

---

## PENUMBUHAN LAPIS LINDUNG NITRIDA PADA PERMUKAAN BAHAN STRUKTUR REAKTOR PADUAN FeCrNi

Ari Handayani<sup>1</sup>, Sulistioso GS<sup>1</sup>, Nurdin Effendi<sup>1</sup>, Sumarmo<sup>2</sup>, Suprpto<sup>2</sup>

1. Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir-BATAN

Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang Selatan, 15310

2. Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan-BATAN

Jl. Babarsari, Yogyakarta

e-mail: arimulyono2@gmail.com

(Naskah diterima: 19 April 2013, disetujui: 22 Mei 2013)

### ABSTRAK

**PENUMBUHAN LAPIS LINDUNG NITRIDA PADA PERMUKAAN BAHAN STRUKTUR REAKTOR PADUAN FeCrNi.** Percobaan penumbuhan lapis lindung nitrida pada paduan FeCrNi telah dilakukan dengan metode plasma nitridasi untuk meningkatkan nilai kekerasannya, ketahanan korosi dalam lingkungan air pendingin. Percobaan dilakukan pada temperatur 400 °C dengan variasi nitridasi waktu pada 2 jam, 3 jam dan 4 jam. Karakterisasi meliputi pola difraksi menggunakan *X-Ray Diffractometer (XRD)*, struktumikro menggunakan *Scanning Electron Microscope - Energy Dispersive Spectrometer (SEM-EDS)*, kekerasan menggunakan *Vicker's Hardness Tester* dan uji korosi menggunakan Potensiostat Galvanostat. Hasil nitridasi dari pengamatan strukturmikro menunjukkan terbentuknya lapisan tipis pada permukaan paduan FeCrNi. Pola difraksi sinar X menunjukkan bahwa terbentuk senyawa Fe<sub>2</sub>N dan Fe<sub>4</sub>N pada permukaan paduan FeCrNi. Hasil uji kekerasan menunjukkan adanya peningkatan nilai kekerasannya setelah proses nitridasi dari 235,97 VHN menjadi 271,76 VHN dan hasil uji korosi dalam larutan air pendingin pH 6,3 juga ada peningkatan yaitu dari 0,0357 mpy menjadi 0,0032 mpy.

**Kata kunci:** plasma nitridasi, paduan FeCrNi, bahan struktur reaktor.

### ABSTRACT

**PROTECTING SURFACE LAYER OF NITRIDE ON STRUCTURE REACTOR MATERIAL OF FeCrNi ALLOY.** Experiment on the growth of protecting nitride layer on non standard FeCrNi alloy has been done with plasma nitriding method. The research aims to increase the value of its hardness and corrosion resistance in cooling water environment. The plasma nitriding was carried out at a temperature of 400 °C with a variation of nitriding time, i.e. 2, 3 and 4 hours. Included in the characterization are X-ray diffraction pattern using X-Ray Diffractometer (XRD), microstructure - elemental composition examination using SEM-EDS, hardness (Vicker's hardness), and corrosion test (Potensiostat Galvanostat). The results show that the thin layer of Fe-N coating was formed on the surface of FeCrNi alloy. The X-ray diffraction pattern shows that the compounds of the thin layer are Fe<sub>2</sub>N and Fe<sub>4</sub>N. Characterization of hardness indicates that the hardness increases after the nitriding process from 235.97 VHN to 271.76 VHN, while the

*corrosion test in cooling wáter with a solution pH of 6.3 shows enhanced corrosión resistance of FeCrNi when compared to the condition before the formation of the thin layer, i.e. from 0.0357 mpy to 0.0032 mpy.*

**Keywords:** plasma nitridation, FeCrNi, material structure.

## PENDAHULUAN

Sebagaimana diketahui bahwa Indonesia akan membangun Pusat Listrik Tenaga Nuklir (PLTN). Dalam pemilihan bahan struktur reaktor perlu dipertimbangkan faktor-faktor antara lain ketahanan korosi dan ketahanan bahan terhadap temperatur tinggi<sup>[1,2,3]</sup>. Pada temperatur tinggi, hampir semua logam dan paduan bereaksi dengan lingkungan sekitarnya dengan laju yang cukup berarti dan membentuk lapisan oksida yang tebal dan tidak bersifat melindungi<sup>[4]</sup>. Dalam hal ini pengembangan teknik pelapisan permukaan bahan merupakan salah satu teknik yang dapat dilakukan untuk meningkatkan penguasaan teknologi bahan nuklir dan reaktor temperatur tinggi.

Paduan FeCrNi adalah baja tahan karat yang dapat dipilih menjadi salah satu bahan sebagai bahan struktur reaktor, mempunyai sifat tahan terhadap beban mekanik, tahan korosi, memiliki mampu las yang baik serta sifat elektro kimia yang baik<sup>[5]</sup>. Namun demikian ketahanan korosi dan sifat mekanik tersebut dapat menurun pada lingkungan asam atau pada temperatur tinggi.

Lapisan tipis dengan ketebalan orde mikro saat ini banyak dimanfaatkan khususnya untuk perlakuan permukaan logam. Perlakuan permukaan logam dengan mendeposisikan lapisan tipis dapat merubah struktur mikro pada permukaannya sehingga akan merubah sifat mekaniknya<sup>[6]</sup>. Lapisan tipis berupa senyawa nitrida/oksida pada permukaan bahan dapat berfungsi sebagai lapisan pelindung terhadap korosi dan mampu meningkatkan sifat kekerasan bahan.

Penumbuhan lapisan tipis nitrida diantaranya dapat dilakukan dengan metode plasma lucutan pijar dengan sumber nitrogen yang antara lain dapat digunakan adalah gas N<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub>, yang disebut dengan plasma nitridasi. Dalam proses plasma nitridasi, terjadi ionisasi atom nitrogen dalam bentuk plasma sehingga terbentuk pasangan ion nitrogen dan elektron. Ion nitrogen dideposisikan pada permukaan bahan substrat yang dinitridasi sehingga membentuk lapisan tipis nitrogen, selanjutnya ion nitrogen berdifusi dan larut secara intertisi membentuk lapisan nitrida pada permukaan bahan. Pada intinya terdapat dua lapisan yang dapat terjadi pada permukaan bahan, yaitu zona-senyawa (*compound-zone*) dan zona-difusi (*diffusion-zone*). Fase nitrida (misal: nitrida besi) yang terbentuk pada wilayah zona senyawa yang merupakan lapisan yang lebih keras dibandingkan dengan zona-difusi di bawahnya. Metode ini mempunyai keunggulan yaitu prosesnya lebih cepat dan lebih bersih karena dilakukan di ruang hampa<sup>[7,8]</sup>.

Pada penelitian ini dilakukan percobaan penumbuhan lapisan tipis nitride sebagai lapis lindung permukaan paduan FeCrNi<sup>[9]</sup> dengan metode plasma nitridasi untuk peningkatan nilai kekerasan dan ketahanan korosinya.

## TATA KERJA

### Bahan

Bahan yang digunakan untuk sampel adalah material lokal tambang Indonesia seperti ferro skrap, ferro-khrom, ferro-mangan, nikel, ferro-silikon yang

membentuk paduan FeCrNi dengan komposisi unsur Fe= 55,98% berat, Cr= 23,46% berat dan Ni= 18,23% berat<sup>[9]</sup> dan gas nitrogen UHP sebagai sumber ion nitridasi.

#### Alat

Seperangkat alat nitridasi, PTAPB-BATAN, microhardness tester, Shimadzu, *Scanning Electron Microscope - Energy Dispersive Spectrometer* (SEM-EDS), Model JSM-6510L, Jeol, peralatan XRD (XD-610, Shimadzu), Potensiostat Galvanostat.

#### Tata kerja

Penyiapan sampel dilakukan dengan tahapan sebagai berikut: pemotongan paduan FeCrNi menjadi berukuran 1 cm x 1 cm dan tebal  $\pm$  0,5 cm kemudian dilanjutkan dengan penghalusan permukaan hingga memenuhi untuk dilakukan proses nitridasi.

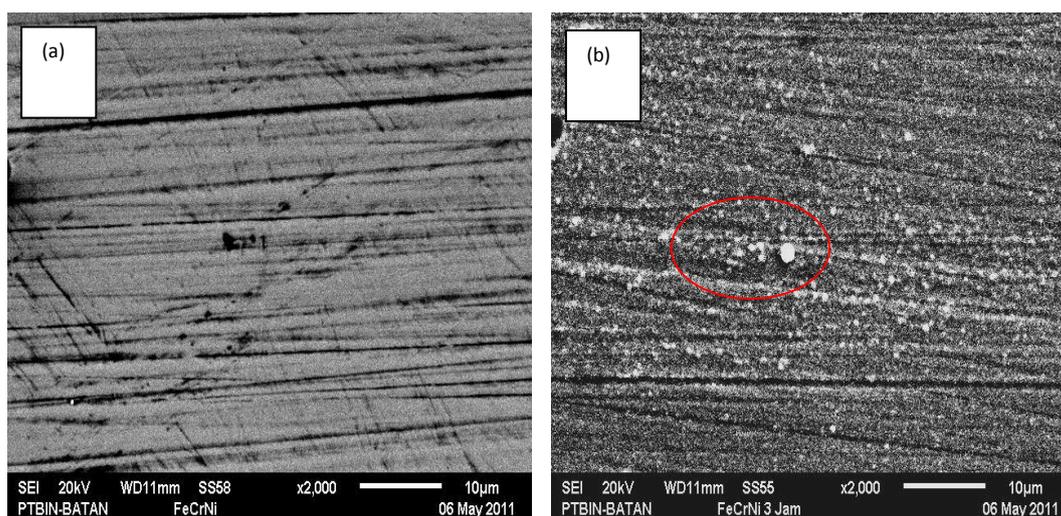
Proses nitridasi ion sampel dilakukan dengan parameter proses sebagai berikut: tekanan (P): 1,4 mbar, jarak elektrode: 14 cm, temperatur (T): 400 °C -

420 °C, tegangan (V): 600 V - 700 V, arus (I): 260 mA - 330 mA dan dengan variasi waktu 2 jam, 3 jam dan 4 jam. Proses nitridasi dilakukan di PTAPB-BATAN, Yogyakarta.

Kemudian dilakukan karakterisasi yang meliputi penentuan nilai kekerasan permukaan cuplikan menggunakan *microhardness tester*, Shimadzu dan karakterisasi sifat mikro permukaan cuplikan dan komposisi unsurnya dilakukan dengan menggunakan peralatan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectrometer* (SEM-EDS), Model JSM-6510L, Jeol. Pola difraksi diamati dengan peralatan XRD (XD-610, Shimadzu) dan uji korosi dalam air pendingin pH= 6,3 dilakukan dengan menggunakan Potensiostat Galvanostat.

#### HASIL DAN PEMBAHASAN

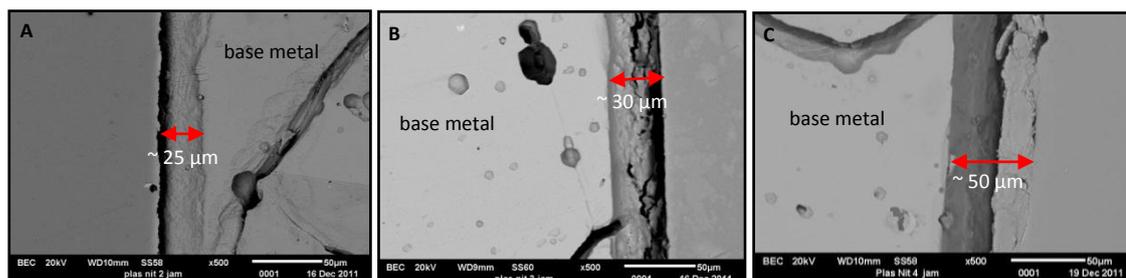
Struktur mikro paduan FeCrNi sebelum dan setelah nitridasi pada permukaan maupun pada posisi tampang lintang diamati dengan menggunakan SEM.



Gambar 1. Struktur mikro permukaan paduan FeCrNi (tanpa dietsa), (a). Sebelum dinitridasi, (b). Setelah dinitridasi

Gambar 1. memperlihatkan perubahan strukturmikro permukaan paduan FeCrNi setelah nitridasi, tampak terselimuti bentuk struktur partikel-partikel kecil dengan ukuran yang tidak merata yang berkisar antara 0,5  $\mu\text{m}$  – 2,0  $\mu\text{m}$ . Pada proses nitridasi, ion nitrogen yang terdeposisi pada

permukaan paduan FeCrNi selanjutnya berdifusi dan larut secara intersisi membentuk lapisan nitrida besi (FeN). Pada pengamatan tampang lintang terlihat terbentuknya lapisan pada permukaan paduan FeCrNi, ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. A. Lapisan tipis FeN yang terbentuk pada paduan FeCrNi setelah nitridasi 2 jam, B. Lapisan tipis FeN yang terbentuk pada paduan FeCrNi setelah nitridasi 3 jam, C. Lapisan tipis FeN yang terbentuk pada paduan FeCrNi setelah nitridasi 4 jam.

Pada Gambar 2 terlihat jelas bahwa telah terbentuk lapisan hasil nitridasi. Lapisan yang terbentuk makin tebal dengan bertambahnya waktu nitridasi. Pada nitridasi 2 jam ketebalan lapisan yang terbentuk sekitar 25  $\mu\text{m}$  terlihat padat, pada nitridasi 3 jam lapisan yang terbentuk sekitar 30  $\mu\text{m}$

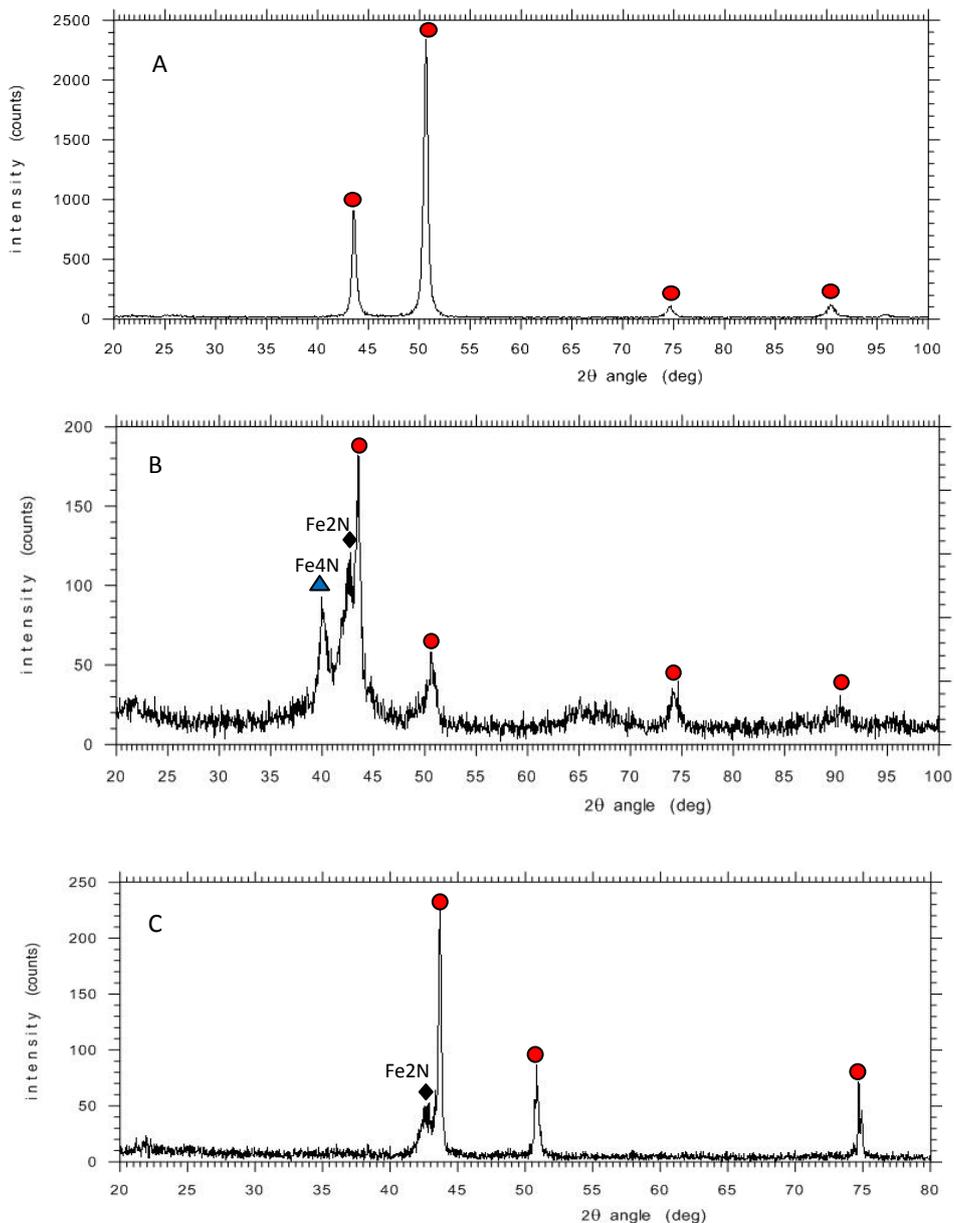
juga terlihat padat dan pada nitridasi 4 jam lapisan yang terbentuk sekitar 50  $\mu\text{m}$  namun terlihat tidak padat dan berlapis. Komposisi unsur pada permukaan paduan FeCrNi sebelum dan setelah nitridasi yang diamati menggunakan EDS yang dirangkai pada SEM ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi unsur pada permukaan FeCrNi.

Nama Sampel	% Atom				
	C	N	Fe	Cr	Ni
FeCrNi (base metal)	8,65	--	60,82	18,03	12,58
Setelah proses plasma nitridasi (2 jam)	16,73	5,31	50,83	15,61	11,52
Setelah proses plasma nitridasi (3 jam)	51,34	25,97	16,62	4,39	1,68
Setelah proses plasma nitridasi (4 jam)	42,13	28,04	9,29	7,10	0,85

Dari Tabel 1 terlihat bahwa hasil uji komposisi dengan SEM-EDS pada paduan FeCrNi setelah nitridasi terdeteksi adanya unsur N. Penambahan waktu nitridasi menunjukkan adanya peningkatan nilai % atom unsur N. Hal ini menunjukkan bahwa dengan bertambahnya waktu nitridasi berarti proses ionisasi atom nitrogen dari gas  $\text{N}_2$

berlangsung lebih lama sehingga ion nitrogen yang terdeposisikan pada permukaan paduan FeCrNi semakin banyak, yang selanjutnya membentuk lapisan tipis fasa nitrida-besi (Fe-N). Terbentuknya fasa Fe-N diamati menggunakan peralatan XRD. Hasil pengamatan pola difraksi ditunjukkan pada Gambar 3.



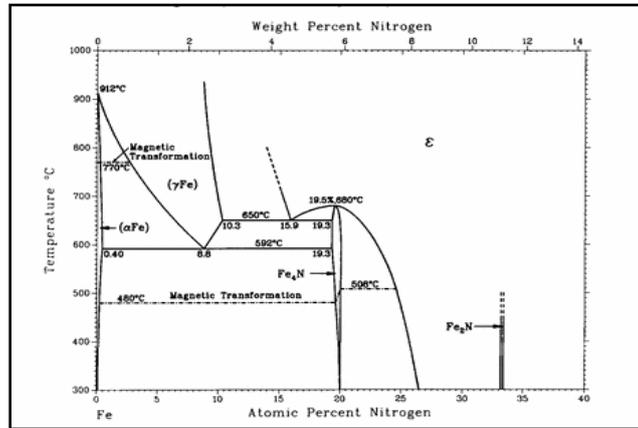
Gambar 3. A. Pola difraksi paduan FeCrNi sebelum nitridasi, B. Pola difraksi paduan FeCrNi setelah nitridasi 3 jam, C. Pola difraksi paduan FeCrNi setelah nitridasi 4 jam.

Gambar 3 menunjukkan adanya puncak-puncak yang muncul baik sebelum dan sesudah proses nitridasi. Setelah nitridasi selama 3 jam terdapat tambahan puncak yang berbeda pada  $2\theta = 41,899^\circ$  dan pada  $2\theta = 42,745^\circ$  dan setelah nitridasi 4 jam puncak baru yang muncul hanya pada  $2\theta = 42,158^\circ$ . Mengacu pada *Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDS)* No. 06-0656 puncak  $2\theta$  pada  $42,823^\circ$

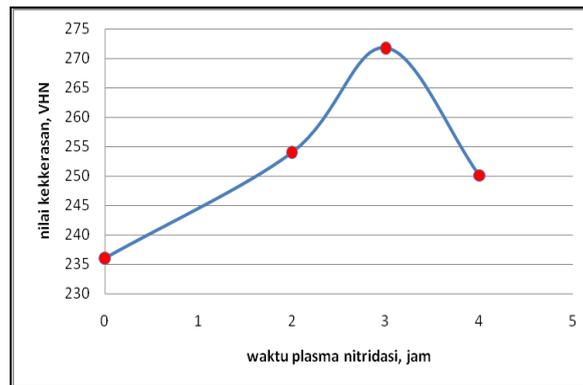
merupakan puncak fasa  $Fe_2N$  sudut puncak  $2\theta$  pada  $41,583^\circ$  merupakan puncak fasa  $Fe_4N$ . Oleh karena itu dapat dikatakan bahwa setelah proses nitridasi 3 jam terbentuk lapisan tipis fasa  $Fe_2N$  dan fasa  $Fe_4N$  dan setelah proses nitridasi 4 jam hanya terbentuk fasa  $Fe_2N$ . Dilihat dari hasil pengamatan komposisi unsur pada permukaan lapisan pada Tabel 1 menunjukkan setelah nitridasi 4 jam

kandungan N sebesar 28,04% atom dan berdasarkan pada diagram fasa Fe-N Gambar 4<sup>[10]</sup> bahwa pada kandungan N

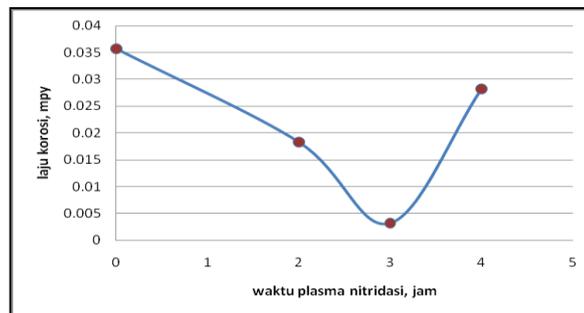
lebih dari 25% atom, fasa yang terbentuk Fe<sub>2</sub>N. Sehingga setelah nitridasi 4 jam yang teramati hanya fasa Fe<sub>2</sub>N.



Gambar 4. Diagram fasa Fe-N<sup>[10]</sup>.



Gambar 5. Kurva nilai kekerasan terhadap waktu nitridasi.



Gambar 6. Kurva laju korosi dalam air pendingin pH= 6,3 terhadap waktu nitridasi.

Pada kurva nilai kekerasan terhadap waktu nitridasi seperti ditunjukkan pada Gambar 5, terlihat adanya peningkatan nilai kekerasan paduan FeCrNi setelah nitridasi. Ini menunjukkan bahwa dengan adanya

lapisan senyawa Fe-N menambah nilai kekerasan paduan FeCrNi. Puncak nilai kekerasan dicapai pada waktu nitridasi 3 jam yaitu dicapai pada 272 VHN. Namun pada waktu nitridasi 4 jam terjadi penurunan

nilai kekerasannya. Dilihat dari hasil pola difraksi setelah proses nitridasi 4 jam hanya terbentuk fasa  $Fe_2N$ . Ini dapat mengakibatkan menurunnya nilai kekerasannya. Hasil uji korosi dalam air pendingin pH= 6,3 ditampilkan pada Gambar 6. Hasil uji korosi dalam air pendingin pada pH= 6,3 menunjukkan adanya peningkatan nilai ketahanan korosi yang puncaknya terjadi pada waktu nitridasi mencapai 3 jam namun pada waktu nitridasi 4 jam nilai ketahanan korosi menurun. Hal ini dimungkinkan karena setelah proses nitridasi 4 jam hanya senyawa  $Fe_2N$  yang terbentuk dan puncaknya lebih rendah dari yang terbentuk setelah proses nitridasi 3 jam dan lapisan yang terbentuk tidak padat dan tampak berlapis sebagaimana yang ditunjukkan pada Gambar 2C, sehingga larutan akan lebih mudah masuk ke dalam *base metal* paduan FeCrNi yang menyebabkan korosi lebih cepat terjadi.

Dari data karakterisasi pola difraksi, strukturmikro, uji kekerasan dan uji korosi menunjukkan bahwa proses plasma nitridasi waktu 3 jam dapat menjadi pilihan untuk paduan FeCrNi.

## SIMPULAN

Pada proses plasma nitridasi, terbentuk lapisan tipis senyawa nitrida Fe ( $Fe_2N$  dan  $Fe_4N$ ). Nitridasi pada temperatur = 400°C dan waktu 3 jam dapat menjadi pilihan parameter yang baik, yang ditandai dengan peningkatan nilai kekerasan paduan FeCrNi dari 235,97 VHN menjadi 271,76 VHN dan peningkatan ketahanan korosi dalam air pendingin pada pH= 6,3 dari 0,0357 mpy menjadi 0,0032 mpy.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih diberikan kepada :

1. Bapak Tjipto Sujitno, PTAPB-BATAN, Yogyakarta, atas bimbingan dan

kerjasamanya selama proses nitridasi.

2. Bapak Slamet Riyadi, PTAPB-BATAN, Yogyakarta yang telah membantu dalam pelaksanaan proses nitridasi.
3. Bapak Bambang Sugeng, PTBIN-BATAN, Serpong yang telah membantu dalam karakterisasi dan analisis pola difraksi.
4. Bapak Antonius Sitompul, PTBIN-BATAN, Serpong yang telah membantu dalam preparasi metalografi.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Aziz K. Jahja. (2010). Penelitian Bahan Struktur Reaktor Nuklir Tahan Korosi dan Segregasi. Prosiding Penelitian dan Pengembangan Iptek Bahan, PTBIN-BATAN, Serpong.
- [2]. Rekayasa Sistem Energi. (2005). Bidang RSE, P2EN-BATAN, Serpong.
- [3]. R L Klueh. (2004). Elevated-Temperature Ferritic and Martensitic Steels and Their Application to Future Reactor Nuclear. ORNL/TM-2004/176, UT Battelle for The Departement of Energy.
- [4]. Muhamad Daud Pinem. (2005). Korosi dan Rekayasa Permukaan. Jurnal Teknik SIMETRIKA, 4(1), p. 301-306.
- [5]. N. Schiffet all. (2005). FeCrNi and CoCr orthodontic brackets: evaluation of corrosion resistance in fluoridated dental rinses. European Cells and Materials 10(4).
- [6]. Suprpto, Sayono dan Lely Susita R.M. (2006). Karburasi Baja ST 40 Dengan Teknik Sputtering. Jurnal Sains Materi Indonesia, 8(1), pages 23-30.
- [7]. H.Sudjatmoko, BA.Tjipto Sujitno. (2003). Aplikasi Teknologi Sputtering Untuk Pembuatan Sel Surya Lapisan Tipis, Diktat Kuliah Workshop Sputtering Untuk Rekayasa Permukaan

- Bahan. PUSLITBANG TEKNOLOGI MAJU-BATAN, Yogyakarta, hal. 5-9.
- [8]. B. Bandriyana, Tutun Nugraha. (2003). Teknologi Nitridasi Plasma Untuk Pengerasan Permukaan Bahan Komponen Industri. INASEA, 4(1).
- [9]. Nurdin Effendi. (2010). Austenitic Type Stainless Steel Production by Foundry. Urania, 16(2), 2010.
- [10]. H.A Wriedt, N.A Gokcen and R.H Nafziger. (1997). Bull Alloy Phase Diagram, 8, page 355.