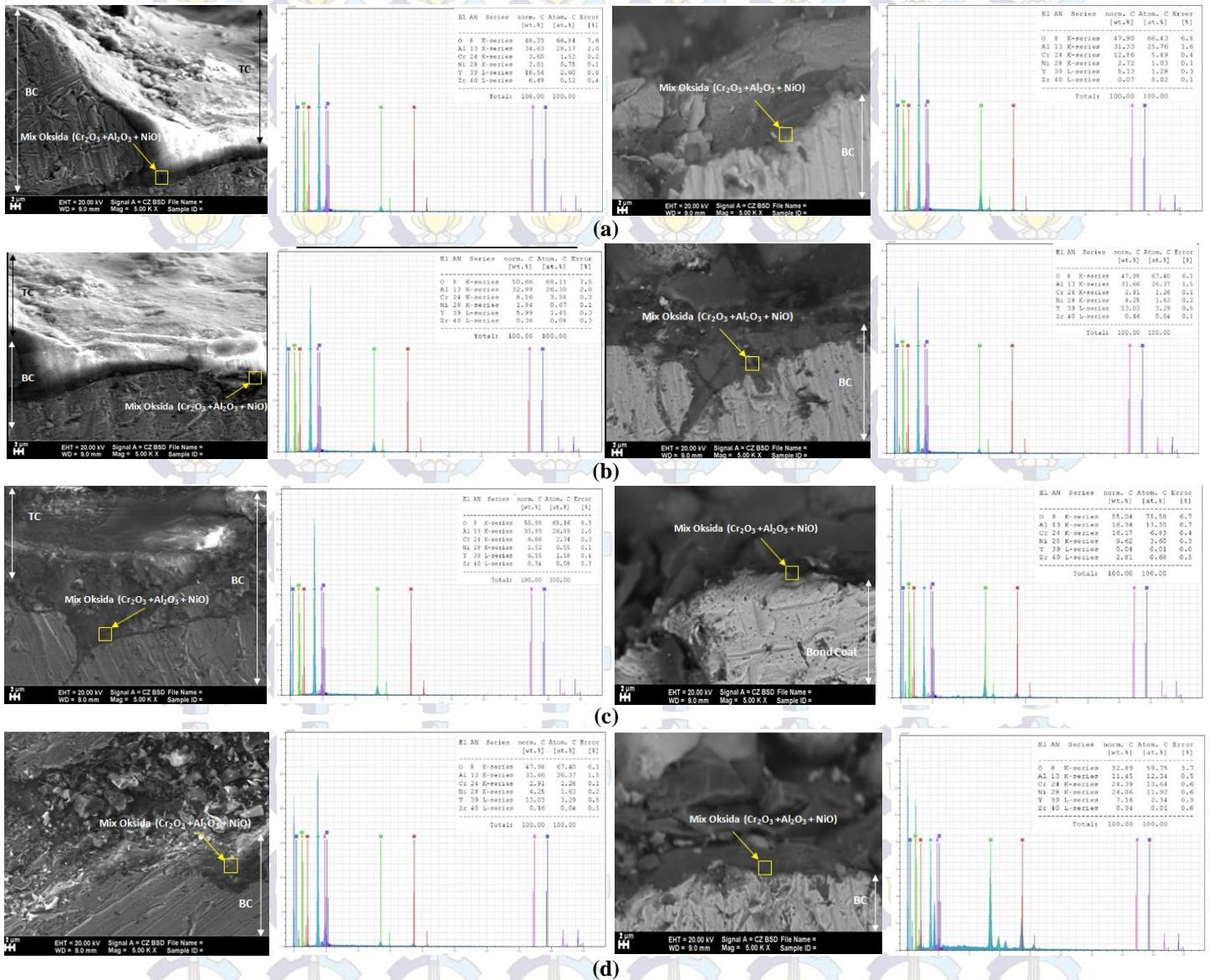
Pada Gambar 6 (kiri) menunjukkan hasil SEM perbesaran 5000x dan EDX pada daerah antara TC dan BC untuk sampel YSZ- Al_2O_3 15% - 1x, YSZ- Al_2O_3 30% - 1x, YSZ- Al_2O_3 45% - 1x, dan YSZ- Al_2O_3 45% - 3x setelah proses *Thermal Spray*. Dari hasil SEM dapat diketahui bahwa antara lapisan TC dan BC terdapat suatu daerah yang berwarna gelap, daerah ini dapat diidentifikasi sebagai daerah TGO (*Thermally Grown Oxide*), atau daerah pertumbuhan oksida. Daerah TGO sebenarnya merupakan bagian dari *bond coat* yang mengalami oksidasi karena adanya perubahan temperatur yang cukup tinggi [8]. Ini terbukti setelah dilakukan EDX pada daerah yang berwarna gelap, dan didapatkan hasil dengan adanya unsur O. Melihat dari hasil EDX oksida terbesar datang dari Cr dan Al, hal ini seperti yang dilaporkan oleh Yanjun Li dkk [9] di mana oksida penyusun daerah TGO umumnya terdiri atas beberapa formasi oksida antara lain Al_2O_3 , $(\text{Cr},\text{Al})_2\text{O}_3 + (\text{Co},\text{Ni})(\text{Cr},\text{Al})_2\text{O}_4 + \text{NiO}$ yang selanjutnya disebut formasi CSN dan $(\text{Cr},\text{Al})_2\text{O}_3 + (\text{Co},\text{Ni})(\text{Cr},\text{Al})_2\text{O}_4$ yang selanjutnya disebut sebagai CS. Tebal daerah TGO pada tiap sampel ini setelah dilakukan pengukuran sekitar $1.85 \mu\text{m}$ untuk YSZ- Al_2O_3 30% - 1x, $2.11 \mu\text{m}$ untuk YSZ- Al_2O_3 15% - 1x, $4.46 \mu\text{m}$ untuk YSZ- Al_2O_3 45% - 1x, dan $6.09 \mu\text{m}$ untuk YSZ- Al_2O_3 45% - 3x. Jika dibandingkan tiap sampel mengalami perubahan ukuran TGO, di mana TGO menipis seiring dengan naiknya kandungan Al_2O_3 . Ini membuktikan bahwa dengan adanya penambahan Al_2O_3 membuat lapisan TGO semakin tipis, seperti halnya yang dilaporkan oleh Mehdi dan Kamran [10], Saremi dkk [11], C. Zhu dkk [12], serta C. Ren dkk [13] pada penelitiannya mengatakan bahwa ketebalan TGO menurun dengan adanya penambahan Al_2O_3 . Adanya TGO yang terbentuk pada sampel sebelum dilakukannya uji termal merupakan hasil dari proses *flame spray*.

Setelah Uji Termal

Gambar 6 (kanan) menunjukkan daerah TGO dan hasil EDX untuk sampel YSZ- Al_2O_3 15% - 1x, YSZ- Al_2O_3 30% - 1x, YSZ- Al_2O_3 45% - 1x, dan YSZ- Al_2O_3 45% - 3x setelah uji termal. Bila dibandingkan dengan sebelum dilakukan uji termal, lebar dari TGO mengalami penambahan dengan disertai dengan adanya *microcrack*. Setelah dilakukan pengukuran lebar TGO berubah menjadi $6.76 \mu\text{m}$ untuk YSZ- Al_2O_3 30% - 1x, $6.83 \mu\text{m}$ untuk YSZ- Al_2O_3 15% - 1x, $7.59 \mu\text{m}$ untuk YSZ- Al_2O_3 45% - 1x, dan $8.56 \mu\text{m}$ untuk YSZ- Al_2O_3 45% - 3x, dan lebar *crack* secara berurutan $0.44 \mu\text{m}$, $0.89 \mu\text{m}$, $0.96 \mu\text{m}$ dan $1.07 \mu\text{m}$. Pada penelitian yang dilakukan oleh Jackson dkk [14], bahwa batas kritis dari lebar TGO sebelum TBC mengalami kegagalan adalah $3 - 10 \mu\text{m}$. Adanya retak mikro pada sampel ini menunjukkan bahwa sampel mengalami pertumbuhan oksida pada saat pengujian termal sampai 1000°C . Ini juga dapat dilihat dari hasil EDX pada TGO di mana nilai Cr dan Ni naik dari yang sebelumnya yang mengindikasikan terbentuknya formasi CS dan CSN. Formasi ini menyebabkan ketidakcocokan CTE (*Coefficient Thermal Expansion*) antara substrat dan TGO. Ketidakcocokan CTE ini menyebabkan tegangan pada saat diberi beban termal menginisiasi terbentuknya *microcrack*. Selain itu, *microcrack*

terjadi karena adanya penyusutan volume pada saat perubahan fasa dari m-ZrO₂ menjadi t-ZrO₂ dilihat dari hasil XRD.

macet dan serbuk susah keluar menyebabkan hasil deposisi yang kurang baik dan menyebabkan banyak porositas.



Gambar 6. Hasil Pengujian SEM-EDX Setelah Proses *flame spray* (kiri) dan setelah Uji Termal dengan Perbesaran 5000x Pada Spesimen (a) YSZ-Al₂O₃ 15% - 1x, (b) YSZ-Al₂O₃ 30% - 1x, (c) YSZ-Al₂O₃ 45% - 1x, (d) YSZ-Al₂O₃ 45% - 3x,.

Dari tabel 2 dapat dilihat bahwa pada komposisi 45% Al₂O₃ tebal TGO seharusnya lebih kecil dari sampel lainnya tapi di sini didapatkan nilai yang lebih besar. Bila dilakukan analisa mundur, maka ini dapat dijelaskan bila melihat hasil SEM pada permukaan dari sampel ini di mana nilai porositas yang ada pada permukaan lebih besar dari yang lainnya, sehingga akan memudahkan oksigen untuk masuk dan mengoksidasi daerah TGO. Struktur dari sampel dengan 45% Al₂O₃ pada permukaan didapatkan lebih berporos hal ini kemungkinan disebabkan karena terlalu banyaknya kandungan Al₂O₃ yang dicampurkan pada YSZ, di mana pencampuran yang terjadi tidak merata, disisi lain faktor dari *flame spray* yang terkadang

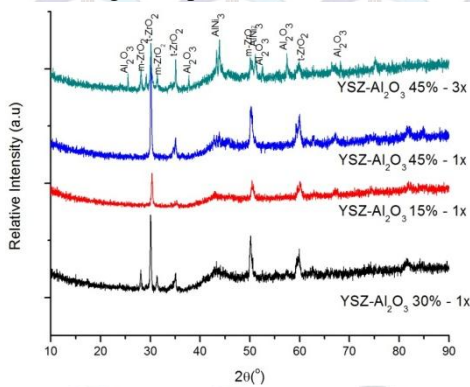
Tabel 2 Nilai perbandingan lebar TGO dan ukuran retak sebelum dan sesudah uji termal

Sampel	Sebelum Uji Termal		Sesudah Uji Termal	
	TGO (μm)	Crack (μm)	TGO (μm)	Crack (μm)
YSZ-Al ₂ O ₃ 30% - 1x	1.85	-	6.76	0.44
YSZ-Al ₂ O ₃ 15% - 1x	2.11	-	6.83	0.89
YSZ-Al ₂ O ₃ 45% - 1x	4.46	-	7.59	0.96
YSZ-Al ₂ O ₃ 45% - 3x	6.09	-	8.55	1.07

B. Analisa Uji X-Ray Diffraction (XRD)

Gambar 9 terlihat komposisi YSZ-Al₂O₃ 45% - 3x *peak* tertinggi yang muncul teridentifikasi pada $2\theta = 29.15^\circ$, setelah dilakukan pencocokan dengan kartu pdf, *peak* ini merujuk pada fasa t-ZrO₂ (zirkonia tetragonal) (*ref code* 01-075-9646) dengan bidang kristal (101) dan puncak $2\theta = 35.08^\circ$ (112), berturut-turut juga merupakan puncak milik fasa t-ZrO₂. Puncak lain pada 31.41° merupakan puncak milik m-ZrO₂ (zirkonia monoklinik) (*ref code* 00-037-1484) pada bidang kristal (111) dan pada puncak pada $2\theta = 50.103^\circ$ pada bidang (022). Munculnya *peak* yang teridentifikasi sebagai m-ZrO₂ disebabkan allotropi pada keramik zirkonia di mana memiliki struktur kristal lebih dari satu seiring dengan adanya perubahan temperature. Fasa lain yang yang terdeteksi adalah Al₂O₃ (01-073-5928), dapat dilihat dengan adanya puncak-puncak 25.52° yang teridentifikasi pada bidang (012), 37.73° pada bidang (110), 57.46° pada bidang 116. Fasa lainnya adalah AlNi₃ pada $2\theta = 43.89^\circ$ pada bidang (113) dan pada $2\theta = 51.17^\circ$ dengan bidang (220). Adanya fasa Al₂O₃ yang terdeteksi merupakan suatu indikasi bahwa adanya porositas yang menyebabkan Al₂O₃ yang seharusnya berada pada lapisan di bawah YSZ menjadi terdeteksi, anggapan adanya porositas menjadi semakin kuat karena ditemukannya fasa AlNi₃ (01-071-5884) yang merupakan fasa dari *bondcoat*, hal ini dapat dikarenakan kesalahan pada saat proses pelapisan.

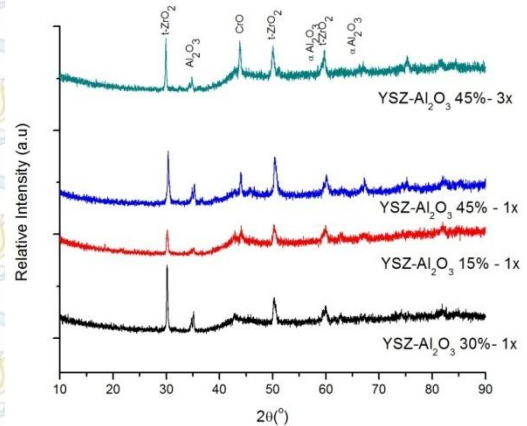
Setelah dilakukan proses pengujian termal, sampel diuji lagi dengan mesin XRD pada bagian permukaan yang sama. Hasil yang didapatkan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 8. Dijumpai puncak baru seperti pada YSZ-Al₂O₃ 45% - 3x muncul puncak yang teridentifikasi sebagai fasa α -Al₂O₃ pada $2\theta = 59.68^\circ$ pada bidang (211) dan 66.35° pada bidang (214) karena adanya oksidasi yang terjadi dengan Al dari *bond coat* saat uji termal. Dijumpai juga puncak baru yang teridentifikasi sebagai CrO (01-078-0722), ini menunjukkan adanya kerusakan pada permukaan sampel sehingga oksida yang berasal dari kandungan Cr pada *bondcoat* ikut terdifraksi.



Gambar 7. Hasil pengujian XRD pada permukaan atas sebelum uji termal pada setiap komposisi

Dari hasil XRD tampak beberapa perubahan pada intensitas dari puncak-puncak seperti t-ZrO₂ dibandingkan dengan kondisi sebelum pengujian termal. Fasa m-ZrO₂ yang sebelumnya muncul setelah proses *flame spray*, pada hasil XRD setelah uji termal sudah tidak terdeteksi dikarenakan m-ZrO₂ sudah bertransformasi menjadi t-ZrO₂

pada temperatur sekitar 1000 °C. Transformasi fasa ini menyebabkan perubahan volume pada struktur kristal. Perubahan dari fasa m-ZrO₂ menjadi t-ZrO₂ terjadi penyusutan volume pada saat pendinginan yang menyebabkan timbulnya tarikan pada struktur kristal dan menyebabkan terjadi inisiasi *crack* [15].

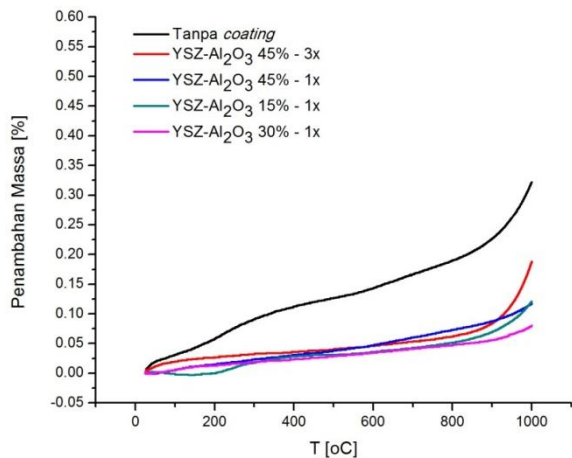


Gambar 8. Hasil pengujian XRD pada permukaan atas sesudah uji termal pada setiap komposisi

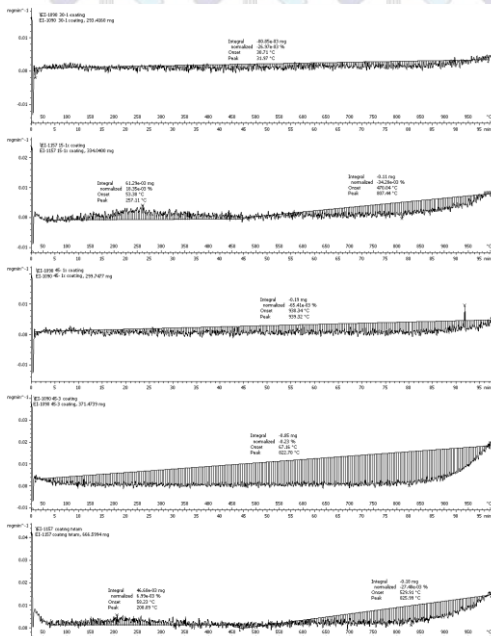
C. Analisa Pengujian Thermal TGA dan Thermal Torch Thermal TGA

Gambar 9 dan 10 merupakan hasil dari pengujian TGA non-isotermal hingga temperatur 1000° C pada tiap sampel ditambah sampel tanpa *coating*. Bila dilihat dari hasil TGA rata-rata sampel yang *dicoating* mulai menunjukkan perubahan slop yang signifikan terjadi pada rentang temperatur 900 °C, di mana menunjukkan bahwa oksida-oksida mulai mengalami pembentukan dengan kata lain pertumbuhan pada daerah TGO. Pada sampel yang tidak *dicoating* kenaikan massa cukup signifikan terjadi pada temperature 850 – 1000 °C. Dari analisa *1st Derivative* untuk analisa stabilitas termal dari *coating*. Seperti yang ditunjukkan pada grafik sebelumnya umumnya sampel mempunyai stabilitas yang buruk pada temperatur di atas 900°C, tapi bila menggunakan analisa *1st Derivative* ini akan terlihat jelas mana yang lebih stabil dan tidak. Stabil atau tidaknya sampel dapat dilihat dari adanya gerutan-gerutan pada grafik, yang menandakan adanya suatu reaksi yang terjadi. Semakin halus garis yang terbentuk maka stabilitas semakin baik. Namun pada sampel YSZ-Al₂O₃ 15% – 1x terlihat terjadi perubahan pada temperatur 150 °C. Hal ini dikarenakan kandungan Al₂O₃ paling sedikit. Li (2012) menjelaskan bahwa penambahan Al₂O₃ pada YSZ dapat mengurangi konduktivitas termal dari lapisan YSZ sehingga sampel memiliki kestabilan yang lebih baik ketika dilakukan uji TGA. Pada sampel YSZ-Al₂O₃ 45% - 1x kestabilan sampel terganggu pada temperatur 950 °C dan pada sampel YSZ-Al₂O₃ 45% - 3x perubahan *noise* pada temperatur 900 °C dengan gradien perubahan yang sangat signifikan. Pada sampel YSZ-Al₂O₃ 30% - 1x perubahan gradien kestabilan sampel hampir tidak terlihat. Dari analisa *1st Derivative* didapatkan sampel yang paling stabil adalah

YSZ-Al₂O₃ 30% - 1x; YSZ-Al₂O₃ 45% - 1x; YSZ-Al₂O₃ - 1x; dan YSZ-Al₂O₃ - 3x.



Gambar 9. Grafik %m-T (Penambahan Massa-Temperatur)



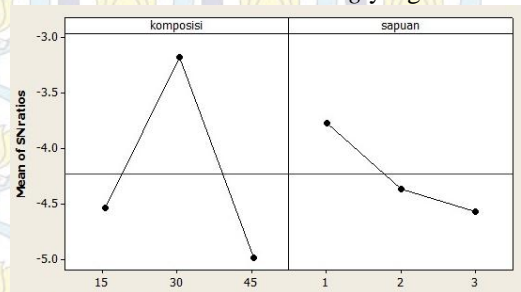
Gambar 10. Grafik Analisa 1st derivative TGA pada tiap sampel

Thermal Torch

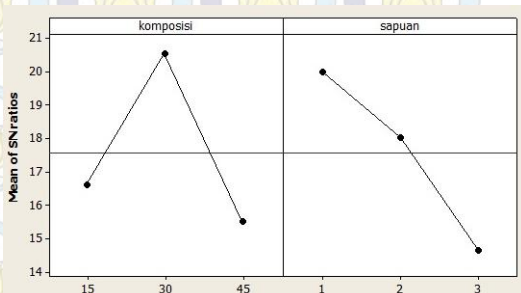
Untuk mengetahui tingkat kerusakan dan kondisi dari sampel setelah diuji termal las, maka dilakukan pengujian kerusakan dengan pendekatan massa dan volum. Spesimen dengan massa yang paling banyak berkurang dan spesimen yang paling banyak terisi aquades merupakan spesimen yang paling rusak. Untuk mempermudah menentukan sampel mana yang paling baik dan paling rusak serta variabel mana yang paling berpengaruh maka digunakan alat bantu berupa analisa statistik metode Taguchi dengan menentukan S/N ratio.

Dari Gambar 11 dan 12 diperoleh bahwa sampel yang memiliki ketahanan fisik yang bagus terhadap penetrasi api asetilin adalah YSZ-Al₂O₃ 30% - 1x di mana sampel hanya mengalami pengurangan ketebalan lapisan yang sedikit. Bila dihubungkan dengan hasil SEM dan pengujian TGA maka ini akan menjelaskan kenapa sampel YSZ-Al₂O₃ 30% - 1x memiliki ketahanan termal yang baik, di mana dari segi

tingkat porositas lapisan atas yang baik dan tebal dari TGO yang relatif rendah dan stabilitas *coating* yang baik.



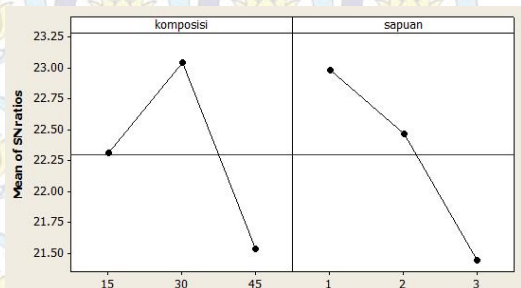
Gambar 11 Grafik Hubungan antara ketahanan termal dengan Komposisi dan Sapuan berdasarkan pendekatan massa menggunakan *software* minitab



Gambar 12 Grafik Hubungan antara ketahanan termal dengan Komposisi dan Sapuan berdasarkan pendekatan massa menggunakan *software* minitab

D. Analisa Pengujian Pull Off

Berdasarkan hasil percobaan didapatkan nilai kekuatan lekat yang dicapai 10-17 MPa. Tren kekuatan lekat naik ketika kandungan Al₂O₃ naik (Gambar 13), hal ini karena Al₂O₃ berfungsi sebagai *oxygen barrier* yang menyebabkan lapisan TGO menjadi tipis sehingga kekuatan lekat meningkat. Tapi terlihat juga bila kandungan Al₂O₃ meningkat sampai 45% kekuatan lekat mengalami penurunan. Bila kita melihat hasil SEM dari sampel maka ini akan menjelaskan fenomena ini, di mana pada komposisi 45% Al₂O₃, permukaan yang terbentuk cenderung lebih porus, sehingga penetrasi oksigen lebih tinggi.



Gambar 13 Grafik Hubungan antara kekuatan lekat dengan Komposisi dan Sapuan berdasarkan pendekatan massa menggunakan *software* minitab

Pada variasi jumlah sapuan juga menunjukkan penurunan kekuatan lekat seiring bertambahnya jumlah sapuan. Rajasekaran [5] mengemukakan bahwa *multi-pass coating*

(*coating* dengan lebih dari satu sapuan) menyebabkan kompleksitas pada mikrostruktur yang terbentuk. Perbandingan kompleksitas mikrostruktur dapat dilihat dari Gambar 5. Dari gambar tersebut terlihat bahwa inklusi oksida yang terbentuk semakin banyak seiring bertambahnya jumlah sapuan. Semakin banyak inklusi oksida yang terperangkap pada hasil *coating*, menyebabkan kekerasan meningkat sehingga hasil *coating* menjadi *brittle*. Hal ini menyebabkan penurunan terhadap kekuatan lekat yang dihasilkan [6]. Tren nilai Kekuatan lekat optimum pada 1x sapuan.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa:

1. Komposisi Al_2O_3 pada lapisan komposit YSZ- Al_2O_3 memberikan pengaruh terhadap sifat kelekatan dan ketahanan termal dari YSZ/YSZ- Al_2O_3 *double layer* TBC. Semakin tinggi komposisi Al_2O_3 pada komposit YSZ- Al_2O_3 kekuatan lekat dan ketahanan termal yang dihasilkan semakin baik dan optimum pada YSZ- Al_2O_3 30%. Hal ini dikarenakan porositas yang terbentuk pada sampel YSZ- Al_2O_3 45% cukup tinggi.
2. Jumlah sapuan komposit YSZ- Al_2O_3 memberikan pengaruh terhadap sifat kelekatan dan ketahanan termal dari YSZ/ YSZ- Al_2O_3 *double layer* TBC. Semakin banyak jumlah sapuan, kekuatan lekat dan ketahanan termal semakin turun. Hal ini dikarenakan kompleksitas mikrostruktur yang tinggi pada *multi-pass coating*.
3. Pengaruh dari komposisi Al_2O_3 dan jumlah sapuan pada lapisan komposit YSZ- Al_2O_3 terhadap struktur mikro yang dihasilkan sebelum dan setelah pengujian termal adalah perubahan TGO. Semakin tinggi komposisi Al_2O_3 dan semakin sedikit jumlah sapuan pada komposit YSZ- Al_2O_3 tebal TGO yang dihasilkan semakin tipis dan optimum pada YSZ- Al_2O_3 30% - 1x. Hal ini dikarenakan porositas yang tinggi pada sampel YSZ- Al_2O_3 45% dan kompleksitas mikrostruktur yang tinggi pada *multi-pass coating*.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Sugondo, Ratih Langenati, Futchah. Mujtahid. 2010. "Pelapisan Nosel Roket dengan Boron Karbida". **ISSN 1907-2635**
- [2] Parindra,. 2014. Pengaruh Variasi Komposisi Komposit YSZ- Al_2O_3 Dan Feed Rate Terhadap Kekuatan Lekat Dan Ketahanan Termal YSZ/YSZ- Al_2O_3 Double Layer Pada Aplikasi Nosel Roket. **ITS**: Surabaya
- [3] Lazuardi, Sofyan.2014. Pengaruh Variasi Komposisi Komposit YSZ- Al_2O_3 Dan Jarak Spray Terhadap Kekuatan Lekat Dan Ketahanan Termal YSZ/YSZ- Al_2O_3 Double Layer Pada Aplikasi Nosel Roket. **ITS**: Surabaya
- [4] Saremi, M., Z.Valefi, N.Abaeian. 2012. "Hot Corosion, High Temperature Oxidation and Thermal Shock Behaviour of Nanoagglomerated YSZ-Alumina Composite Coatings Produced by Plasma Spray Method". **Surface & Coatings Technology** 221 133-141.
- [5] Yunqi Yao.2013. Influence of Al_2O_3 /YSZ micro-laminated coatings on high temperature oxidation and spallation resistance of MCrAlY alloys.
- [6] _____. 2004. **ASM Handbook of Thermal Spray**. ASM Internasional.
- [7] Rajasekaran, B., G. Mauer, dan R. Vaben. 2011. Enhanced Characteristics of HVOF-sprayed MCrAlY Bond Coats for TBC

Applications**ASM International JTTEE5** 20:1209–1216. DOI: 10.1007/s11666-011-9668-3.

- [8] Pactice, N. P., Gell, M. dan Jordan, E. H. 2002. Thermal Barrier Coatings for Gas-turbine Engine Applications. **Journal of Science**.296, 280.
- [9] Li, Yanjun, Youtao Xie, Liping huang, Xuanyong Liu, Xuebin Zheng. 2012. Effect of Physical Vapor Deposited Al_2O_3 Film on TGO Growth in YSZ/CoNiCrAlY Coatings. **Ceramics International** 38 5113–5121.
- [10] Hasab, Mehdi Ghoobei dan Kamran Rashnuei. 2012. Comparison of Oxidation Resistance of YSZ And YSZ/ Al_2O_3 Coatings on Ni-Based Superalloy. **Scientific Paper UDC**: 667.613:621.791.48.
- [11] Saremi, Mohsen, Abbas Afrasiabi, Akira Kobayashi. 2008. Microstructural Analysis of YSZ and YSZ/ Al_2O_3 Plasma Sprayed Thermal Barrier Coatings After High Temperature Oxidation. **Surface & Coatings Technology** 202 3233–3238.
- [12] Zhu, C., A. Javed, P. Li, F. Yang, G.Y. Liang, P. Xiao. 2012. A Study of The Microstructure and Oxidation Behavior of Alumina/Yttria-Stabilized Zirconia (Al_2O_3 /YSZ) Thermal Barrier Coatings. **Surface & Coatings Technology** 212 214–222.
- [13] Ren, C. Y. D. He. D., dan R. Wang. 2010. Al_2O_3 /YSZ Composite Coatings Prepared by A Novel Sol-Gel Process And Their High-Temperature Oxidation Resistance. **Oxide Metal Journal Springer** 74:275-285.
- [14] Jackson, R.D., M.P. Taylor, H.E. Evans, X.H. Li. 2011. Oxidation Study of An EBPVD MCrAlY Thermal Barrier Coating System. **Oxidation of Metals** 76.
- [15] DeMasi, et al., 1989. "Mechanisms of degradation and Failure in plasma Deposited Thermal Barrier Coating. **ASME**. 89-GT-132.