

## PELAPISAN NOSEL ROKET DENGAN BORON KARBIDA

**Sugondo\*, Ratih Langenati\*, Futichah\*, Mujtahid\*\***

\* Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN  
Kawasan PUSPIPTEK Serpong, Tangerang Selatan 15314, Banten  
*e-mail:* sugondo@batan.go.id

\*\* Lembaga Penerbangan Dan Antariksa Nasional  
Jl. Pemuda Persil No. 1, Jakarta 13220  
(Diterima 11-3-2010, disetujui 29-4-2010)

### ABSTRAK

**PELAPISAN NOSEL ROKET DENGAN BORON KARBIDA.** Telah dilakukan kegiatan penelitian boron karbida untuk pelapisan nosel roket, dengan sasaran berupa pembuatan nosel roket dengan teknik pelapisan boron atau boronisasi. Metode pelapisan yang digunakan adalah metode *powder packed* dengan parameter proses yaitu suhu 1000 °C dan waktu pelapisan 6, 8, dan 12 jam. Selanjutnya pada hasil pelapisan dilakukan pemeriksaan morfologi lapisan menggunakan mikroskop optik dan SEM untuk memperoleh data mikrostruktur, tebal dan penetrasi boron ke dalam bahan yang dilapis. Lalu dilakukan uji mekanik yaitu uji kekerasan menggunakan metode Vickers. Untuk mengetahui ketahanan panas dilakukan uji menggunakan metode simulasi beban panas yang diterima nosel melalui uji semburan api. Hasil dari kegiatan pelapisan pada suhu 1000 °C dengan waktu pemanasan 6, 8 dan 12 jam telah diperoleh. Hasil pengamatan mikrostruktur tersebut menunjukkan bahwa kenaikan suhu pemanasan menyebabkan kenaikan tebal lapisan secara signifikan baik untuk ST37 maupun S45C. Kenaikan tebal lapisan juga sebanding dengan peningkatan waktu pemanasan pada suhu yang sama. Sedangkan kekerasan meningkat secara signifikan pada bahan yang terboronisasi dibandingkan dengan bahan awal. Uji panas terhadap sampel ST37 yang diboronisasi pada suhu 1000 °C dengan waktu pemanasan 8 jam menunjukkan ketahanan terhadap uji panas sampai dengan 30 menit.

**KATA KUNCI:** boronisasi, baja ST37, baja S45C, nosel roket, baja karbon rendah, *powder packed*, uji panas

### ABSTRACT

**COATING ROCKET NOZZLE WITH BORON CARBIDE.** Research has been conducted to investigate the use of boron carbide for coating rocket nozzle, with the objective to prepare rocket nozzle using boron coating technique or boronization. The coating method employed was the powder packing method with two process parameters, which were a temperature of 1000 °C and coating time of 6, 8 and 12 hours. Observation of the coating morphology was subsequently performed using optical microscope and SEM to obtain data of the microstructure, thickness and penetration of boron into the coated materials.

*Afterward mechanical testing was carried out, which was hardness testing using Vickers method. To determine the heat resistance, testing was performed through method of simulating heat load received by the nozzle by means of flame spray test. Results for coating at a temperature of 1000 °C with heating time of 6, 8 and 12 h have been obtained. Observation of the microstructures indicated that the increase of heating time resulted in a significant increase of the coating thickness for both ST37 and S45C. The increase of coating thickness was proportional to the increase of heating time at the given temperature. Meanwhile, hardness of the boronized materials increased significantly compared to the initial materials. Heating test on sample ST37 that had undergone boronization at 1000 °C for 8 h showed that the resistance toward heating test lasted for 30 min.*

*FREE TERMS: boronization, steel ST37, steel S45C, rocket nozzle, low carbon steel, powder packed, heating test*

## I. PENDAHULUAN

Bahan boron digunakan dalam industri nuklir. Boron dipadu pada batang kendali neutron di reaktor nuklir, dilarutkan dalam air pendingin reaktor daya untuk mengatur distribusi neutron, dan ditambahkan pada pelet ujung elemen bakar nuklir untuk menghindari *spiking* neutron<sup>[1,2]</sup>. Kelongsong elemen bakar nuklir model reaktor tertentu juga dilapis boron. Boron juga digunakan dalam industri selain industri nuklir dengan tujuan untuk meningkatkan kualitas baja, antara lain sifat mekanik dan ketahanan korosi. Sebagai *spin off* penelitian di bidang nuklir, boron digunakan untuk pelapisan baja tipe ST37 dan S45C.

Keikutsertaan PTBN dalam litbang ini didasari atas pengalaman dalam penelitian teknologi pelapisan serta kepentingannya dalam penguasaan teknologi itu untuk melaksanakan tugas pokoknya sebagai Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir. Pelapisan boron karbida merupakan salah satu teknologi yang digunakan untuk memperbaiki kinerja bahan bakar nuklir yang dapat diaplikasikan pada permukaan pelet UO<sub>2</sub> maupun pada bahan struktur (seperti kelongsong, *grid*, atau tutup elemen bakar) yang berfungsi sebagai racun dapat bakar (*burnable poison*).

Salah satu sifat fungsional dari hasil studi tersebut adalah kekerasan bahan terlapis yang mengalami peningkatan dari 181 HV menjadi 1351 HV dengan metode *nano-powder packed* pada pelapisan baja jenis korten dengan boron. Selain itu telah dibuat prototip mata pahat dari bahan ST37, yang kekerasannya naik menjadi 1590 HV setelah dilapis boron. Sifat fungsional yang dipersyaratkan sudah tentu tidak hanya sifat mekanik saja namun juga ketahanan korosi, keausan serta dimensi dan komposisi lapisan yang masih

perlu untuk diungkap. Hal ini memerlukan pemahaman yang lebih mendalam tentang metode dan mekanisme pelapisan, untuk mencapai penguasaan teknologi pelapisan nano yang valid dan *reproducible*<sup>[3,4,5,6,7]</sup>.

Dari pengalaman tersebut serta melihat permasalahan di LAPAN pada bidang peroketan, maka dilakukan penelitian pelapisan nosel roket dengan boron karbida pada baja tipe ST37 dan S45C.

Nosel roket adalah bagian yang berfungsi sebagai pengatur aliran fluida keluar roket dan berperan penting dalam mengatur gaya dorong roket (*thrust*) serta besar tekanan dalam ruang bakar yang diharapkan. Oleh karena itu, dengan mengatur desain kontur dan diameter lingkaran *throat* nosel akan diperoleh berbagai besaran *thrust* maupun tekanan dalam ruang bakar. Berdasarkan informasi LAPAN, nosel roket yang dirancang LAPAN terdiri dari 2 lapis material, material luar adalah baja S45C dan material dalam adalah grafit yang berfungsi sebagai penahan panas dan tekanan agar material luar tidak terdeformasi. Kelemahan penggunaan grafit adalah berat karena ketebalan grafit diperlukan untuk dapat memenuhi persyaratan ketahanan panas dan tekanan. Hal tersebut menyebabkan roket menjadi berat sehingga kinerja terbang menurun dan mengganggu kestabilan terbang roket. Selain itu diketahui pula adanya kendala dalam pengadaan grafit tersebut karena grafit termasuk salah satu bahan strategis.

Diketahui ada 3 cara pembuatan nosel roket tersebut yaitu *machining* (permesinan), *casting* (cetak) dan pelapisan. Cara *machining* memerlukan material yang sesuai dengan karakteristik yang dipersyaratkan di atas dalam bentuk *bulk* kemudian dibentuk dengan cara *machining* sesuai dengan dimensi desain. Demikian pula cara *casting* memerlukan material yang mempunyai karakteristik seperti yang dipersyaratkan di atas dan dicetak sesuai dengan dimensi desain. Sementara itu, cara pelapisan adalah melapisi material induk dengan material pelapis yang mempunyai karakteristik seperti yang dipersyaratkan. Fabrikasi nosel roket yang dirancang oleh LAPAN adalah dengan cara *inserting* baja S45C dengan grafit yang dibentuk secara *machining*.

Oleh karena itu, untuk mengatasi kendala tersebut serta dalam rangka peningkatan kinerja roket dan penyederhanaan proses, maka pelapisan dengan boron karbida dapat dilakukan. Hal ini karena selain mempunyai kekerasan yang tinggi diketahui pula bahwa bahan boron karbida mempunyai sifat stabil pada suhu tinggi (titik leleh sekitar 2500 °C), tekanan tinggi (~17 – 20 GPa) dan tahan aus<sup>[8,9]</sup>. Karakteristik tersebut sesuai dengan yang dipersyaratkan oleh LAPAN bahwa bagian nosel roket ketika digunakan mampu menerima

beban termal pada kisaran suhu sekitar 2000 °C dan tekanan sekitar 0,70 – 10 MPa. Pelapisan dengan boron karbida dapat menjadi cara alternatif pengganti grafit sehingga menghasilkan proses fabrikasi nosel yang lebih baik.

Dengan kata lain, selain sebagai bahan pelapis, boron karbida juga diharapkan dapat meringankan berat nosel dan roket secara keseluruhan. Penurunan berat roket secara keseluruhan akan menggeser titik berat roket (*center of gravity*, COG) ke arah ujung depan roket dan akan meningkatkan *mass ratio rocket (MRR)*, yaitu rasio berat propelan terhadap berat total roket. Pergeseran titik COG ke ujung depan roket dan kenaikan MRR mengakibatkan peningkatan kinerja terbang roket atau jarak jangkauan roket menjadi lebih jauh.

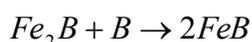
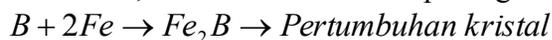
Adapun teknik pelapisan yang dilakukan adalah teknik pelapisan *powder packed*. Secara garis besar pengerjaan yang dilakukan pada teknik ini meliputi pemasukan bahan yang akan dilapis ke dalam serbuk *boronizing agent* (bahan yang mengandung boron karbida) di dalam suatu wadah, pemanasan dalam tungku pada suhu dan dalam selang waktu tertentu, lalu pendinginan dan *finishing*. Proses yang terjadi pada saat pemanasan adalah difusi boron dari serbuk pelapis ke dalam bahan yang dilapis diikuti pembentukan borida.

Terdapat tiga fenomena utama dalam proses boronisasi<sup>[5]</sup>, yaitu pertama pembentukan senyawa Fe<sub>2</sub>B dan pertumbuhan kristal yang dapat menutupi permukaan matriks, kedua pertumbuhan kristal ke dalam matriks, dan ketiga pertumbuhan kristal pada orientasi tertentu. Ketiga fenomena tersebut berpeluang terjadi tergantung pada konsentrasi dan tingkat energi potensial dari boron disamping temperatur dan waktu pemanasan. Selain ketiga fenomena itu, fenomena pembentukan FeB juga berpeluang terjadi, antara lain:

- bila keaktifan boron sangat tinggi yang disebabkan oleh komposisi boron terlalu berlebihan dibandingkan dengan komposisi aktivator
- ukuran serbuk sangat halus (seperti ukuran nano)
- temperatur yang sangat tinggi
- adanya unsur-unsur tertentu dalam paduan substrat yang memicu pembentukan FeB.

Selain itu, jenis aktivator yang digunakan juga mempengaruhi keaktifan boron<sup>[5]</sup>. Lapisan FeB yang terbentuk tidak diinginkan meskipun mempunyai kekerasan sedikit lebih tinggi dibandingkan dengan Fe<sub>2</sub>B, akan tetapi FeB lebih rapuh.

Secara simbol, fenomena tersebut dapat digambarkan sebagai berikut:



Secara keseluruhan dan dengan asumsi reaksi orde 1, persamaan laju pelapisan dapat dinyatakan sebagai

$$r_{\text{pelapisan}} \approx kC_B \quad (1)$$

dimana  $r_{\text{pelapisan}}$  = laju pelapisan (cm det<sup>-1</sup>)  
 $C_B$  = konsentrasi boron (g mol mL<sup>-1</sup>)  
 $k$  = konstanta laju pelapisan (g<sup>-1</sup> mol<sup>-1</sup> mL cm det<sup>-1</sup>).

Nilai  $k$  akan tergantung pada proses yang mengendalikannya atau proses yang paling lambat. Berdasarkan Arrhenius, nilai  $k$  akan tergantung pada temperatur dan energi aktivasinya. Berdasarkan energi aktivasi Arrhenius dapat diperoleh rumus:

$$\ln(h) = \ln(h_0) - Q/(RT) \quad (2)$$

dimana  $h$  = tebal lapisan (cm)  
 $h_0$  = faktor bahan (cm)  
 $Q$  = energi aktivasi (J mol<sup>-1</sup>)  
 $R$  = konstanta gas ( J mol<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>)  
 $T$  = temperatur mutlak atau absolut (K).

Untuk suatu proses difusi dari suatu bahan yang mempunyai konsentrasi di permukaan konstan dan berdifusi ke dalam suatu sistem heterogen, maka *interface* (jarak kedua fase tersebut) mengikuti korelasi akar waktu. Sehingga diperoleh konsentrasi rerata dalam sistem heterogen sebagai berikut<sup>[10]</sup>:

$$\bar{C} = k D^{1/2} t^{1/2}/h \quad (3)$$

dimana  $\bar{C}$  = konsentrasi rerata dalam (g mol mL<sup>-1</sup>)  
 $k$  = konstanta keseimbangan numerik (g mol mL<sup>-1</sup> cm<sup>-2</sup>)  
 $D$  = konstanta difusi (cm<sup>2</sup> det<sup>-1</sup>)  
 $t$  = waktu (det)  
 $h$  = tebal bahan (cm).

Berdasarkan hukum Ficks migrasi atom tergantung jarak tempuh ( $x$ ) dan sama dengan difusi ( $D$ ) dalam waktu tertentu ( $t$ ), yang dapat dituliskan dengan rumus sebagai berikut<sup>[11]</sup>:

$$x = (D t)^{1/2} \quad (4)$$

Dari persamaan (4) ini, nilai D dapat dihitung secara empiris pada temperatur 950 °C dengan waktu 9 jam.

$$\begin{aligned} D^{1/2} &= x/(t^{1/2}) \\ &= 0,02 \text{ cm} / ((9 \times 60 \times 60 \text{ det})^{1/2}) \\ &= 1,234 57 \text{ E-6} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} D &= (1,234 57 \text{ E-6})^2 \\ &= 1,524 16 \text{ E-12 cm}^2 \text{ det}^{-1} \end{aligned}$$

Diperoleh konstanta difusi boron ke dalam besi fase- $\gamma$  adalah  $1,524 16 \text{ E-12 cm}^2 \text{ det}^{-1}$ . Dari persamaan (3) dapat diketahui bahwa peningkatan energi aktivasi melalui aktivator berguna dalam membentuk reaksi hibridasi atom besi dengan atom boron.

Dari penjelasan fenomena yang mungkin terjadi dalam proses boronisasi, temperatur dan waktu dapat mendorong peluang itu sehingga hasil yang diperoleh dapat berbentuk lapisan heterogen maupun homogen dari  $\text{Fe}_2\text{B}$  dan  $\text{FeB}$  serta larutan padat B dalam Fe. Sedangkan yang diharapkan adalah fase yang homogen, karena adanya fase-fase yang berbeda mengakibatkan peluang terjadinya korosi<sup>[6,7]</sup>. Pembentukan lapisan  $\text{Fe}_2\text{B}$  dengan orientasi kristal tertentu sangat diinginkan karena mempunyai sifat anti korosi dan oksidasi.

Penetrasi boron ke dalam bahan yang dilapis dan homogenitas lapisan dipengaruhi pula oleh unsur-unsur yang ada dalam bahan yang dilapis, selain parameter suhu dan waktu. Oleh karena itu, perlu dicari parameter proses pelapisan boron karbida yang optimum agar diperoleh unjuk kerja nosel sesuai dengan persyaratan yang ditetapkan oleh LAPAN.

Dari penelitian yang lalu diketahui bahwa karakteristik hasil boronisasi dipengaruhi antara lain oleh komposisi bahan yang dilapis, waktu, suhu dan komposisi *boronizing agent* <sup>[2,5,7,8,9,12]</sup>. Komposisi bahan yang dilapis mempengaruhi difusi boron ke dalam bahan yang dilapis. Hal ini ditunjukkan oleh Saduman Sel, et al. yang dalam penelitiannya menggunakan baja AISI 5140, AISI 4340 dan AISI D2, yang hasilnya ditunjukkan pada Tabel 1. Perbedaan yang ditunjukkan pada tabel tersebut disebabkan karena adanya perbedaan komposisi unsur dalam bahan yang dilapis. Kekerasan bahan akan cenderung meningkat bila kandungan kromium dalam bahan yang dilapis meningkat jumlahnya. Hal ini diduga akibat adanya unsur kromium dalam bahan yang dilapis yang menghasilkan fase  $\text{CrB}$  atau  $\text{Cr}_2\text{B}$  selain fase  $\text{Fe}_2\text{B}$  dan  $\text{FeB}$ . Sedangkan adanya peningkatan unsur nikel menunjukkan peningkatan

kekerasan, meski bila unsur nikel terlalu besar kekerasan akan turun. Demikian pula dengan unsur karbon, kekerasan naik sejalan dengan naiknya jumlah unsur karbon.

Ditinjau dari energi aktivasi, adanya peningkatan unsur kromium mengakibatkan peningkatan energi aktivasi, akan tetapi bila unsur kromium terlalu besar energinya akan turun. Sedangkan peningkatan kadar karbon akan menurunkan energi aktivasi. Peningkatan kadar nikel menyebabkan energi aktivasi cenderung meningkat. Tabel tersebut memberi penjelasan pula bahwa unsur kromium dan karbon mempengaruhi tebal lapisan. Pada bahan yang memiliki kadar kromium dan karbon rendah, tebal lapisan akan meningkat karena boron dapat berdifusi tanpa ada hambatan ke dalam bahan yang dilapis.

Tabel 1. Rangkuman hasil penelitian<sup>[12]</sup>.

Bahan yang dilapis	Kandungan			Morfologi lapisan	Tebal lapisan ( $\mu\text{m}$ )	Energi aktivasi (kJ/mol)	Kekerasan <i>base metal</i> ( $\text{HV}_{0,1}$ )	Kekerasan lapisan ( $\text{HV}_{0,1}$ )
	C	Cr	Ni					
AISI 5140	0,43	0,74	0,06	bergerigi	98	223	253	1198 – 1739
AISI 4340	0,35	0,96	1,56	bergerigi	88	234	300	1077 – 1632
AISI D2	1,69	12,2	0,13	rata	60	170	600	1500 – 2140

Penelitian tersebut menunjukkan bahwa meningkatnya suhu dan waktu proses akan meningkatkan tebal lapisan.

## II. TATA KERJA

Serbuk boron karbida disiapkan dan dicampur dengan *boronizing agent* dalam mesin pencampur selama 30 menit. *Boronizing agent* yang digunakan dalam penelitian ini adalah campuran  $\text{KBF}_4$  dan  $\text{SiC}$ . Selanjutnya serbuk tersebut dimasukkan ke dalam wadah yang berisikan bahan yang dilapis, yaitu S45C dan ST37 yang telah dibersihkan dan diperiksa komposisinya menggunakan *X-Ray Fluorescence/XRF*. Metode pelapisan yang digunakan adalah metode *powder packed* dengan parameter proses yaitu suhu  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  dan waktu pelapisan 6, 8 dan 12 jam. Selanjutnya pada hasil pelapisan dilakukan pemeriksaan morfologi lapisan menggunakan mikroskop optik dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk memperoleh data mikrostruktur, tebal dan penetrasi boron ke dalam bahan yang dilapis. Lalu dilakukan uji mekanik yaitu uji kekerasan menggunakan metode Vickers dan uji keausan menggunakan metode abrasif untuk mengetahui kekuatan ikat antara bahan yang dilapis dan pelapis terhadap beban luar. Untuk mengetahui ketahanan

panas dilakukan uji menggunakan metode simulasi beban panas yang diterima nosel melalui uji semburan api panas bertekanan. Uji panas menggunakan bahan bakar campuran gas elpiji dan oksigen dan disemburkan menggunakan blower melalui nosel.

### III. HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 3.1. Penetapan Bahan

Variasi bahan yang dilapis adalah S45C dan ST37. Pemilihan S45C didasarkan pada desain awal nosel roket LAPAN sedangkan ST37 digunakan sebagai bahan pembanding mengingat kandungan unsur karbon pada ST37 lebih kecil dibandingkan dengan S45C. Hal ini merujuk pada hasil penelitian yang lalu bahwa baja dengan kandungan karbon rendah akan meningkatkan difusi boron ke dalam baja.

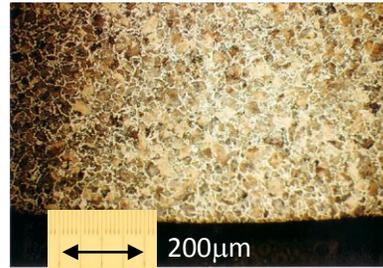
Selanjutnya, dilakukan penyiapan dan pengkondisian sampel (bahan yang akan dilapis) yaitu S45C dan ST37. Kedua bahan tersebut dibuat berbentuk silinder dan nosel dengan dimensi tertentu seperti terlihat pada Gambar 1. Hal ini disesuaikan dengan kondisi saat dilakukan karakterisasi. Kemudian sampel dicuci dan dibersihkan dari lemak menggunakan alkohol. Selanjutnya, dilakukan pemeriksaan morfologi, kekerasan dan komposisinya. Morfologi S45C dan ST37 diamati menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 100 $\times$ , seperti ditunjukkan pada Gambar 2 dan 3 di bawah. Sebelum dilakukan pemeriksaan menggunakan mikroskop optik, sampel perlu disiapkan melalui proses pemotongan, pembingkai (*mounting*), penggerindaan, pemolesan dan pengetsaan sesuai dengan standar ASTM E3-01 dan ASTM E407-07.

#### 3.2. Uji Metalografi sebelum Boronisasi

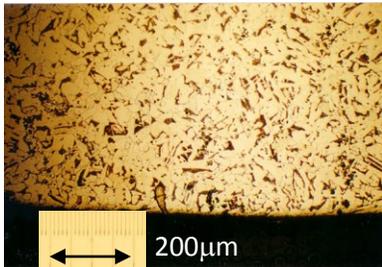
Dari pemeriksaan mikrostruktur menggunakan metode Heyn *Linear Intercept Procedure* dari ASTM E112-96, diperoleh besar butir untuk S45C sekitar 13,82  $\mu\text{m}$  dan untuk ST37 sekitar 21,52  $\mu\text{m}$ . Komposisi kimia bahan untuk S45C adalah unsur karbon sekitar 0,48% berat, silikon sekitar 0,45% berat, mangan sekitar 0,9% berat, fosfor sekitar 0,030% berat dan sulfur sekitar 0,035% berat. Sedangkan komposisi kimia bahan untuk ST37 adalah karbon sekitar 0,17% berat, silikon sekitar 0,30% berat, mangan 0,5% berat, fosfor sekitar 0,050% berat dan sulfur sekitar 0,050% berat. Uji kekerasan dilakukan sesuai dengan standar ASTM E384-08a. Hasil menunjukkan bahwa kekerasan pada bagian pinggir S45C sekitar 180 HVN dan ST37 sekitar 130 HVN.



Gambar 1. Sampel dari bahan baja ST37 dan S45C sebelum diboronisasi.



Gambar 2. Morfologi S45C sebelum diboronisasi menggunakan mikroskop optik perbesaran 100×.



Gambar 3. Morfologi ST37 sebelum diboronisasi menggunakan mikroskop optik perbesaran 100×.

### 3.3. Proses Boronisasi

Pada proses boronisasi, dilakukan penyiapan bahan pelapis yaitu boron karbida ( $B_4C$ ),  $KBF_4$  dan  $SiC$ . Ketiga bahan tersebut dicampur dalam mesin pencampur dengan komposisi, jumlah dan waktu tertentu. Pelapisan menggunakan metode *powder packed* memerlukan wadah. Ke dalam wadah tersebut diisi serbuk pelapis dan bahan yang dilapis yang disusun sedemikian rupa sehingga bahan yang dilapis tertutup oleh serbuk pelapis. Lalu, wadah ditutup dan dimasukkan ke dalam tungku dengan atmosfer gas inert seperti tampak pada Gambar 4. Pada tahap ini telah dilakukan proses pelapisan pada suhu 1000 °C selama 6, 8 dan 12 jam. Kegiatan karakterisasi yang sudah dilakukan adalah pengamatan mikrostruktur, uji kekerasan dan uji panas.



a. Sampel, wadah dan campuran serbuk.



b. Penempatan sampel dan serbuk dalam wadah.



c. Wadah diletakkan dalam tungku.



d. Proses pemanasan dalam suasana gas argon.

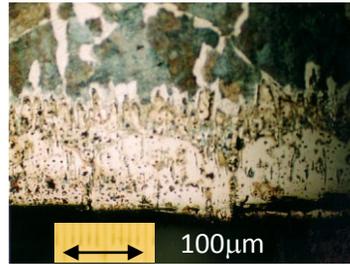
Gambar 4. Penyiapan dan proses pelapisan B<sub>4</sub>C pada S45C dan ST37.

### 3.4. Uji Metalografi Hasil Boronisasi

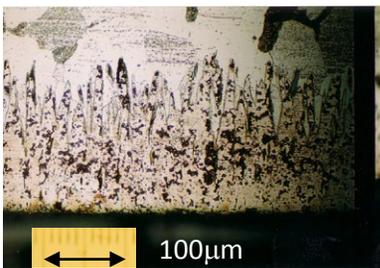
Hasil pelapisan (boronisasi) diberikan pada Gambar 5 dimana tampak sampel yang telah diboronisasi mempunyai warna yang lebih gelap dibandingkan dengan sampel awal. Selanjutnya morfologi dari sampel diperiksa menggunakan mikroskop optik dan diperoleh gambar seperti tampak pada Gambar 6 untuk S45C dan Gambar 7 untuk ST37, dengan suhu pemanasan 1000 °C selama 8 jam. Dari gambar mikrostruktur tersebut terlihat adanya perbedaan bentuk lapisan, dimana lapisan pada ST37 bergerigi lebih tajam dibanding dengan lapisan yang ada pada S45C. Hal ini diduga disebabkan oleh jumlah kandungan karbon pada S45C yang lebih tinggi sehingga menghambat masuknya boron ke dalam bahan yang dilapis, seperti yang telah dijelaskan di awal.



Gambar 5. Sampel sebelum diboronisasi dan sesudah pasca boronisasi (kiri-kanan).

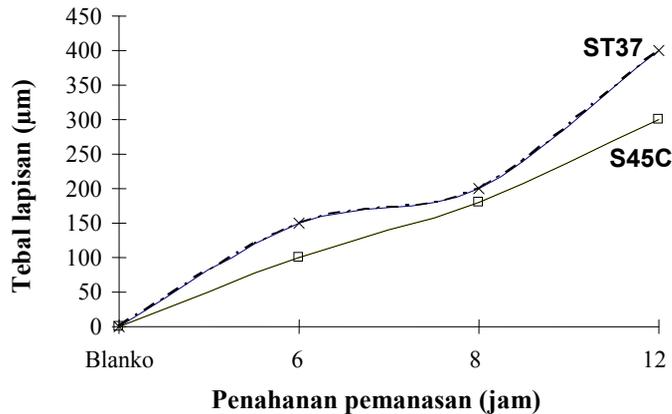


Gambar 6. Morfologi S45 C setelah boronisasi pada suhu 1000 °C selama 8 jam.



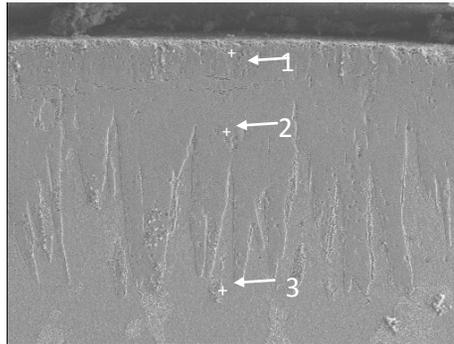
Gambar 7. Morfologi ST37 setelah boronisasi pada suhu 1000 °C selama 8 jam.

Dari gambar mikrostruktur diperoleh ketebalan lapisan. Hasil pengukuran ketebalan lapisan sampel untuk waktu penahanan yang berbeda pada pemanasan 1000 °C dapat digambarkan pada grafik Gambar 8. Grafik tersebut menunjukkan adanya peningkatan ketebalan sejalan dengan waktu pemanasan. Ketebalan lapisan baja ST37 lebih tinggi dibanding dengan S45C. Hal ini dikarenakan oleh kandungan karbon yang lebih rendah pada ST37 dibanding dengan S45C.

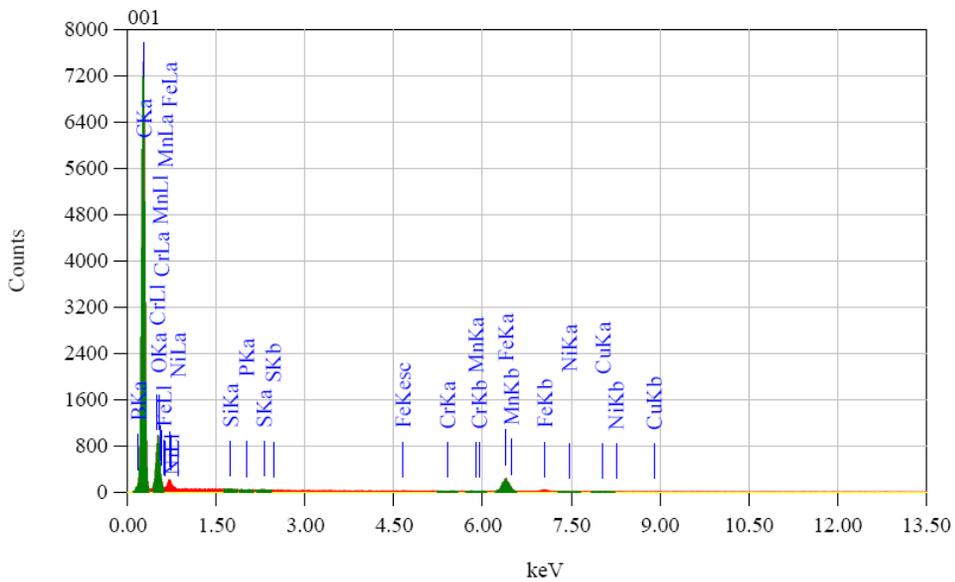


Gambar 8. Grafik antara waktu penahanan pemanasan dengan tebal lapisan (dalam  $\mu\text{m}$ ) pada suhu  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Pemeriksaan morfologi lapisan tidak hanya dilakukan menggunakan mikroskop optik saja tetapi juga menggunakan SEM yang dilengkapi dengan analisa kualitatif dan kuantitatif. Dari hasil pemeriksaa tersebut, sampel S45C dan ST37 hasil pemanasan pada  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 8 jam pada Gambar 9 menunjukkan bahwa komposisi boron pada berbagai posisi berbeda. Pada posisi 1, Gambar 9 (a) dan (b), kandungan boronnya tidak ada yang dapat dilihat pada Tabel 1 dan 4. Data ini menunjukkan bahwa karbon berada di belakang boron dalam berdifusi ke dalam matrik besi (Fe). Pada posisi 2, Gambar 9 (a) dan (b), kandungan boronnya lebih tinggi yang dapat dilihat pada Tabel 2 dan 5. Data ini menunjukkan bahwa boron berdifusi ke dalam matrik besi (Fe). Pada posisi 3, Gambar 9 (a) dan (b). kandungan boron nya tidak ada yang dapat dilihat pada Tabel 3 dan 6. Data ini menunjukkan bahwa boron berada di belakang unsur-unsur pepadu yang lain dalam berdifusi ke dalam matrik besi (Fe). Berdasarkan data ini dapat disimpulkan bahwa difusi boron ke dalam matrik besi dipengaruhi oleh unsur pepadu.

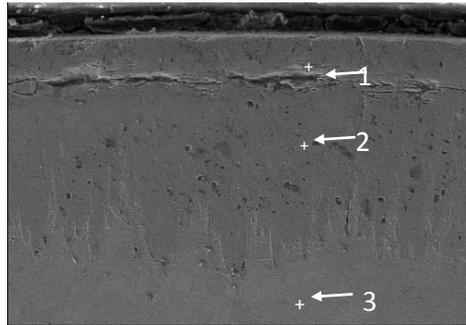


(1) Mikrostruktur baja ST37 terboronisasi pada suhu 1000 °C selama 8 jam.

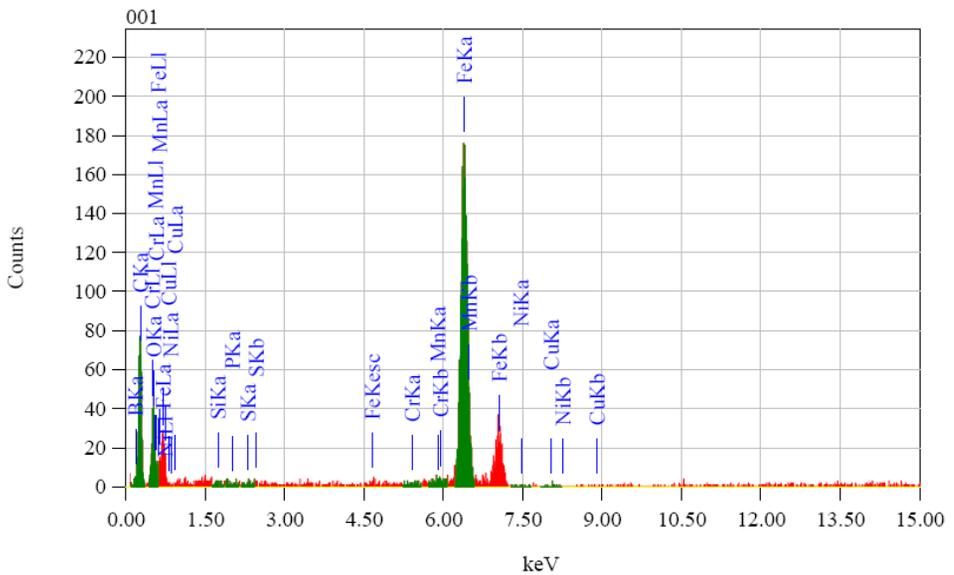


(2) Spektrum *microprobe* baja ST37 terboronisasi pada suhu 1000 °C selama 8 jam.

Gambar 9 (a). Komposisi boron pada berbagai posisi di lapisan untuk ST37 pasca boronisasi.



(1) Mikrostruktur baja S45C terboronisasi pada suhu 1000 °C selama 8 jam.

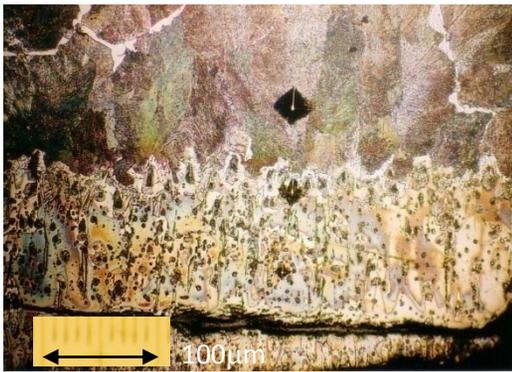


(2) Spektrum *microprobe* baja S45C terboronisasi pada suhu 1000 °C selama 8 jam.

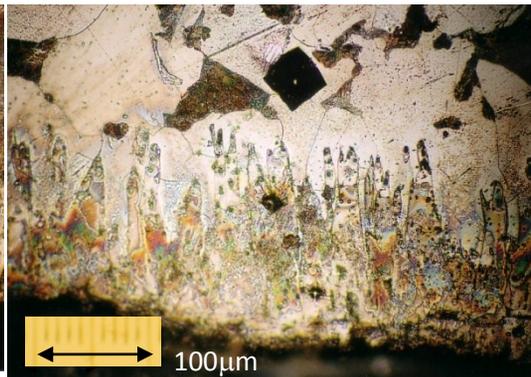
Gambar 9 (b). Komposisi boron pada berbagai posisi di lapisan untuk S45C pasca boronisasi.

### 3.5. Uji Kekerasan

Telah dilakukan pula uji kekerasan seperti tampak pada Gambar 10 dan 11. Kedua sampel tersebut menunjukkan peningkatan kekerasan pada bagian tepi atau bagian yang terlapisi dibanding dengan sebelum ada lapisan.

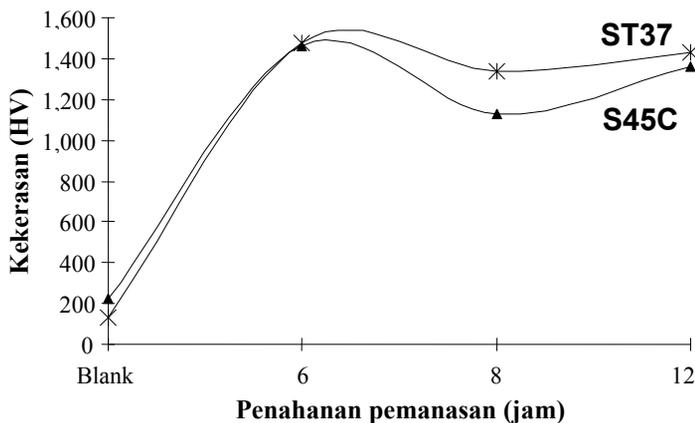


Gambar 10. Jejak hasil uji kekerasan dan morfologi S45 C setelah boronisasi pada suhu 1000 °C selama 8 jam.



Gambar 11. Jejak hasil uji kekerasan dan morfologi ST37 setelah boronisasi pada suhu 1000 °C selama 8 jam.

Gambar 12 menunjukkan bahwa dengan adanya boronisasi maka kekerasan pada bagian tepi meningkat seiring dengan lama pemanasan untuk kedua baja tersebut. Setelah waktu pemanasan lebih dari 6 jam, nilai kekerasan relatif stabil yaitu sekitar 1300 – 1500 HVN.



Gambar 12. Grafik antara waktu penahanan dengan kekerasan lapisan (HVN).

### 3.6. Uji Panas

Dari hasil uji panas terhadap sampel ST37 seperti terlihat pada Gambar 13 menunjukkan bahwa kemampuan ketahanan panas hingga suhu kurang lebih 1200 °C yang ditunjukkan oleh termokopel pada bagian outlet nosel dan waktu sekitar 30 menit. Dari hasil uji tersebut menunjukkan tidak ada

perubahan pada baja tersebut. Selain itu, diperoleh informasi pula bahwa pada saat uji panas tersebut diketahui pada bagian inlet nosel nyala api berwarna kuning. Berdasarkan pustaka, nyala kuning tersebut menunjukkan suhu sekitar 2500 °C. Hal itu menunjukkan bahwa ketahanan panas baja terboronisasi sampai dengan suhu tersebut dalam waktu yang cukup lama, mengingat waktu penggunaan nosel roket hanya berorde detik. Untuk uji panas sampel-sampel berikutnya direncanakan menggunakan alat uji yang dilengkapi alat ukur panas infra merah sehingga profil dan posisi suhu pada nosel yang krusial dapat diketahui.



Gambar 13. Simulasi uji panas pada nosel ST37 pasca boronisasi pada suhu 1000 °C selama 8 jam.

Selain data di atas, telah diperoleh pula data kekerasan dan tebal untuk suhu 800 °C dengan waktu pemanasan 12 jam. Untuk sampel S45C, kekerasannya 1200 HVN dengan ketebalan 100 µm sedangkan untuk ST37 adalah 1300 HVN dan 120 µm.

#### IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian diperoleh kesimpulan sebagai berikut: Kenaikan suhu pemanasan menunjukkan kenaikan tebal lapisan secara signifikan baik untuk ST37 maupun S45C di bagian tepi atau bagian yang terlapsi. Waktu pemanasan pada suhu yang sama juga mempengaruhi tebal lapisan, dimana semakin lama waktu pemanasan menunjukkan peningkatan ketebalan. Kekerasan pada bagian tepi bahan terboronisasi meningkat secara signifikan terhadap bahan awal, dan selanjutnya cenderung stabil pada perubahan suhu maupun waktu pemanasan. Sampel ST37 yang diboronisasi pada suhu 1000 °C dengan waktu pemanasan 8 jam menunjukkan karakteristik tahan terhadap uji panas.

## V. UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih ditujukan kepada Pengelola program insentif Ristek yang telah menyediakan dana penelitian, dan kolega PTBN–BATAN dan LAPAN yang telah membantu pelaksanaan penelitian.

## VI. DAFTAR PUSTAKA

1. Thevenot, F. (1990) Boron Carbide. A Comprehensive Review. J. Euro. Ceram. Soc., 6 (4), 205–225.
2. Sugondo, Langenati. R., Widjaksana, & Pudjanto, B.A. (2006). Pelapisan Baja ST-37 dengan *Nano Powder Pack* Boron Karbida. Jurnal Teknologi Bahan Nuklir, 2 (2), 89-102.
3. Pudjanto, B.A., dkk. (2005). Studi Prototipe Bahan *Coating*. Laporan Program Penelitian dan Pengembangan Ilmu Pengetahuan dan Teknologi, KNRT-P2TBUDU-BATAN.
4. Pudjanto, B.A., dkk. (2006). Pengembangan Prototipe Bahan *Coating*: Boronisasi Untuk Industri Permesinan dan Elektronik, Laporan Program Penelitian dan Pengembangan Ilmu Pengetahuan dan Teknologi, KNRT-PTBN-BATAN-FMIPA-ITS Surabaya.
5. Sen, S., et al. (2005). An Approach to Kinetic Study of Borided Steels. J. Surface and Coatings Technology, 191, 274-285.
6. Sen, S. (2005). The Characterization of Vanadium Boride Coatings on AISI 8620 Steel. J. Surface and Coatings Technology, 190, 1-6.
7. Usta, M., et al. (2005). The Characterization of Borided Pure Tungsten. J. Surface and Coatings Technology, 194, 330-334.
8. Martini, C., & Palombarini, Z.G. (2004). Mechanism of Thermochemical Growth of Iron Borides on Iron. Journal of Materials Science, 39, 933-937.
9. Fanchini, G., et al. (2006). Behavior of Disordered Boron Carbide under Stress. Physical Review Letters, 97, 035502.
10. Burn, G. (1985). Solid State Physics. Orlando : Academic Press Inc..
11. Treybal, R.E. (1987). Mass-Transfer Operations (3<sup>th</sup> ed). New York: McGraw-Hill Publishing Company.
12. Tamburini, U.A., & Munir, Z.A. (2005). Influence of Synthesis Temperature on the Defect Structure of Boron Carbide: Experimental and Modeling Studies. J. American Ceramic Society, 88 (6), 1382.
13. Matsushita, J., et.al. (2007). Sintering and Mechanical Properties of Chromium Boride-Chromium Carbide Composites. Materials Science Forum, .534-536, 1077-1080.

**LAMPIRAN**

Tabel 1. Komposisi unsur pada pada lapisan paling luar posisi 1 dari Gambar 9 (a).

Komposisi unsur pada posisi 1 sampel ST 37				
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis				
Fitting Coefficient : 0.3748				
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%
B K				
C K	0.277	17.93	0.19	39.85
O K	0.525	17.53	0.29	29.24
Si K	1.739	0.09	0.25	0.09
P K	2.013	0.06	0.22	0.05
S K				
Cr K				
Mn K				
Fe K	6.398	64.39	0.57	30.77
Ni K				
Cu K				
Total		100.00		100.00

Tabel 2. Komposisi unsur pada pada lapisan tengah posisi 2 dari Gambar 9 (a).

Komposisi unsur pada posisi 2 sampel ST 37				
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis				
Fitting Coefficient : 0.2119				
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%
B K	0.183	11.17	0.18	34.91
C K	0.277	4.22	0.16	11.86
O K	0.526	1.29	0.13	2.72
Si K	1.739	0.09	0.12	0.10
P K	2.013	0.03	0.10	0.03
S K	2.307	0.12	0.08	0.12
Cr K	5.411	0.01	0.17	0.01
Mn K				
Fe K	6.398	82.96	0.26	50.18
Ni K	7.471	0.12	0.44	0.07
Cu K				
Total		100.00		100.00

Tabel 3. Komposisi unsur pada pada lapisan paling ujung posisi 3 dari Gambar 9 (a).

Komposisi unsur pada posisi 3 sampel ST 37				
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis				
Fitting Coefficient : 0.2119				
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%
B K				
C K	0.277	5.55	0.07	15.73
O K	0.525	17.51	0.09	37.28
Si K	1.739	0.02	0.09	0.02
P K	2.013	0.07	0.08	0.08
S K	2.307	0.06	0.06	0.06
Cr K	5.411	0.06	0.13	0.04
Mn K				
Fe K	6.398	76.24	0.20	46.51
Ni K	7.471	0.37	0.35	0.21
Cu K	8.040	0.12	0.45	0.07
Total		100.00		100.00

Tabel 4. Komposisi unsur pada pada lapisan paling luar posisi 1 dari Gambar 9 (b)

Komposisi unsur pada posisi 1 sampel SC 45				
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis				
Fitting Coefficient : 0.3178				
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%
B K				
C K	0.277	30.54	0.09	58.63
O K	0.525	12.26	0.22	17.67
Si K	1.739	0.16	0.13	0.13
P K				
S K	2.307	0.08	0.09	0.06
Cr K	5.411	0.09	0.20	0.04
Mn K				
Fe K	6.398	56.65	0.30	23.39
Ni K	7.471	0.03	0.51	0.01
Cu K	8.040	0.20	0.66	0.07
Total		100.00		100.00

Tabel 5. Komposisi unsur pada pada lapisan paling luar posisi 2 dari Gambar 9 (b)

Komposisi unsur pada posisi 2 sampel SC 45				
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis				
Fitting Coefficient : 0.1965				
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%
B K	0.183	1.90	0.16	7.04
C K	0.277	7.15	0.10	23.86
O K	0.525	2.06	0.11	5.15
Si K	1.739	2.12	0.11	0.17
P K				
S K	2.307	0.09	0.07	0.11
Cr K				
Mn K				
Fe K	6.398	88.47	0.23	63.53
Ni K				
Cu K	8.040	0.22	0.52	0.14
Total		100.00		100.00

Tabel 6. Komposisi unsur pada pada lapisan paling luar posisi 3 dari Gambar 9 (b).

Komposisi unsur pada posisi 3 sampel SC 45				
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis				
Fitting Coefficient : 0.1814				
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%
B K				
C K	0.277	3.78	0.08	14.44
O K	0.525	2.99	0.09	8.59
Al K	1.486	0.04	0.12	0.07
Si K	1.739	0.29	0.11	0.47
P K	2.013	0.05	0.09	0.07
S K	2.307	0.04	0.07	0.06
Cr K	5.411	0.30	0.14	0.26
Mn K				
Fe K	6.398	91.93	0.22	75.60
Ni K	7.471	0.24	0.38	0.19
Cu K	8.040	0.34	0.49	0.25
Total		100.00		100.00