

PENGARUH PROSES NITRIDISASI TERHADAP SIFAT MEKANIS PERMUKAAN BAJA PADUAN RENDAH AISI 4340

Anthonius S., Sulistioso G.S. dan Sumaryo

*Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) - BATAN
Kawasan Puspipstek, Serpong 15314, Tangerang*

ABSTRAK

PENGARUH PROSES NITRIDISASI TERHADAP SIFAT MEKANIS PERMUKAAN BAJA PADUAN RENDAH AISI 4340. Baja paduan rendah AISI 4340 banyak digunakan sebagai bahan komponen mesin dan bahan komponen pengatur katup aliran gas pada pembangkit listrik yang pada pemakaiannya banyak mengalami gesekan atau aus. Untuk meningkatkan sifat mekanis bahan khususnya ketahanan aus, pada penelitian ini dilakukan proses pengerasan permukaan baja AISI 4340 dengan metode nitridisasi. Proses nitridisasi dilakukan dengan menggunakan tungku pemanas yang dialiri gas amonia (NH_3) murni pada suhu 525 °C dan 550 °C selama 6 jam. Pengujian yang dilakukan adalah uji ketahanan aus, uji kekerasan, pengamatan strukturmikro dan penentuan fasa. Pada kedua suhu, sampel yang telah dinitridisasi mengalami peningkatan ketahanan aus sebesar dua kali sama seperti peningkatan kekerasan dua kali lebih besar dari kekerasan substrat. Strukturmikro sampel setelah di nitridisasi, pada permukaannya terjadi lapisan putih dengan ketebalan 10 μm dan dibawahnya lapisan difusi setebal 40 μm dan 50 μm masing-masing untuk suhu 525 °C dan 550 °C. Dari analisis *X-Ray* difraksi, fasa-fasa yang terbentuk pada permukaan sampel adalah fasa nitrida Fe_3N , CrN dan terdapat juga oksida besi Fe_2O_3 .

Kata kunci : Nitridisasi, ketahanan aus, kekerasan

ABSTRACT

THE EFFECT OF NITRIDING PROCESS ON SURFACE MECHANICAL PROPERTIES OF LOW ALLOY STEEL AISI 4340. Low alloy steel AISI 4340 has been used as a material for machine component and regulator valve for power plant, which in use they suffered a lot of friction or wear. To improve the mechanical properties, in this research surface hardening on AISI 4340 steel has been done with nitriding process. The nitriding process is done in a furnace which is flowed by ammonium (NH_3) gas at temperature 525 °C and temperature 550 °C for 6 hours. Several characterization has been done after nitriding such as: wear resistance, hardness, microstructure and phase characterization. For both temperature process, the wear resistance of the substrat increase two times as well as the hardness also increase two times after nitriding. The cross section microstructure of substrat after nitriding showed a 10 μm white layer and then a diffusion layer about 40 μm and 50 μm for temperature 525 °C and temperature 550 °C. Analysis of *X-Ray* diffraction, there are nitride phases Fe_3N , CrN , and also iron oxide Fe_2O_3 on the surface.

Key words : Nitriding, wear resistance, hardness

PENDAHULUAN

Sifat mekanik permukaan bahan logam merupakan permasalahan yang perlu mendapat perhatian khusus karena permukaan logam adalah bagian yang paling besar mendapat pengaruh pada saat pemakaiannya sebagai suatu komponen pada mesin. Logam baja yang digunakan sebagai bahan komponen cetakan, roda gigi, poros, atau sebagai komponen pada mesin akan mengalami gesekan dan pembebanan yang besar. Oleh karena itu diperlukan bahan yang mempunyai sifat mekanis permukaan yang dapat meningkatkan unjuk kerja komponen bahkan untuk menghindari kegagalan dalam pemakaian.

Dunia industri banyak memerlukan bahan dengan sifat permukaan yang keras dan memiliki ketahanan aus

yang baik. Secara prinsip untuk memperbaiki sifat mekanis permukaan bahan logam dapat dilakukan dengan dua cara. Pertama, dengan perlakuan panas atau pembentukan fasa martensit yang keras. Kedua, penambahan unsur tertentu yang akan berdifusi ke dalam logam dan membentuk fasa kedua yang akan meningkatkan sifat mekanis logam tersebut.

Pada penelitian ini dilakukan cara yang kedua untuk meningkatkan sifat mekanis permukaan baja paduan AISI 4340 yakni dengan proses nitridisasi. Sifat mekanis akan meningkat karena akan terbentuk lapisan paduan nitrida yang keras pada permukaan bahan. Dengan meningkatnya sifat mekanis maka umur pakai komponen juga akan semakin lama.

Nitrogen dapat membuat ikatan kimia atau bersenyawa dengan unsur-unsur aluminium, magnesium, silikon, titanium, vanadium, kromium, molybdenum, nikel dan besi membentuk senyawa nitrida. Unsur-unsur tersebut disebut sebagai *nitride formers*. Senyawa nitrida mempunyai kekerasan yang tinggi sama seperti senyawa karbida. Menurut urutannya elemen paduan yang paling berpengaruh dalam meningkatkan kekerasan pada nitridisasi adalah Al, Ti, Cr, Mo, V dan Ni.

Pengerasan permukaan dilakukan dengan proses nitridisasi gas pada suhu 525 °C dan 550 °C selama 6 jam. Gas yang digunakan adalah gas amonia dengan kemurnian tinggi. Setelah proses nitridisasi dilakukan beberapa pengujian yaitu uji keausan, pengamatan struktur mikro dengan mikroskop optik, uji kekerasan makro dan mikro dengan metode *Vickers* sekaligus untuk menentukan kedalaman lapisan, dan penentuan fasa dengan *XRD*.

TEORI

Baja Paduan Rendah AISI 4340

Baja paduan rendah atau *low alloy steels* merupakan jenis baja paduan dengan kandungan unsur pemuat kurang dari 5 %. Masing-masing unsur pemuat memberikan pengaruh yang kuat pada sifat-sifat bahan baja. Baja paduan rendah AISI 4340 merupakan jenis baja yang banyak digunakan sebagai bahan teknik antara lain sebagai bahan komponen mesin. Bahan ini sangat cocok untuk ditingkatkan atau diatur sifat-sifatnya dengan perlakuan panas. Menurut standar, komposisi kimia baja AISI 4340 adalah : 0,36 % C hingga 0,44 % C; 0,55 % Mn hingga 0,80 % Mn; 0,15 % Si hingga 0,30 % Si; 0,60 % Cr hingga 0,90 % Cr; 1,65 % Ni hingga 2,00 % Ni; dan 0,20 % Mo sampai dengan 0,30 % Mo.

Nitridisasi Pada Logam

Nitridisasi adalah perlakuan pengerasan yang dapat menghasilkan lapisan pada permukaan dengan kekerasan yang tinggi pada paduan baja. Proses nitridisasi membuat difusi atom nitrogen ke dalam baja pada suhu yang relatif rendah. Kelebihan dari proses nitridisasi dibanding dengan proses pengerasan permukaan lainnya adalah kekerasan yang terbentuk tidak memerlukan *quenching* dan tidak menimbulkan masalah distorsi. Proses *finishing* dapat dihilangkan atau dikurangi. Permukaan yang telah dinitridisasi mempunyai ketahanan pakai yang tinggi dan bersifat *anti-galling*. Ketahanan fatik dan ketahanan korosi komponen meningkat. Permukaan sampel juga tahan terhadap pelunakan sampai pada suhu proses.

Nitridisasi bisa dilakukan dengan menggunakan gas N₂, ammonia (NH₃) cair atau gas, bisa juga gas N₂ dicampur dengan gas ammonia [1,2]. Proses nitridisasi terdiri dari dua tahap. Pertama terjadi difusi nitrogen ke

permukaan substrat sehingga terbentuk fasa yang kaya nitrogen yang disebut *white layer* atau *compound layer*. Nitrogen berasal dari disosiasi ammonia (NH₃), menjadi tiga bagian H₂ dan satu bagian N₂ pada suhu 500 °C. Tahap kedua nitrogen dari *white layer* berdifusi ke lokasi interstisi substrat martensit dan membentuk lapisan presipitat nitrida yang disebut *diffusion layer*. Lapisan putih (*white layer*) bersifat getas, ada yang tidak menginginkan terbentuknya fasa ini karena mempengaruhi umur fatik dari komponen. Namun ada juga yang membiarkannya untuk komponen yang bekerja pada tekanan yang tinggi. Untuk mengurangi terbentuknya lapisan putih dapat dilakukan dengan menaikkan suhu nitridisasi hingga 565 °C.

Jari-jari atom nitrogen separuh dari jari-jari atom besi dan sekitar 8 % lebih kecil dari jari-jari atom carbon [3]. Dengan demikian atom nitrogen dapat masuk sebagai inklusi pada kisi kristal atom besi terutama pada temperatur tinggi, karena energi gerakanya juga tinggi. Susunan atom logam yang berbentuk kristal bila ditambahkan atom asing lain yang berbeda ukurannya dapat menimbulkan distorsi kisi baru, disamping distorsi kisi yang telah ada. Penambahan atom asing ini dapat dilakukan dengan memanaskan logam yang akan menyebabkan atom-atom logam bervibrasi sehingga mudah dimasuki atom asing. Distorsi kisi tersebut akan menimbulkan regangan kisi yang akan mempersulit pergerakan dislokasi, sehingga diperlukan gaya yang lebih besar untuk menggerakkan atom dalam kristal. Karena dislokasi susah bergerak maka kekuatan dan kekerasan bahan akan meningkat.

METODE PERCOBAAN

Preparasi Sampel

Sebelum proses nitridisasi dilakukan pengujian komposisi bahan dengan *Atomic Emission Spectroscopy* (AES) untuk memastikan komposisi bahan, pengujian ini dilakukan di laboratorium metalurgi UI. Persiapan sampel diawali pemotongan sampel sebanyak 10 buah dengan ukuran 3cm x 1cm x 1 cm. Ukuran ini disesuaikan agar dapat digunakan untuk pengujian setelah sampel di nitridisasi. Setelah dipotong sampel diampelas dengan kertas amplas ukuran 120, 240, 400, 800, 1000, dan 1200, setelah itu sampel dinitridisasi.

Proses Nitridisasi

Proses nitridisasi dilakukan dengan menggunakan tungku pemanas *Hot Surface Centurion vpn NEY*. Gas yang digunakan adalah gas NH₃ murni. Pada percobaan ini proses nitridisasi dilakukan pada suhu 550 °C dan 525 °C selama 6 jam. Proses nitridisasi diawali dengan mengalirkan gas untuk mengeluarkan oksigen dari dalam tungku dan pemanasan sampel pada suhu 350 °C selama 5 menit. Laju aliran gas adalah

4,5 liter per menit. Kemudian suhu dinaikkan sampai 525 °C dan 550 °C. Pemilihan dua suhu nitridasi yaitu suhu 525 °C dan 550 °C adalah untuk melihat perbedaan pembentukan *white layer*. Pada suhu yang lebih tinggi akan mengurangi pembentukan atau ketebalan *white layer*. Proses nitridasi dilakukan selama 6 jam. Setelah selesai sampel didinginkan bersamaan dengan penurunan suhu tungku sampai ke suhu kamar. Proses nitridasi dilakukan di laboratorium Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN)-BATAN.

Setelah dingin sampel diambil dan dilakukan pengujian keausan dengan mesin uji OGOSHI tipe OAT-U, pengujian kekerasan makro dan mikro dengan metode *Vickers*, pengamatan strukturmikro dengan mikroskop optik, dan pengujian fasa dengan dengan *X-Ray Diffractometer*. Pengujian keausan dan kekerasan dilakukan di laboratorium metalurgi UI, sedang pengujian strukturmikro dan *XRD* dilakukan di PTBIN-BATAN.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengujian Komposisi Kimia Baja Paduan Rendah AISI 4340

Pengujian komposisi kimia dilakukan dengan *Atomic Emission Spectroscopy* untuk memastikan bahan yang digunakan. Data hasil uji komposisi kimia ditunjukkan pada Tabel 1. Bila dibandingkan dengan data standar AISI, bahan tersebut sesuai dengan AISI 4340 dan dikenal dengan nama *Nickel-Chromium-Molybdenum Steel*.

Tabel 1. Komposisi kimia AISI 4340

Unsur	Kadar (wt %)
C	0.41
Si	0.24
S	0.10
P	0.154
Mn	0.78
Ni	1.632
Cr	0.810
Mo	0.203
Cu	0.199
W	0.009
Sn	0.010
Co	0.012
Al	0.013
Fe	balance

Setelah pengujian komposisi dilakukan proses nitridasi pada suhu 525 °C dan 550 °C. Sampel yang telah dinitridasi secara visual menunjukkan perubahan warna yang semula putih menjadi abu-abu kehitaman.

Pengujian Ketahanan Aus

Pengujian ketahanan aus dilakukan dengan menggunakan metode abrasi dimana terjadi gesekan antara bahan yang lebih keras dengan sampel yang diuji. Parameter pengujian yang digunakan adalah kecepatan luncur (*v*) yang konstan sebesar 1,97 m/s, dengan jarak luncur sebesar 200 m serta dengan beban seberat 6,32 kg dan 12,64 kg.

Tabel 2. Hasil Uji Ketahanan Aus

Sampel	Volume terabrasi W (mm ³)	
	Beban = 6,32 kg	Beban = 12,64 kg
AISI 4340 Tanpa nitridasi	0,05	0,06
AISI 4340 nitridasi 525 °C	0,04	0,04
AISI 4340 nitridasi 550 °C	0,03	0,03

Dari hasil pengujian pada Tabel 2 jelas terlihat adanya peningkatan ketahanan aus permukaan dimana volume terabrasi pada sampel yang dinitridasi lebih kecil dari pada sampel yang tanpa nitridasi. Sampel hasil nitridasi pada 550 °C ketahanan ausnya meningkat rata-rata sebesar dua kali.

Pengujian Kekerasan

Pengujian kekerasan terdiri dari pengujian kekerasan makro yang dilakukan pada permukaan sampel yang tidak mengalami perlakuan nitridasi dan pengujian kekerasan mikro pada permukaan dan penampang lintang sampel.

Pengujian Kekerasan Makro

Pengujian kekerasan makro dilakukan pada permukaan sampel AISI 4340 yang tidak dinitridasi dengan metode *Vickers* dengan beban 31,25 kg. Dari tiga kali pengujian diperoleh kekerasan rata-rata sebesar 117,97 HV.

Pengujian Kekerasan Mikro

Pengujian kekerasan mikro ini dilakukan pada permukaan dan penampang lintang sampel AISI 4340 yang belum dan sudah dinitridasi dengan menggunakan beban 25 gram dan waktu penjekakan selama 10 detik.

Tabel 3. Hasil Uji Kekerasan Mikro pada Permukaan Sampel

Sampel	HV rata-rata
Tanpa nitridasi	117,87
Nitridasi pada 525 °C	233,94
Nitridasi pada 550 °C	265,76

Masing-masing pengujian dilakukan sebanyak 3 kali dan hasilnya ditampilkan pada Tabel 3. dan untuk kekerasan pada arah tampang lintang ditampilkan pada Tabel 4.

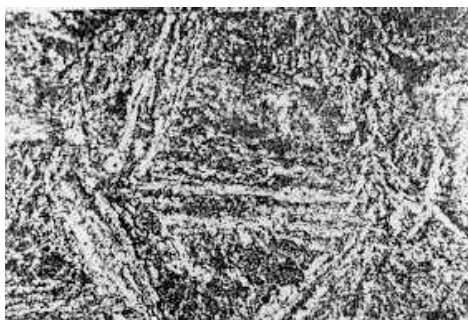
Tabel 4. Kekerasan pada Penampang Lintang

Jarak (μm)	Kekerasan (HV)	
	T = 525 °C	T = 550 °C
10	205.47	189.21
20	189.21	189.21
30	163.50	165.04
40	145.23	160.47
50	118.68	147.83
60	128.78	126.13
70	115.88	116.34
80	---	118.68

Pengamatan Strukturmikro

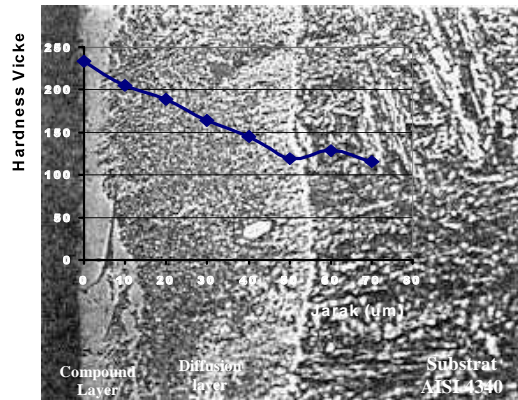
Pengamatan strukturmikro dilakukan dengan menggunakan mikroskop optik. Sampel terlebih dahulu diampelas, dipoles dan *dietsa* dengan larutan nital 2 %.

Gambar 1 adalah strukturmikro sampel substrat AISI 4340 yang mempunyai struktur martensit. Biasanya sebelum dinitridisasi baja yang dapat dikeraskan akan dikeraskan dan ditemper terlebih dahulu. Ternyata dari strukturmikro tersebut tampak bahwa sampel telah dikeraskan melalui proses pemanasan sehingga terbentuk fasa martensit.

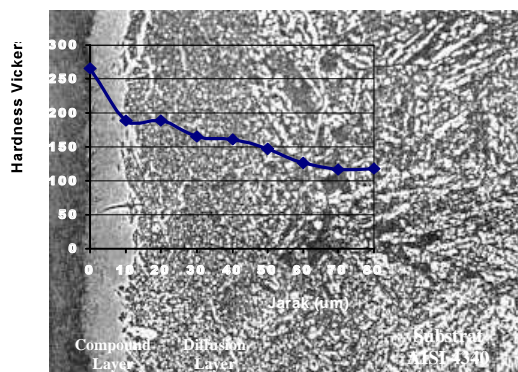


Gambar 1. Strukturmikro substrat AISI 4340 (Nital, 500 X)

Gambar 2 dan Gambar 3 adalah strukturmikro penampang lintang sampel yang telah dinitridisasi. Setelah dinitridisasi terbentuk lapisan putih (*white layer*) atau *compound layer* pada permukaan sampel dan di bawahnya terjadi lapisan difusi (*diffusion layer*) dengan strukturmikro yang berbeda dari substrat dengan strukturmikro martensit di bawahnya.



Gambar 2. Struktur mikro tampang lintang sampel yang dinitridisasi pada 525 °C dan grafik pengukuran ketebalan



Gambar 3. Strukturmikro tampang lintang sampel yang dinitridisasi pada 550 °C dan grafik pengukuran ketebalan lapisan nitrida berdasarkan uji kekerasan (Nital, 500 X)

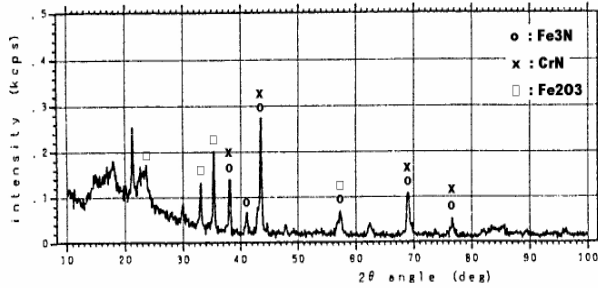
Pengukuran Kedalaman Lapisan

Kedalaman lapisan yang terbentuk diukur dengan menggunakan data pengujian kekerasan mikro. Pengujian kekerasan mikro metode *Vickers* dengan beban sebesar 10 gram dilakukan pada penampang lintang sampel dari permukaan sampai ke arah substrat dan hasilnya ditampilkan pada Tabel 4.

Hasil pengujian kekerasan tersebut dibuat grafik seperti pada Gambar 2 dan Gambar 3 yang ditempelkan pada strukturmikro penampang lintang dari kedua sampel yang dinitridisasi. Dari grafik dan gambar strukturmikro tersebut dapat diperkirakan kedalaman lapisan pada sampel. Pada Gambar 2 kedalaman lapisan pada suhu nitridisasi 525 °C sekitar 50 μm dengan *white layer* sekitar 10 μm. Pada Gambar 3 sampel yang dinitridisasi pada suhu 550 °C kedalaman lapisan adalah sekitar 60 μm termasuk adanya *white layer* sekitar 10 μm.

Pengujian Fasa pada Permukaan Lapisan Sampel

Untuk mengetahui fasa (senyawa) yang terjadi pada permukaan sampel yang telah dinitridisasi dilakukan pengujian dengan difraksi sinar-X. Pola difraksi sampel yang telah dinitridisasi ditampilkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Pola difraksi sinar-X sampel AISI 4340 yang dinitridasi pada 550 °C

Analisis hasil pengujian difraksi sinar-X menunjukkan bahwa fasa-fasa yang terbentuk adalah Fe_3N , CrN dan Fe_2O_3 . Tampak bahwa fasa-fasa yang ada sebagian menempati puncak dan sudut difraksi yang sama. Fasa-fasa tersebut dipastikan ada karena dua atau tiga puncak utamanya terdapat pada pola difraksi tersebut dengan sudut yang sesuai dan unsur pembentuk nitrida tersebut seperti Fe dan Cr ada pada substrat.

Proses nitridasi terdiri dari dua tahap. Tahap pertama, terjadi difusi atom nitrogen ke substrat besi pada suhu 500 °C dan terbentuk lapisan putih (*white layer*), fasa yang kaya nitrogen pada permukaan substrat. Selain dengan besi, nitrogen juga akan bersatu dengan pembentuk nitrida lainnya seperti Al, Cr yang ada pada substratnya. Tahap kedua, nitrogen dari lapisan putih berdifusi ke dalam substrat dan membentuk presipitat nitrida sehingga diperoleh lapisan yang keras tepat di bawah lapisan putih. Senyawa nitrida besi yang terjadi tergantung dari jumlah atom nitrogen yang terlarut, sampai 6 % akan terbentuk Fe_4N . Bila kandungan atom nitrogen besar dari 8 % maka yang terbentuk senyawa Fe_3N .

Hasil difraksi sinar -X, senyawa yang terbentuk pada permukaan sampel yang telah dinitridasi adalah Fe_3N , CrN dan Fe_2O_3 . Senyawa inilah yang terlihat sebagai lapisan putih dengan ketebalan 10 μm pada Gambar 2 dan Gambar 3. Di bawah lapisan putih terbentuk suatu lapisan (*diffusion layer*) dengan ketebalan antara 40 μm sampai 50 μm yang merupakan lapisan keras (lebih keras dari fasa martensit substrat, Tabel 4) karena penguatan larutan padat nitrogen ke dalam besi. Dari ke dua suhu tidak ada perbedaan ketebalan lapisan putih akibat proses nitridasi.

Tabel 2 menunjukkan hasil pengujian ketahanan aus dan Tabel 3 adalah hasil pengujian kekerasan pada permukaan sampel. Dari kedua pengujian tersebut jelas ada kesesuaian, dimana ketahanan aus meningkat dua kali dengan kekerasan sampel juga naik dua kali setelah dinitridasi. Hasil tersebut menunjukkan proses nitridasi yang dilakukan telah meningkatkan kekerasan sampel sekaligus ketahanan ausnya. Namun demikian peningkatan kekerasan dari 118 HV hingga mencapai 234 HV pada 525 °C dan 265 HV pada 550 °C tersebut tidak terlalu besar. Perbedaan kekerasan antara sampel

yang dinitridasi pada 550 °C hingga 525 °C juga tidak besar. Menurut Sabina Schärer [3] dan Hiroyuki Tsujimura [4] dengan nitridasi kekerasan baja dapat mencapai 1200 HV. Seperti diketahui urutan unsur padu yang paling berpengaruh selain Fe untuk meningkatkan kekerasan adalah Al, Ti, Cr, Mo, V dan Ni. Hasil pengujian komposisi kimia sampel pada Tabel 1 menunjukkan bahwa kandungan unsur padu yang ada dan cukup hanya Cr dan Ni, sedangkan unsur Al jumlahnya sangat sedikit. Dan ternyata CrN terbentuk namun Ni walaupun ada pada substrat tetapi bukan sebagai unsur utama pembentuk nitrida dan tidak terjadi senyawa NiN. Kelemahan lain yang terjadi adalah terbentuknya senyawa Fe_2O_3 akibat proses oksidasi substrat yang pasti menghalangi dan mengurangi pembentukan senyawa nitrida. Senyawa Fe_2O_3 ini terbentuk karena udara dalam tungku tidak terisi seluruhnya oleh gas NH_3 dan masih terdapat oksigen.

KESIMPULAN

Dari proses nitridasi yang dilakukan pada substrat AISI 4340 dengan gas NH_3 dapat disimpulkan beberapa hal berikut :

1. Ketahanan aus dari sampel meningkat dua kali lipat dimana nilai volume yang terabrasi sebelum nitridasi 0,06 mm³ menjadi 0,04 mm³ pada suhu 525 °C dan 0,03 mm³ pada suhu nitridasi 550 °C.
2. Kekerasan juga meningkat sekitar dua kali lipat. Sebelum nitridasi kekerasan sampel sebesar 117,87 HV dan setelah dinitridasi pada suhu 525 °C kekerasannya 233,94 HV dan pada suhu 550 °C naik menjadi 265,76 HV.
3. Pada permukaan sampel terbentuk lapisan senyawa yang berwarna putih (*white layer*) setebal 10 μm dan di bawahnya lapisan difusi setebal 40 μm dan 50 μm masing-masing untuk suhu nitridasi 525 °C dan 550 °C.
4. Hasil analisis XRD senyawa yang terbentuk pada lapisan permukaan adalah Fe_3N , CrN dan Fe_2O_3 .

DAFTAR ACUAN

- [1]. KARL-ERIK THELNING, *Steel and Its Heat Treatment*, Butterworths, 2nd Edition
- [2]. EDWIN GREGORY, ERIC N. SIMONS, *The Heat-Treatment of Steel*, London Sir Isaac Pitman & Sons Ltd.
- [3]. SABINA SCHÄRER, FELIX ROHNER, *Hardening Steel by Nitriding*, http://www.seetobago.com/trinidad/pan/archive/r&d/panart/ir_archivecopy_hardening_steel_by_nitriding.htm#url
- [4]. HIROYUKI TSUJIMURA, TAKUYA GOTO and YASUHIKO ITO, *Electrochemical Surface Nitriding of SUS 304 Austenitic Stainless Steel*, Abs. 715, 204th Meeting