

PENGARUH PADUAN MIKRO Fe Cr DENGAN METODE ULTRASONIK PADA PEMBENTUKAN BONGKAH Fe Cr MELALUI VARIASI SUHU SINTERING

Kusdi Prijono⁽¹⁾, Amin Suhadi⁽²⁾

Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (BPPT)⁽¹⁾,
Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (BPPT)⁽²⁾

ABSTRAK

Fe-Cr merupakan paduan yang memiliki ketahanan pada suhu tinggi dan kemampuan yang dapat digunakan sebagai interkoneksi pada sel bakar *Solid Oxide Fuel Cell (SOFC)*. Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis bongkah paduan Fe-Cr dengan menggunakan serbuk paduan mikro Fe-Cr hasil sintesis dengan metode ultrasonik. Metode ultrasonik dimanfaatkan untuk sintesis paduan mikro Fe-Cr melalui penggunaan gelombang suara ultrasonik. Langkah yang dilakukan adalah memadatkan partikel paduan mikro Fe-Cr dengan kompaksi tanpa pelumasan, hasil kompaksi dimasukkan ke dalam kapsul kaca kuarsa selanjutnya dilakukan proses variasi *sintering* 1100°C, 1200°C dan 1300°C pada kondisi suhu maksimal ditahan selama 1 jam, lalu didinginkan secara normal dalam tungku. Karakterisasi strukturmikro dilakukan dengan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*, *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS)*, *X-Ray Diffraction (XRD)* disertai analisis dengan metode *MAUD (Material Analysis Using Diffraction)* dan pengukuran Nilai kekerasan sesungguhnya. Partikel paduan mikro Fe-Cr lebih stabil dan konsisten dalam pembentukan fasa bongkah paduan Fe-Cr melalui variasi *sintering*. Diperoleh bongkah paduan Fe-Cr homogen tanpa oksida.

Kata kunci: Paduan mikro Fe-Cr, Ultrasonik, Kapsul Kuarsa, *Sintering*

ABSTRACT

Fe-Cr is an alloy that has a high temperature resistance and is potential to be used as an interconnect on Solid Oxide Fuel Cell (SOFC) fuel cells. In this research, Fe-Cr alloys have been synthesized using Super Fe-Cr micro alloy powder with ultrasonic method. The ultrasonic method is utilized for the synthesis of Fe-Cr micro alloys through the use of ultrasonic sound waves. The steps taken were the consolidation of the Fe-Cr micro alloy particles through compaction without lubricant, then in a quartz glass capsule a sintering process variation of 11000C, 12000C and 13000C at maximum temperature conditions retained for 1 hour, then cooled normally in the furnace. Characterization of microstructure was performed by Scanning Electron Microscopy (SEM), Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS), X-Ray Diffraction (XRD) with analysis by MAUD method (Material Analysis Using Diffraction) and actual density measurement. The Fe-Cr micro alloy particles are more stable and consistent in the formation of the Fe-Cr alloy phase via sintering variations. The alloys of Fe-Cr are homogenous without oxide.

I. PENDAHULUAN

Fe-Cr adalah paduan yang memiliki ketahanan pada suhu tinggi dan potensial digunakan sebagai interkoneksi pada sel bakar *Solid Oxide Fuel Cell (SOFC)* [1]. Sintesis paduan Fe-Cr terus dikembangkan untuk mendapatkan metode yang murah, efektif, dan efisien. Metode sintesis paduan Fe-Cr yang ada sekarang ini adalah metode peleburan [2], metalurgi serbuk [3] ataupun metode pepaduan

mekanik [4]. Metode-metode tersebut memiliki kelemahan karena paduan yang tidak homogen, terdapat oksida, proses panjang dan lama [5]. Serbuk paduan-awal yang homogen diperlukan untuk mengurangi oksidasi selama proses konsolidasi [6]. Sintesis paduan mikro Fe-Cr yang homogen bisa dilakukan dengan menggunakan metode ultrasonik. Metode ini memanfaatkan gelombang suara ultrasonik yang dilewatkan pada larutan yaitu melalui proses pembentukan gelembung-gelembung kavitasasi

dalam larutan, kemudian gelembung kavitasi yang runtuh bisa dianggap sebagai reaktor mikro [7]. Runtuhan kavitasi ini bisa menghasilkan suhu ribuan derajat dan tekanan lebih dari seribu bar yang pembentukannya sangat cepat. Disamping itu runtuhnya kavitasi juga menghasilkan gelombang kejut [8,9]. Gelombang kejut bisa menghasilkan efek mekanis dengan energi besar, sehingga bisa dimanfaatkan untuk homogenisasi dan proses pemaduan logam [10]. Dengan terbentuknya serbuk paduan mikro Fe-Cr yang homogen akan memberikan kestabilan dalam pembentukan fasa paduan bongkah Fe-Cr yang juga homogen. Disamping itu pemaduan mikro Fe-Cr dengan gelombang suara ultrasonik dalam larutan toluen menciptakan tingkat oksidasi lebih rendah dibandingkan dengan jalur konvensional menggunakan air sebagai media pemrosesan [11]. Paduan mikro Fe-Cr telah berhasil diperoleh dengan metode ultrasonik [12]. Partikel paduan mikro Fe-Cr memiliki ikatan kuat (merupakan ikatan logam) sehingga pada saat proses *sintering* partikel Fe dan Cr yang ada disekitarnya cenderung lebih mudah berdifusi ke partikel paduan mikro Fe-Cr. Partikel serbuk paduan mikro Fe-Cr adalah homogen, dengan diperoleh dengan menggunakan software Diffraction), untuk menentukan densitas sesungguhnya (*true density*) dari *green* Fe-Cr dan bongkah paduan Fe-Cr hasil *sintering*. XRD (Simadzu XD-610, target Cu-K α) digunakan untuk mendapatkan pola difraksi dan 2 θ puncak difraksi paduan Fe-Cr. SEM-EDS (JEOL, JSM 6510, LA) digunakan untuk mempelajari struktur mikro *green* Fe-Cr dan komposisi unsur bongkah paduan Fe-Cr.

Cara Kerja

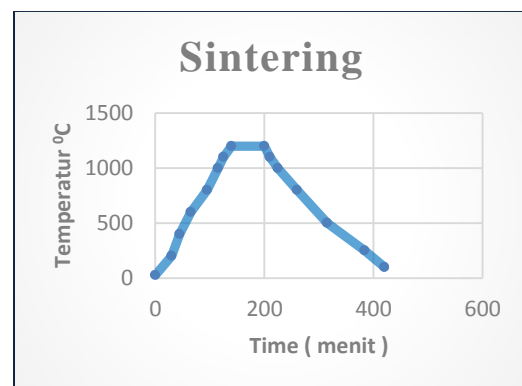
Rancangan penelitian didahului dengan pengompaksian terhadap serbuk (ultrasonic 20 dengan Amplitudo 50% tanpa menggunakan pelumasan). *Green* Fe-Cr diperoleh melalui kompaksi uniaksial pada tekanan 20 MPa. Terhadap *green* Fe-Cr, kemudian pengamatan struktur mikro dengan SEM [13]. Langkah selanjutnya adalah proses *sintering* [14] terhadap *green* Fe-Cr dalam kapsul yang terbuat dari kaca kuarsa menggunakan tungku induksi. Proses *sintering* dilakukan dengan suhu yang berbeda dan waktu penahanan masing-masing variasi suhu selama 1 jam (seperti pada Gambar 1) yaitu proses pembakaran sampai 1100°C ditahan selama 1 jam dan didinginkan dalam tungku, begitu pula untuk

demikian pembentukan bongkah paduan Fe-Cr akan homogen dengan fasa stabil. Penelitian ini difokuskan pada konsolidasi paduan mikro Fe-Cr hasil perlakuan ultrasonik. Konsolidasi dilakukan dengan kompaksi serbuk partikel paduan mikro Fe-Cr tanpa menambah pelumasan, kemudian dilakukan proses *sintering* dalam kapsul kaca kuarsa.

II. METODE PENELITIAN

Bahan dan Alat

Serbuk partikel paduan mikro Fe-Cr yang digunakan pada penelitian ini adalah serbuk paduan mikro Fe-Cr, tipe A hasil perlakuan ultrasonik dalam larutan toluen, Serbuk prekursor (Fe,Cr) yang digunakan adalah produk Aldrich dengan kemurnian 99,9 persen massa, dengan perbandingan Fe:Cr yaitu 75:25. Peralatan yang digunakan adalah alat kompaksi, *hydraulic press*, untuk mendapatkan pelet *green* Fe-Cr. Dari hasil kompaksi diperoleh type dari ke tiga sampel yang nantinya akan disinter dengan variasi suhu *sintering* (1100°C, 1200°C dan 1300°C) dimana dari ketiga pellet tersebut ditandai dengan Type B, C dan D. Pengukur densitas yang digunakan suhu 1200°C dan 1300°C. Untuk pengamatan struktur mikro, dilakukan proses poles menggunakan kertas amplas SiC lalu dengan pasta alumina (0,05 μ m), proses selanjutnya *etching* dengan bahan kimia produk kalling No.2. Karakteristik hasil *sintering* diamati dengan SEM-EDS [13], XRD [15,16] berikut analisis penghalusan fasa menggunakan *software* MAUD (Material Analysis Using Diffraction) dan penentuan Nilai kekerasan dari masing-masing sampel (B, C dan D).



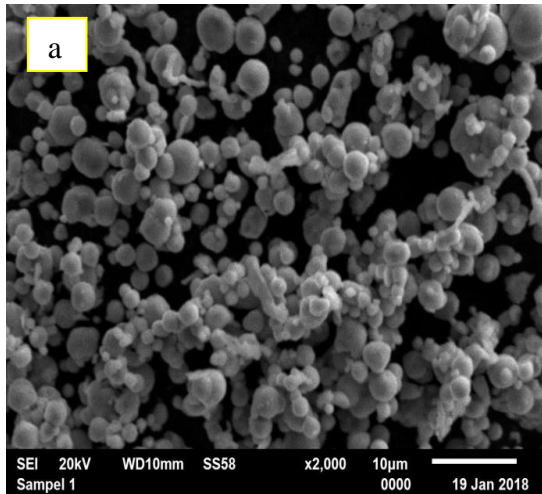
Gambar 1. Pola pemanasan pada Sintering sampel Green

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Konsolidasi Partikel Paduan Mikro Fe-Cr Hasil Perlakuan Ultrasonik Pada Kompaksi

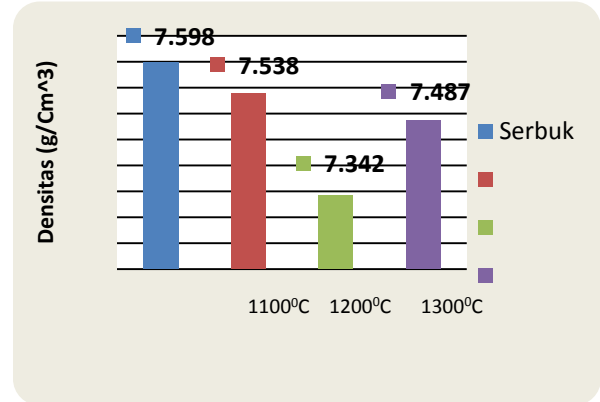
Untuk sampel pertama, serbuk Fe dan Cr secara langsung dicampur dan direndam pada larutan toluen kemudian diproses dengan metode ultrasonik. Serbuk Fe dan Cr dicampur dengan komposisi masing-masing 75% berat dan 25% berat Cr masing-masing. Setelah itu, proses ultrasonik dijalankan.

dengan frekuensi 20 kHz sedangkan amplitudo ditetapkan sebesar 50% dari maksimum. Prosesnya berlangsung selama 20 jam, selanjutnya disebut Sampel A. Struktur mikro serbuk prekursor Fe dan Cr ditunjukkan pada Gambar 2. Sementara struktur mikro green Fe-Cr hasil kompaksi serbuk dan disinter dengan variasi suhu dengan waktu tahan selama 1 jam pada masing-masing suhu, tertera pada Gambar 3. (Sampel B, C dan D).



Gambar 2. Struktur mikro serbuk precursor Fe dan Cr
 Dari Gambar 2 terlihat bahwa partikel Fe berbentuk bulat dan bergandengan, Efek kompaksi pada konsolidasi serbuk Fe-Cr setelah melalui proses sintering memberikan nilai densitas seperti ditampilkan pada Gambar 3. Sebagaimana terlihat pada Gambar 2, bahwa partikel *green* tipe A terdiri dari partikel kecil dan partikel besar (aglomerasi Cr). Partikel aglomerasi Cr tampak lebih kompak dibanding hasil kompaksi yang hanya berupa partikel partikel kecil. Partikel kecil dan besar saling mengisi, sehingga densitas tipe A lebih besar. Pada tipe B, C

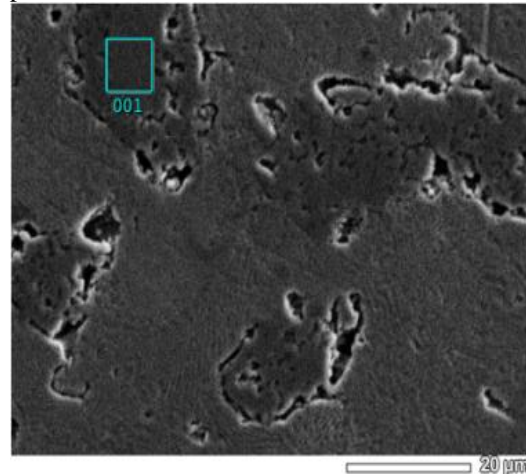
dan D terdapat partikel Fe dan Cr berukuran kecil dimana partikel kecil Cr ini adalah hasil pecahan partikel besar Cr. Ukuran dan bentuknya lebih homogen, sehingga densitas Tipe B, C dan D lebih rendah dari tipe A. Densitas Tipe A sedikit lebih besar dibanding dengan Tipe B, C dan D (setelah proses sinterin).

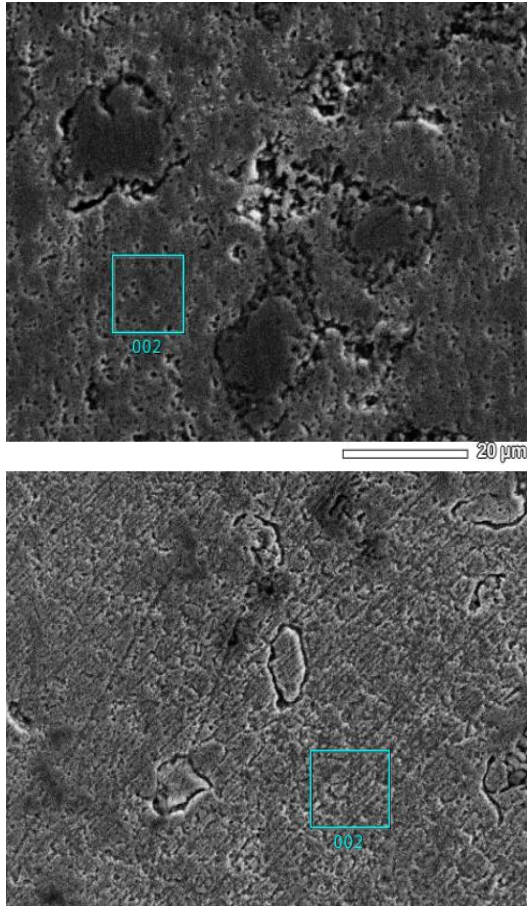


Gambar 3. Densitas Fe-Cr sebelum dan setelah kompaksi dan sintering

Konsolidasi Partikel Paduan Mikro Fe-Cr Pada Variasi Sintering

Struktur mikro Paduan Fe-Cr Hasil Variasi Sintering Struktur mikro dan komposisi unsur bongkah Fe-Cr hasil variasi *sintering* tertera pada Gambar 4, dan hasil analisis komposisi unsur dengan *EDS* tertera pada Tabel 1. Pada Gambar 4 (b) terlihat bahwa pada bongkah paduan Fe-Cr tipe B memiliki partikel yang menyatu dan homogen, batas butir tidak begitu jelas namun terlihat pori seperti membentuk batas butir. Terdapat banyak pori berukuran besar dan kecil pada permukaan sampel.





Gambar 4. Strukturmikro bongkah Fe-Cr hasil variasi sintering (b) suhu 1100⁰C, (c) suhu 1200⁰C (d) suhu 1300⁰C

Gambar 4 (b) terlihat bahwa bongkah paduan Fe-Cr tipe B memiliki strukturmikro dengan permukaan matriks yang mulus dan homogen yang menunjukkan bahwa partikel menyatu dengan baik. Terdapat pori pada permukaan dan pada sebagian permukaan terdapat bagian yang belum larut dengan sempurna. Sementara pada Gambar 4(c) terlihat bahwa partikel Fe-Cr tipe C menyatu dengan baik dan homogen, tidak memiliki batas butir yang jelas dan terdapat banyak pori berukuran besar dan kecil pada permukaan. Pada Tabel 1 terlihat bahwa matriks bongkah paduan Fe-Cr tipe D memiliki komposisi paling mendekati dengan komposisi unsur awal paduan, sementara pada bagian yang belum larut

semuanya (posisi 001) terdiri atas kandungan Cr tinggi. Dari pola strukturmikro Gambar 4 terlihat bahwa bongkah paduan Fe-Cr tipe C dan tipe B, memiliki strukturmikro dengan butir yang besar yang

ditunjukkan oleh tidak adanya batas yang jelas antar butir. Terlihat juga bahwa permukaan bongkah paduan Fe-Cr tipe D lebih mulus dibandingkan dengan tipe B maupun tipe C.

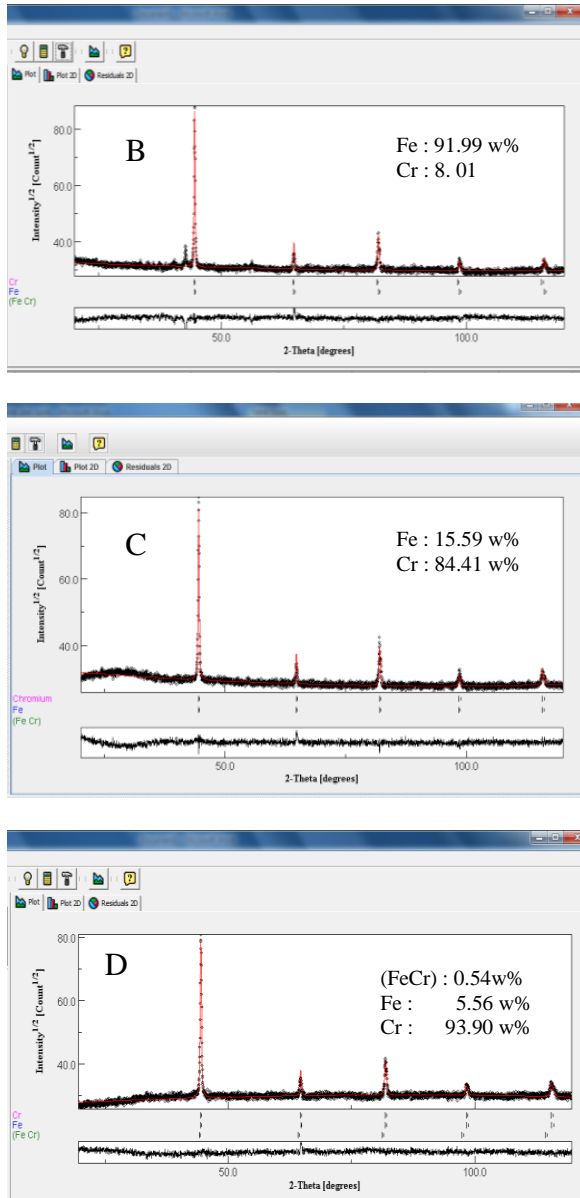
Tabel 1. Komposisi unsur pada daerah tertentu dari bongkah paduan Fe-Cr tipe B, tipe C, dan tipe D hasil variasi disinter.

Posisi	Fe (%massa)	Cr (%massa)
(b) 001	5.39	94.61
(c) 002	73.84	25.16
(d) 002	75.28	24.72

Pada proses *sintering*, penahanan suhu pada setiap sintering (1000⁰ C, 1200⁰C dan 1300⁰C), memberikan waktu untuk penyatuan partikel yang saling berdekatan sebagai inti awal paduan. Penyatuan pada tahap ini diyakini hanya penyatuan antar permukaan membentuk leher antar partikel atau difusi permukaan seperti yang dinyatakan oleh peneliti sebelumnya [19]. Pada tahap ini partikel Fe ataupun Cr yang ada di sekitar paduan mikro Fe-Cr berdifusi permukaan ke partikel paduan mikro Fe-Cr (paduan mikro memiliki ikatan kuat yaitu ikatan logam) sehingga melengkapi komposisi paduan mikro yang sudah ada. Pada suhu lebih tinggi (1300⁰C) partikel partikel inti awal menyatu membentuk partikel paduan yang lebih besar, terjadi difusi batas butir atau difusi kekisi [19] melepas material dari batas butir menuju ke pengerutan atau pemadatan. Pemadatan pada permukaan bongkah paduan Fe-Cr tipe A menyisakan banyak pori kecil ataupun besar pada permukaan bongkah. Dengan variasi *sintering*, terlihat partikel bongkah paduan pada suhu 1300⁰C Fe-Cr menyatu dengan baik. Pembentukan komposisi matriks bongkah paduan Fe-Cr tipe D melalui proses *sintering* lebih mendekati ke komposisi awal sebelum *sintering*. Dengan kata lain, bongkah paduan Fe-Cr yang terbentuk melalui proses *sintering* pada suhu 1300⁰C akan memiliki komposisi lebih mendekati dengan komposisi awal yang diharapkan, dan juga penyatuan lebih baik apabila menggunakan serbuk partikel paduan mikro Fe-Cr seutuhnya.

Analisis Fasa Paduan Fe-Cr Hasil Variasi Sintering

Pola difraksi Fe-Cr hasil variasi *sintering* disertai dengan posisi sudut 2θ untuk beberapa puncak dan pola hasil penghalusan menggunakan metode *Rietveld* tertera pada Gambar 5. Hasil analisis kuantitatif pola difraksi Fe-Cr yang disinter dalam kapsul dan yang bersesuaian dengan Gambar 5 ditampilkan pada Tabel 2, disertai juga hasil kuantitatif untuk bahan serbuk pembentuknya yang digunakan pada penelitian ini [12].



Gambar 5. Pola difraksi bongkah paduan Fe-Cr hasil *sintering* dalam kapsul kuarsa disertai posisi sudut 2θ dan pola hasil penghalusan menggunakan metode *Rietveld* untuk tipe B, C dan D

Untuk Variasi *sintering*, pada penahanan suhu pertama (1100°C selama 1 jam) partikel-partikel yang berdekatan terikat dan menjadi inti awal untuk pengikatan selanjutnya pada tahap selanjutnya. Pada tahap ini inti awal pembentuk Fe-Cr lebih banyak pada tipe A, oleh karena pada Tipe B, C dan D sebagian partikel sudah menjadi paduan mikro Fe-Cr seperti sudah dijelaskan pada alinea awal bagian hasil dan pembahasan ini [12]. Dengan demikian pada saat *sintering* fraksi massa fasa Fe-Cr lebih banyak yang terbentuk pada Tipe A. Dilain pihak pada tipe B, C dan D pembentukan inti lebih sedikit pada penahanan suhu tahap pertama karena sebagian inti pada awalnya sudah berupa paduan mikro dengan demikian pada tahap selanjutnya fraksi massa fasa Fe-Cr yang terbentuk lebih sedikit. Hasil parameter kisi ini menunjukkan bahwa dengan *sintering* sampai suhu 1300°C terhadap campuran serbuk (Fe, Cr, dan paduan mikro FeCr) maka terbentuk bongkah paduan fasa Fe-Cr. Hasil ini juga menunjukkan bahwa fasa paduan Fe-Cr yang berasal dari serbuk paduan mikro Fe-Cr seutuhnya (tipe A, hasil perlakuan ultrasonik) lebih konsisten. Hasil-hasil tersebut semakin mempertegas bahwa komposisi bongkah paduan Fe-Cr adalah lebih homogeny menggunakan serbuk paduan mikro Fe-Cr hasil perlakuan ultrasonik, dan juga fasa bongkah paduan Fe-Cr lebih stabil diperoleh dengan serbuk paduan mikro Fe-Cr hasil metode ultrasonik. Proses *sintering* pada penelitian ini menghasilkan paduan larutan padat Fe-Cr sesuai dengan teori Hume-Rothery rules [20]. Pada penelitian lain, paduan berbasis Fe juga telah berhasil dibuat dari serbuk besi sponge, serbuk Nikel, dan serbuk grafit yang dikompaksi bersama dengan lubrikan zinc stearate melalui *sintering* konvensional dan microwave dengan suhu 11200°C selama 30 menit [21]

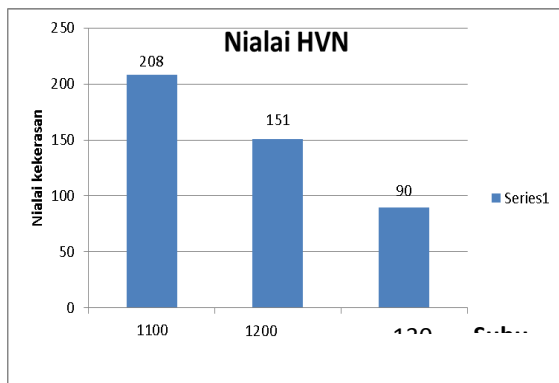
Nilai Kekerasan Bongkah Paduan Fe-Cr Hasil *Sintering*

Efek *sintering* terhadap konsolidasi *green*Fe-Cr memberikan nilai kekerasan seperti ditampilkan pada Gambar 6 kenaikan nilai kekerasan seperti pada Gambar 6. Terlihat bahwa telah terjadi penurunan nilai kekerasan pada sampel B, hal ini kemungkinan dapat terjadi pada saat pengambilan data menggunakan mesin Vickers, dimana pada saat penekanan indenter tepat mengenai bagian yang

keras dari sampel sehingga nilai kekerasan tersebut lebih tinggi dibandingkan dengan sampel lainnya. Nilai kekerasan dari semua jenis *green* Fe-Cr setelah *sintering*. Sebagaimana telah dijelaskan pada bagian pembahasan strukturmikro, seperti pada Gambar 3, bahwa *green* Fe-Cr tipe A terdiri dari partikel kecil (Fe,Cr) dan partikel besar (aglomerasi Cr) sehingga pada saat kompaksi partikel kecil dan besar saling mengisi sehingga pada saat *sintering* penyatuan antar partikel akan lebih baik atau lebih rapat. Pada *sintering* sampai 1100⁰C, terjadi pembentukan leher antar partikel atau penggabungan permukaan partikel, sementara pada suhu tinggi (1300 ⁰C) terjadi difusi batas butir atau ke kisi dan terjadi pepadatan [20].

Tabel 2 Nilai kekerasan setelah *sintering*

Sampel	Pembebanan (Kg)	HVN _{rata-rata}
FC25 A5t2 (1100 ⁰ C)	0.2	208
FC25 A5t2 (1200 ⁰ C)	0.2	151
FC25 A5t2 (1300 ⁰ C)	0.2	90



Gambar 6. Grafik Nilai kekerasan hasil sinter

Dengan kondisi awal seperti *green* dimana partikel saling mengisi maka Nilai kekerasan Fe-Cr tipe B lebih besar dibanding Tipe C maupun Tipe D. Dilain pihak, partikel *green* Tipe D merupakan partikel-partikel kecil yang memiliki ukuran hampir sama sehingga tidak terjadi partikel yang saling mengisi. Dengan demikian Nilai kekerasan yang diperoleh lebih rendah. Nilai kekerasan (Gambar 7) hasil *sintering* dengan variasi suhu sinter Fe-Cr menurun

kekerasannya (Gambar 6). Penurunan ini terjadi karena pada proses *sintering* terjadi difusi antar partikel baik difusi permukaan dan difusi batas butir atau kekisi.

IV.KESIMPULAN

Bongkah paduan Fe-Cr bisa diperoleh melalui kompaksi tanpa lubrikan terhadap serbuk paduan mikro Fe-Cr hasil perlakuan ultrasonik, dan diikuti *sintering* bertahap dalam kapsul kaca kuarsa dengan menggunakan tungku induksi. Fasa paduan Fe-Cr yang diperoleh melalui variasi *sintering* lebih stabil dan konsisten dengan partikel awal paduan mikro Fe-Cr seutuhnya dibandingkan dengan partikel awal paduan mikro Fe-Cr sebagian. Bongkah paduan Fe-Cr yang diperoleh merupakan larutan padat. Proses variasi *sintering* melalui suhu 1100⁰ C sampai suhu 1300⁰ C terhadap partikel serbuk Fe-Cr yang berbeda proses sinternya akan memberikan nilai kekerasan yang berbeda pada bongkah paduan Fe-Cr lebih besar dibandingkan dengan ukuran partikel yang hampir sama. Bongkah paduan Fe-Cr yang diperoleh merupakan paduan Fe-Cr homogen dan tanpa oksida. Dengan demikian pembuatan bongkah paduan Fe-Cr homogeny dan tanpa oksida dapat dilakukan melalui metode ultrasonik dan bisa mengatasi permasalahan yang ditemui pada metode yang ada saat ini.

DAFTAR ACUAN

- [1]. I. Antepara, I. Villarreal, L.M. Rodríguez-Martínez, N. Lecanda, U. Castro, and A. Laresgoiti, "Evaluation of ferritic steels for use as interconnects and porous metal supports in IT-SOFCs." *Journal of Power Sources* 151, pp 103- 107.2005.
- [2]. R. Nowosielski, R. Babilas, "Fe-based bulk metallic glasses prepared by centrifugal casting method." *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, vol. 48, Issue 2, pp. 153-160, Oct. 2011.
- [3]. A. Venskutonis, W. Glatz and G. Kunschert, "P/M Processing of ODS Cr- and FeCr-based alloys for Solid Oxide Fuel Cell Applications." in 16th Plansee seminar: powder metallurgical high performance materials, 2005, pp.534-544.
- [4]. S. Darwin, S. K. Deni, H. Saryanto, H. Sulaiman, M. A. Othman, and U. Pudji. "Oxidation Resistance of Fe80Cr20 Alloys Treated by Rare Earth

- Element Ion Implantation." in AIP Conference Proceedings, vol. 1394, 2010, pp. 90-102.
- [5]. J. C. Hwan, L. H. Gyou, K. C. Joong, and S. B. Bhaduri. "Synthesis of Cu-Ni alloy powder directly from metal salts solution." *Journal of Nanoparticle Research*, vol.5, pp.383-388. 2003.
- [6]. D. J. D Silva, A. Silva, R. Machado, A. P. Paulo, Wendhause, "Processing of The Fe₃Si Alloy From Prealloyed Powder Fe₄Si by Injection Metal Molding." *Materials Science Forum*, vol. 591-593, pp 86-90. 2008.
- [7]. L.A. P. Maqueda, A. Duran, and J. L. P. Rodríguez, "Preparation of submicron talc particles by sonication." *Appl. Clay Sci.*, vol.28, pp. 245-255. 2005.
- [8]. P. R. Gogate, R. K. Tayal, and A. B. pandit. "Cavitation: A Technology on the horizon." *Current Science*, vol. 91, no. 1, July. 2006.
- [9]. R. Kuppa, V. S. Moholkar. "Physical features of ultrasound-enhanced heterogeneous permanganate oxidation." *Ultrason Sonochem*, vol.17, pp.123-131. 2010.
- [10]. H. D. Hanh, N. T. Dong, C. Starvarache, K. Okitsu, Y. Maeda, and R. Nishimura. "Methanolysis of Triolein by Low Frequency Ultrasonic Irradiation." *Energy Converse. Manage.*, vol. 49, pp. 276-280. 2008.
- [11]. M. Thirunavukkarasu and N. Kanagathara. "Ultrasonic Studies on Non-Aqueous Solutions of Carbon Tetra Chloride in Toluene." *International Journal of Chemistry Research*, vol. 2, Issue 4. 2011.
- [12]. M. Silalahi, A. Dimiyati, S. Harjanto, P. Untoro, B. Suharno. "Microalloying of FeCr by using Ultrasonic Irradiation. (dalam pengajuan ke *International Journal of Technology*).
- [13]. W. Pilarczyk, R. Nowosielski, and A. Pilarczyk. "The structural study of Ti-Si-C alloys produced by mechanical alloying method." *Archives of Materials Science and Engineering*, vol. 38, pp.78-84. 2009.
- [14]. H. F. Sun, X. W. Li, J. Feng, W. Fang. "Characterization of TiAl-based alloy with high content Nb by powder metallurgy," *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 22, pp. s491-s495. 2012.
- [15]. ICDD, Software PCPDFWIN VERSION 1.30 (C) Copyright 1997
- [16]. K. T. Jacob, S. Raj, and L. Rannesh. "Vegard's law: a fundamental relation or an approximation?" *International Journal of Materials Research*, vol.9, pp. 776-779. 2007.
- [17]. F. Izumi. "Rietveld Analysis System RIETAN, A Software Package for the Pietan Analysis and Simulation of X-ray and Neutron Diffraction Patterns." *Rigaku J.*, vol.6, no.1, pp. 10. 1989.
- [18]. S. Suminta dan E. Kartini. "Analisis Struktur Komposit (AgI)_x (AgPO₃)_{1-x} Dengan Metode Rietveld." *Jurnal Sains Materi Indonesia*, pp. 196 - 201, Oct. 2006.
- [19]. S. J. L. Kang. Sintering Densification, Grain Growth & Microstructure. Elsevier, 2005, pp. 39-50.
- [20]. R. Abbaschian, L. Abbaschian, R. E. R. Hill. Physical Metallurgy Principles, fourth edition. Cengage Learning, 2008, pp. 261-26.
- [21]. A. R. Annamalai, A. Upadhaya, and D. Agarwal. "Effect of heating mode on sintering of ferrous compacts through powder metallurgy route." *International Heat Treatment and Surface Engineering*, vol. 5, no. 4, pp. 155-160. 2011