BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Data Komposisi Hasil Pengecoran

Sampel Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn pada penelitian ini menggunakan metode pengecoran khusus yang dilakukan menggunakan VAR di Pusat Riset Metalurgi BRIN Serpong. Ti, Al, Nb, Zr, Sn yang digunakan untuk bahan pengecoran. Karakterisasi komposisi menggunakan SEM-EDS. Penelitian ini juga menggunakan sampel pembanding berupa Ti-6Al-4V dengan standar komposisi sesuai dengan aplikasinya untuk material bilah kompresor pada mesin pesawat. Tabel 4.1 menunjukkan komposisi kimia dari sampel Ti-6Al-4V yang digunakan memiliki komposisi yang homogen dengan toleransi sebesar ± 1%w.t berdasarkan ASTM B265 Gr5. Jadi dalam proses pengecoran sampel harus dipastikan bahwa komposisi masing-masing campuran homogen dengan toleransi ± 1%w.t.

Tabel 4.1	Komposisi	Ti-6Al-4V	(ASTM B265	Gr5)
-----------	-----------	-----------	------------	------

Unsur	Komposisi (%wt)	
Karbon, maks.	0,08	
Besi, maks.	0,03	
Nitrogen, maks.	0,05	
Oksigen, maks.	0,20	
Aluminium	5,5 - 6,75	
Vanadium	3,5 - 4,5	
Titanium	Balance	

Tabel 4.2 menunjukan hasil komposisi kimia menggunakan SEM-EDS, yang dimana telah dilakukan 3 kali karakterisasi dengan 5 kali *remelting* saat proses pengecoran. Untuk mendapatkan hasil yang homogen perlu memperhatikan beberapa hal penting. Pertama, untuk mendapatkan hasil Al, Nb, Zr, dan Sn yang sesuai dengan komposisi yang diinginkan, diperlukan mengetahui titik lebur pada masing-masing unsur. Unsur-unsur dengan titik lebur yang tinggi dilakukan proses pengecoran terlebih dahulu. Kemudian, tambahkan unsur-unsur lainnya ke dalam VAR. Selain itu, pengaturan alat VAR juga dapat memengaruhi hasil pengecoran sampel.

Dalam situasi seperti ini, disarankan menggunakan *setting "remote"* untuk mengatur mesin las. Selain itu, kuat arus harus stabil pada 400 A dan memerlukan *holding time* selama 2 menit per sampel saat elektroda memercikan busur nyala apinya pada sampel. Sementara pada *setting "panel*", di mana kuat arus maksimum adalah 200 A, tidak disarankan untuk meningkatkan homogenitas komposisi paduan karena panas yang dihasilkan dari kuat arus tersebut tidak merata pada *copper mold*.

Al	Nb	Zr	Sn	Ti
4,6	4,3	2,5	0,9	Balanced

Tabel 4.2 Komposisi Kimia Paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn Hasil SEM-EDS

4.2 Pengamatan Struktur Mikro

Sampel Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn dilakukan karakterisasi komposisi dengan menggunakan SEM-EDS. Setelah itu, sampel dipreparasi sebelum dilakukan pengamatan metalografi. Pengamatan metalografi dilakukan menggunakan mikroskop optik yang bertujuan untuk melihat struktur mikro yang dimiliki oleh paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn. Kemudian dibandingkan dengan paduan titanium yang digunakan pada umumnya yaitu paduan Ti-6Al-4V. Hasil pengamatan metalografi ini juga didukung dengan data hasil XRD pada Gambar 4.1 yang menyatakan bahwa paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn memiliki paduan titanium dengan fasa α . Hal yang memengaruhi posisi puncak pada fasa α pada paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn yaitu unsur niobium (Nb). Kandungan Nb yang tinggi dapat menurunkan temperatur transisi fasa α ke β , sehingga memungkinkan fasa β untuk tetap stabil pada temperatur ruang [35].



Gambar 4.1 Hasil XRD as-cast paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn

Hal ini sangat penting untuk paduan titanium dalam aplikasi bilah kompresor mesin pesawat yang beroperasi pada temperatur tinggi, dimana paduan titanium yang stabil pada fasa β memiliki keuntungan karena dapat menahan material pada temperatur tinggi. Selain itu, *as-cast* paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn memiliki senyawa oksida berupa SnO₂. SnO₂ memiliki sifat fisik dan kimia yang dapat meningkatkan logam dasar dengan lapisan oksida yang terbentuk. Struktur kristal SnO₂ dapat membentuk ikatan kovalen yang kuat dengan permukaan lain, sehingga meningkatkan kekutan gaya adhesinya [36]. Menurut penelitian tentang modifikasi interfase *aramid fiber* menggunakan *nano-coating solution* menunjukkan bahwa SnO₂ dapat meningkatkan *interfacial adhesion* dengan resin *epoxy*. Hal ini menunjukkan bahwa SnO₂ dapat meningkatkan adhesi pada permukaan [37].



Gambar 4.2 Struktur mikro as-cast paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn

Pada Gambar 4.2 menunjukkan hasil pengamatan metalografi dari paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn. *As-cast* Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn memiliki struktur mikro *hexagonal closed packed* (HCP) tetapi arah tumbuhnya tegak lurus dari garis butir dan berbentuk seperti jarum dan memiliki batas butir β . Hal ini sesuai dengan prediksi awal menggunakan *factsage*, dimana fasa yang dimiliki *as-cast* paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn berupa HCP. Struktur mikro ini memiliki pola *Widmanstätten*. Hal ini dikarenakan gerak pembekuan fase α di satu titik akan bertemu dengan fase α pada titik lain [15]. Pada Gambar 4.3a menunjukkan hasil pengamatan metalografi dari paduan Ti-6Al-4V berupa *as-cast* hasil pengecoran khusus dalam kondisi sebelum dilakukan perilaku oksidasi siklik. Pada Gambar 4.4b merupakan hasil struktur mikro dari penelitian Peters *et al.*, dapat dilihat bahwa *as-cast* Ti-6Al-4V memiliki struktur mikro berupa *coarse equiaxed* [38]. Struktur mikro paduan Ti-6Al-4V terdiri dari butiran *primary* α dan *transformed* β , di mana β yang bertransformasi terdiri dari jarum α memanjang. Batas butir β pada paduan Ti-6Al-4V terbentuk seragam berwarna gelap dapat dilihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.3 Struktur mikro paduan Ti-6Al-4V [38]

4.3 Hasil Pengujian Microhardness Vickers

Untuk mengetahui nilai kekerasan dari paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn dan Ti-6Al-4V yang dihasilkan sebelum dan setelah dilakukannya perilaku oksidasi siklik dengan variasi jumlah siklus yang berbeda. Penelitian ini dilakukan pengujian *microhardness Vickers*. Nilai kekerasan awal untuk setiap sampel dihitung sebanyak 10 titik indentasi dengan gaya yang diberikan sebesar 1 N. Setelah itu, nilai kekerasan dihitung rata-ratanya. Pada Gambar 4.4 menunjukkan bahwa nilai kekerasan *as-cast* Ti-6Al-4V lebih tinggi sebesar 347,5 HV, daripada *as-cast* Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn sebesar 345,6 HV.



Gambar 4.4 Nilai kekerasan sampel as-cast

Setelah dilakukan perilaku oksidasi siklik, sampel dihitung kembali nilai kekerasannya. Sampel Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn diberikan 5 titik indentasi dengan gaya yang diberikan sebesar 0,3 N. Jarak tiap antar titik berjarak sekitar 0,05 mm. Titik pertama diberikan pada permukaan pinggir dekat lapisan oksida hingga ke tengah sampel. Pada Gambar 4.5 merupakan hasil uji kekerasan paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-

1Sn dengan variasi jumlah siklus ke-6 pada temperatur 600 °C. Dapat dilihat bahwa nilai kekerasan *as-cast* sebesar 345,6 HV mengalami kenaikan ketika sampel dilakukan perilaku oksidasi siklik. Nilai kekerasan pada permukaan sampel Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn mengalami peningkatan hingga 382,4 HV. Peningkatan temperatur dan waktu oksidasi serta kandungan oksigen pada lapisan difusi meningkat, yang mengakibatkan peningkatan nilai kekerasan pada sampel yang dilakukan perilaku oksidasi [39].



Gambar 4.5 Nilai kekerasan paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn pada temperatur 600 °C; a. 6 siklus, b. 8 siklus, dan c. 10 siklus

Gambar 4.6 merupakan sampel Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn yang dilakukan perilaku oksidasi siklik dengan temperatur 650 °C. Sampel Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn diberikan 5 titik indentasi dengan gaya sebesar 0,3 N. Jarak tiap titik berjarak sekitar 0,05 mm. Titik pertama diberikan pada permukaan pinggir dekat lapisan oksida hingga ke tengah sampel. Pada temperatur 650 °C, nilai kekerasan pada permukaan sampel Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn mengalami peningkatan, dapat dilihat bahwa nilai kekerasan *as cast* sebesar 345,6 HV mengalami kenaikan hingga 390,3 HV.



Gambar 4.6 Nilai kekerasan paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn pada temperatur 650 °C; a) 6 siklus, b) 8 siklus, dan c) 10 siklus

Selanjutnya, Gambar 4.7 merupakan nilai kekerasan dari sampel yang telah dilakukan perilaku oksidasi siklik pada temperatur 700 °C. Nilai kekerasan pada permukaan sampel Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn mengalami peningkatan hingga 394,3 HV. Untuk hasil perilaku oksidasi siklik dengan variasi temperatur dan variasi jumlah waktu oksidasi mengalami peningkatan. Peningkatan temperatur dan waktu oksidasi, kandungan oksigen pada pada lapisan difusi meningkat, yang mengakibatkan peningkatan nilai kekerasan pada sampel yang dilakukan perilaku oksidasi [39].



Gambar 4.7 Nilai kekerasan paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn pada temperatur 700 °C; a) 6 siklus, b) 8 siklus, dan c) 10 siklus

Selanjutnya, sampel Ti-6Al-4V diberikan juga 5 titik indentasi dengan gaya yang diberikan sebesar 0,3 N. Jarak tiap antar titik berjarak sekitar 0,05 mm. Titik pertama diberikan pada permukaan pinggir dekat lapisan oksida hingga ke tengah sampel. Pada Gambar 4.8 merupakan hasil uji kekerasan paduan Ti-6Al-4V siklus ke-10 dengan variasi temperatur (600 °C, 650 °C, dan 700 °C). Nilai kekerasan tertinggi sampel Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn pada masing-masing temperatur yaitu 382,4 HV, 390,3 HV, dan 394,3 HV, sedangkan sampel Ti-6Al-4V pada masing-masing temperatur yaitu 352,1 HV, 369,1 HV, dan 374,8 HV. Peningkatan nilai kekerasan ini terjadi di daerah lapisan oksida yang terbentuk. Hal tersebut dikarenakan pengaruh dari ketebalan lapisan oksida. Bertambahnya waktu perilaku oksidasi pada temperatur tinggi, kekerasan lapisan oksida meningkat [40].



Gambar 4.8 Nilai kekerasan paduan Ti-6Al-4V temperatur 600 °C, 650 °C, dan 700 °C

4.4 Analisis Kinetika Oksidasi

Untuk mengetahui ketahanan material terhadap temperatur tinggi yang akan diaplikasikan sebagai bilah kompresor harus dilakukan perilaku oksidasi. Sampel Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn dan Ti-6Al-4V diberikan perilaku oksidasi dengan variasi jumlah siklus 6, 8, dan 10 dan variasi temperatur 600 °C, 650 °C, dan 700 °C. Satu siklik sama dengan 5 jam didalam tungku menyala. Setelah itu, sampel dikeluarkan dari *furnace*. Sampel ditimbang dengan tujuan untuk mengetahui pertambahan berat sampel yang dilakukan perilaku oksidasi siklik. penimbangan ini dilakukan tiap satu siklus. Hasil oksidasi siklik pada temperatur 600 °C, 650 °C, dan 700 °C disajikan dalam kurva pada Gambar 4.9 yang menunjukkan pertambahan berat sampel sebagai fungsi waktu uji.



Gambar 4.9 Kinetika oksidasi paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn dan Ti-6Al-4V pada temperatur; a. 600 °C, b. 650 °C, dan c. 700 °C

Nilai pertambahan berat paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn pada temperatur 600 °C, 650 °C, dan 700 °C masing-masing sebesar 0,0026 g, 0,0033 g, dan 0,0057 g. Nilai pertambahan berat paduan Ti-6Al-4V pada temperatur 600 °C, 650 °C, dan 700 °C masing-masing sebesar 0,0030 g, 0,0049 g, dan 0,0070 g. Hasil menunjukkan bahwa dengan semakin bertambahnya berat rata-rata sampel akan meningkat seiring dengan bertambahnya jumlah siklus oksidasinya. Selain itu, dapat juga dilihat bahwa grafik pertambahan berat paduan mengikuti model kinetika oksidasi parabola. Hal itu menunjukkan bahwa proses oksidasi dikendalikan oleh difusi [28].

$$\left(\frac{\Delta W}{A}\right)^n = K_p.t$$

Kinetika oksidasi dapat dijelaskan dengan ΔW merupakan pertambahan berat, A adalah luas permukaan benda uji, kp adalah konstanta laju oksidasi, dan n sebagai eksponen laju. Persamaan 4.1 didapatkan dengan melinearisasikan persamaan 2.1, dengan plot ln $\left(\frac{\Delta W}{A}\right)$ pada sumbu y terhadap ln (t) pada sumbu x. Kemiringan garis dalam grafik tersebut adalah $\frac{1}{n}$. Nilai n dapat ditentukan dari kemiringan garis dari grafik tersebut.

Temperatur	Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn			Ti	7	
(°C)	600	650	700	600	650	700
n	2,0	1,4	1,6	2,3	2,1	1,5
Кр	8 x 10 ⁻⁴	13 x 10 ⁻⁴	42 x 10 ⁻⁴	12 x 10 ⁻⁴	33 x	61 x 10⁻
(mg ² /cm ⁴ .h)		13 X 10	72 A 10		10-4	4

Tabel 4.3 Eksponen Laju (n) dan Konstanta Laju (Kp)

Adapun pernyataan bahwa jika n = 1 kurva kinetika oksidasi mengikuti hukum linier, dan jika n = 2, kurva kinetika oksidasi mengikuti hukum parabola [41]. Dalam proses perilaku oksidasi siklik, tidak ada rumus yang jelas untuk mengukur ketahanan oksidasi suatu material. Hasil yang tercantum pada Tabel 4.3 menunjukkan bahwa nilai n untuk paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn dan paduan Ti-6Al-4V masing-masing dengan rata-rata sebesar 2, sehingga untuk menentukan laju oksidasi parabola (k_p) dengan plot ($\Delta W/A$)² per waktu. Nilai kp terendah untuk paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn terdapat pada temperatur 600 °C adalah sebesar 8 x 10⁻⁴ mg²/cm⁴.h, sedangkan untuk paduan Ti-6Al-4V terdapat pada temperatur 600 °C adalah sebesar 12 x 10⁻⁴ mg²/cm⁴.h. Paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn memiliki laju oksidasi lebih kecil dibandingkan dengan paduan Ti-6Al-4V. Hal tersebut terjadi karena adanya kandungan unsur niobium pada paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn. Laju oksidasi paduan Ti-Al secara signifikan menurun dengan adanya penambahan niobium dalam jumlah 5-10% [41]. Karena θ dalam persamaan ini merupakan parameter dari pertambahan berat yang dipengaruhi oleh temperatur dan waktu, maka dapat diubah menjadi k_p . Maka didapatkan persamaan linear seperti berikut:

Persamaan 4.2 didapatkan dengan melinearisasikan persamaan 2.2, dengan plot ln (k_p) pada sumbu y terhadap $\frac{1}{T}$ pada sumbu x. Kemiringan garis dalam grafik

tersebut adalah $-\frac{Q}{R}$, yang berhubungan dengan energi aktivasi (Q). Gambar 4.10 menunjukkan kesesuaian linier yang baik antara plot ln k_p dan 1/T. Energi aktivasi (Q) oksidasi sampel Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn dan sampel Ti-6Al-4V yang diperoleh dari plot dihitung masing-masing sebesar 116 kJ/mol dan 115 kJ/mol. Energi aktivasi yang didapatkan memengaruhi kecepatan difusi reagen dalam fase produk reaksi dan laju difusi oksigen dalam substrat logam [26].



Gambar 4.10 Plot Arrhenius konstanta laju parabola (kp)

4.5 Ketebalan Lapisan Oksida

Setelah sampel dilakukan perilaku oksidasi, sampel akan mengalami pertambahan berat. Pertambahan berat ini dikarenakan terbentuknya lapisan oksida pada permukaan sampel. Lapisan oksida terbentuk dari beberapa senyawa oksida. Lapisan oksida ini berfungsi sebagai pelindung paduan titanium. Menurut literatur, lapisan oksidasi dipengaruhi oleh temperatur oksidasi dan lamanya waktu oksidasi [30]. Analisa dilakukan dengan menggunakan mikroskop optik.

Hasil pengamatan struktur mikro memperlihatkan bahwa terdapat lapisan oksida baru yang muncul di atas permukaan paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn dan

paduan Ti-6Al-4V, serta bertambahnya ketebalan dari lapisan oksida. Pengamatan dengan menggunakan mikroskop optik berupa gambar permukaan sampel menunjukkan bahwa lapisan oksida yang terbentuk selama oksidasi siklik pada sampel Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn pada temperatur 600 °C, 650 °C, dan 700 °C bersifat kontinyu dan homogen.



Gambar 4.11 Ketebalan lapisan oksida dengan temperatur 600 °C (a. siklus 6, b. siklus 8, dan c. siklus 10)

Pada Gambar 4.11 menunjukkan bahwa paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn pada temperatur 600 °C dengan siklus ke-6, 8, dan 10 memiliki ketebalan oksida masingmasing sebesar 1,38 μm, 1,71 μm, dan 1,77 μm. Gambar 4.12 menunjukkan bahwa paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn pada temperatur 650 °C dengan siklus ke-6, 8, dan 10 memiliki ketebalan oksida masing-masing sebesar 1,49 μm, 2,29 μm, dan 2,56 μm. Gambar 4.13 menunjukkan bahwa paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn pada temperatur 700 °C dengan siklus ke-6, 8, dan 10 memiliki ketebalan oksida masing-masing sebesar 1,99 μm, 2,57 μm, dan 2,98 μm. Menurut penelitian Aniolek tahun 2020, peningkatan temperatur dan perpanjangan waktu oksidasi akan menghasilkan penetrasi oksigen yang lebih dalam pada zona difusi oksigen [39]. Namun, dapat dilihat bahwa ketika ketebalan lapisan oksida pada siklus ke-8 menuju siklus ke-10 peningkatannya kecil karena lapisan oksida sudah menahan oksigen yang masuk.





Gambar 4.12 Ketebalan lapisan oksida dengan temperatur 650 °C (a. siklus 6, b. siklus 8, dan c. siklus 10)





Gambar 4.13 Ketebalan lapisan oksida dengan temperatur 700 °C (a. siklus 6, b. siklus 8, dan c. siklus 10)

Gambar 4.14-16 menunjukkan bahwa ketebalan lapisan oksida dipengaruhi oleh temperatur dan unsur pemadu paduan. Ketebalan lapisan oksida paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn pada masing-masing temperatur 600 °C, 650 °C, dan 700 °C sebesar 1,77 μm, 2,56 μm, dan 2,99 μm. Ketebalan lapisan oksida paduan Ti-6Al-4V pada masing-masing temperatur 600 °C, 650 °C, dan 700 °C sebesar 4,49 μm, 7,80 μm, dan 8,76 μm. Hal ini dikarenakan unsur vanadium dalam paduan Ti-6Al-4V dapat mempercepat kinetika oksidasi, sehingga lebih cepat mengalami degradasi [10]. Selain itu, unsur niobium dalam paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn dapat meningkatkan pembentukan Al₂O₃ [7]. Ketebalan lapisan oksida disajikan dalam bentuk grafik pada Gambar 4.17.



Gambar 4.14 Ketebalan lapisan oksida pada siklus ke-10 dengan temperatur 600 °C (a. Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn dan b. Ti-6Al-4V)



Gambar 4.15 Ketebalan lapisan oksida pada siklus ke-10 dengan temperatur 650 °C (a. Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn dan b. Ti-6Al-4V)



Gambar 4.16 Ketebalan lapisan oksida pada siklus ke-10 dengan temperatur 700 °C (a. Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn dan b. Ti-6Al-4V)





Gambar 4.17 Ketebalan lapisan oksida

4.6 Permukaan Sampel Setelah dilakukan Oksidasi Siklik

Paduan titanium yang terkena oksidasi akan mengalami perubahan warna. Oksidasi dapat menyebabkan terbentuknya lapisan oksida yang mengubah warna dari paduan tersebut. Ketebalan lapisan oksida yang terbentuk dapat memengaruhi warna yang dihasilkan pada permukaan. Ketika temperatur divariasikan akan menghasilkan warna pada sampel yang berbeda-beda.

Pada Gambar 4.18a merupakan sampel sebelum dilakukan oksidasi siklik berwarna putih keperakan. Paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn diberikan perilaku oksidasi sebanyak 10 siklus yaitu selama 50 jam dengan memvariasikan temperaturnya (600 °C, 650 °C, dan 700 °C). Sampel berubah warna menjadi warna biru setelah dilakukan oksidasi dengan temperatur 600 °C pada Gambar 4.18b. Saat temperatur 650 °C pada Gambar 4.18c, sampel menjadi warna abu-abu muda. Selanjutnya pada Gambar 4.18d sampel Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn berubah menjadi warna abu-abu gelap. Perubahan warna ini dikarenakan ketebalan lapisan oksida pada permukaan sampel paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn tidak sampai mengalami pengelupasan lapisan oksida. Menurut penelitian Matsunaga *et al.* menyatakan bahwa penambahan Zr dapat membuat lapisan oksida terkelupas (*spalling*), tetapi ketika unsur Zr dan Nb dipadukan secara bersamaan akan meningkatkan daya rekat lapisan oksida. Selain itu, Nb tidak hanya dapat mengurangi oksidasi saja, tetapi juga dapat meningkatkan adhesi oksida pada paduan titanium [42].



a. As-Cast b. 600°C c. 650°C d. 700°C

Gambar 4.18 Sampel Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn



Gambar 4.19 Sampel Ti-6Al-4V

Pada Gambar 4.19a merupakan sampel sebelum dilakukan oksidasi siklik berwarna putih keperakan. Paduan Ti-6Al-4V diberikan perilaku oksidasi sebanyak 10 siklus yaitu selama 50 jam dengan memvariasikan temperaturnya (600 °C, 650 °C, dan 700 °C). Terdapat perubahan warna ketika dilakukan perilaku oksidasi dengan temperatur 600°C dari putih keperakan menjadi coklat muda pada Gambar 4.19b. Namun, pada temperatur 650 °C pada Gambar 4.19c, sampel Ti-6Al-4V mulai sedikit mengalami pengelupasan lapisan oksida (*spalling*). Pengelupasan ini juga terjadi pada temperatur 700 °C (Gambar 4.19d). Hal ini dikarenakan lapisan oksida yang terbentuk pada paduan Ti-6Al-4V tidak kuat menahan perilaku oksidasi siklik pada temperatur tersebut. Hasil penelitian ini sesuai dengan literatur yang menunjukkan bahwa paduan Ti-6Al-4V yang diberikan perilaku oksidasi pada temperatur tinggi dan waktu oksidasi yang lama menghasilkan lapisan oksida yang cenderung terkelupas dan retak [30]. Paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn memiliki ketahanan oksidasi lebih baik, dibandingkan dengan paduan Ti-6Al-4V.

4.7 Senyawa Lapisan Oksida

Setelah mengetahui ketebalan dari lapisan oksida, sampel dilakukan pengujian XRD. Pengujian bertujuan untuk mengetahui senyawa-senyawa oksida yang membentuk lapisan oksida. Gambar 4.20 merupakan hasil pengujian XRD sampel Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn pada temperatur 650 °C. Ketika sampel diberikan perilaku oksidasi dengan siklus 6, lapisan oksida yang terbentuk terdiri dari Ti₂O, anatase (TiO₂), dan TiSnO₂. Pada siklus ke-8 dan 10 mulai muncul Sn₃Zr₅O. Fasa anatase (TiO₂) memiliki kinerja fotokatalis yang sangat baik [43]. Fotokatalis ini membantu laju reaksi oksidasi lebih cepat, sehingga sampel terlindungi oleh lapisan oksida yang telah terbentuk. Senyawa aluminium oksida (Al₂O₃) baru terbentuk pada temperatur 650 °C saat siklus ke-10. Penelitian yang dijelaskan dalam artikel ilmiah Aniolek tahun 2020 [26] menunjukkan bahwa aluminium oksida terbentuk sangat lambat, hal ini disebabkan karena keberadaan bentuk oksida yang stabil ini memerlukan waktu oksidasi lebih lama atau temperatur oksidasi lebih tinggi.



Gambar 4.20 Senyawa-senyawa oksida yang terbentuk pada temperatur 650 °C

Gambar 4.21 menunjukkan pola XRD yang representatif dari skala oksida yang terbentuk dari paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn setelah dilakukan perilaku oksidasi selama 10 siklus (50 jam) pada temperatur 600 °C, 650 °C, dan 700 °C. Analisis pola XRD menunjukkan bahwa lapisan oksida pada temperatur 600 °C terdiri dari Ti₂O, TiO₂ tipe anatase, dan TiSnO₂. Salah satu fasa mengalami perubahan, pada temperatur 650 °C adalah TiO₂ tipe anatase dan sedikit rutil, sedangkan pada temperatur 700 °C terdiri dari TiO₂ tipe rutil. Perubahan struktur ini disebabkan oleh peningkatan temperatur yang terjadi pada sampel yang telah diberikan perilaku oksidasi siklik. Menurut literatur dari Aniolek tahun 2020, ketika paduan diberikan oksidasi temperatur lebih tinggi menyebabkan peningkatan fasa rutil yang signifikan. Peningkatan tersebut dapat dilihat dari pola difraksi [26]. Hal itu juga terjadi pada hasil difraksi penelitian ini, dimana rutil meningkat bersamaan dengan meningkatnya temperatur oksidasi siklik. Fasa rutil diidentifikasi sebagai fasa yang paling stabil secara termodinamika, sedangkan fasa anatase bersifat metastabil dan dapat diubah menjadi fasa rutil secara ireversibel pada temperatur tinggi [44]



Gambar 4.21 Senyawa-senyawa oksida yang terbentuk pada temperatur 600 °C, 650 °C, dan 700 °C