



SIDANG TUGAS AKHIR

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

Dipersembahkan oleh :

Ratna Tri Agustina - 2711100036

Dosen Pembimbing :

Dr.Widyastuti,S.Si.,M.Si

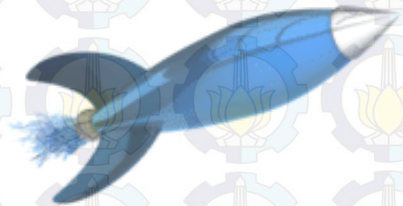
PENDAHULUAN



Latar Belakang

Nosel (Nozzle) Roket adalah :
bagian roket yang berfungsi untuk menimbulkan momentum dari gas hasil pembakaran ($800-1200\text{ }^{\circ}\text{C}$)

Material Nosel Roket

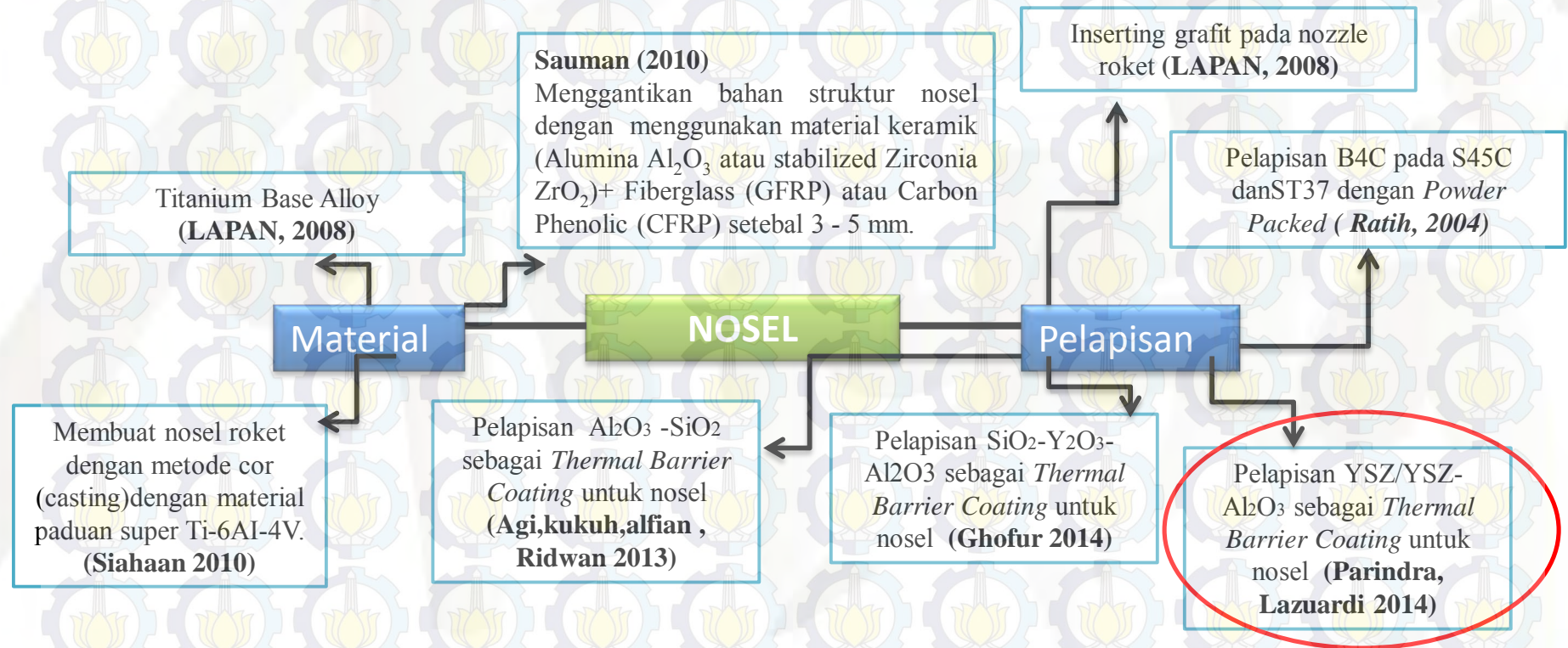


Roket Yang Diproduksi Di Indonesia	Berat ideal
23 % berat bahan bakar	91 % berat bahan bakar
33 % berat struktur	3 % berat struktur
44 % berat muatan	6 % berat muatan

- ✓ Tahan temperatur tinggi
- ✓ Ringan
- ✓ Kekuatan tetap tinggi pada temperatur tinggi
- ✓ Tahan creep dan termal shock
- ✓ Kekerasan tinggi

(Rycroft, 2010).

Road Map



Rencana Penelitian

Thermal Barrier Coating adalah insulator untuk *hot component* dari lingkungan yang *oxidative*

Flame spray

Kekurangan:
➤ Temperatur api ↓
➤ kecepatan serbuk ↓ (30m/s)

Parindra (2014)

Lazuardi (2014)

Komposisi

Komposisi

Feed Rate

Jarak Spray

Komposisi Serbuk

- YSZ-Al₂O₃ 15%
- YSZ-Al₂O₃ 30%
- YSZ-Al₂O₃ 45%

Feed rate

Variabel Proses

Spray Distance

Sapuan (pass)

- 1x
- 2x
- 3x

Penelitian sebelumnya

% massa	Feed rate	Spray distance	Sapuan (pass)
5	8	150	1
			2
			3
	14	200	1
			2
			3
	20	250	1
			2
			3
15	8	150	1
			2
			3
	14	200	1
			2
			3
	20	250	1
			2
			3
30	8	150	1
			2
			3
	14	200	1
			2
			3
	20	250	1
			2
			3

Berdasarkan pengujian *Thermal Torch* didapatkan bahwa sampel yang memiliki tingkat kerusakan paling rendah adalah 15% $Al_2O_3/8YSZ$, 8gr/min, pengujian lekat didapatkan bahwa nilai paling baik terdapat pada komposisi 15% $Al_2O_3/8YSZ$, 14 gr/min yaitu 10 Mpa, dan tebal TGO paling tipis terdapat pada 15% $Al_2O_3/8YSZ$, 14 gr/min (Parindra, 2014)

Nilai oksida terendah pada YSZ/Al_2O_3 30% 11.83wt%, Jarak spray memberikan pengaruh terhadap kekuatan lekat dengan nilai yang paling stabil didapatkan pada jarak 200 mm YSZ/Al_2O_3 30% 20,4 Mpa (Lazuardi, 2014)

semakin tinggi komposisi berat dari alumina membuat hasil *coating* memiliki properties yang lebih baik (Saremi, 2012)

Jungi Yao (2013) memvariasikan sapan (1-9 layer) komposit Al_2O_3 menghasilkan struktur yang dense, ketahanan oksida baik, dan spallation yang cukup tinggi

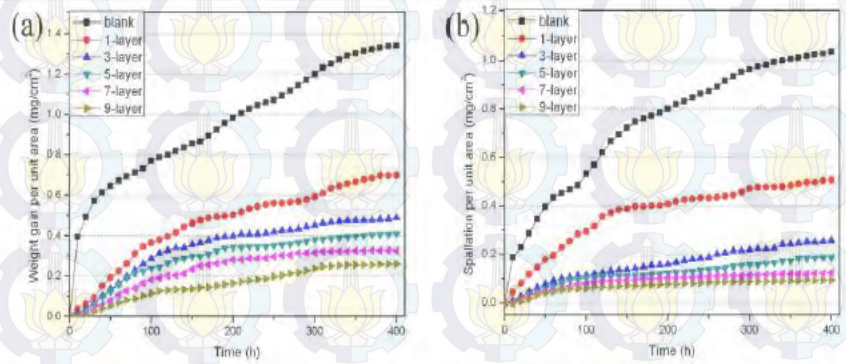
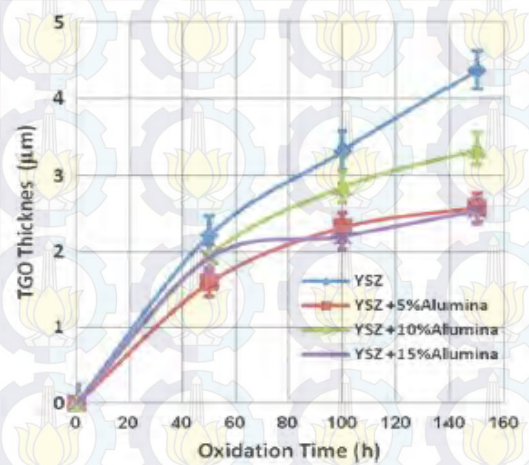


Figure 2. Cyclic oxidation kinetic curves of samples with laminated coatings at 1000 °C for 400h (a) weight gain per unit area versus time; (b) spallation per unit area versus time.

Perumusan Masalah dan Tujuan Penelitian

Bagaimana pengaruh komposisi Al_2O_3 pada lapisan komposit YSZ- Al_2O_3 terhadap sifat kelekatan dan ketahanan termal dari YSZ/YSZ- Al_2O_3 *double layer* TBC?

Untuk menganalisa pengaruh komposisi Al_2O_3 pada lapisan komposit YSZ- Al_2O_3 terhadap sifat kelekatan dan ketahanan termal dari YSZ/YSZ- Al_2O_3 *double layer* TBC

Bagaimana pengaruh jumlah sapuan terhadap sifat kelekatan dan ketahanan termal dari YSZ/YSZ- Al_2O_3 *double layer* TBC?

Untuk menganalisa pengaruh jumlah sapuan (terhadap sifat kelekatan dan ketahanan termal dari YSZ/YSZ- Al_2O_3 *double layer* TBC

Bagaimana 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?

Untuk menganalisa pengaruh dari lapisan komposit YSZ- Al_2O_3 dan jumlah sapuan serbuk terhadap struktur mikro yang dihasilkan sebelum dan setelah pengujian termal

Batasan Masalah

- Pencampuran serbuk keramik dianggap homogen.
- Unsur pengotor dan faktor lingkungan dianggap tidak berpengaruh.

Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan lapisan komposit keramik pada nosel roket yang memiliki sifat kelekatan yang baik dan stabil terhadap temperatur tinggi. Selain itu, penelitian ini juga dapat digunakan sebagai referensi penelitian selanjutnya untuk terus memajukan dunia penerbangan antariksa nasional demi menunjang bidang pertahanan dan keamanan bangsa

Tinjauan Pustaka



Thermal Barrier Coating (TBC)

Materials	Coating	Function
$ZrO_2 + (6-8\%)Y_2O_3$	Ceramic top coat	Thermal insulation
Al_2O_3	TGO	Oxidation barrier
MCrAlY (20%Cr-12%Al) or Ni-aluminides	Bond coat	Bonding of TBC, oxidation protection
Ni superalloys (8%Cr-5%Al)	Substrate	Thermo-mechanical loading

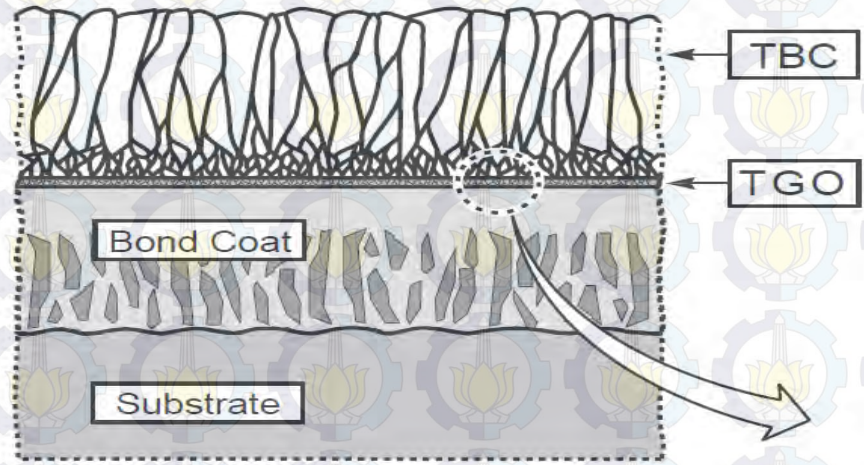
TBC digunakan untuk mereduksi temperatur permukaan dari suatu komponen /substrat atau dengan kata lain sebagai termal insulator.

Kelemahan utama dari TBC adalah dekohesi pada bond coat yang disebabkan oksidasi dan formasi dari *thermally grown oxide* (TGO) (Keyvani, 2010)

(Moskal, 2009)

TGO (Thermally Grown Oxide)

TGO terdiri dari komposisi utama yaitu $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, Cr_2O_3 , dan NiAl_2O_4 .
(Saremi, 2014)



Hastelloy[®] X

Creep ↑		Tahan Oksidasi			Mudah Fabrikasi			SCC ↑	
---------	--	----------------	--	--	-----------------	--	--	-------	--

Ni	Cr	Fe	Mo	Co	W	C	Mn	Si	B
47 ^a	22	18	9	1.5	0.6	0.1	1*	1*	0.008

Properti	Temperatur (°C)	Nilai
Titik Leleh	-	1260-1355°C
Resistivitas Elektrik	22	118.36 microhm.cm
Konduktifitas Termal	21	9.1 W/m.K
	200	14.1 W/m.K
	927	27.2 W/m.K
Panas Spesifik	Room	486 J/Kg.K
	538	544 J/Kg.K
	1093	858 J/Kg.K
Koefisien Termal Ekspansi	25-100	13.0 x 10 ⁻⁶ m/m.°C
	25-400	14.2 x 10 ⁻⁶ m/m.°C
	25-700	15.6 x 10 ⁻⁶ m/m.°C

YSZ (Yttria Stabilized Zirconia)

Inert	Konduktivitas termal ↓	Ekspansi termal ↑	Tahan Erosi	Titik Leleh ↑
-------	------------------------	-------------------	-------------	---------------

Properties	Material Thermal Barrier Coating						
	ZrO ₂	YSZ	Al ₂ O ₃ + SiO ₂	Al ₂ O ₃	SiO ₂	TiO ₂	La ₂ ZrO ₇
Titik leleh (°C)	2700	2700	2123	2323	1726	1825	2300
Koefisien thermal (10 ⁻⁶ K ⁻¹)	15.3	11.5	5.3	9.6	10.3	9.4	9.1
Konduktifitas thermal (Wm ⁻¹ K ⁻¹)	2.17	2.12	3.3	5.8	2.08	3.3	1.56
Poisson Number (·10 ⁻¹⁰)	0.25	0.22	0.25	0.26	0.17	0.28	0.28



(X.Q. Cao dkk., 2004)

Bond Coat (MCrAlY)

kromium 5-38%
aluminium 8-13%
yttrium 0,5-1%, dan sisanya adalah
komponen lain yaitu Ni



- 1. Melindungi material base terhadap temperatur oksidasi yang tinggi**
2. Sebagai pengikat TC dengan substrat
- 3. Meningkatkan efisiensi mesin**



Al_2O_3 (Alumina)

Properti	Nilai
Densitas	3.95 g/cm ³
Modulus Elastisitas	380 GPa
Vickers Hardness	18.1 GPa
CTE	1x10 ⁶ /°C
Konduktivitas Thermal	30 W/m-K
<i>Thermal Shock Resistance</i>	$\Delta T_c = 200$

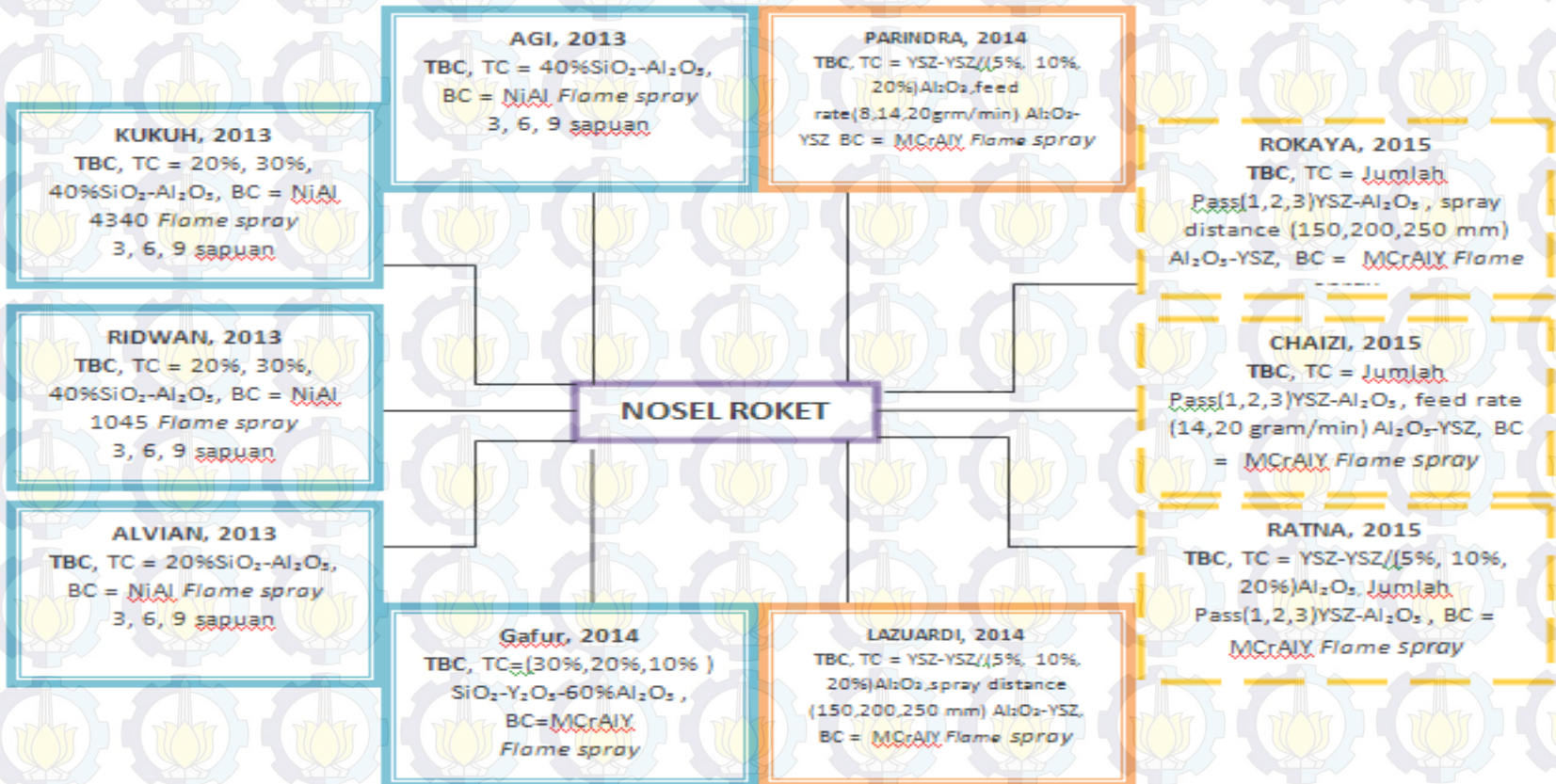


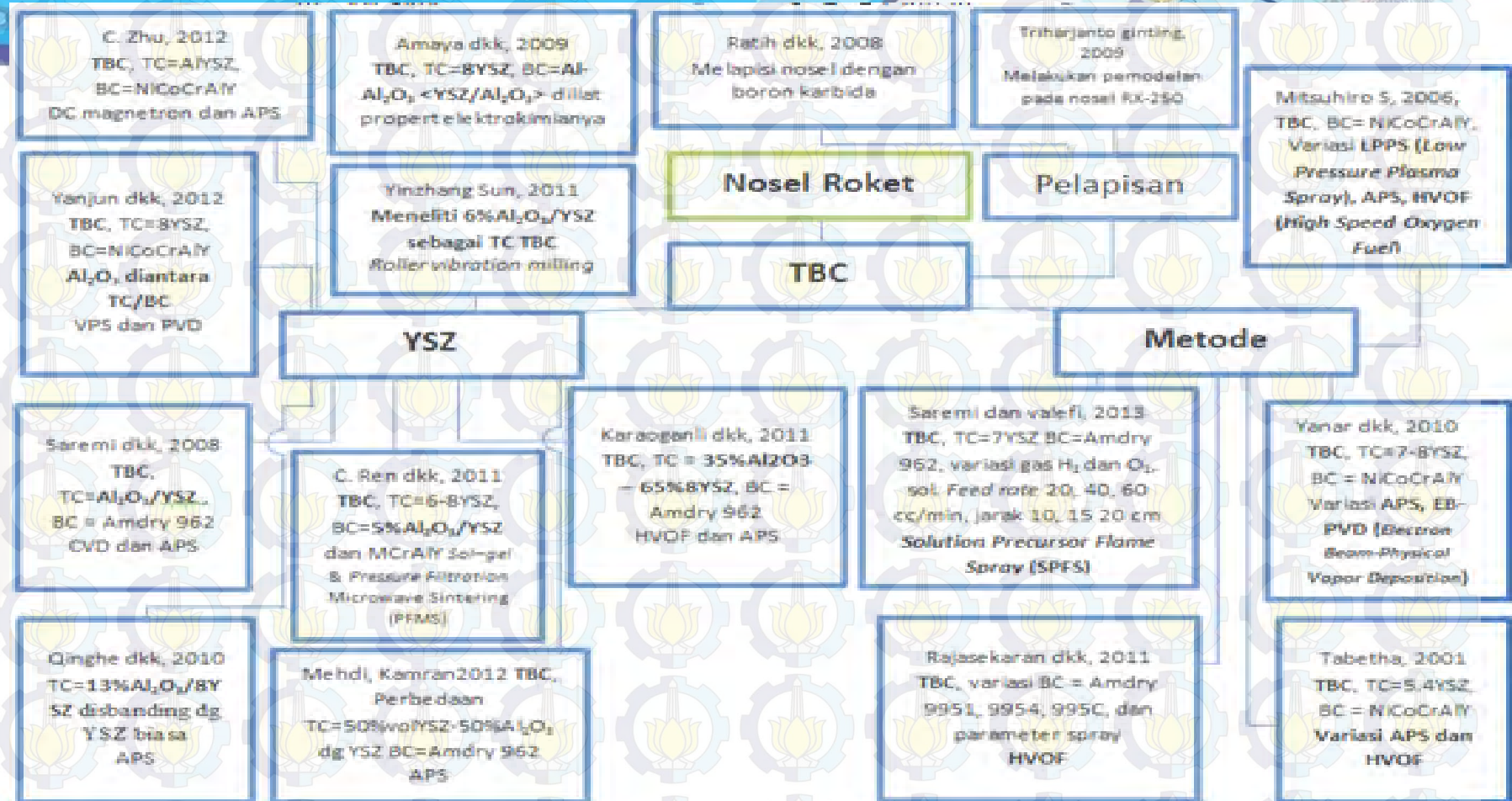
Komposit YSZ-Al₂O₃

Coating dengan menggunakan komposit YSZ-Al₂O₃ memiliki resistansi terhadap oksida yang lebih baik

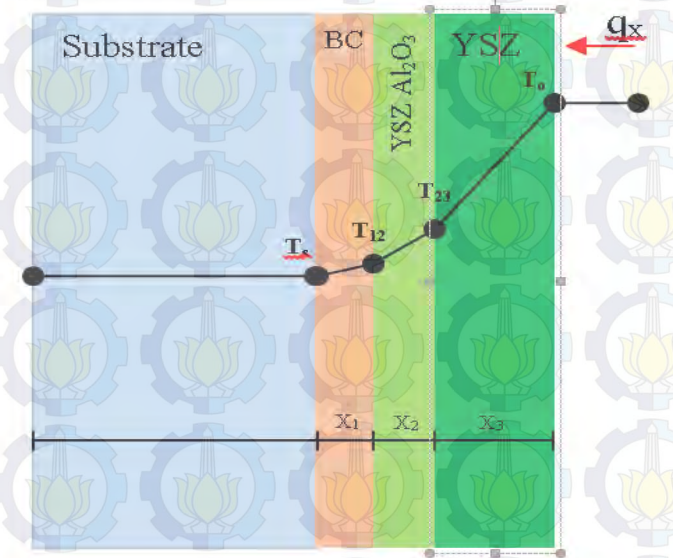
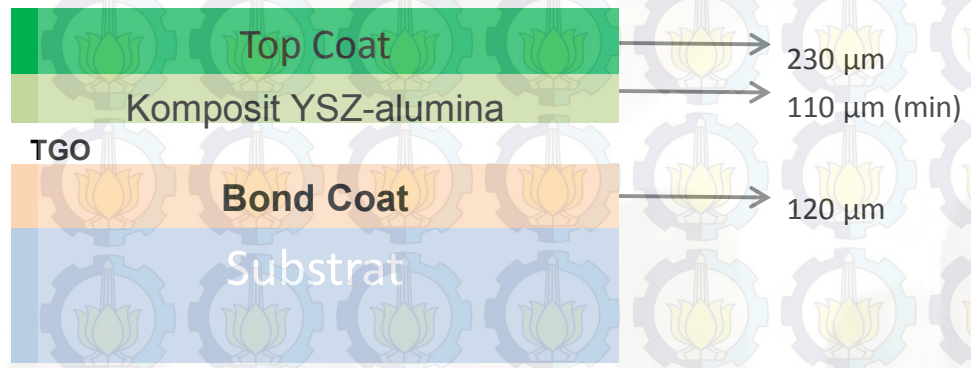
Thermally Grown Oxides (TGO) yang terbentuk lebih tipis dari TGO pada *coating* YSZ
(Mehdi, 2012)

Kekuatan ikatan yang terbentuk mengidentifikasi bahwa *coating* YSZ + Al₂O₃ lebih tinggi daripada YSZ. Selain itu, porositas yang terjadi lebih kecil karena bagian yang menjadi porositas diisi oleh serbuk alumina
(Keyvani, 2010)





(Fourier Law)



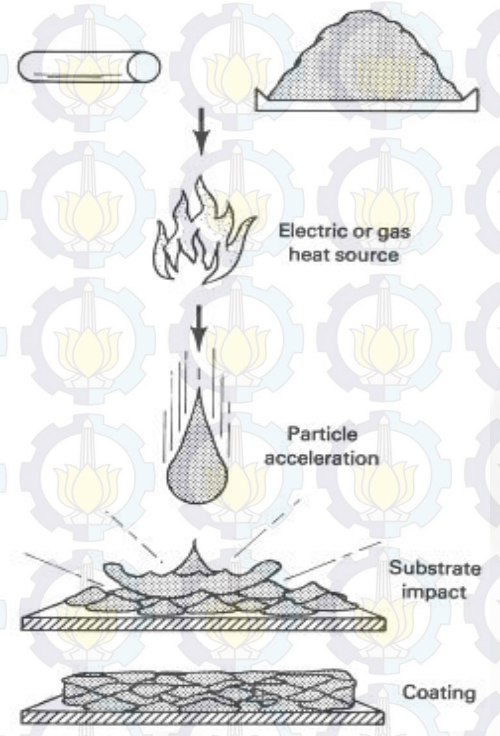
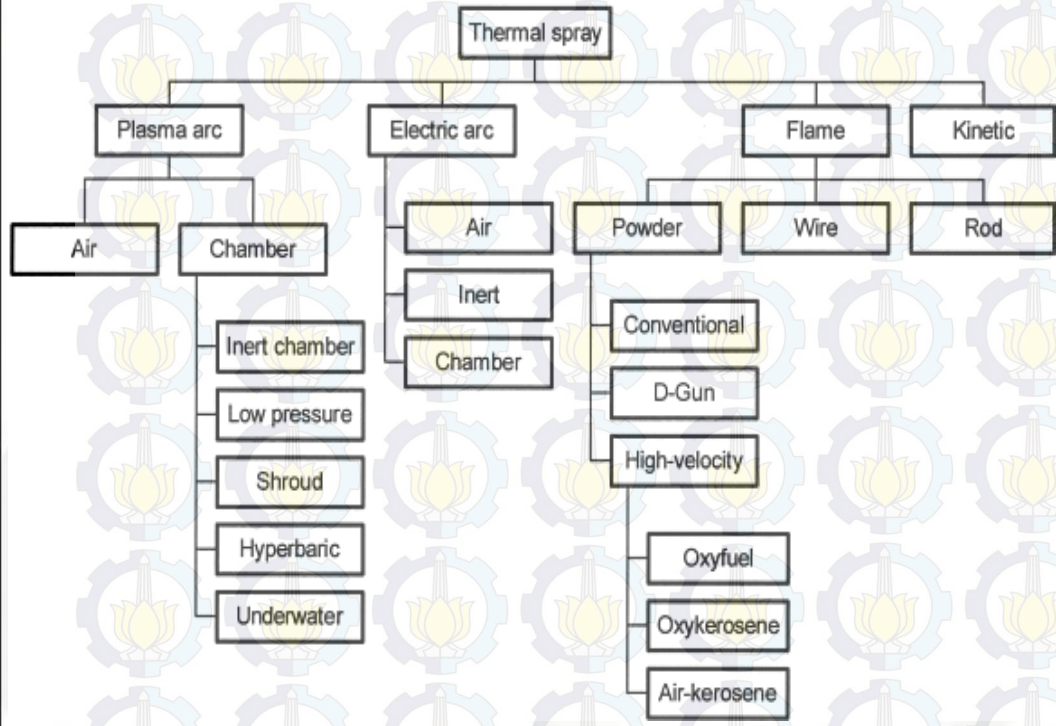
$$q'_x = K \frac{dT}{dx} \text{ (Fourier Law)} \dots\dots (1)$$

$$R = \frac{x}{KA} \text{ (Thermal Resistance)} \dots\dots (2)$$

$$q_x = KA \frac{dT}{dx} \text{ (heat transfer konduksi)} \dots\dots (3)$$

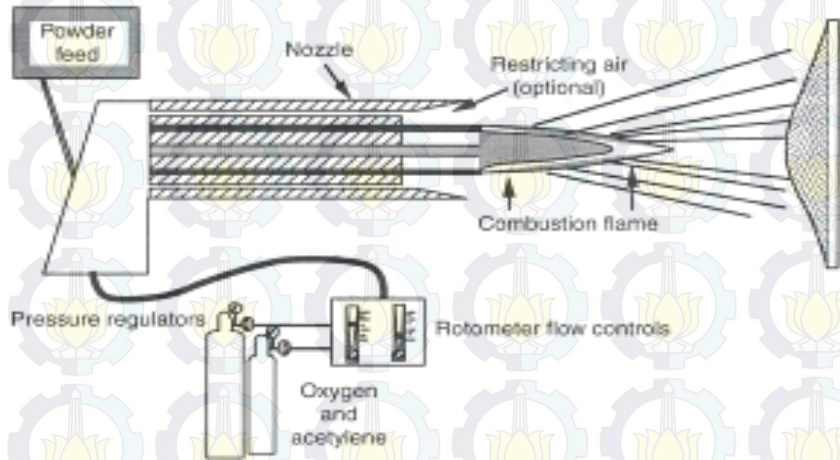
$$q'_x = \frac{qx}{A} \text{ (hubungan heat flux dengan konduksi laju panas)} \dots\dots (4)$$

Metode Thermal Spray



(Handbook of Thermal Spray Technology, 2004)

Flame Spray

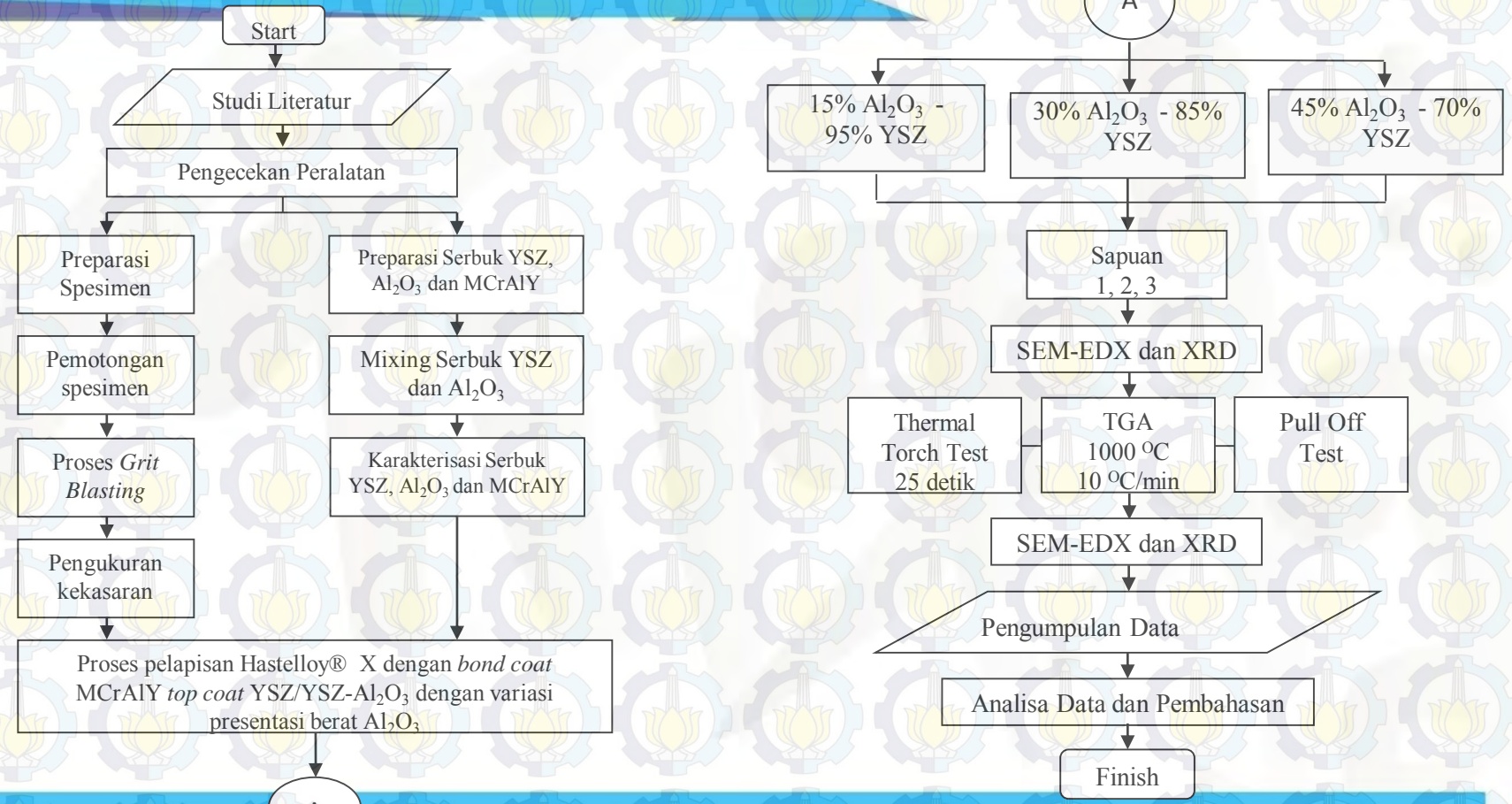


	Flame spray
Jet	
Temperatur <i>jet</i> , K	2700
Kecepatan <i>jet</i> , m/s	50-100
Particle feed	
Temperatur partikel (max), $^{\circ}\text{C}$	2500
Kecepatan partikel, m/s	50-100
Material <i>feed rate</i> , g/min	30-50
Deposit/coating	
Densitas (%)	85-90
Kekuatan lekat, Mpa	7-18
Oksida	Tinggi

METODOLOGI

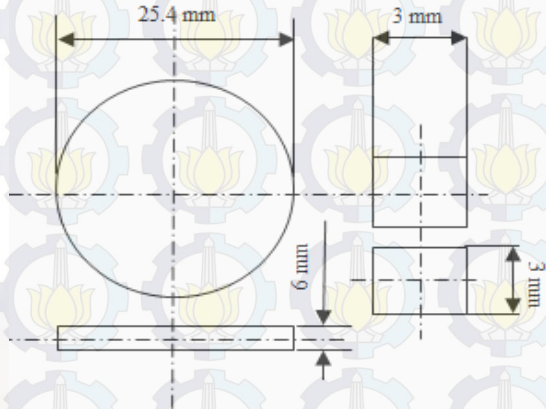


Diagram Alir Penelitian



Bahan

1. Hastelloy® X



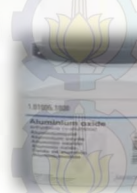
2. Yttria Stabilized Zirconia/8YSZ~ 100 μm



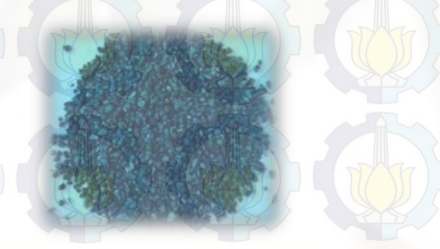
3. Serbuk MCrAlY~ 106 \pm 53 μm



4. Serbuk Al₂O₃ (Alumina)~ 100 μm



5. Serbuk Pasir Alumina



Peralatan



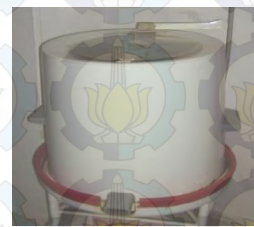
Alat Uji Kekasaran



XRD



Dryer



Las oksiasetilen



SEM



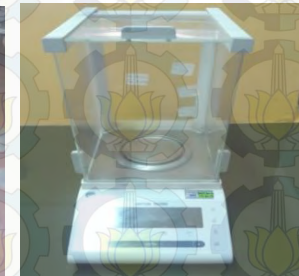
Termometer IR



Flame Spray



Grit Blasting



Neraca analitik

Spesifikasi alat:

Parameter	Nilai
Diameter Nosel	8mm
Feed Rate	76 Grm/Mm
Ukuran Serbuk	40-150 μ m
Oxigen Pressure	15 Psi
Acetylen Pressure	30 Psi
Distance	8 Inch

Alat pull off

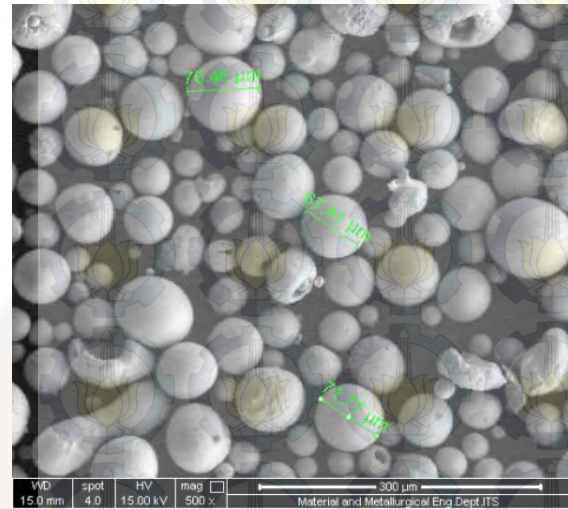


ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN



Karakterisasi Awal Serbuk

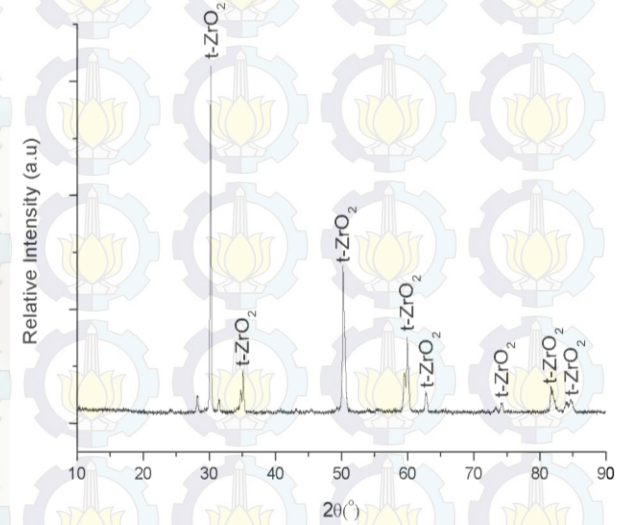
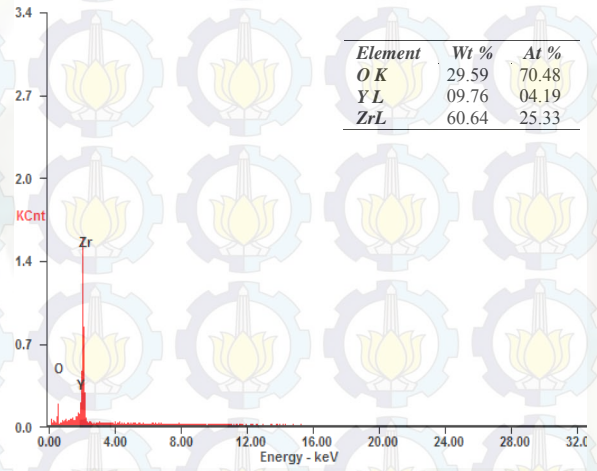
Serbuk YSZ (*Yttria-Stabilized Zirconia*)



c:\edax32\genesis\genspc.spc 25-Apr-2014 10:27:31
Chlorite (Norm.%)= 38.86, 20.96, 34.83, 1.14, 3.84, 0.28

LSecs : 4

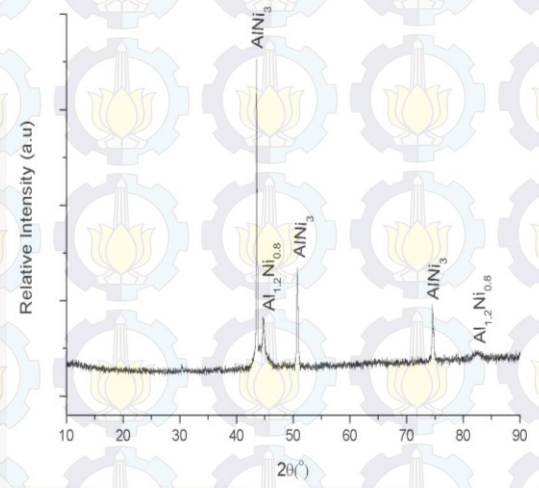
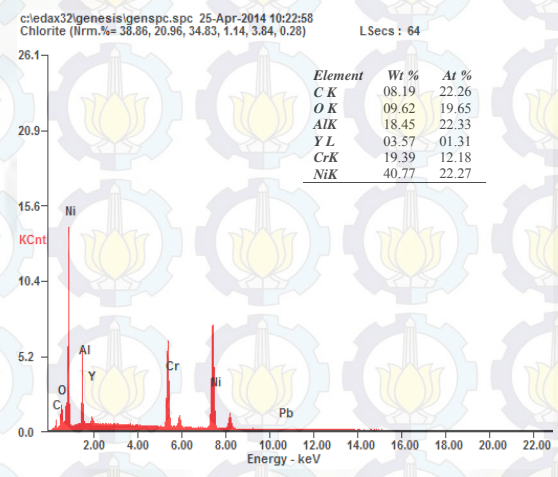
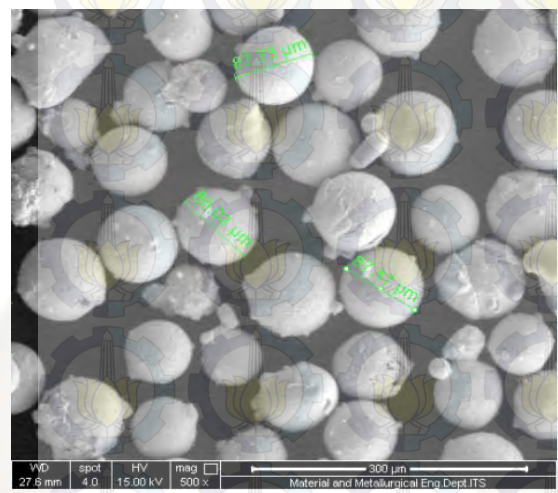
Element	Wt %	At %
OK	29.59	70.48
YL	09.76	04.19
ZrL	60.64	25.33



Ukuran Butir Rata-rata 71.88 μm

Bentuk *Spherical*

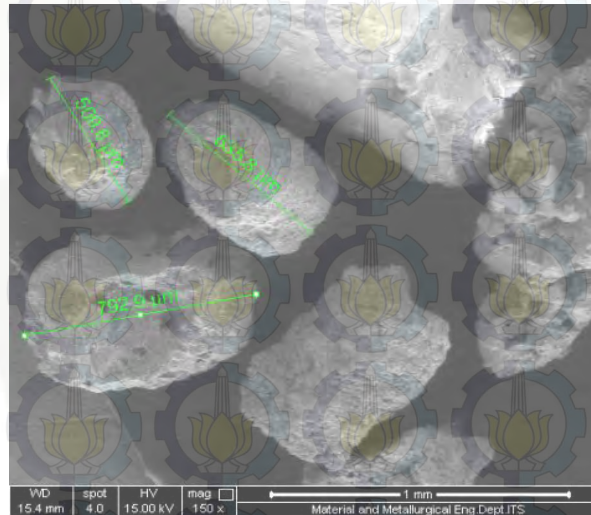
Serbuk NiCrAlY



Ukuran butir rata-rata 87,98 μm

Bentuk spherical

Serbuk Pasir Alumina

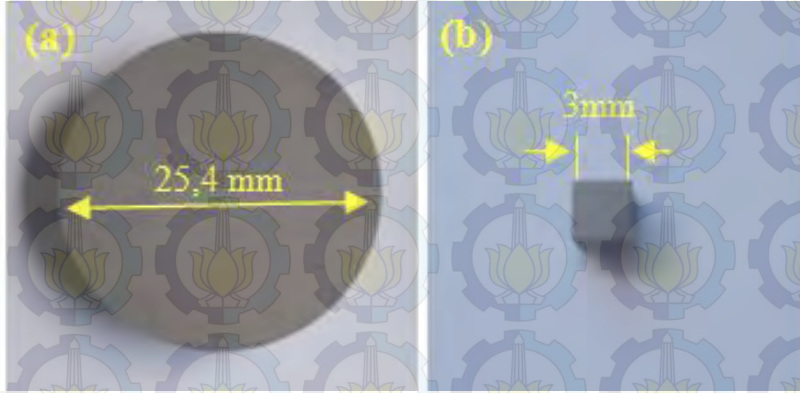


Ukuran Butir Rata-rata 646,2 μm .

Bentuk angular

Hasil Preparasi Substrat

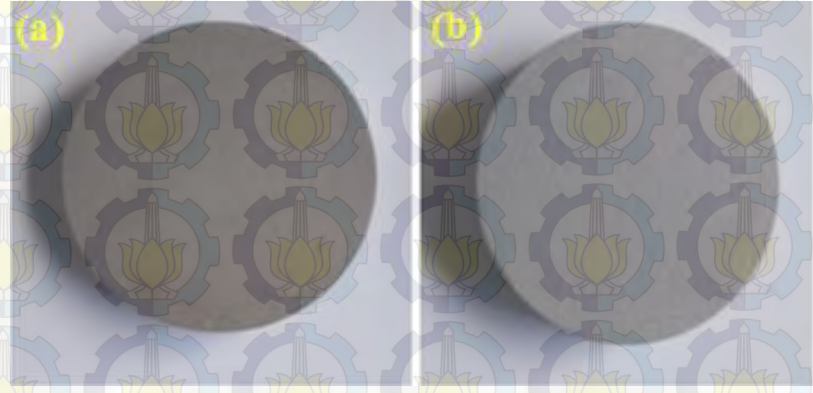
Hasil Proses *cutting*



Spesimen Uji *Pull Off* dan *Thermal Torch*,

Spesimen Uji TGA (*Thermogravimetry*)

Hasil proses *sand blasting*

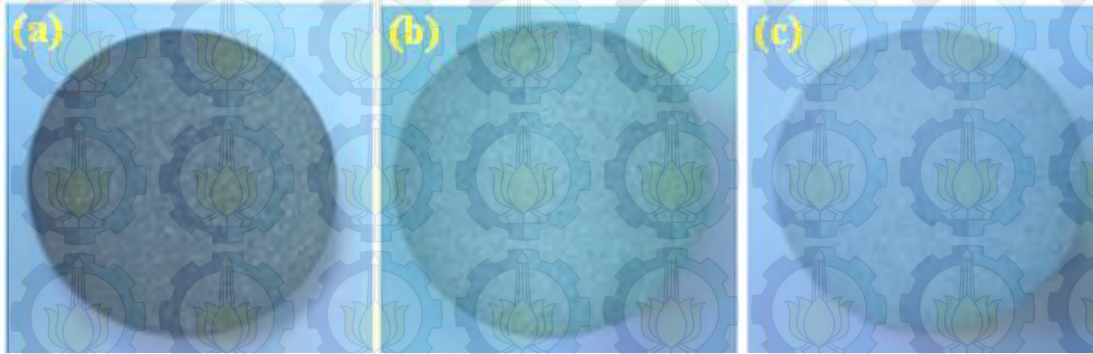


Sebelum *Sand Blasting*,

Setelah *Sand Blasting*

Nilai kekasaran = 50-60 μm

Hasil Proses Pelapisan



bond coat NiCrAlY

Komposit YSZ-Al₂O₃

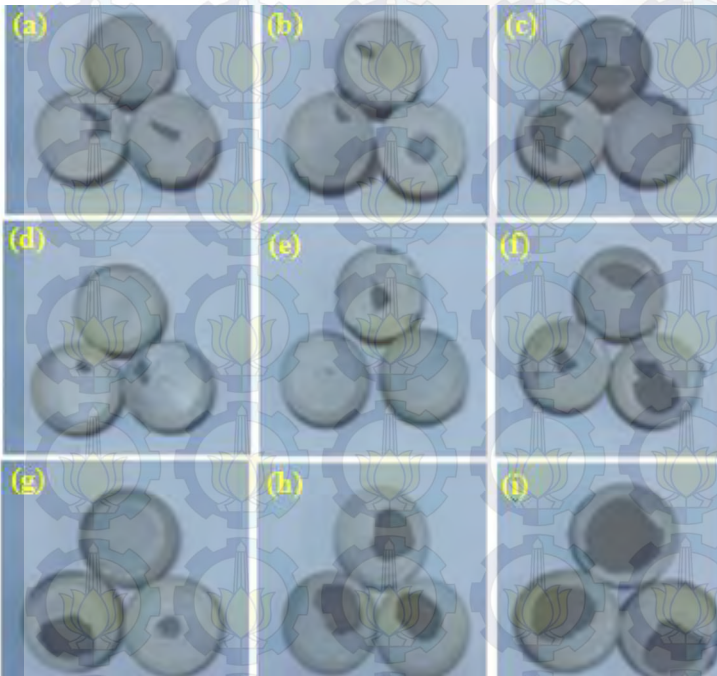
YSZ



YSZ
YSZ-Al ₂ O ₃
NiCrAlY

Pengujian Kekuatan Lekat

Analisa Kuantitatif Metode Taguchi



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

Variabel dan Level Penelitian

Level	Variabel	
	Komposisi (A)	Sapuan (B)
1	15%	1x
2	30%	2x
3	45%	3x

untuk mencari variabel mana yang berpengaruh pada variasi karakteristik kualitas semakin besar kekuatan lekat, semakin baik (*larger is better*):

$$S/N = -10 \log\left(\frac{1}{n} \sum \frac{1}{y^2}\right)$$

Keterangan :

- n = jumlah pengulangan dari suatu percobaan
- y = nilai kekuatan lekat

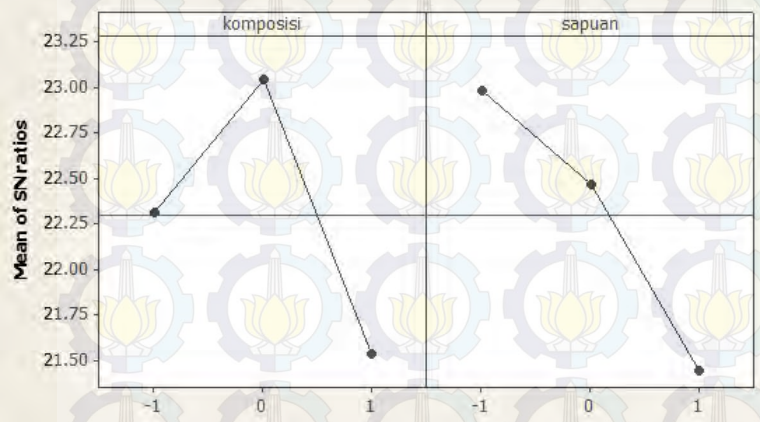
	A	B
level 1	22.31	22.98
level 2	23.04	22.46
level 3	21.54	21.45
Selisih	1.53	1.50
Peringkat	1	2

Kombinasi level optimum:
A₂ = Komposisi YSZ-Al₂O₃ 30%
B₁ = Sapuan 1x

Pengujian Kekuatan Lekat

Analisa Kuantitatif Metode Taguchi dengan Minitab

untuk menganalisa variabel mana yang berpengaruh signifikan terhadap respon



variabel jarak spray dan sapuan berpengaruh signifikan terhadap kekuatan lekat hasil uji pull off.

Analysis of Variance for SN ratios

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
komposisi	2	3.63116	3.63116	1.69545	1272.55	0.001
sapuan	2	3.39090	3.39090	1.81558	1362.72	0.011
Residual Error	4	0.00533	0.00533	0.00133		
Total	8	7.02739				

Ditentukan nilai α sebesar 10% (0.10).

Jadi jika $P < 0.1 \Rightarrow$ signifikan

$P > 0.1 \Rightarrow$ tidak signifikan

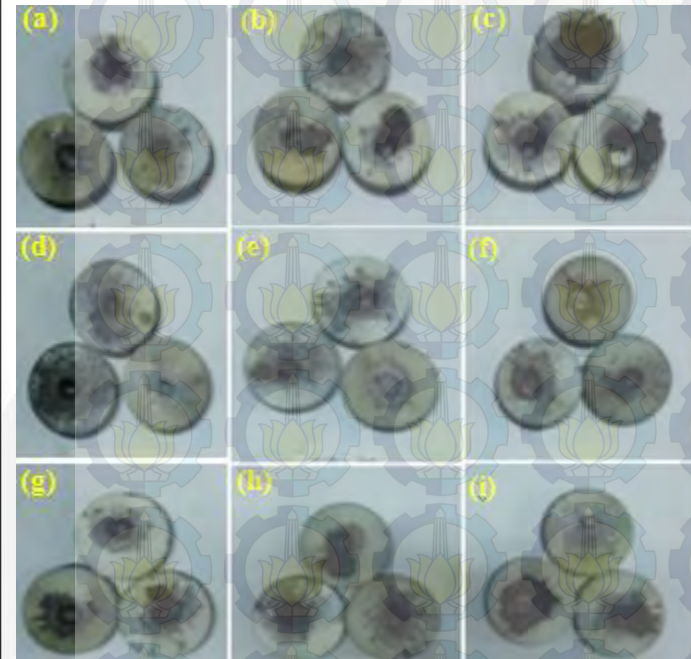
persen kontribusi masing masing variabel yang signifikan terhadap respon

$$\rho = \frac{SS^{\text{variabel}}}{SS^{\text{total}}} \times 100\%$$

variabel A (komposisi) memiliki porsi pengaruh sebesar 51.634% sedangkan porsi variabel B (sapuan) sebesar 48.215%.

Pengujian *Thermal Torch Oxyacetylene*

Analisa Kuantitatif Metode Taguchi



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

rasio S/N (*Signal to Noise*) untuk mencari variabel yang berpengaruh terhadap ketahanan termal dengan karakteristik kualitas semakin kecil selisih massa dan volume kerusakan, semakin baik. (smaller is better).

$$S/N = -10 \log \left(\sum \frac{Y^2}{n} \right)$$

Keterangan:

n = jumlah pengulangan dari suatu percobaan

Y = nilai volume kerusakan

Pendekatan Massa

	A	B
level 1	-4.531	-3.770
level 2	-3.181	-4.359
level 3	-4.982	-4.565
Selisih	1.801	0.795
Peringkat	1	2

Pendekatan Volume

	A	B
level 1	16.61	19.99
level 2	20.54	18.03
level 3	15.52	14.65
Selisih	5.35	5.02
Peringkat	2	1

Kombinasi Level Optimum

Pada pendekatan massa:

A_2 = Komposisi YSZ- Al_2O_3 30%

B_1 = Sapan 1x

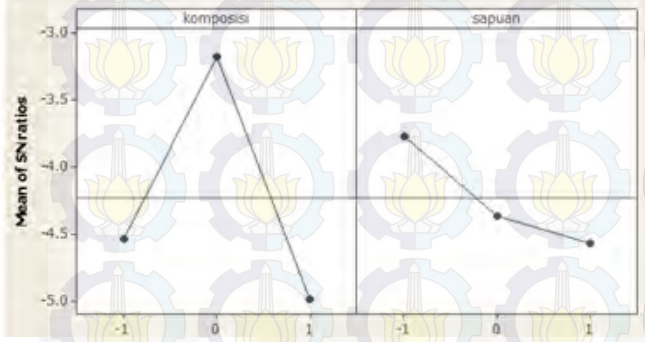
Pada pendekatan volume:

A_2 = Komposisi YSZ- Al_2O_3 30%

B_1 = Sapan 1x

Pengujian Thermal Torch Oxyacetylene

Pendekatan Massa



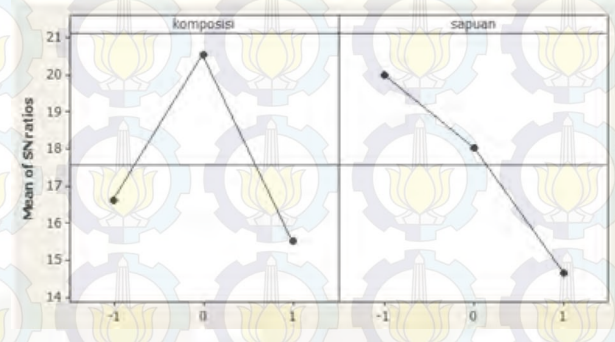
Analysis of Variance for SN ratios

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
komposisi	2	5.2701	5.2701	2.63506	71.82	0.001
sapan	2	1.0208	1.0208	0.51040	13.91	0.016
Residual Error	4	0.1468	0.1468	0.03669		
Total	8	6.4377				

Persen kontribusi

komposisi = 80.72%
sapan = 14.72%

Pendekatan Volume



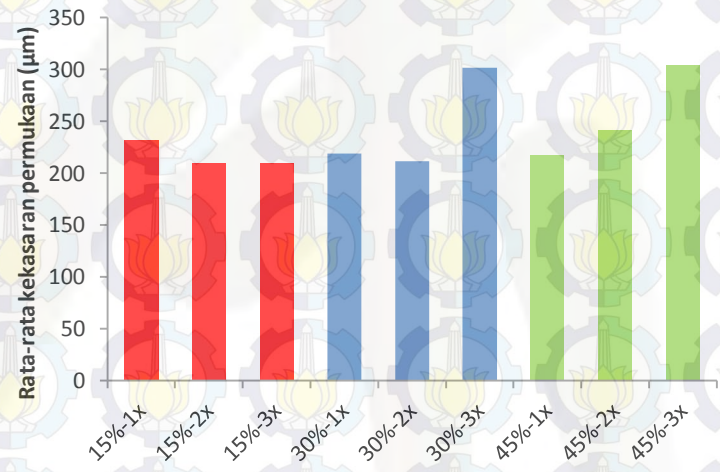
Analysis of Variance for SN ratios

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
komposisi	2	41.866	41.866	20.9329	73.08	0.001
sapan	2	43.897	43.897	21.9484	76.62	0.001
Residual Error	4	1.146	1.146	0.2864		
Total	8	86.908				

Persen kontribusi

komposisi = 47.51%
sapan = 49.58%

Pengujian Kekasaran Permukaan

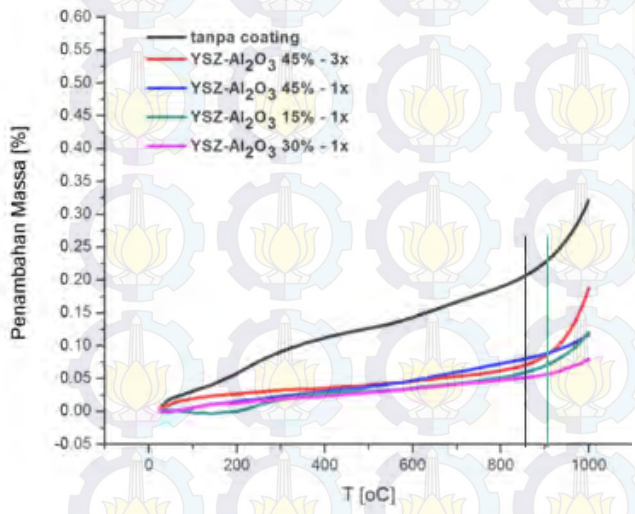


Rata-rata Persentase Porositas dari Tiap level

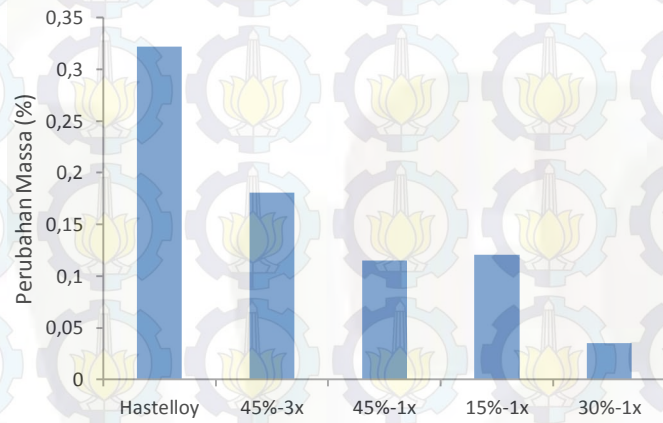
Komposisi		Sapuan	
Level	Porositas (%)	Level	Porositas (%)
15%	40	1x	42.67
30%	38.67	2x	36
45%	42.67	3x	42.67

Grafik Kekasaran Permukaan Hasil Coating

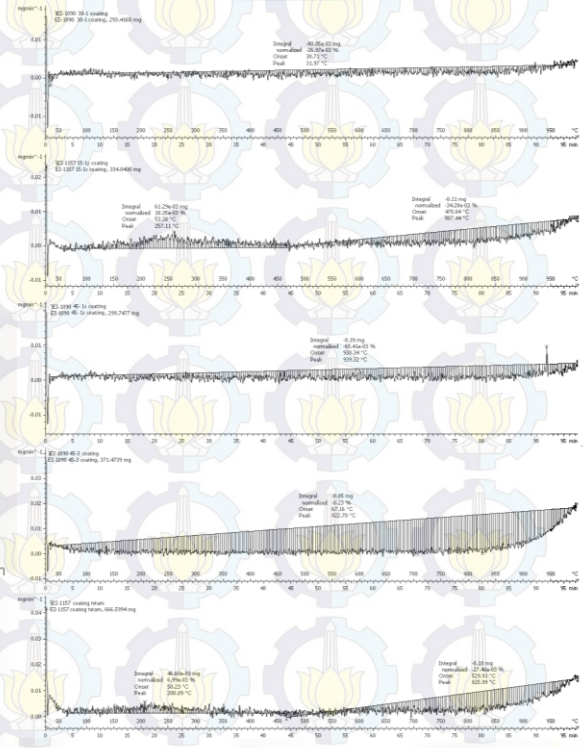
Hasil Pengujian TGA (Thermogravimetri)



Grafik Penambahan Massa terhadap Temperatur



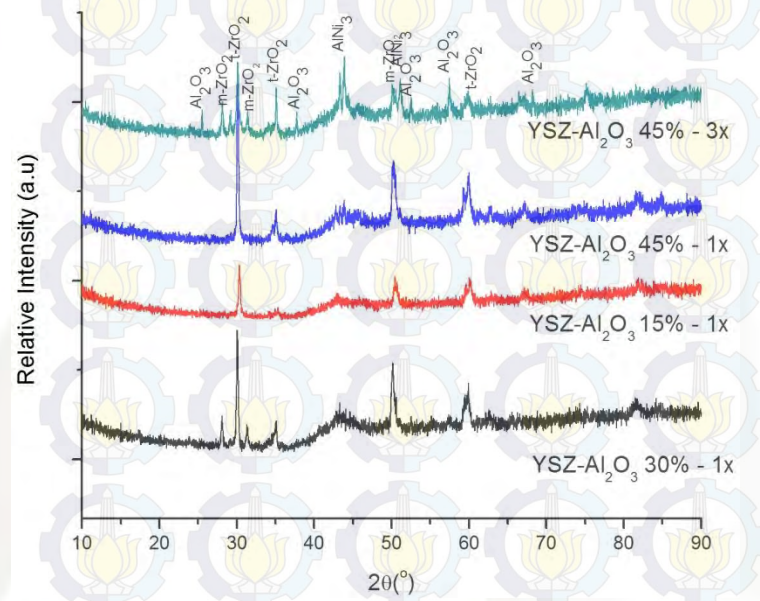
Grafik Perbandingan Gradien Perubahan Massa



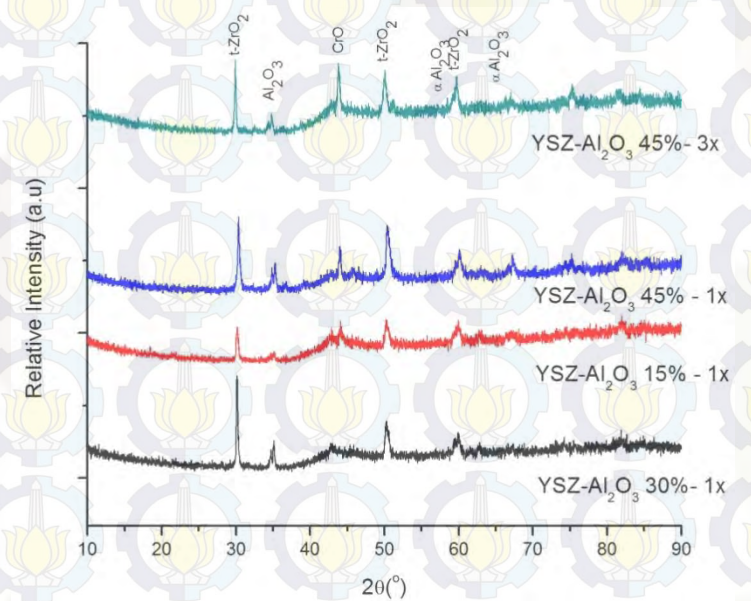
Grafik Analisa 1st Derivative TGA Pada Tiap spesimen

Hasil Pengujian XRD

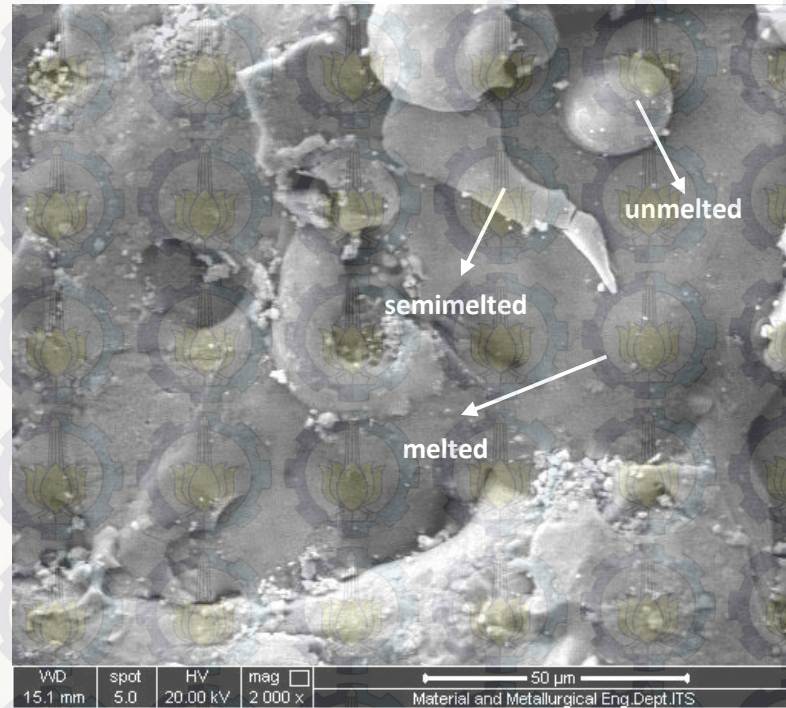
Sebelum Uji Termal



Setelah Uji Termal



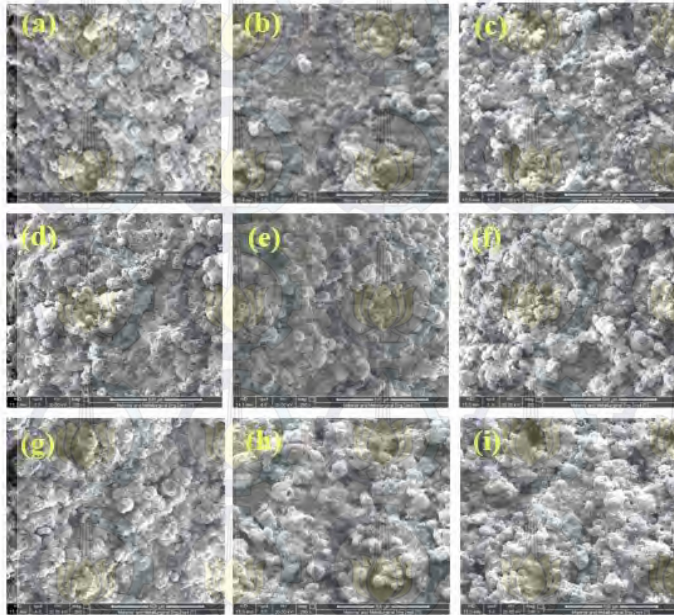
Hasil Pengujian SEM



Hasil Pengujian SEM Permukaan *Coating* pada Perbesaran 2000x

Hasil Pengujian SEM

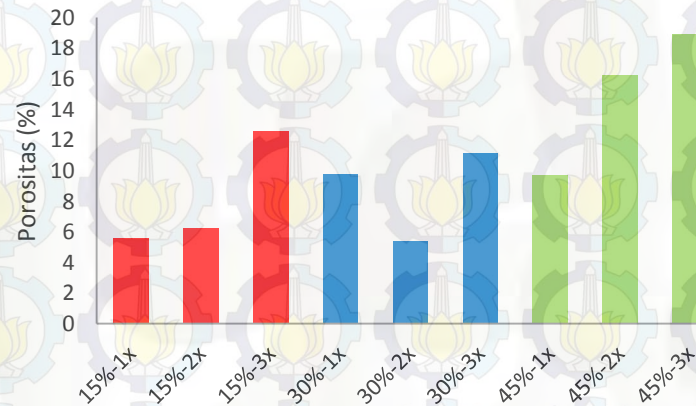
Hasil Pengujian SEM Sebelum Uji Termal



Hasil Pengujian SEM Permukaan *Coating* Pada Perbesaran 250x

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

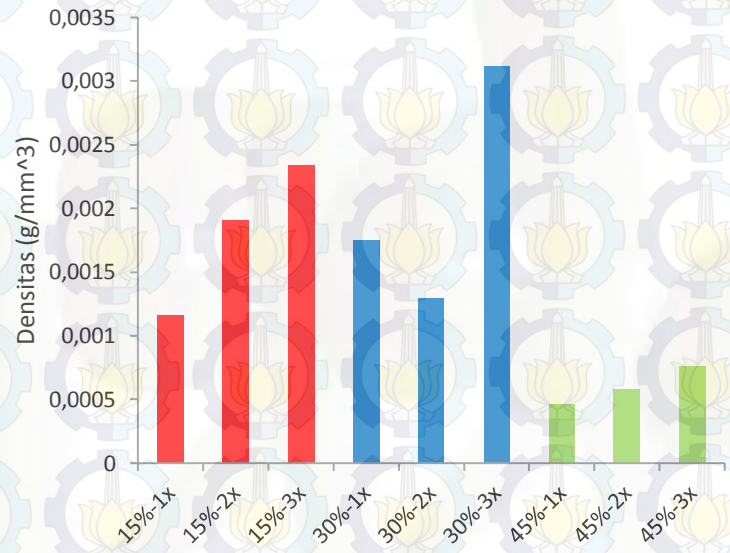
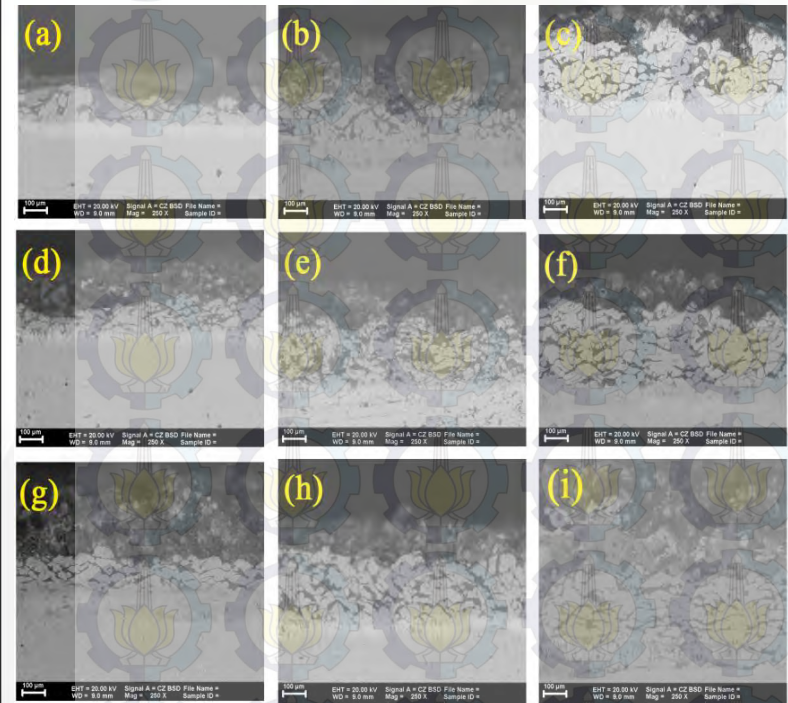
Luasan porositas permukaan



Grafik Persentase Luasan Porositas Pada Permukaan Hasil *Coating*

Hasil Pengujian SEM

Densitas coating



Grafik Perbandingan Kepadatan Hasil Coating tiap Sampel

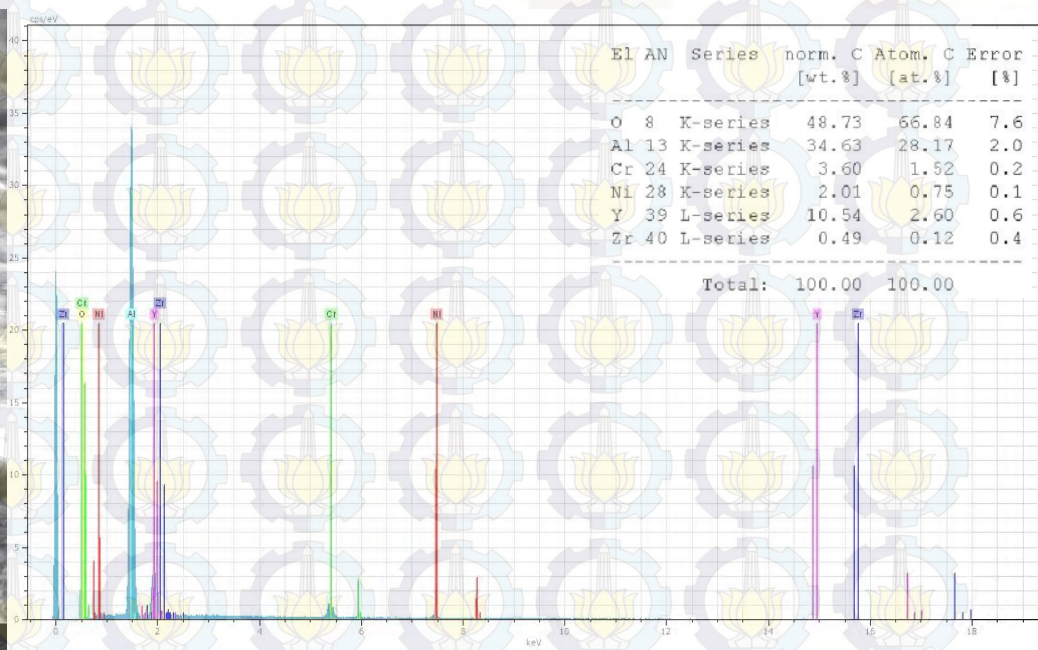
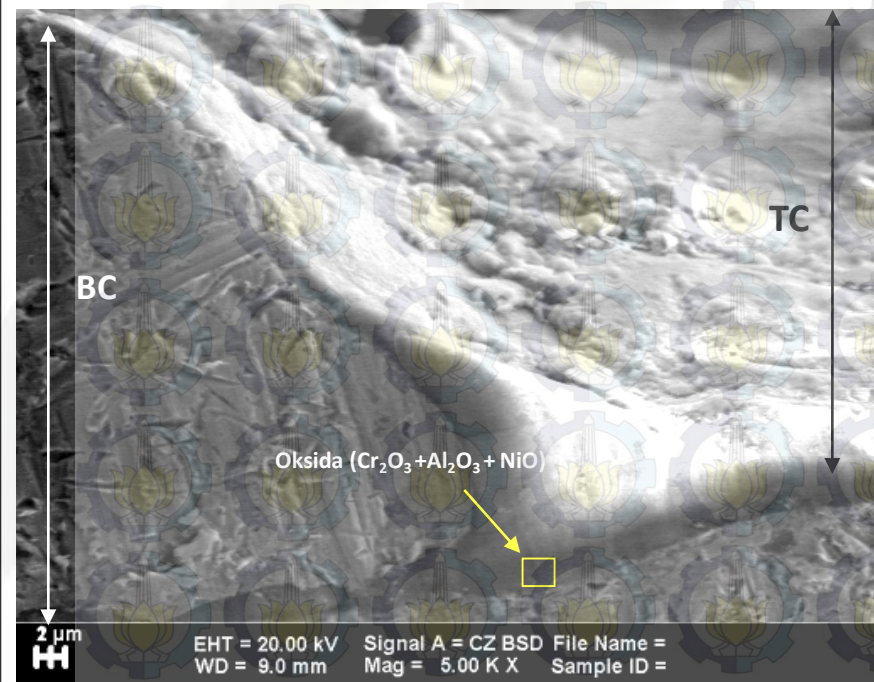
Hasil Pengujian SEM Penampang Pada Perbesaran 250x

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

Hasil Pengujian SEM (Sebelum Uji Termal)

YSZ-Al₂O₃ 30% - 1x

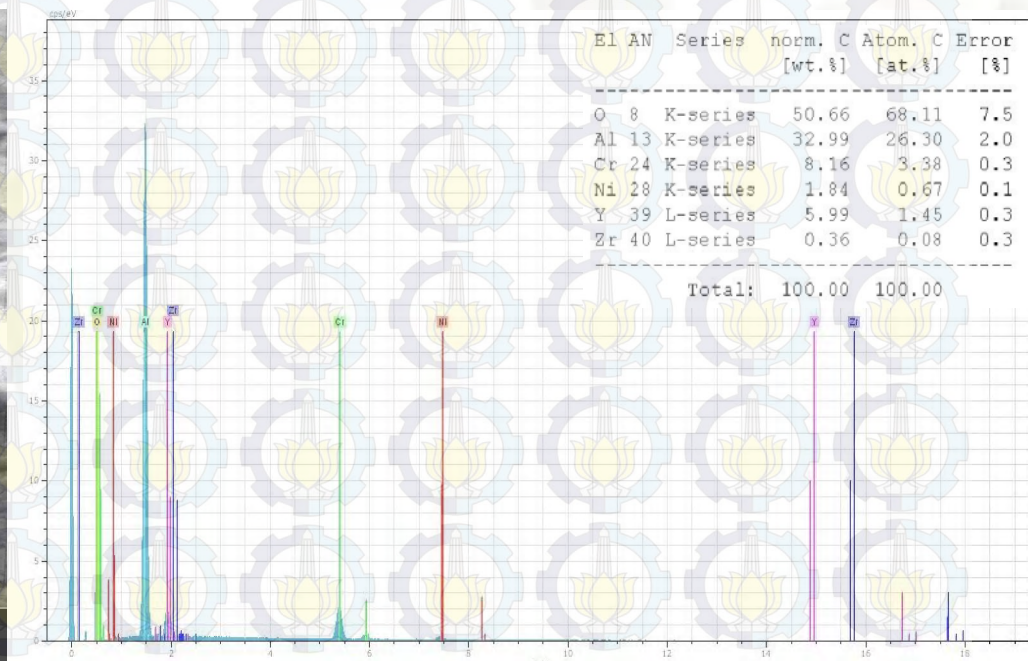
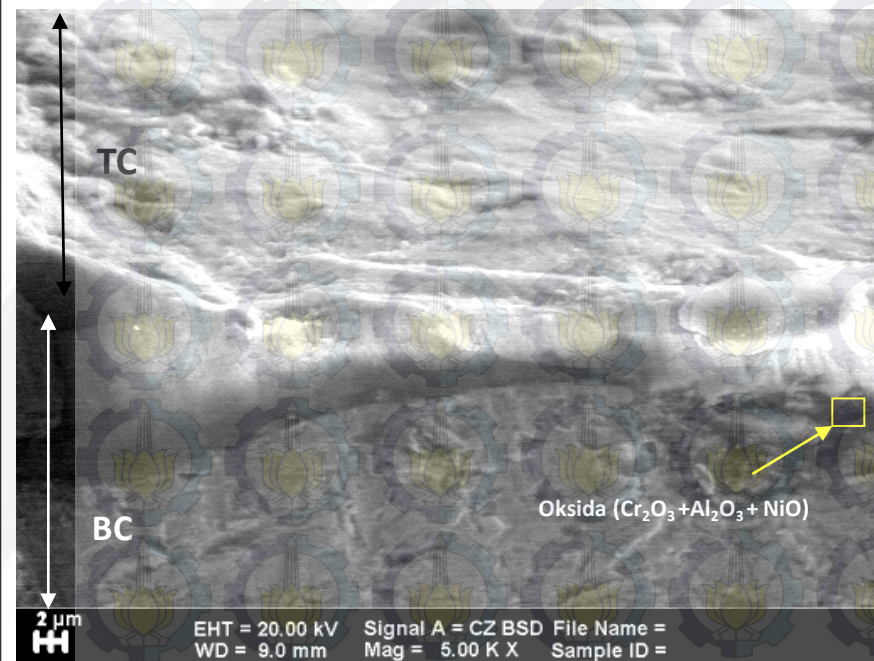
Tebal daerah TGO = 1.848 μm.



Hasil Pengujian SEM

YSZ-Al₂O₃ 15% - 1x

Tebal daerah TGO = 2.1802 μm.

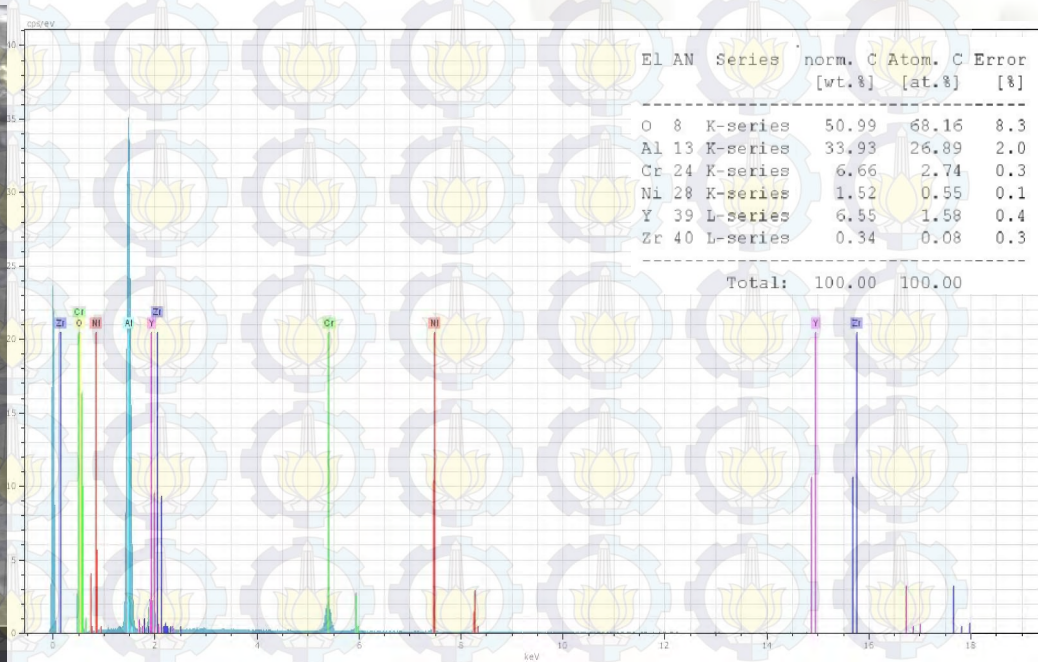
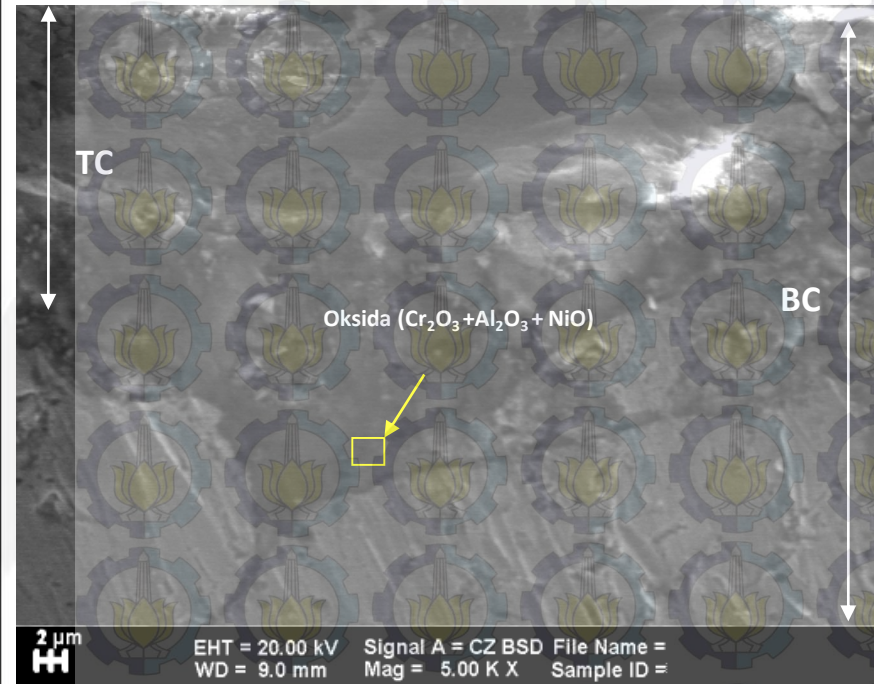


EHT = 20.00 kV Signal A = CZ BSD File Name =
 WD = 9.0 mm Mag = 5.00 K X Sample ID =

Hasil Pengujian SEM

YSZ-Al₂O₃ 45% - 1x

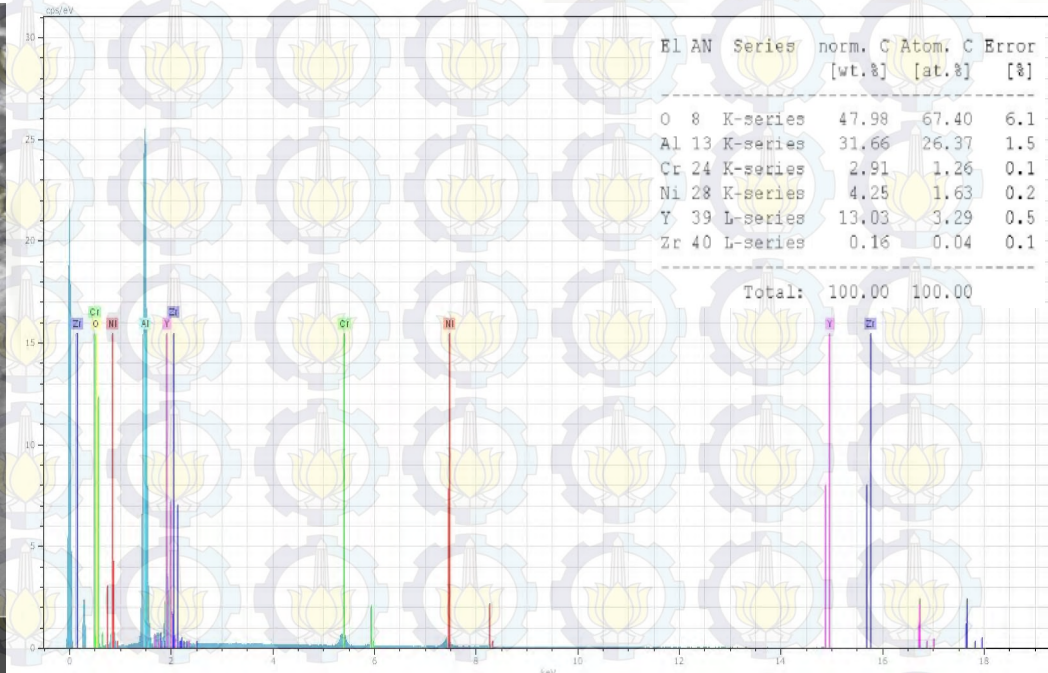
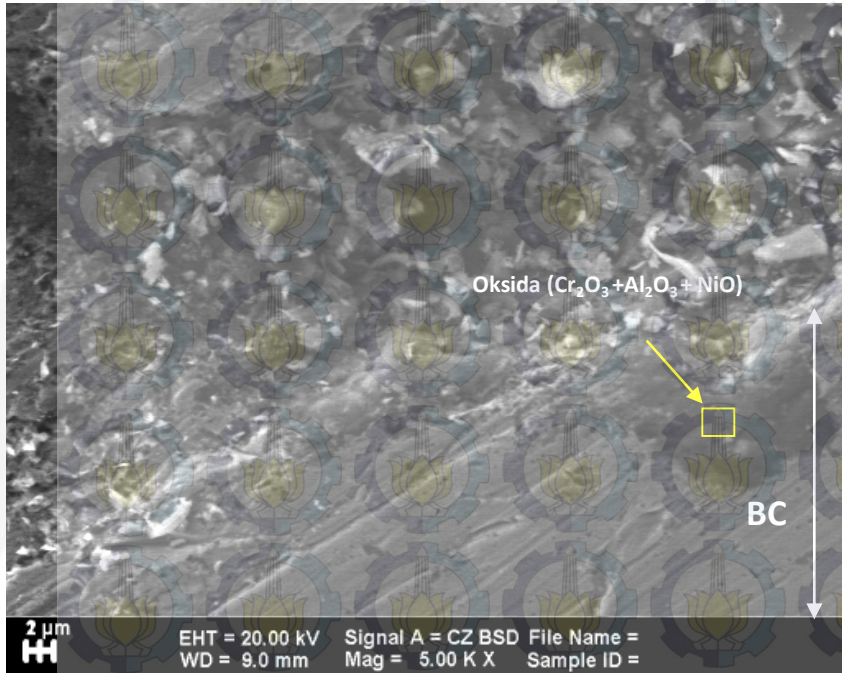
Tebal daerah TGO = 4.152 μ m.



Hasil Pengujian SEM

YSZ-Al₂O₃ 45% - 3x

Tebal daerah TGO = 6.092 μm.

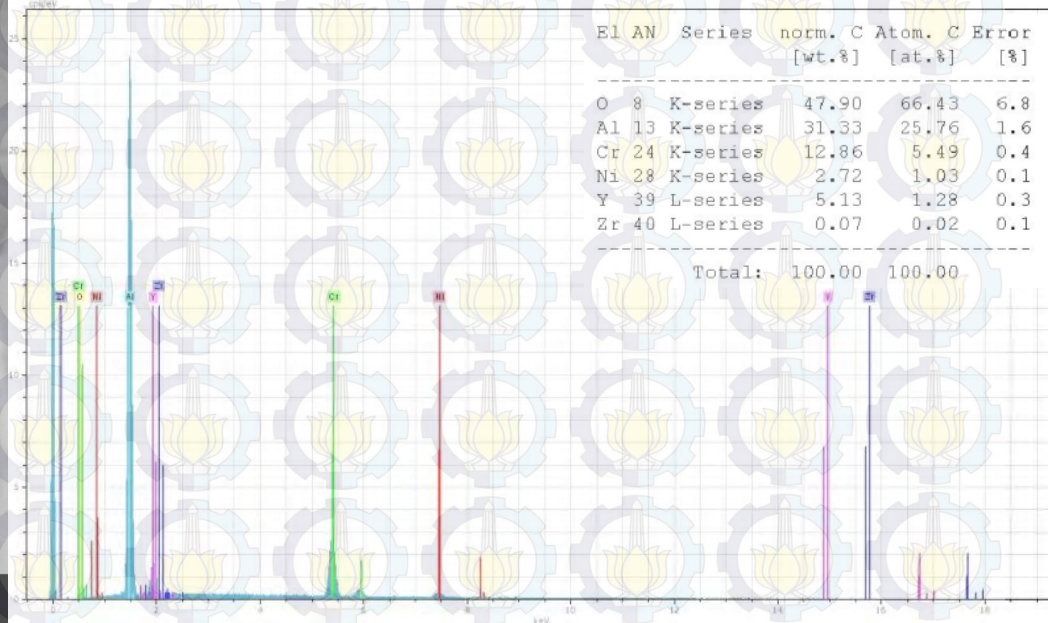
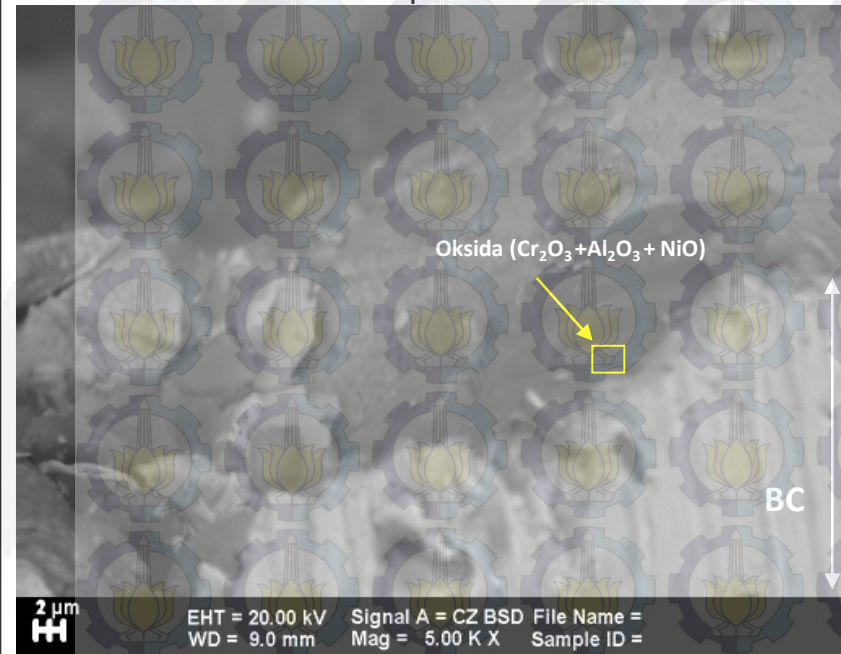


Hasil Pengujian SEM (Sesudah Uji Termal)

YSZ-Al₂O₃ 30% - 1x

Tebal daerah TGO = 6.762 μm

Retak rata-rata = 0.4425 μm

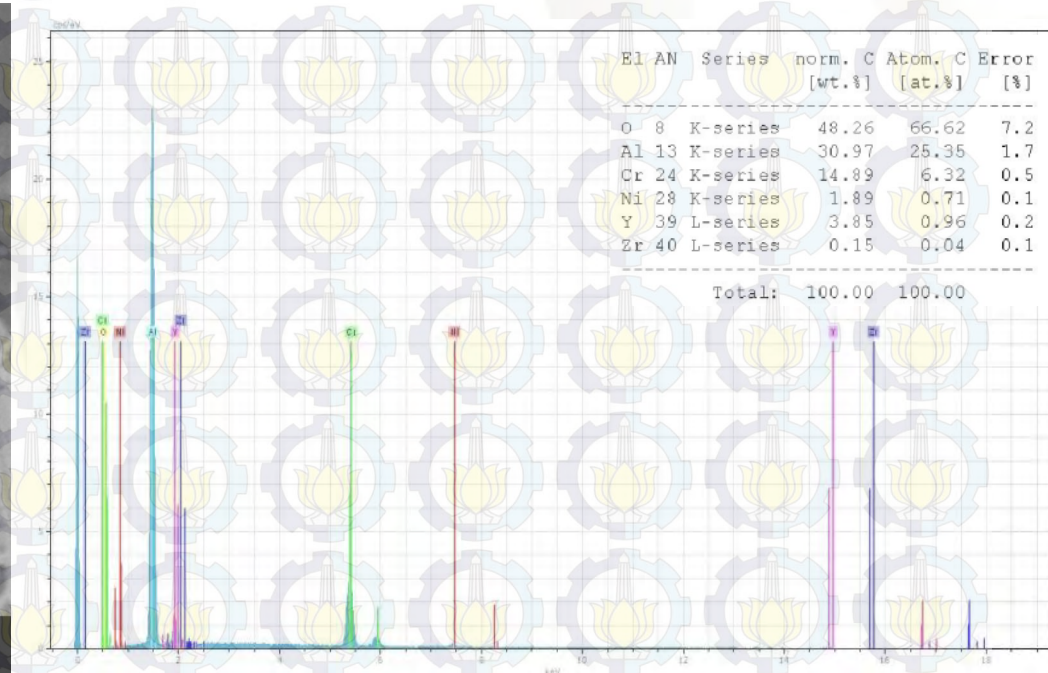
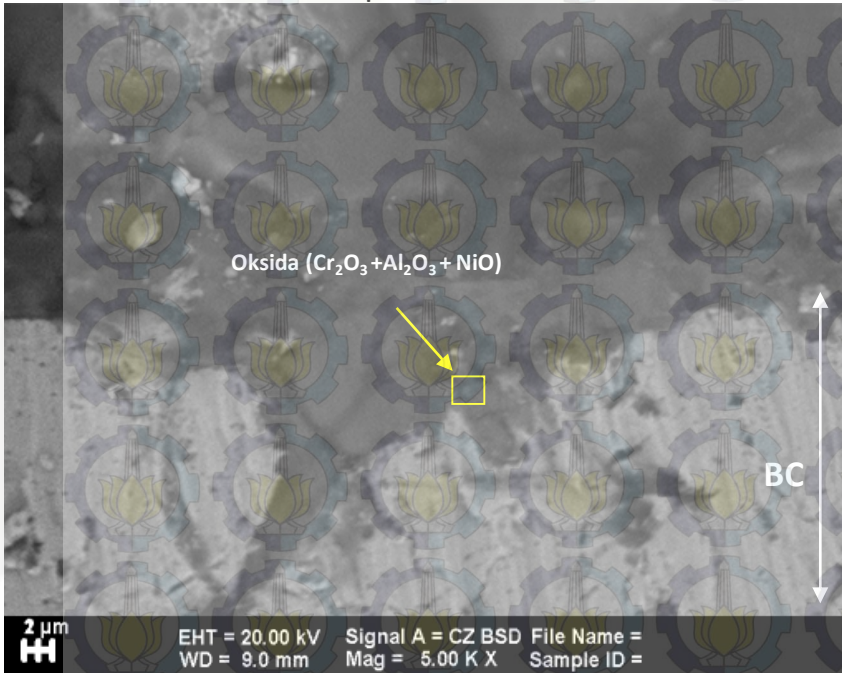


Hasil Pengujian SEM

YSZ-Al₂O₃ 15% - 1x

Tebal daerah TGO = 6.83 μm

Retak rata-rata = 0.886 μm

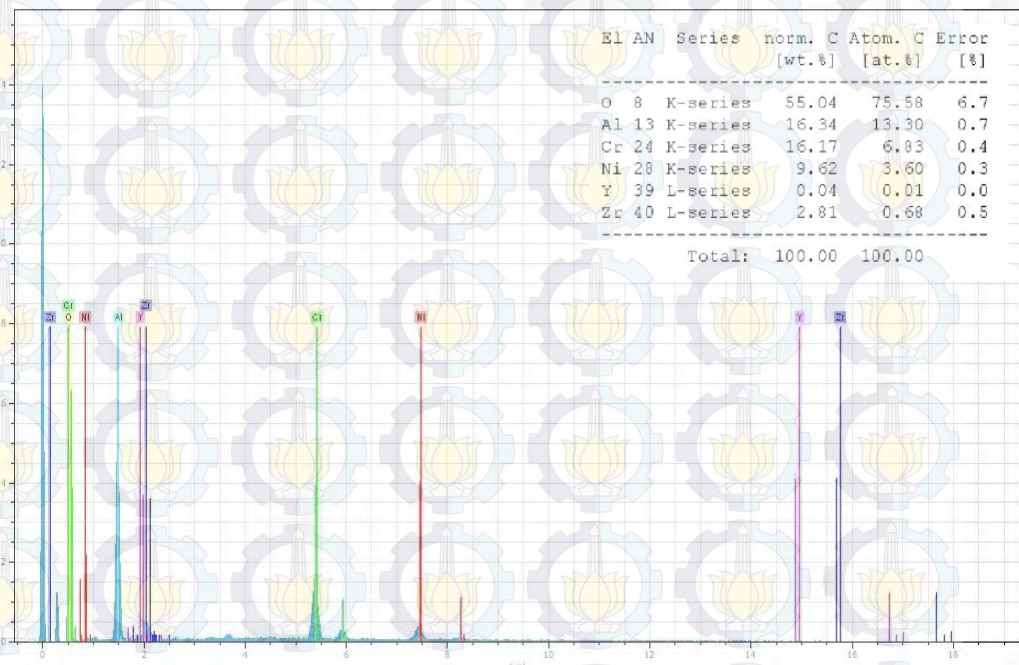
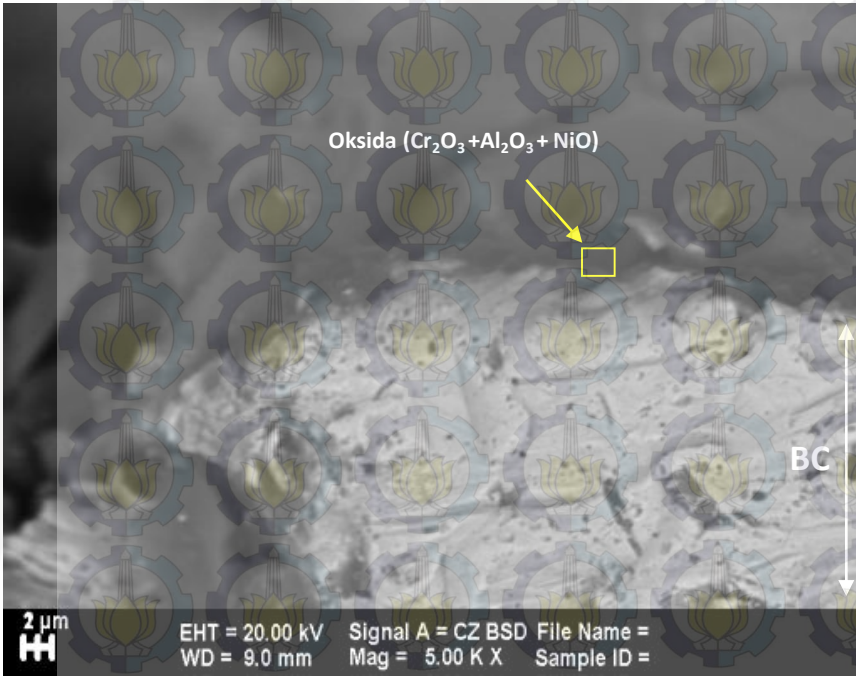


Hasil Pengujian SEM

YSZ-Al₂O₃ 45% - 1x

Tebal daerah TGO = 7.588μm.

Retak rata-rata = 0.955 μm



2 μm

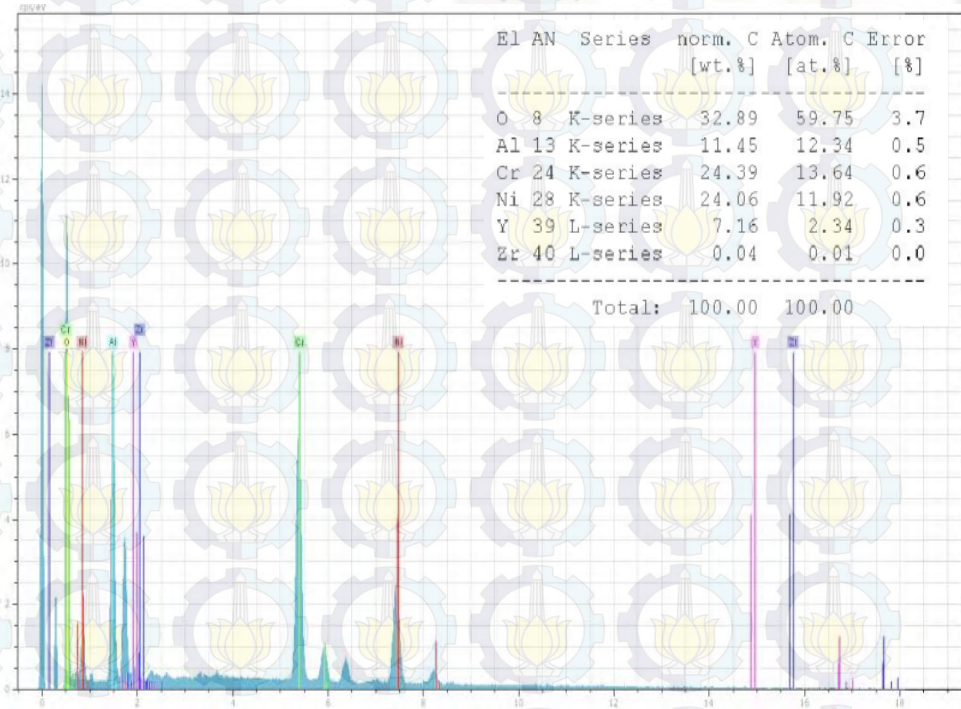
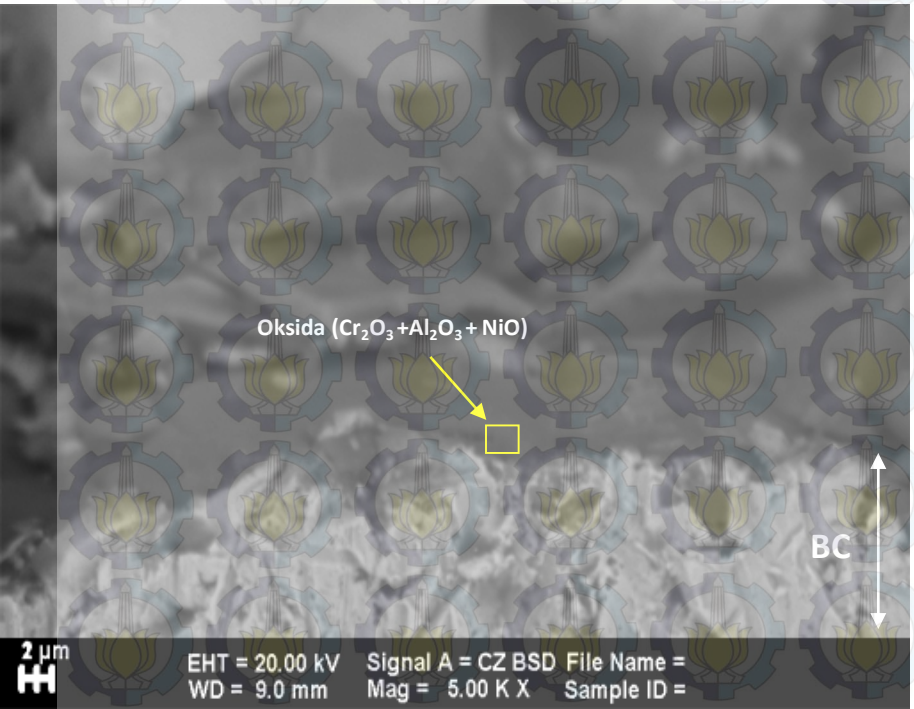
EHT = 20.00 kV Signal A = CZ BSD File Name =
 WD = 9.0 mm Mag = 5.00 K X Sample ID =

Hasil Pengujian SEM

YSZ-Al₂O₃ 45% - 3x

Tebal daerah TGO = 8.555 μm

Retak rata-rata = 1.072 μm



EHT = 20.00 kV Signal A = CZ BSD File Name =
 WD = 9.0 mm Mag = 5.00 K X Sample ID =

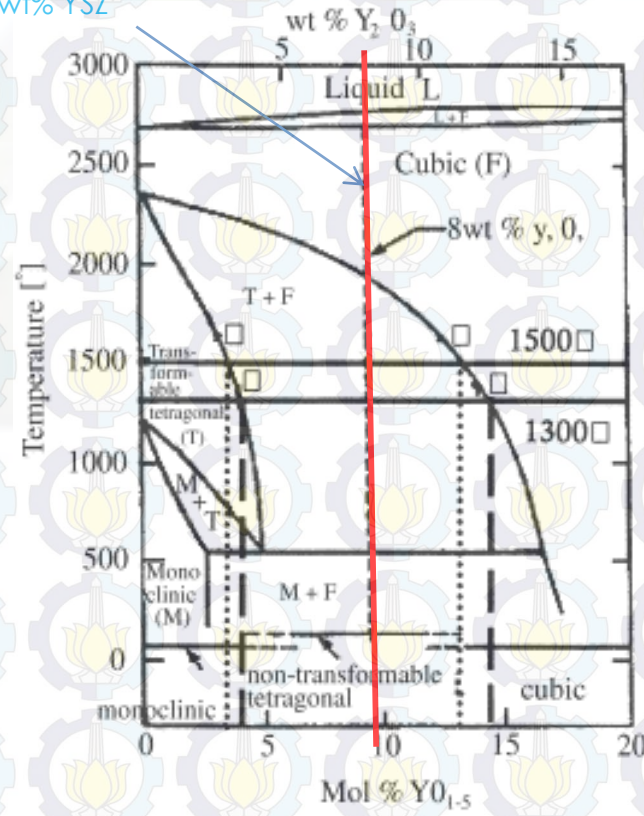
Nilai Perbandingan Lebar TGO dan Ukuran Retak Sebelum dan Sesudah Uji Termal

Sampel	Sebelum Uji Termal		Sesudah Uji Termal	
	TGO (μm)	Crack (μm)	TGO (μm)	Crack (μm)
YSZ-Al ₂ O ₃ 30% - 1x	1.8478	-	6.762	0.4425
YSZ-Al ₂ O ₃ 15% - 1x	2.1082	-	6.83	0.886
YSZ-Al ₂ O ₃ 45% - 1x	4.4584	-	7.588	0.955
YSZ-Al ₂ O ₃ 45% - 3x	6.0918	-	8.555	1.072

TERIMA KASIH

Yttria Stabilized Zirconia (YSZ)

7-8 wt% YSZ



ZrO₂

Melt (2690° C)

Cubic (2370° C)

Tetragonal (1173° C)

Monoclinic (500° C)

7-8wt% YSZ

Melt (2700° C)

Cubic (2000° C)

Tetragonal + Cubic (1173° C)

Monoclinic + Cubic (500° C)

