
PELAPISAN BAJA TIPE ST-37 DENGAN NANO POWDER PACK BORON KARBIDA

Sugondo, Ratih Langenati, Widjaksana, Basuki Agung Pudjanto
Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN, Serpong

ABSTRAK

PELAPISAN BAJA TIPE ST-37 DENGAN NANO POWDER PACK BORON KARBIDA. Baja ST-37 banyak digunakan dalam industri. Kualitas baja ST-37 dapat ditingkatkan melalui pelapisan permukaan. Perkembangan teknologi dewasa ini menunjukkan kecenderungan yang mengarah pada sains nano dan teknologi nano yang dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang antara lain energi, industri, kesehatan, informatika dan komunikasi maupun pangan yang dibutuhkan masyarakat luas dengan nilai jual yang kompetitif. Langkah-langkah boronisasi *powder pack* meliputi: perlakuan awal, persiapan serbuk, persiapan *boronizing agent*, persiapan kontainer, proses boronisasi, metalografi, uji kekerasan, dan uji korosi. Dari percobaan diperoleh hasil sebagai berikut. Mekanisme proses boronisasi ada tiga tahap, yaitu tahap pembentukan senyawa borida, tahap difusi, dan tahap pertumbuhan serta orientasi butir. Karbon pada B_4C pada proses boronisasi tidak berdifusi masuk ke dalam substrat. Pembentukan senyawa borida mulai terjadi pada temperatur 600 °C, proses difusi mulai terjadi pada temperatur 700 °C, dan proses pertumbuhan serta orientasi kristal mulai terjadi pada temperatur 800 °C. Kekerasan lapisan boron yang diperoleh mencapai 1115 VHN. Lapisan hasil proses boronisasi tahan terhadap korosi HCl 10%.

KATA KUNCI: Baja tipe ST-37, *Nano powder pack*, Boron karbida

ABSTRACT

COATING ON STEEL ST-37 TYPE WITH NANO POWDER PACK OF BORON CARBIDE. Steel ST-37 is a material widely used in industry. The quality of steel ST-37 can be improved by means of surface coating. At present the development of the technology shows the tendency toward nanoscience and nanotechnology that can be applied to various fields, among others energy, industry, medicine, information technology and communication as well as food necessitated by people at competitive selling prices. The steps in powder pack boronizing include: Pre-treatment, powder preparation, boronizing agent preparation, container preparation, boronizing process, metallography, hardness testing and corrosion testing. From the study, it is concluded as follows. The mechanism of boronizing process is divided into three stages, which are the boride compound formation stage, the diffusion stage, and the grain growth and orientation stage. Carbon in B_4C on boronizing process does not diffuse into the substrate. The formation of boride compound begins to occur at a temperatur of 600 °C, the diffusion process at 700 °C, and the grain growth and orientation at 800 °C. The hardness of boron coating reaches a value of 1115 VHN. Coating by boronizing process shows corrosion resistance in 10% HCl.

FREE TERMS: ST-37 type steel, *Nano powder pack*, Boron carbide

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan teknologi dewasa ini menunjukkan kecenderungan yang mengarah pada sains nano dan teknologi nano yang dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang antara lain energi, industri, kesehatan, informatika dan komunikasi maupun pangan yang dibutuhkan masyarakat luas dengan nilai jual yang kompetitif. Hal ini menjadi salah satu alasan yang mendorong upaya penguasaan sains nano dan teknologi nano yang dilaksanakan melalui antara lain penelitian dan pengembangan. Salah satu bidang yang memanfaatkan sains nano dan teknologi nano yang cukup menarik adalah teknologi pelapisan nano pada permukaan suatu bahan yang mampu memperbaiki karakteristik bahan tersebut sesuai dengan persyaratan penggunaannya serta menjanjikan harga yang kompetitif dengan proses yang lebih efisien. Selain itu bagi PTBN–BATAN sendiri teknologi pelapisan merupakan bagian dari kegiatan pengembangan bahan bakar nuklir^[1,2].

Pemilihan bahan ST-37 ini didasarkan pada kemudahan untuk mendapatkan bahan tersebut serta penggunaannya yang cukup luas di masyarakat^[2,3]. Adapun yang menjadi perhatian pada penelitian ini adalah pengaruh parameter proses terhadap sifat ketahanan korosi baja ST-37 terboronisasi. Dari penelitian ini diharapkan perolehan parameter proses yang optimum yang memberikan sifat fungsional bahan yang paling unggul. Pencapaian itu selanjutnya perlu divalidasi untuk memberikan jaminan akan *reproducibility* serta ekonomisasi proses tersebut untuk diaplikasikan di industri.

1.2. Teori

Proses boronisasi merupakan proses termokimia yang melibatkan proses absorpsi-kimia (*chemisorption*) membentuk senyawa borida dan difusi unsur boron ke dalam matrik bahan yang dilapis. Proses tersebut bergantung pada parameter proses yang digunakan dan dapat dilaksanakan di dalam media padat, cair atau gas yang mengandung donor boron. Media padat dalam bentuk serbuk lebih populer digunakan yang dikenal dengan istilah *powder packed process*. Proses ini melibatkan proses penempatan bahan yang akan dilapis dalam media serbuk donor boron dan pemanasan pada temperatur dan waktu yang cukup untuk mendapatkan lapisan yang diharapkan^[4].

Ada tiga fenomena utama dalam proses boronisasi^[5,6,7], yaitu pertama pembentukan senyawa Fe₂B dan pertumbuhan kristal yang dapat menutupi permukaan substrat, kedua pertumbuhan kristal ke dalam substrat, dan ketiga pertumbuhan kristal pada orientasi tertentu. Ketiga fenomena tersebut berpeluang terjadi tergantung pada konsentrasi dan tingkat 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, dan
- adanya unsur-unsur tertentu dalam paduan substrat yang memicu pembentukan FeB.

Jenis aktivator yang digunakan juga mempengaruhi keaktifan boron. Lapisan FeB yang terbentuk tidak diinginkan meskipun mempunyai kekerasan sedikit lebih tinggi dibandingkan dengan Fe₂B, akan tetapi lebih rapuh.

Dari kedua senyawa tersebut yang lebih diperhatikan adalah Fe₂B karena mempunyai beberapa kelebihan, antara lain ketahanan korosi dan kekerasan. Fe₂B mempunyai struktur kristal bct (*body centred tetragonal*) tipe C17 yang ditunjukkan pada Gambar 1^[8,9].

Faktor yang menyebabkan partikel nano menjadi sangat menarik dan mempunyai sifat yang unik yaitu karena ukurannya lebih kecil dari ukuran kritis. Partikel ukuran kritis ialah partikel yang mempunyai diameter lebih kecil 100 nm (0,1 μm atau 1000 Å). Ukuran ini dapat mengkarakterisasi beberapa fenomena fisis. Sebagai contoh, panjang difusi dan panjang hamburan. Ada tiga klasifikasi ukuran kritis partikel yaitu ukuran nano (1-100 nm), ukuran atom (0,1 nm) dan ukuran nuklir (10⁻⁶ nm).

Partikel nano dapat dipandang sebagai gugusan atom, gugusan atom ada yang membentuk kristal (kristalin) dan ada yang tidak membentuk kristal (*amorphous*). Atom dalam kristal tertata secara sistematis. Dalam susunan sistem atom atau *closed packed* melahirkan istilah *structural magic number* atau angka ajaib struktural yaitu deret angka jumlah atom penyusun satu partikel^[10].

Sebagai contoh, *structural magic numbers* kristal FCC dapat diketahui dari konstanta kisi (a) dan jarak kisi (d) seperti pada persamaan (1).

$$d = a \sqrt{2} \quad (1)$$

Diameter partikel (δ) dapat dinyatakan sebagai:

$$\delta = (2n - 1) d \quad (2)$$

dimana n = bilangan interger.

Adapun jumlah atom dalam partikel (N) adalah :

$$N = \frac{1}{3} (10 n^3 - 15 n^2 + 11 n^3) \quad (3)$$

Jumlah atom pada permukaan partikel adalah:

$$N_{\text{permukaan}} = 10 n^2 - 20 n + 12 \quad (4)$$

Mobilitas atom dikarakterisasi oleh faktor Boltzman ($-E_i/k_B T$) dimana E_i adalah energi aktivasi, k_B adalah konstanta Boltzman dan T adalah temperatur (K).

Dalam padatan dikenal adanya kekosongan (*vacancy*). Difusi terjadi jika terjadi kekosongan dalam susunan atom suatu padatan. Mekanisme pembentukan kekosongan dalam padatan diketahui ada dua, yaitu *Schottky vacancy* dan *Frenkel vacancy*. Pada proses Schottky, atom bergerak ke permukaan sistem, kemudian selanjutnya keluar sistem dan pada proses Frenkel, atom bergerak di dalam sistem. Keduanya dapat melalui jalur interstisi dan substitusi. Keseimbangan *vacancy* (V_c) ditentukan oleh energi aktivasi dengan korelasi seperti pada persamaan (5):

$$V_c/N = \exp(-E_i/k_B T) = \exp(-G/RT) \quad (5)$$

dimana G = energi bebas

R = konstanta gas.

Koefisien difusi (D) dapat ditulis sebagai:

$$D = D_0 (-G/RT) \quad (6)$$

dimana D_0 = faktor frekuensi.

$$V_c/N = D \quad (7)$$

Jadi jika partikel semakin kecil maka N semakin sedikit sehingga D semakin besar, selanjutnya laju proses boronisasi semakin cepat.

III. TATA KERJA

3.1. Perlakuan Awal

Pada proses boronisasi, seperti metoda pelapisan permukaan yang lain, diperlukan kondisi awal tertentu pada bahan yang akan dilapisi. Sebelum di-*packing* dengan *boronizing agent*, bahan harus dibersihkan dari kotoran minyak pelumas. Lapisan karat dibersihkan dengan *pickling* menggunakan air raja dengan perbandingan komposisi $\text{HNO}_3 : \text{HCl} = 1 : 3$.

3.2. Persiapan Powder

Boron karbida yang diterima berukuran antara -60 sampai 320 mesh atau 423 μm sampai 79 μm dan untuk pelapisan perlu direduksi menjadi lebih kecil 1 μm dengan *milling* selama 9 jam.

3.3. Boronizing Agent

Boronizing agent adalah boron karbida yang diaktivasi, yaitu terdiri dari senyawa donor boron yaitu B_4C , aktivator yaitu amonium klorida dan pengencer aluminium oksida merupakan senyawa iner.

3.4. Sample Tube

Disiapkan *sample tube* (kontainer) untuk menempatkan sampel dan terlindung dari udara.

3.5. Proses Boronisasi

Kontainer diisi dengan *boronizing agent* dalam bentuk serbuk. Sampel dimasukkan sehingga sampel tertutup oleh serbuk. Selanjutnya sampel dipanaskan pada temperatur 600 °C, 700 °C, 800 °C, dan 900 °C selama 5 jam. Sampel didinginkan di dalam tungku.

3.6. Metalografi

Setelah sampel digerinda dan dipoles kemudian dietsa dengan larutan 15 mL HCl, 10 mL HNO_3 , dan 10 mL asam asetat dengan metoda usap.

3.7. Uji Kekerasan

Pengujian kekerasan menggunakan alat uji Vickers dan menggunakan beban 500 gf.

3.8. Uji Korosi

Metoda yang digunakan adalah dengan mencelup sampel yang terlapis boron karbida ke dalam larutan HCl 10% selama 4 hari.

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

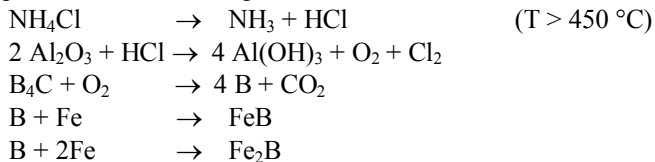
4.1. Metalografi

Hasil metalografi optik dari proses boronisasi selama 5 jam dengan variasi temperatur dapat dilihat pada Gambar 1 sampai Gambar 9. Boronisasi pada temperatur 600 °C menghasilkan tebal lapisan 4 µm, 50 µm untuk temperatur 700 °C, 70 µm untuk temperatur 800 °C dan 120 µm untuk temperatur 900 °C. Dibandingkan dengan referensi (Hunger H.J. dan Trute G.) yang menggunakan partikel bukan nano dalam prose boronisasi dengan waktu 5 jam dihasilkan tebal lapisan 25 µm untuk temperatur 800 °C dan 60 µm untuk temperatur 950 °C. Jadi boronisasi dengan serbuk nano mampu mereduksi waktu dan temperatur boronisasi. Dengan demikian lebih ekonomis.

Boronisasi pada 600 °C

Proses boronisasi pada suhu 600 °C terjadi penutupan permukaan seperti terlihat pada Gambar 1. Senyawa borida yang masuk ke dalam substrat baru sedikit sekali. Fenomena ini dapat dimengerti dari mekanisme proses boronisasi. Proses boronisasi melibatkan difusi dan absorpsi atom boron oleh kisi substrat menghasilkan senyawa interstisi borida (Fe-B). Setiap reaksi kimia tentu perlu potensial kimia untuk mengaktifkan terjadinya reaksi kimia. Ada dua proses aktivasi dalam proses boronisasi yaitu aktivasi dengan senyawa kimia (NH₄Cl) dan aktivasi fisik yaitu dengan temperatur. Senyawa NH₄Cl yang ditambahkan berbentuk padatan pada temperatur kamar. Pada temperatur kamar tentunya tidak dapat bereaksi dengan B₄C. Senyawa NH₄Cl adalah jenis senyawa garam dapat bereaksi jika dalam bentuk elektrolit. Amonium klorida mempunyai titik leleh > 300 °C, untuk bereaksi perlu dipanaskan sampai di atas 300 °C, sehingga menjadi elektrolit garam lelehan. Selanjutnya garam lelehan terurai pada temperatur menjadi amonia dan asam klorida > 450 °C.

Berdasarkan prinsip reaksi oksida dan asam maka alumina sebagai pengencer bereaksi dengan asam klorida. Oksigen hasil reaksi ditangkap karbon pada senyawa boron karbida. Boron bebas dan bersifat aktif bereaksi dengan Fe dalam substrat. Dengan persamaan reaksi sebagai berikut^[8]:



Terlihat pada mikrograf Gambar 1 hasil boronisasi pada temperatur 600 °C, permukaan substrat tertutup tipis oleh lapisan. Fakta ini menandakan bahwa reaksi belum sempurna, FeB atau Fe₂B yang terbentuk belum mampu berdifusi ke dalam substrat. Kompetisi antara FeB dan Fe₂B tergantung pada potensial kimia, yang perlu dipelajari lebih jauh.

Boronisasi pada 700 °C

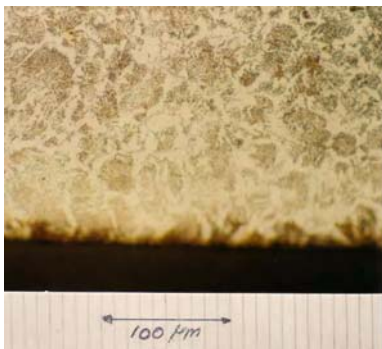
Hasil proses boronisasi pada 700 °C dapat dilihat pada Gambar 2. Terlihat dari mikrograf bahwa senyawa borida mulai masuk ke dalam substrat melalui batas butir atau dislokasi. Pada temperatur ini belum cukup energi aktivasi FeB dan Fe₂B untuk berdifusi ke dalam substrat, terbukti dari tebal lapisan hasil difusi yang berarti jarak tempuh difusi masih pendek. Pada temperatur ini juga belum kelihatan adanya pertumbuhan kristal dan orientasi kristal (tekstur kristal).

Boronisasi pada 800 °C

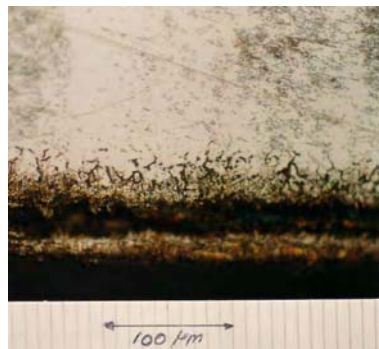
Hasil boronisasi pada temperatur 800 °C sudah terlihat jelas pada mikrograf. Kedalaman difusi, bentuk dan orientasi kristal terlihat jelas. Dengan demikian pada temperatur ini sudah cukup energi untuk aktivasi boronisasi.

Boronisasi pada 900 °C

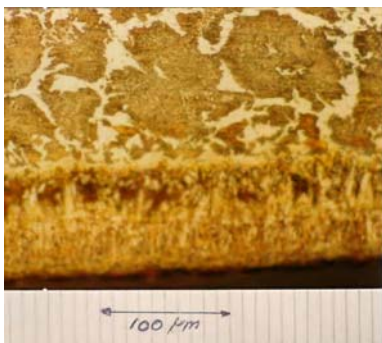
Pada boronisasi 900 °C yang dapat dilihat pada mikrograf Gambar 4 terlihat adanya peningkatan tebal lapisan. Fakta ini menunjukkan bahwa temperatur berkorelasi langsung dengan energi aktivasi boronisasi.



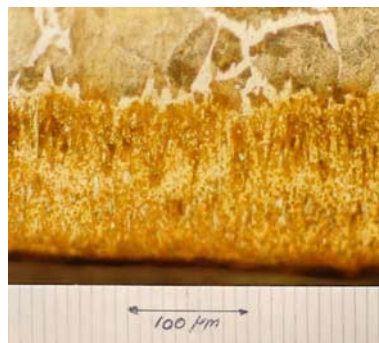
Gambar 1. Boronisasi 600 °C
baja ST-37



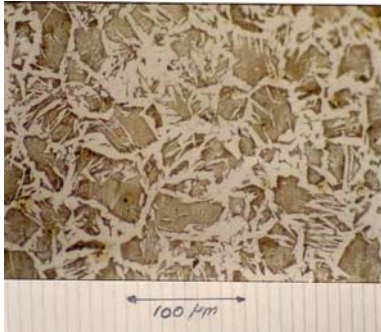
Gambar 2. Boronisasi 700 °C
baja ST-37



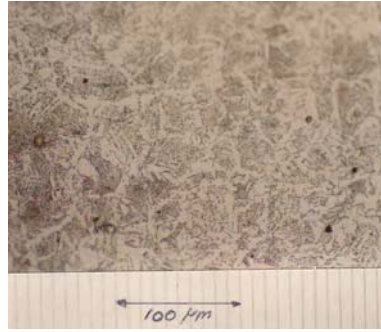
Gambar 3. Boronisasi 800 °C
baja ST-37



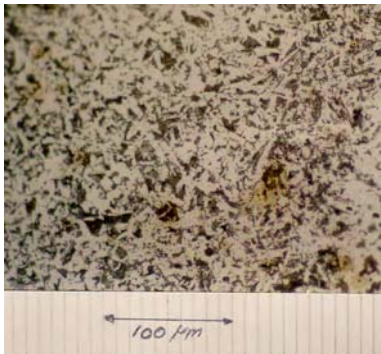
Gambar 4. Boronisasi 900 °C
baja ST-37



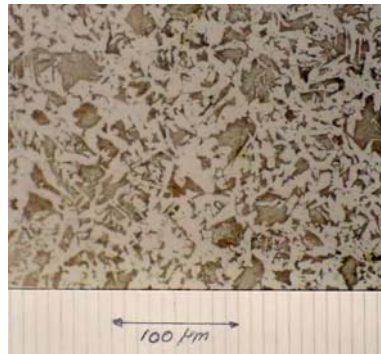
Gambar 5. Matrik non boronisasi baja ST-37



Gambar 6. Matrik boronisasi baja ST-37



Gambar 7. Matrik boronisasi 700°C baja ST-37



Gambar 8. Matrik boronisasi 800 °C baja ST-37



Gambar 9. Matrik boronisasi 900°C baja ST-37

4.2. Energi Aktivasi

Dari metalografi dapat dipelajari termodinamik antara lain pada temperatur berapa proses boronisasi mulai terjadi, bagaimana kecenderungannya dengan temperatur, dan berapa energi aktivasinya, dengan demikian proses boronisasi dapat dirancang secara termodinamik.

Di bawah titik leleh, konsentrasi kekosongan (c) dirumuskan sebagai berikut^[7]:

$$c = (\Delta S/R) \exp(-\Delta H_F/RT) \quad (8)$$

dimana ΔS = perubahan entropi formasi

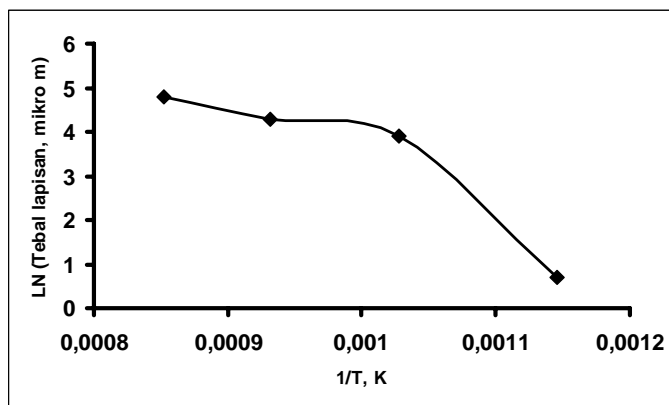
ΔH_F = panas laten formasi.

Di samping kekosongan Schottky juga ada kekosongan Frenkel (*Frenkel vacancy*). Pada kekosongan Frenkel atom yang terlepas menempati posisi interstisi (*interstitial position*). Setelah interstisi terjadi maka atom mencari tempat interstisi yang lain atau terjadi kombinasi interstisi dan kekosongan. Selanjutnya terjadi mobilitas atom dan konsentrasi kekosongan Frenkel sama dengan kekosongan Schottky.

Pada Tabel 1 dapat dilihat tebal lapisan boronisasi baja ST-37 selama 5 jam dengan metoda *powder pack nano*, dan pada Gambar 10 korelasi $1/T$ vs $\ln(h)$ baja ST-37 yang diberi perlakuan boronisasi selama 5 jam. Tampak bahwa semakin tinggi temperatur, tebal lapisan juga semakin besar.

Tabel 1. Temperatur dan tebal lapisan boronisasi baja ST-37 selama 5 jam

Temperatur boronisasi (°C)	Tebal lapisan, h (μm)	$\ln h$
600	4	1,38
700	50	3,91
800	70	4,25
900	120	4,79



Gambar 10. Korelasi $1/T$ vs $\ln(h)$ baja ST-37 yang diberi perlakuan boronisasi selama 5 jam

Pada Tabel 2 disajikan energi aktivasi empiris proses boronisasi baja ST-37 dengan waktu 5 jam dengan metoda *powder pack nano*. Berdasarkan energi aktivasi Arrhenius dapat diperoleh dari rumus: $\ln(h) = \ln(h_0) - Q/(RT)$; dimana h adalah tebal lapisan, h_0 merupakan faktor bahan, Q adalah energi aktivasi, R adalah konstanta gas dan T adalah temperatur mutlak atau absolut. Korelasi $1/T \ln(h)$ vs $\ln(h)$ dapat dilihat pada Gambar 10. Secara empiris dari Gambar 10 diperoleh data perhitungan pada Tabel 2. Didapat energi aktivasi boronisasi sebesar 26 973,4 kal/mol K.

Tabel 2. Energi aktivasi empiris proses boronisasi baja ST-37 dengan waktu 5 jam

<i>Slope</i>	-13486,7
Intersep	16,76914
RSQ	0,844678
$\ln h = \ln h_0 - Q/RT$	
$Q = \text{Slope} * R$	26973,4 kal/mol K

4.3. Difusi Karbon ke dalam Matrik

Pada Tabel 3 dapat dilihat kadar karbon dalam matrik baja ST-37 setelah mengalami proses boronisasi selama 5 jam dengan metoda *powder pack nano*.

Kadar karbon pada sampel non boronisasi lebih besar dibanding sampel hasil boronisasi pada temperatur 600 °C. Berarti pada temperatur tersebut karbon berdifusi ke luar matrik. Karbon dari serbuk boron karbida sebagai pengungku sampel tidak masuk ke dalam matrik. Pada temperatur ini proses aktivasi boron karbida belum berjalan dengan baik. Mengingat sampelnya adalah baja ST-37 yang mengandung kadar karbon lebih dari 3% C, kadar karbon ini cukup tinggi dan sebagai akibatnya karbon di dalam sampel tidak stabil. Berdasarkan asas kesetimbangan maka karbon berdifusi ke luar sampel melalui mekanisme kekosongan Schottky (*Schottky vacancy*) yaitu atom loncat ke luar matrik. Energi untuk proses ini diperoleh dari tegangan sisa (*residual stress*) yang berasal dari fasa kedua (*second phase*) besi karbida dan dari energi termal yaitu energi aktivasi Arrhenius.

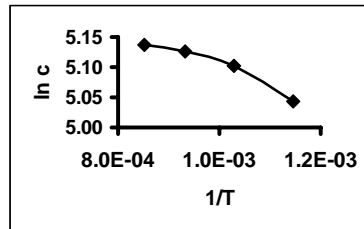
Tabel 3. Kadar karbon dalam matrik baja ST-37 setelah mengalami proses boronisasi selama 5 jam

Sampel	Kadar C (%)
Tanpa perlakuan	0,349
Boronisasi 600 °C	0,332
Boronisasi 700 °C	0,352
Boronisasi 800 °C	0,361
Boronisasi 900 °C	0,365

Pada temperatur boronisasi yang lebih tinggi dihasilkan kadar karbon yang lebih tinggi di dalam matrik. Naiknya kadar karbon sebanding dengan naiknya temperatur seperti tampak pada Gambar 11. Mulai temperatur 700 °C karbon mulai berdifusi masuk

ke dalam matrik. Pada temperatur ini proses aktivasi boron karbida oleh amonium klorida mulai berlangsung. Proses aktivasi di sini ialah mendisosiasi boron karbida sehingga boron terpisah dari karbon.

Pada Tabel 4 disajikan entalpi dan entropi difusi karbon ke dalam matrik baja ST-37 setelah mengalami proses boronisasi selama 5 jam dengan metode *powder pack nano*. Nilai yang diperoleh masing-masing adalah $6,4494\text{E}+02$ kal/mol dan $-4,5019\text{E}+02$ kal/mol K.



Gambar 11. Korelasi $1/T$ vs \ln (konsentrasi karbon dalam matrik baja ST-37) setelah mengalami proses boronisasi selama 5 jam dengan metode *powder pack nano*

Tabel 4. Entalpi dan entropi difusi karbon ke dalam matrik baja ST-37 setelah mengalami proses boronisasi selama 5 jam dengan metode *powder pack nano*

<i>Slope</i>	$-3,2474\text{E}+02$
Intersep	$5,4236\text{E}+00$
<i>Rsqr</i>	0,940
Entalpi (kal/mol)	$6,4494\text{E}+02$
Entropi (kal/mol K)	$-4,5019\text{E}+02$

4.4. Perlakuan Panas dan Kekerasan Matrik

Proses boronisasi menentukan kekerasan matrik/*base metal* seperti terlihat pada Tabel 5. Hasil proses *quenching* paling keras mencapai 600 VHN (Laporan nano ristek 2005). Proses aniling tidak meningkatkan kekerasan bahkan dapat menurunkan kekerasan. Proses aniling yang diikuti *quenching* juga tidak meningkatkan kekerasan. Pada proses aniling boron dalam matrik menjadi larutan padat. Ketika sampel dipanaskan kembali pada temperatur semula dan di-*quenching* tidak mengubah fasa larutan padat tersebut. Sebaliknya pada proses boronising dan langsung di-*quenching*, boron di dalam matrik langsung menjadi fasa kedua (*second phase*) dan membentuk presipitat. Pengaruh presipitat ini terlihat pada kekerasan, yaitu meningkatkan kekerasan. Kekerasan pada Tabel 5 tersebut adalah kekerasan matrik akibat proses boronisasi.

Tabel 5. Kekerasan matrik baja ST-37 setelah mengalami proses boronisasi yang berbeda selama 5 jam dengan metoda *powder pack nano*

Sampel	Kekerasan matrik, VHN	
	Anil	Anil + <i>Quenching</i>
Tanpa perlakuan	150	171,33
Boronisasi 600 °C	183	145
Boronisasi 700 °C	144	160
Boronisasi 800 °C	175	158
Boronisasi 900 °C	169	180

4.4.1. Proses Aniling

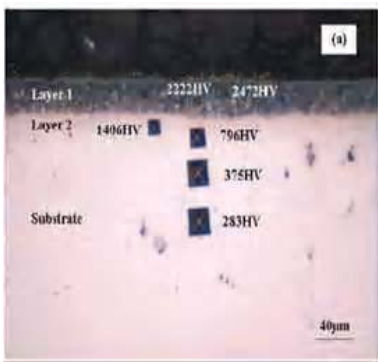
Gambar 5 adalah mikrograf baja ST-37 yang tidak mengalami perlakuan. Struktur mikro berbentuk ferit. Gambar 6 adalah mikrograf baja ST-37 mengalami perlakuan boronisasi pada temperatur 600 °C. Struktur mikro berbentuk *speroidized*. Gambar 7 adalah mikrograf baja ST-37 mengalami perlakuan boronisasi pada temperatur 700 °C. Struktur mikro berbentuk *speroidized* yang bergerombol. Gambar 8 adalah mikrograf baja ST-37 mengalami perlakuan boronisasi pada temperatur 800 °C. Terjadi rekristalisasi kembali dan struktur mikro berbentuk ferit. Gambar 9 adalah mikrograf baja ST-37 mengalami perlakuan boronisasi pada temperatur 900 °C. Terjadi pembesaran struktur mikro.

4.4.2. Proses Aniling + *Quenching*

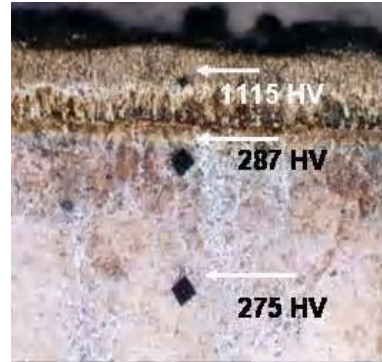
Dalam proses ini, sampel hasil aniling dipanaskan kembali sampai temperatur aniling, baru kemudian di-*quenching*. Proses *quenching* yang didahului oleh proses aniling seperti itu tidak dapat meningkatkan kekerasan. Anomali semacam itu kemungkinan besar disebabkan fasa kedua yang terlanjur menjadi larutan padat tidak dapat larut kembali yang jika didinginkan menjadi presipitat. Karena tidak adanya presipitat maka substrat tetap lunak.

4.4.3. Kekerasan Lapisan

Mikrograf referensi dapat dilihat pada Gambar 12, sedangkan kekerasan mikro lapisan dapat dilihat pada Gambar 13. Secara geometris kekerasan substrat dapat dibandingkan dengan kekerasan lapisan. Kekerasan lapisan hasil percobaan masih relatif lunak yaitu sebesar 1115 VHN dibandingkan dengan kekerasan lapisan dari referensi yaitu 2222 – 2472 VHN. Hal ini dapat dimengerti bahwa lapisan hasil percobaan belum sepenuhnya membentuk kristal. Untuk benar-benar menjadi kristal perlu dicari kondisi yang optimum.



Gambar 12: Mikrograf referensi^[11]



Gambar 13: Mikrograf ST-37 hasil boronisasi pada temperatur 800 °C selama 5 jam

4.5. Uji Korosi

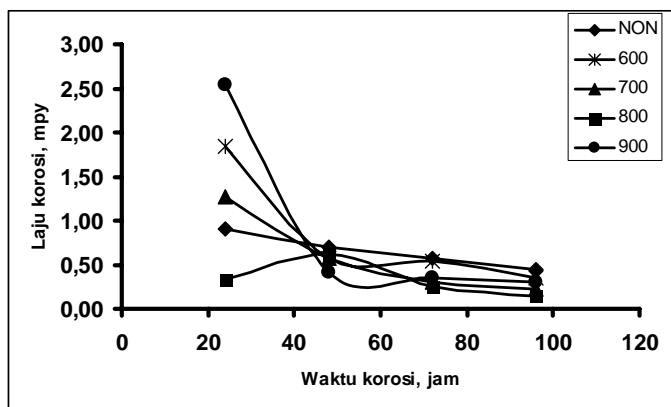
Laju korosi dinyatakan dalam mpy (*milli inch per year*). Laju korosi dapat dihitung dengan persamaan (9). Hasil perhitungan dipaparkan pada Tabel 6 dan Gambar 12. Pasivasi dicapai setelah waktu korosi 48 jam. Fluktuasi laju korosi dari sampel yang diberi perlakuan boronisasi disebabkan terlepasnya lapisan yang tidak stabil dari hasil boronisasi. Sampel yang tidak diberi perlakuan dan yang diberi perlakuan boronisasi sama-sama mengalami pasivasi setelah waktu korosi 48 jam. Penyebab pasivasi belum diketahui secara pasti. Jika proses korosinya oksidasi maka penyebab pasivasi adalah oksida. Disini korosi terjadi akibat reaksi dengan HCl berarti reaksi yang terjadi adalah penggaraman. Dengan demikian penyebab pasivasi adalah garam yang terbentuk, kemungkinan senyawa $FeCl_2$ atau $FeCl_3$. Unsur Fe berasal dari matrik untuk sampel yang tidak diberi perlakuan dan dari FeB atau Fe_2B untuk sampel yang diberi perlakuan (Tabel 6 dan Gambar 14).

$$v = \frac{w}{\rho} \times \frac{1}{A} \times \frac{1}{t} \quad (9)$$

dimana v = laju korosi (mpy)
 w = kehilangan berat (g/jam)
 ρ = berat jenis (g/cm^3)
 A = luas sampel (cm^2)
 t = waktu (jam). Selanjutnya waktu dikonversi menjadi tahun (1 tahun adalah 8640 jam) dan cm dikonversi menjadi inci (1 inci = 2,54 cm).

Tabel 6. Laju korosi dalam HCl 10% baja ST-37 yang diberi perlakuan boronisasi

Sampel	Waktu boronisasi			
	Laju korosi (mpy)			
	24 jam	48 jam	72 jam	96 jam
Tanpa perlakuan	0,91	0,70	0,58	0,44
Boronisasi 600 °C	1,84	0,57	0,54	0,34
Boronisasi 700 °C	1,27	0,56	0,30	0,22
Boronisasi 800 °C	0,33	0,61	0,25	0,14
Boronisasi 900 °C	2,55	0,42	0,35	0,31

Gambar 14. Waktu korosi baja ST-37 vs korelasi laju korosi (mpy) dalam HCl 10% setelah mengalami proses boronisasi selama 5 jam dengan metoda *powder pack nano*

Kesempurnaan proses boronisasi juga dapat diuji dengan metoda korosi ini. Laju korosi selama proses korosi 24 jam sebesar 2,55 mpy untuk temperatur boronisasi 900 °C dan 0,33 mpy untuk temperatur 800 °C. Hal ini disebabkan adanya *caking* yaitu boron karbida yang terjebak dalam lapisan yang ditandai dengan warna hitam di tengah-tengah lapisan. Dengan demikian lapisan labil dan mudah terkelupas.

Pada sampel non boronisasi laju korosi menurun atau mengalami pasivasi secara kontinyu, tidak berfluktuasi seperti pada sampel yang diberi perlakuan boronisasi. Hal ini disebabkan sifat bahan yang homogen pada sampel non boronisasi.

V. KESIMPULAN

1. Mekanisme proses boronisasi ada tiga tahap, yaitu tahap pembentukan senyawa borida, tahap difusi, dan tahap pertumbuhan serta orientasi butir.
2. Karbon pada B₄C pada proses boronisasi tidak berdifusi masuk ke dalam substrat.
3. Pembentukan senyawa borida mulai terjadi pada temperatur 600 °C, proses difusi mulai terjadi pada temperatur 700 °C, dan proses pertumbuhan serta orientasi kristal mulai terjadi pada tempertur 800 °C.

4. Diperoleh kekerasan lapisan boron mencapai 1115 VHN.
5. Lapisan hasil proses boronisasi tahan terhadap korosi HCl 10%.

VI. UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Asdep Urusan Pengembangan MIPA, Kedepatian Bidang Perkembangan Riptek, Kementerian Negara Riset dan Teknologi, Analisis Pengembangan Litbangrap Ilmu dan Teknologi Nano dan kepada Tim Pengembangan Prototipe Bahan *Coating*: Boronisasi untuk Industri Permesinan dan Elektronik Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir.

VII. DAFTAR PUSTAKA

1. PUJANTO, B.A., dkk., “Studi Prototipe Bahan *Coating*: Teknologi Pelapisan Celup (*Dipping*) dan *Sputtering*”, Laporan Kegiatan Penelitian Pengkajian dan Pelaksanaan Terapan: Penelitian Penguasaan Teknologi, Program Kerjasama KMNRT-P2TUDU-BATAN, 2005.
2. ZHENG, G., et.al., “Oxidation Resistivity of Boride Coating of Graphite Anode Sample”, *Materials Chemistry and Physics*, 95, 2006, pp.183-187.
3. SUGONDO, “Aplikasi Teknologi Nano pada Pelapisan Paduan Baja Corten dengan Boron Karbida”, 6th National Seminar on Microscopy and Microanalysis, Bogor, 2005.
4. SUGONDO, dkk., “Grain Size and Hardness Change on Nano Boronizing of Corten Type”, *Asian Physics Symposium 2005*, Institut Teknologi Bandung, Bandung, 2005.
5. BERGET, J., “Surface Modification by Boronizing”, *Materials and Chemistry-SINTEF*.
6. MARTINI, C., and PALOMBARINI, G., “Mechanism Of Thermochemical Growth Of Iron Borides on Iron”, *Journal of Materials Science*, 39, 2004, pp.933-937.
7. MEHL, R.F., SWANSON, M., and POUND, G.M., *Acta Met.* 9, 256(1961), in HUME-ROTHERY, “The Structures of Alloys of Iron”, Pergamon Press, London, 1969.
8. STERGILOUDIS, G., “Formation of Steel on Steel Substrates”, *Cryst. Res. Tec.*, No. 10, 2006, pp.1002-1004.
9. POOLE, C.P..Jr., OWENS, F.J., “Introduction to Nano Technology”, A John Wiley & Sons, INC, New Jersey, 2003, p.72.
10. ROUMINA, S.P. and NARUEMON, S., “Surface Modification of Ferrous Alloy with Boron”, *Journal of Electronic Materials*, 5, 34, 2005, p.575.
11. BERGET, J., “Overflate Behandling Ved Hjhelp Av Boring”, *SINTEF Materialer Og Kjemi*, 2006.