

## PENGARUH NITRIDASI TERHADAP KETAHANAN KOROSI STAINLESS STEEL AISI 316L DALAM CAIRAN TUBUH TIRUAN

Dedi Setiawan<sup>1\*</sup>, Triwikantoro<sup>2</sup>, Heny Faisal<sup>3</sup>, Wagiyo<sup>4</sup>

Jurusan Fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, Indonesia<sup>1\*</sup>  
dedi\_setia@physics.its.ac.id

Jurusan Fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, Indonesia<sup>2,3</sup>  
PTBIN-BATAN Serpon, Tangerang, Indonesia<sup>4</sup>

### Abstrak

*Stainless steel* AISI 316L termasuk salah satu logam yang digunakan sebagai implan dalam tubuh manusia. Kerusakan yang terjadi pada logam tersebut sebagian besar (70%) disebabkan oleh korosi sehingga umur pemakaian kira-kira sepuluh tahun. Telah dilakukan nitridasi terhadap *stainless steel* AISI 316L menggunakan gas amoniak (NH<sub>3</sub>). Parameter nitridasi yang digunakan adalah laju aliran gas 5 mL/menit dengan variasi temperatur, yaitu 400, 420, 440, 460, 480, dan 500 °C selama 3 jam dan variasi waktu, yaitu 1, 3, 5, 7, 9, dan 11 jam pada temperatur 420 °C. Kemudian dilakukan uji korosi dalam cairan tubuh tiruan (0,9% larutan sodium klorida dengan PH=7,4 pada temperatur 37°C) dengan metode elektrokimia menggunakan potensiostat/galvanostat model 273. Setelah nitridasi dan pengujian korosi, sampel dikarakterisasi struktur mikro dan komposisi kimianya menggunakan peralatan Mikroskop Elektron Scan (SEM) dan Spektrometer Dispersif Energi (EDS) serta identifikasi fasa menggunakan peralatan Difraksi Sinar-X (XRD). Hasil uji korosi menunjukkan bahwa terjadi peningkatan ketahanan korosi (laju korosi rendah) sampai 16 kali pada sampel yang dinitridasi pada temperatur 420 °C selama 3 jam dibandingkan dengan sampel tidak dinitridasi, yaitu dari 0,1358 mil per tahun (mpy) menjadi 0,0082 mpy. Sedangkan penurunan ketahanan korosi (laju korosi tinggi) paling buruk terjadi pada sampel yang dinitridasi pada temperatur 500 °C selama 3 jam, yaitu 1,3541 mpy. Hasil pengamatan struktur mikro sampel yang diuji korosi menunjukkan gejala korosi lubang. Fasa-S yang berfungsi sebagai lapisan pelindung korosi pada sampel yang dinitridasi pada temperatur 420 °C selama 3 jam jumlahnya sedikit (tipis) sehingga tidak terdeteksi melalui pola difraksi sinar-X. Sedangkan dari hasil pengamatan struktur mikro tampak lintang menunjukkan adanya lapisan fasa-S dengan ketebalan sekitar 5 µm dan komposisi nitrogen sekitar 31,83% massa (30,34% atom).

**Kata kunci:** nitridasi, ketahanan korosi, *stainless steel* AISI 316L, cairan tubuh tiruan.

### 1. Pendahuluan

Kerusakan suatu material selalu diawali dari permukaan. Kerusakan permukaan dapat disebabkan karena lingkungan korosi atau oksidasi maupun berinteraksi dengan benda lain, misalnya bergesekan dengan komponen lain. Masalah kerusakan permukaan tidak dapat dihindari, namun hanya dapat dicegah (R. E. Smallman dan Bishop, 1999).

Banyak cara yang dapat dilakukan untuk meningkatkan kualitas permukaan material sesuai keinginan. Dalam bidang rekayasa material, cara itu dikenal dengan istilah "perlakuan permukaan (*surface treatment*)". Pada dasarnya perlakuan permukaan dapat ditempuh melalui dua cara, yaitu pertama dengan menambah unsur lain/mengubah komposisi kimia, sedangkan yang kedua adalah dengan cara mengubah fasa atau struktur kristalnya melalui pemanasan pada temperatur tertentu kemudian diikuti dengan pendinginan cepat (*quench*) atau pendinginan lambat, tergantung fasa atau struktur kristal apa yang ingin dituju (Tjipto Sujitno, 2003).

Beberapa cara perlakuan permukaan yang sering dilakukan adalah nitridasi (*nitriding*), karburasi (*carburizing*), karbonitridasi (*carbonitriding*), cara induksi listrik maupun cara nyala api. Nitridasi, karburasi, dan karbonitridasi merupakan cara mengubah sifat permukaan dengan cara menambah unsur nitrogen atau karbon atau keduanya. Sedangkan cara induksi listrik maupun cara nyala api dilakukan dengan pemanasan pada temperatur tertentu kemudian dilanjutkan dengan pendinginan cepat. Cara ini tidak mengubah komposisi kimia permukaan tetapi yang berubah adalah fasanya. Pendingin cepat pada material tersebut akan menyebabkan terjadinya tegangan termal (*thermal stress*) sehingga material akan mengalami perubahan dimensi. Hal ini tentunya tidak cocok untuk komponen-komponen yang memerlukan presisi tinggi, sehingga perubahan dimensi sekecil apapun sangat tidak diinginkan. Untuk mengatasi masalah tersebut biasanya sesudah proses pendinginan cepat diikuti pemanasan lagi (*reheat treatment*), namun dengan demikian prosesnya memerlukan waktu yang lebih lama lagi.

Nitridasi merupakan perlakuan pengerasan permukaan dengan melibatkan difusi nitrogen ke dalam suatu logam pada temperatur dan jangka waktu tertentu tergantung dari ketebalan lapisan atau aplikasi dari material yang diinginkan. Nitridasi dapat dilakukan menggunakan cairan, gas atau lingkungan plasma untuk memberikan efek transfer nitrogen ke dalam material target, seperti baja paduan, *stainless steel* atau material yang mengandung unsur paduan seperti aluminium, kromium, molybdenum, tungsten, dan vanadium yang bermanfaat dalam proses nitridasi karena dapat membentuk nitrida-nitrida yang stabil pada temperatur nitridasi (Conrad, H., 2003). Sedangkan karburasi dan karbonitridasi lebih cocok dilakukan pada baja karbon untuk meningkatkan sifat kekerasannya.

Selain meningkatkan kekerasan permukaan, nitridasi juga dapat meningkatkan ketahanan aus, ketahanan fatik, dan ketahanan korosi. Menurut Borgioli, F. (2005), nitridasi menggunakan plasma (*plasma nitriding*) terhadap *stainless steel* AISI 316L pada temperatur 400 – 500 °C selama 5 jam, tekanan  $10^3$  Pa dengan menggunakan 80% vol.  $N_2$  dan 20% vol.  $H_2$  efektif meningkatkan ketahanan korosi *stainless steel* AISI 316L dalam 5% larutan NaCl. Hal ini terkait dengan terbentuknya fasa-S pada permukaan yang berfungsi sebagai lapisan pelindung terhadap korosi. Liang, W. (2001) memperoleh ketebalan fasa-S sampai 10  $\mu m$  dengan kekerasan yang tinggi untuk *stainless steel* AISI 304 yang dinitridasi selama 70 menit pada temperatur 420 °C, tekanan 0,4 Pa menggunakan  $NH_3$ . Sedangkan menurut Linda (2006), umumnya nitridasi baja austenit yang dilakukan di bawah temperatur 450 °C cukup efektif meningkatkan kekerasan permukaan dan ketahanan korosi. Ini berhubungan erat dengan pembentukan fasa tunggal metastabil yang dikenal sebagai fase  $\gamma_N$ , fasa-S, atau fasa *m*, namun terbentuknya fasa ini masih belum sepenuhnya dipahami dan masih menjadi perdebatan selama dua dekade terakhir (T. Bacci, 2001; X. Xu, 2003; Linda, 2006).

Berdasarkan fakta di atas, maka perlu dilakukan studi lebih lanjut tentang pentingnya nitridasi sebagai salah satu teknik rekayasa permukaan material. Dalam hal ini, nitridasi dilakukan menggunakan peralatan nitridasi gas milik PTBIN-BATAN (Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir-Badan Tenaga Nuklir Nasional) Kawasan PUSPIPTEK (Pusat Penelitian Ilmu Pengetahuan dan Teknologi) Serpong Tangerang. Sedangkan material yang dijadikan sebagai obyek nitridasi adalah *stainless steel* AISI 316L. Alasan utama studi nitridasi terhadap *stainless steel* AISI 316L adalah, pertama terkait dengan pentingnya aplikasi *stainless steel* AISI 316L sebagai material implan dalam tubuh manusia yang biasa digunakan untuk penggantian tulang persendian, lutut, pinggul, penyembuhan patah tulang, dan benang implan. *Stainless steel* AISI 316L sampai sekarang digunakan oleh hampir sejuta orang tiap tahunnya di seluruh dunia (M. Kumachi, 2003; Y.

Khelfaoui, 2006). Kedua, mengingat beberapa penelitian melaporkan bahwa selama pemakaiannya material implan dapat mengalami cacat permukaan yang disebabkan oleh faktor-faktor kimia dan mekanik pada permukaan material, seperti korosi dan keausan, sehingga dapat mempersingkat waktu pemakaian, biasanya umur pemakaian kira-kira sepuluh tahun. Kerusakan yang terjadi pada material implan sebagian besar (70%) disebabkan oleh korosi. Permasalahan di atas tentunya dapat berakibat serius dan mengancam keselamatan pasien (F. Macionezyk, 2001; Kumachi, 2003, X. Xu, 2003).

Oleh karena itu untuk mengatasi permasalahan tersebut, maka dengan melakukan nitridasi diharapkan dapat meningkatkan ketahanan korosi *stainless steel* AISI 316L bila digunakan sebagai material implan dalam lingkungan tubuh manusia (lingkungan biologis). Lingkungan tubuh manusia dalam eksperimen-eksperimen *in vitro* (luar tubuh) dapat dibuat dengan cairan tubuh tiruan (*simulated body fluid*) yang biasa digunakan untuk pengujian korosi implan, yaitu 0,9% larutan sodium klorida (pH = 7,4) dengan temperatur disesuaikan dengan tubuh manusia normal 37 °C (M. Kumachi, 2003; L. Gil, 2006; S. Virtanen, 2008).

## 2. Metode yang diterapkan

### 2.1. Peralatan penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu peralatan nitridasi gas, mesin pemotong laser (*laser cutting*), mesin poles duo, kertas SiC (*Silicon Carbida*), difraktometer sinar-X merek PHILIPS tipe APD 3520, peralatan SEM-EDS merek JEOL JSM-6510LA, Potensiostat/Galvanostat Model 273 dilengkapi komputer dengan *software* M 342 buatan EG&G Research Princeton Applied Research milik PTBIN-BATAN Serpong Tangerang, pemanas listrik, termometer, *stop watch*, wadah sampel (*boat*), *fiber glass*, pinset, pengering rambut (*hair drier*), kertas tisu, dan plastik klip.

### 2.2 Bahan penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu *stainless steel* AISI (*American Iron and Steel Institute*) 316L pelat dengan ketebalan 1,5 mm, gas amoniak ( $NH_3$ ), aquades, alkohol, dan cairan infus jenis Otsu-NS (*Normal Saline*) produk PT. Otsuka Indonesia yang dijadikan sebagai cairan tubuh tiruan (larutan elektrolit).

### 2.3 Cara kerja

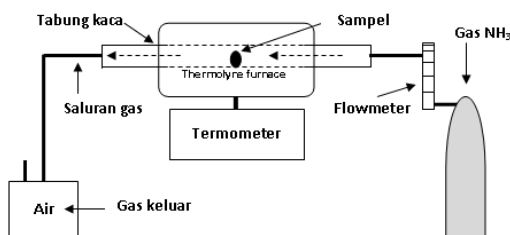
#### 2.3.1 Preparasi sampel

Memotong sampel (*stainless steel* AISI 316L) pelat dengan ketebalan 1,5 mm menjadi sampel-sampel kecil berbentuk silinder dengan diameter 16 mm dan sampel-sampel bentuk persegi dengan sisi 10 mm menggunakan mesin pemotong laser. Sampel silinder untuk pengujian korosi dan sampel persegi untuk pengujian XRD dan SEM-EDS. Menghaluskan kedua permukaannya dengan kertas SiC mulai dari tipe yang paling kasar sampai ke yang halus berturut-

turut, yaitu 100, 200, 320, 400, 600, 800, 1000, dan 1200 mesh yang berputar pada mesin poles dua sambil mengalirkan air agar tidak menimbulkan panas karena gesekan dan agar terlihat halus, merata, dan mengkilap seperti cermin. Kemudian membersihkan sisa-sisa kotoran dan lemak dengan air dan alkohol, kemudian mengeringkan sampel dengan pengering rambut dan memasukkan ke dalam kertas tisu dan memasukkan dalam plastik klip dengan pinset untuk mengurangi kontak dengan kotoran, lemak, dan udara luar sebelum melakukan nitridasi.

### 2.3.2 Nitridasi sampel

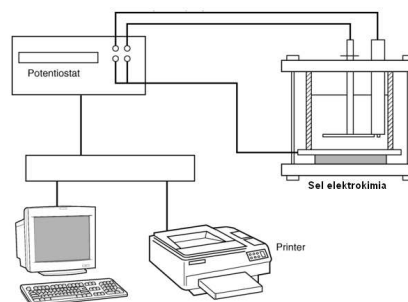
Merangkai peralatan nitridasi seperti pada Gambar 2.1. Meletakkan sampel di atas *fiber glass* (sebagai alas) yang berada dalam wadah sampel (*boat*). Kemudian memasukkan sampel ke tungku (*thermolyne furnace*), kemudian mengalirkan gas amoniak dengan mengatur laju aliran gas dengan *flowmeter* 5 mL/menit. Menentukan temperatur nitridasi yang diinginkan dengan termometer dan menentukan lamanya nitridasi dengan *stop watch*. Dalam penelitian ini, nitridasi dilakukan pada variasi temperatur 400, 420, 440, 460, 480, dan 500 °C selama 3 jam untuk masing-masing sampel. Selanjutnya mengambil temperatur optimal nitridasi selama 3 jam yang diketahui setelah pengujian korosi. Berdasarkan hasil pengujian korosi yang optimal (terbaik), kemudian melakukan nitridasi pada temperatur tersebut dengan variasi waktu nitridasi 1, 3, 5, 7, 9, dan 11 jam. Setelah nitridasi selesai, kemudian mendinginkan sampel dalam udara terbuka. Tahapan ini merupakan tahapan terakhir dari nitridasi. Setelah nitridasi selesai, kemudian membungkus sampel hasil nitridasi dengan kain tisu dan memasukkannya ke dalam plastik klip menggunakan pinset untuk mengurangi kontak dengan kotoran, lemak, dan udara luar sebelum melakukan karakterisasi (pengujian korosi, XRD, dan SEM-EDS).



Gambar 2.1 Rangkaian peralatan nitridasi gas milik PTBIN-BATAN Serpong Tangerang.

### 2.3.3 Pengujian korosi

Merangkai potensiostat/galvanostat model 273 seperti pada Gambar 2.2 dan harus sudah terhubung dengan komputer yang sudah dilengkapi dengan *software* M 342 yang akan mengolah data hasil pengukuran sampel selama pengujian berlangsung.



Gambar 2.2 Rangkaian peralatan potensiostat model 273.

Memasukkan cairan infus (larutan pengkorosi) sebagai larutan pengkorosi sebanyak 600 mL setiap kali pengujian. Kemudian memanaskan cairan infus tersebut mulai dari temperatur ruang hingga temperatur 37 °C (konstan). Kemudian memasukkan sampel ke dalam larutan pengkorosi bersama elektroda-elektroda yang bertindak sebagai sel elektrokimia. Setelah semua komponen terpasang, kemudian menghubungkan langsung ke potensiostat untuk mengukur besarnya rapat arus korosi  $I_{corr}$  ( $\mu A/cm^2$ ) dan laju korosi CR (mpy). Pengujian korosi ini merupakan metode elektrokimia dengan teknik tahanan polarisasi (*polarization resistance*). Keluaran yang diharapkan dalam pengujian ini adalah nilai rapat arus korosi yang akan terbaca dalam komputer. Kemudian memasukkan nilai rapat arus korosi tersebut ke dalam Persamaan 2.1 (Hukum Faraday) untuk mendapatkan nilai laju korosi. Setelah pengujian korosi selesai, kemudian membungkus sampel dengan kertas tisu dan memasukkannya ke dalam plastik klip menggunakan pinset untuk mengurangi kontak dengan kotoran, lemak, dan udara luar sebelum pengujian SEM-EDS.

$$CR = 0,1288 \frac{I_{corr} E w}{A d} \quad (2.1)$$

dengan:

- CR = laju korosi/laju penetrasi (mpy),
- $I_{corr}$  = arus korosi ( $\mu A/cm^2$ ),
- Ew = berat ekuivalen sampel (25,50 g/ekiv),
- A = luas penampang ( $1 cm^2$ ),
- d = densitas sampel ( $7,98 g/cm^3$ ),
- 0,1288 = faktor konversi (mpy  $g/\mu A cm$ ).

### 2.3.4 Pengujian XRD

Menguji sampel menggunakan peralatan XRD (difraktometer sinar-X) dengan radiasi CuK $\alpha$  ( $\lambda=1,5406 \text{ \AA}$ ) dengan kecepatan scan 0,02°/sekon untuk memperoleh pola difraksi terukur dari sampel yang ditampilkan dalam layar monitor komputer. Kemudian menganalisis pola difraksi untuk mengidentifikasi fasa (analisa kualitatif) lapisan nitrida yang terbentuk. Identifikasi fasa berdasarkan pada pencocokan data posisi-posisi puncak difraksi terukur dengan basis data (*data base*) yang telah dikompilasi dalam bentuk kartu PDF (*Powder Diffraction File*).

### 2.3.5 Pengujian SEM-EDS

Menguji sampel menggunakan peralatan SEM untuk mengamati struktur mikro sampel.

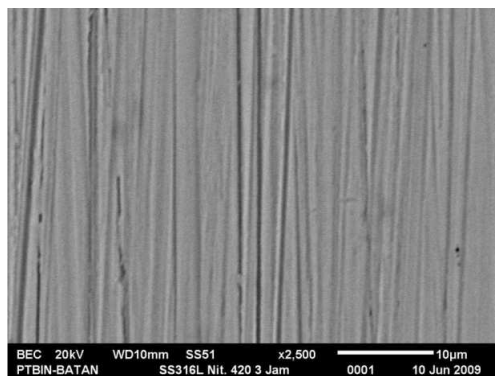
Kemudian mengambil data EDS pada beberapa titik (*spot*) yang berbeda pada permukaan sampel hasil SEM untuk mengetahui komposisi kimianya (dalam % massa atau % atom). Untuk mengetahui ketebalan lapisan nitrida dari arah tampang lintang, sebelumnya sampel sudah ditempatkan (*mounting*) tegak lurus dalam resin untuk mempermudah pengamatan.

### 3. Pembahasan hasil

Terbentuknya lapisan nitride terkait dengan keberadaan atom nitrogen (N) dari hasil disosiasi amoniak ( $\text{NH}_3$ ) yang berdifusi ke dalam sampel. Difusi atom N ke dalam sampel berlangsung secara interstisi karena diameter atom nitrogen 0,6 Å yang jauh lebih kecil dibandingkan dengan diameter atom besi yang mencapai 1,4 Å. Difusi atom N ke dalam sampel sangat dipengaruhi oleh temperatur sampel. Dengan naiknya temperatur, maka jarak antara atom-atom sampel (sasaran) akan lebih besar sehingga kemungkinan difusi atom-atom nitrogen lebih mudah dan daya kelarutan material target lebih besar.

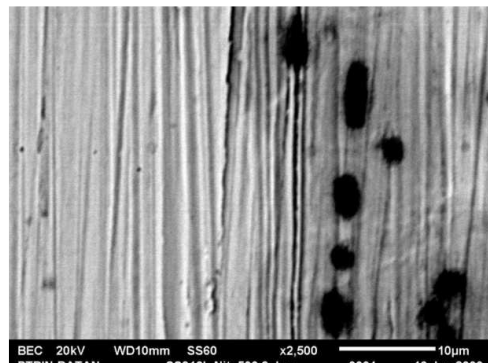
Berdasarkan hasil pengamatan, nitridasi yang dilakukan pada temperatur 400, 420, 440, 460, 480, dan 500 °C selama 3 jam, umumnya efektif menghasilkan lapisan-lapisan nitrida. Pada temperatur 400, 420, dan 440 °C memungkinkan mulai terbentuk lapisan nitrida dengan warna kuning keemasan dan terlihat bersih merata pada permukaan sampel. Sedangkan pada temperatur yang semakin tinggi (460, 480, dan 500) °C lapisan nitrida bisa semakin menebal yang ditandai oleh warna kuning keemasan yang tampak sebagai warna gelap apabila dilihat tanpa bantuan mikroskop optik maupun mikroskop elektron. Menurut Oliviera, A., M. (2003), dengan meningkatnya temperatur nitridasi, maka apabila lapisan nitrida dilihat tampang lintangnya (*cross section*) menggunakan SEM, maka akan tampak sebagai lapisan warna gelap. Semakin menebalnya lapisan warna gelap ini mengindikasikan terbentuknya lapisan endapan (*precipitate*) nitrida krom ( $\text{CrN}$  atau  $\text{Cr}_2\text{N}$ ).

Hasil pengamatan struktur mikro sampel yang dinitridasi pada temperatur 420 °C selama 3 jam dengan perbesaran 2500 kali menggunakan SEM-EDS dapat dilihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Struktur mikro sampel yang dinitridasi pada temperatur 420°C selama 3 jam.

Sedangkan untuk sampel yang dinitridasi pada temperatur 500 °C selama 3 jam dapat dilihat pada Gambar 3.2.

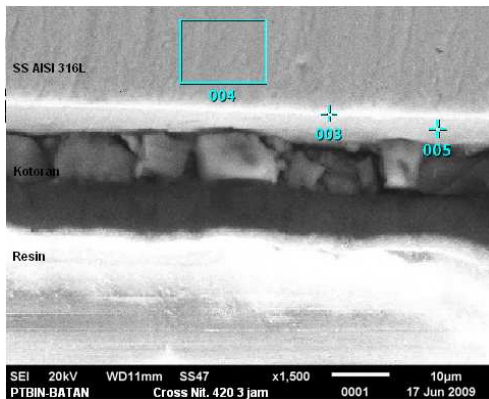


Gambar 3.2 Struktur mikro sampel yang dinitridasi pada temperatur 500°C selama 3 jam.

Berdasarkan Gambar 3.1 dan Gambar 3.2, komposisi atom N yang terdeteksi pada permukaan sekitar 1,33 massa % (3,47 % atom) untuk sampel yang dinitridasi pada temperatur 420°C selama 3 jam dan sekitar 1,78% massa (4,25 % atom) untuk sampel yang dinitridasi pada temperatur 500°C selama 3 jam. Komposisi ini tentunya sangat sedikit dibandingkan harapan untuk pembentukan fasa-S yang tahan korosi. Menurut Oliviera, A. (2003), fasa-S ini merupakan suatu kondisi dimana nitrogen larut padat lewat jenuh dalam  $\gamma\text{-Fe}$  f.c.c. sebesar 20 - 30% atom dengan sebuah penyimpangan struktur f.c.c., sementara normalnya maksimum kelarutan padat f.c.c.  $\gamma\text{-Fe}$  adalah 8,7 % atom.

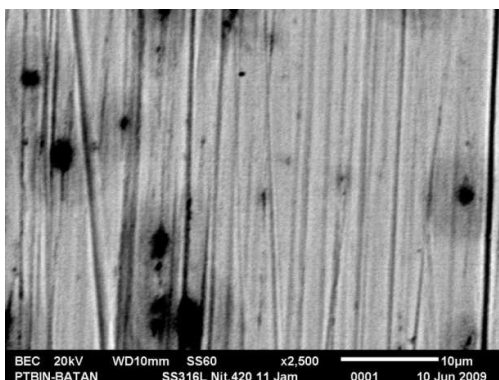
Rendahnya komposisi nitrogen yang terdeteksi pada data EDS bisa disebabkan oleh faktor alat, tipisnya lapisan nitrida, atau tingginya tegangan yang digunakan pada SEM (20 kV) sehingga mengenai sebagian besar material induk, sehingga unsur yang terdeteksi pada permukaan sedikit. Jika memungkinkan 15 kV masih bisa lebih akurat untuk mendeteksi komposisi kimia permukaan.

Hasil pengamatan tampang lintang dengan perbesaran 1500 kali dan komposisi kimia di titik (*spot*) tertentu terhadap sampel yang dinitridasi pada temperatur 420°C selama 3 jam menggunakan SEM-EDS (Gambar 3.3) terlihat adanya perbedaan antara material induk dengan lapisan-lapisan di atasnya. Diduga bahwa lapisan yang paling atas (bongkahan) sebagian merupakan rongga atau rontokan/kotoran kertas poles (amplas) saat preparasi. Sedangkan lapisan yang paling dekat dengan material induk diperkirakan adalah lapisan nitrida (lapisan pelindung) yang dikenal sebagai fasa-S karena terlihat jelas perbedaan warna antara material induk dengan lapisan dengan ketebalan sekitar 5 µm dan komposisi nitrogen sekitar 31,83% massa (30,34% atom).



Gambar 3.3. Tampang lintang sampel yang dinitridasi pada 420 °C selama 3 jam.

Umumnya terbentuknya lapisan nitrida efektif pada temperatur 400 – 500 °C. Hal ini didukung berdasarkan pendapat Linda (2006) yang menyatakan bahwa nitridasi yang dilakukan pada temperatur 400 – 500 °C umumnya efektif menghasilkan lapisan nitrida. Ketebalan lapisan tersebut dapat ditentukan dari lamanya nitridasi tergantung dari ketebalan lapisan atau aplikasi dari material yang kita inginkan. Terbentuknya lapisan nitrida krom dapat terjadi pada temperatur nitridasi di atas 450°C yang memiliki sifat keras dan stabil pada temperatur tinggi. Sedangkan untuk sampel yang lebih tahan terhadap korosi disebabkan oleh munculnya fasa tunggal metastabil yang dikenal sebagai fasa-S, fasa  $\gamma_N$ , atau fasa *m*. Fasa ini dapat terbentuk pada temperatur yang tidak jauh di bawah 450°C. namun fasa ini masih belum sepenuhnya dipahami dan masih menjadi perdebatan selama dua dekade terakhir (T. Bacci, 2001; T. Bell, 2002; X. Xu, 2003; Linda, 2006). Apabila sampel dinitridasi dalam waktu lebih lama, maka ketebalan lapisan nitrida akan meningkat dengan meningkatnya waktu nitridasi, hal ini dapat dilihat pada Gambar 3.4.

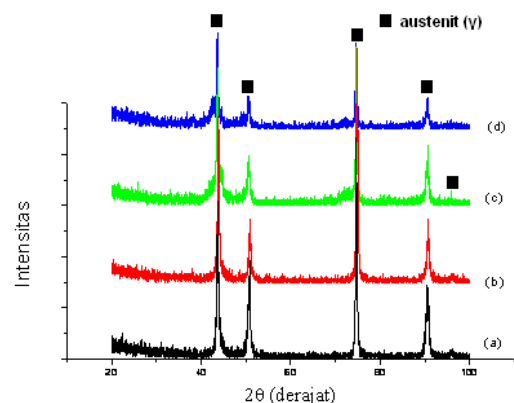


Gambar 3.4 Struktur mikro sampel yang dinitridasi pada temperatur 420°C selama 11 jam.

Untuk sampel yang dinitridasi pada temperatur 420 °C selama 3 jam memiliki komposisi nitrogen yang lebih sedikit, yaitu 1,33 massa % (3,47 % atom) dibandingkan dengan sampel yang dinitridasi selama 11 jam, yaitu 4,74 % massa (11,93 % atom). Menurut Wagiyu

(2005) untuk material *stainless steels*, umumnya akan kurang menguntungkan jika dinitridasi pada waktu lama, karena terjadinya karbida krom atau nitrida krom yang menyebabkan terjadinya defisiensi krom yang semestinya menjadi lapisan lindung dalam bentuk oksida krom.

Pengujian XRD cukup dilakukan terhadap sampel dengan hasil nitridasi terbaik dan terburuk. Sebagai pembandingan, dilakukan juga terhadap sampel yang tidak dinitridasi. Gambar 3.5 menunjukkan hampir tidak ada perbedaan pola difraksi sampel sebelum maupun setelah nitridasi. Perubahan-perubahan yang terjadi sangat kecil terkait dengan tinggi dan pelebaran puncak. Munculnya beberapa puncak baru yang belum teridentifikasi fasa yang terbentuk, namun bagaimanapun juga tetap tidak mengindikasikan adanya perubahan yang terjadi secara signifikan terkait dengan fasa-fasa nitrida (seperti kromium nitrida atau fasa-S) yang diprediksi akan terbentuk. Lapisan nitrida yang terbentuk terlalu tipis sehingga tidak terdeteksi dalam pola difraksi sinar-X (XRD).

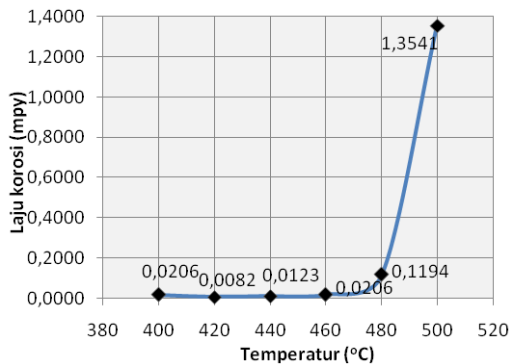


Gambar 3.5 Pola difraksi sampel (a) sebelum nitridasi (b) nitridasi 420, 3 jam (c) nitridasi 500 °C, 3 jam, dan (d) nitridasi 420 °C, 11 jam.

Fasa yang muncul sebagian besar adalah austenit f.c.c. ( $\gamma$ ) yang merupakan fasa dari material induk (*base metal*). Hal ini bisa saja disebabkan oleh tipisnya lapisan yang terbentuk sehingga sebagian kecil sinar-X yang difraksikan oleh bidang-bidang kristal pada permukaan sehingga tidak tampak sebagai pola difraksi dan sebagian besar mengenai material induk (austenit) dengan posisi puncak pada sudut ( $2\theta$ ), yaitu 43,61°; 50,69°; 74,63; 90,58°; dan 95,82. Sedangkan berdasarkan teori, letak puncak-puncak untuk fasa-S muncul pada sudut ( $2\theta$ ) lebih rendah bila dibandingkan sudut fasa austenit, yaitu 40,27°; 46,20°; 68,45°; dan 82,45° (Oliveira, A., M., 2003). Menurut Menthe, E. (1999), fasa-S muncul pada sudut (39,95° - 40,65°), (45,79° - 46,60°), dan 82,5°. Referensi untuk fasa-S memang tidak dimuat dalam data difraksi maupun standar ASTM untuk sinar-X.

Hasil pengujian korosi terhadap sampel (*stainless steel* AISI 316L) sebelum dan setelah nitridasi pada temperatur 400, 420, 440, 460,

480, dan 500 °C selama 3 jam, dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 3.6 Grafik hubungan antara temperatur nitridasi dan laju korosi.

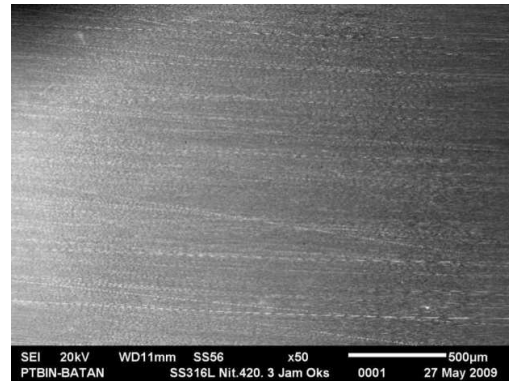
Pengujian ketahanan korosi sampel (*stainless steel* AISI 316L) dalam cairan tubuh tiruan (0,9 % larutan sodium klorida, pH=7,4; 37 °C) dilakukan menggunakan metode elektrokimia dengan teknik tahanan polarisasi (*polarization resistance*) menggunakan potensiostat model 273. Ukuran ketahanan korosi sampel dapat dilihat dari harga rapat arus korosi selama pengujian berlangsung. Semakin besar rapat arus korosi maka semakin besar pula kemungkinan terjadinya korosi pada sampel, dan begitu juga sebaliknya. Sedangkan nilai laju korosi CR (mpy) dapat diketahui setelah memasukkan harga rapat arus korosi ( $i_{corr}$ ) ke dalam rumus laju korosi (Hukum Faraday).

Hasil pengamatan struktur mikro terhadap sampel yang tidak dinitridasi dan telah terkorosi dapat dilihat pada Gambar 3.7. Jika ditinjau lebih khusus lagi terhadap parameter-parameter proses nitridasi yang umumnya terkait dengan temperatur dan lamanya proses nitridasi untuk memperoleh suatu sampel yang tahan korosi, maka dari penelitian ini nitridasi yang dilakukan selama 3 jam dengan melakukan variasi temperatur 400, 420, 440, 460, 480, dan 500 °C dengan laju aliran gas amoniak 5 mL/menit, diperoleh laju korosi untuk masing-masing sampel berturut-turut, yaitu 0,0206; 0,0082; 0,0123; 0,0206; 0,1194; dan 1,3541 mpy.



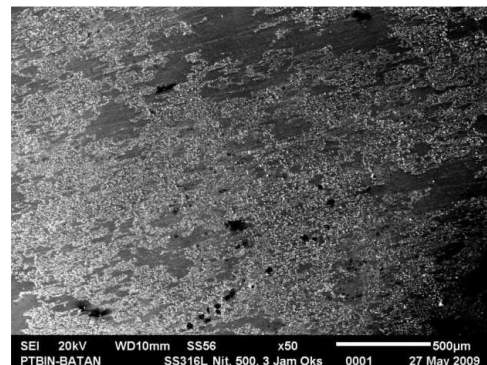
Gambar 3.7 Struktur mikro sampel yang tidak dinitridasi dan telah terkorosi.

Nilai ketahanan korosi paling baik diperoleh jika sampel dinitridasi pada temperatur 420 °C selama 3 jam dan struktur mikronya setelah uji korosi dapat dilihat pada Gambar 3.8.



Gambar 3.8 Struktur mikro sampel yang dinitridasi pada temperatur 420°C selama 3 jam dan telah terkorosi.

Sedangkan sampel yang dinitridasi pada temperatur 500 °C selama 3 jam memiliki ketahanan paling buruk dan bahkan lebih buruk dari sampel yang belum dinitridasi dan struktur mikronya setelah uji korosi dapat dilihat pada Gambar 3.9.



Gambar. 3.9 Struktur mikro sampel yang dinitridasi pada temperatur 500°C selama 3 dan telah terkorosi.

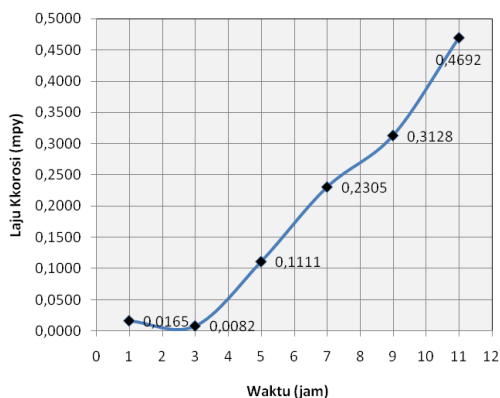
Penurunan ketahanan korosi mulai terlihat pada temperatur 480 °C yang menunjukkan bahwa nitridasi pada temperatur tersebut seolah-olah nitridasi kurang memberikan pengaruh yang signifikan terhadap ketahanan korosi material. Perubahan-perubahan laju korosi tersebut terlihat jelas pada Gambar 4.6.

Untuk sampel yang belum dinitridasi dan sampel yang telah dinitridasi pada temperatur 500 °C menunjukkan terjadinya gejala korosi terutama jenis korosi sumuran/lubang (*pitting corrosion*) yang disebabkan oleh ion-ion klorida. Sedangkan untuk sampel yang dinitridasi pada temperatur 420 °C masih belum menunjukkan gejala korosi yang signifikan (tahan korosi). Menurut Linda (2006), banyaknya terjadi korosi lubang yang terjadi pada sampel yang dinitridasi mengindikasikan bahwa kromium nitrida

mengendap dalam matrik fasa-S. Mikrostruktur yang tidak homogen ini membentuk sel galvanis lokal sehingga dapat meningkatkan reaksi sel antara partikel-partikel fase kedua dan matrik. Sedangkan mikrostruktur yang homogen relatif lebih bebas dari reaksi sel.

Menurut Borgioli (2005), perbedaan ketahanan korosi pada sampel-sampel yang disebutkan di atas, terkait dengan fasa-fasa yang hadir pada saat nitridasi yang berfungsi sebagai lapis lindung. Terbentuknya fasa-S sendiri pada lapisan nitrida pada sampel dapat meningkatkan ketahanan korosi dan ketahanan aus. Penurunan ketahanan korosi umumnya disebabkan oleh terbentuknya fasa nitrida krom selama nitridasi, fasa ini memiliki sifat keras dan meningkatkan ketahanan aus. Umumnya sampel yang dinitridasi pada temperatur lebih tinggi menunjukkan sifat-sifat korosi yang buruk terkait terbentuknya fasa nitrida krom. Habisnya kromium karena membentuk nitrida krom akan dapat menyebabkan pengurangan ketahanan korosi.

Laju korosi sampel yang dinitridasi pada temperatur 420 °C dengan variasi waktu 1, 3, 5, 7, 9, dan 11 jam diperoleh untuk masing-masing sampel berturut-turut sebesar 0,0165; 0,1111; 0,2305; 0,3128; dan 0,4692 mpy. Ketahanan korosi paling baik diperoleh pada sampel yang dinitridasi 3 jam dengan laju korosi 0,0082 mpy. Kemudian disusul oleh sampel yang dinitridasi 1 jam dengan laju korosi 0,0165 mpy. Sedangkan sampel yang dinitridasi di atas 3 jam umumnya mengalami penurunan ketahanan korosi secara drastis dibandingkan dengan sampel yang dinitridasi 3 jam. Hal ini dapat dilihat dari sampel yang dinitridasi 5 jam dengan laju korosi 0,1111 mpy yang hampir mendekati laju korosi sampel yang belum dinitridasi 0,1358 mpy. Begitu juga penurunan ketahanan korosi dialami oleh sampel yang dinitridasi di atas 5 jam (7, 9, dan 11) jam dengan laju korosi masing-masing berturut-turut sebesar 0,2305; 0,3128; 0,4692 mpy. Sampel yang dinitridasi di atas 5 jam menurunkan ketahanan korosi menjadi lebih buruk dibandingkan dengan sampel yang belum dinitridasi. Perubahan-perubahan laju korosi tersebut terlihat jelas pada Gambar 3.10.



Gambar 3.10. Grafik hubungan antara waktu nitridasi dan laju korosi.

Penurunan ketahanan korosi untuk sampel yang dinitridasi di atas 3 jam bisa disebabkan oleh terbentuknya nitrida krom. Hal ini sesuai dengan pendapat Wagiyo (2005) yang menyatakan bahwa untuk *stainless steel* yang dinitridasi dalam waktu yang agak lama kurang menguntungkan karena akan terbentuknya karbida krom atau nitrida krom, sehingga akan menyebabkan terjadinya defisiensi krom yang semestinya menjadi oksida krom sebagai lapisan lindung (lapisan pasif) yang stabil pada permukaan sampel dalam lingkungan korosi. Oleh karena itu, walaupun sampel dinitridasi dalam waktu lama dapat menambah ketebalan lapisan nitrida dalam bentuk nitrida krom, tapi justru akan dapat mengurangi ketahanan korosinya. Sedangkan menurut Shaikh, H. dkk. (2002), sifat tahan korosi *stainless steel* AISI 316L diperoleh dari terbentuknya lapisan pelindung pasif kromium oksida yang sangat stabil dan melekat erat pada permukaan, sehingga dapat melindungi baja dari lingkungan yang bersifat korosif

Berdasarkan hasil pengujian korosi terhadap sampel yang belum maupun telah dinitridasi, maka dapat disimpulkan bahwa penelitian tentang pengaruh nitridasi terhadap ketahanan korosi *stainless steel* AISI 316L dalam cairan tubuh tiruan telah berhasil dilakukan dengan gas amoniak (NH<sub>3</sub>) dengan laju aliran gas 5 mL/menit. Hasil nitridasi terbaik (lebih tahan korosi) diperoleh jika nitridasi dilakukan pada temperatur 420°C selama 3 jam dapat meningkatkan ketahanan korosi sampai 16 kali dibandingkan dengan sampel yang belum dinitridasi. Sedangkan hasil nitridasi terburuk (tidak tahan korosi) diperoleh jika nitridasi dilakukan pada temperatur 500°C selama 3 jam dapat mengurangi ketahanan korosi menjadi lebih buruk dibandingkan dengan sampel tanpa nitridasi.

Setelah mengetahui pengaruh parameter-parameter utama seperti temperatur dan lamanya proses nitridasi, maka akan memungkinkan parameter-parameter nitridasi optimal yang diperoleh dapat digunakan untuk meningkatkan kualitas *stainless steel* AISI 316L agar tahan terhadap korosi apabila digunakan sebagai material implan dalam tubuh manusia. Jika ditinjau terkait dengan kesesuaian fungsi atau aplikasi dari *stainless steel* AISI 316L pada lingkungan korosif yang berbeda-beda, maka parameter-parameter tersebut dapat juga digunakan sehingga dapat memberikan kontribusi bagi perkembangan rekayasa material pada umumnya.

#### 4. Kesimpulan

1. Hasil uji korosi terhadap sampel (*stainless steel* AISI 316L) yang dinitridasi menggunakan gas amoniak (NH<sub>3</sub>) dengan laju aliran gas 5 mL/menit untuk variasi temperatur 400, 420, 440, 460, 480, dan 500 °C selama 3 jam diperoleh laju korosi berturut-turut, yaitu 0,0206; 0,0082; 0,0123; 0,0206; 0,1194; dan 1,3541 mpy. Sedangkan untuk variasi waktu 1, 3, 5, 7, 9, dan 11 jam

pada temperatur 420 °C diperoleh laju korosi berturut-turut, yaitu 0,0165; 0,1111; 0,2305; 0,3128; dan 0,4692 mpy.

2. Nitridasi pada temperatur 420 °C selama 3 jam merupakan hasil nitridasi terbaik (optimal) dengan peningkatan ketahanan korosi (laju korosi rendah) sampai 16 kali dibandingkan dengan sampel yang tidak dinitridasi, yaitu dari 0,1358 mpy menjadi 0,0082 mpy. Sedangkan nitridasi pada temperatur 500 °C selama 3 jam merupakan hasil nitridasi terburuk dengan penurunan ketahanan korosi (laju korosi tinggi) menjadi 1,3541 mpy.
3. Fasa-S yang berfungsi sebagai lapisan pelindung korosi pada sampel yang dinitridasi pada temperatur 420 °C selama 3 jam jumlahnya sedikit (tipis) sehingga tidak terdeteksi melalui pola difraksi sinar-X. Sedangkan dari hasil pengamatan struktur mikro tampak lintang menggunakan SEM-EDS menunjukkan adanya lapisan fasa-S dengan ketebalan sekitar 5 µm dan komposisi nitrogen sekitar 31,83% massa (30,34% atom).

## 5. Penghargaan

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Departemen Agama RI yang telah memberikan beasiswa program pascasarjana bagi Guru-guru Madrasah se-Indonesia (Angkatan ke-2), Kampus tercinta Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya, PTBIN-BATAN Kawasan PUSPIPTEK Serpong tangerang atas bimbingan dan bantuan peralatan nitridasi dan karakterisasi (potensiostat, XRD, dan SEM-EDS), PT. Meco Inoxprima Sidoarjo atas bantuan sampel *stainless steel* tipe 316L, dan semua pihak yang telah terlibat dalam penelitian ini.

## 6. Pustaka

- Bacci, T., Borgioli, F., Galvanetto, E., Pradel G., (2001). "Glow-Discharge Nitriding of Sintered Stainless Steels", *Surface and Coatings Technology* vol. 139, hal. 251-256.
- Borgioli, F., Fossati A., Galvanato, E., Bacci T., (2005). "Glow-discharge Nitriding of AISI 316L Austenitic Implant Stainless Steel: Influence of Treatment Temperature", *Surface & Coatings Technology*, vol. 200,
- Conrad, H., Kneer, Metlab, (2003). "Surface Hardening of Steel: Gas Nitriding of Steels", *ASM Handbook*, ASM International. vol. 4, hal. 906-909.
- Craig, B., D., Lane, R., A., Rose, D, H., (2006). *Corrosion Prevention and Control: A Program Management Guide for Selecting Materials*, AMMTIAC, Rome, New York.
- Khelfaoui, Y., Kerkar, M., Bali, A., Dalar, F., (2006). "Electrochemical Characterisation of a PVD Film of Titanium on AISI 316L Implant Stainless Steel", *Surface & Coatings Technology*, vol. 200, hal. 4523-4529.
- Kruger, J., (2003). "Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection", *ASM Handbook*, ASM International. vol. 13A, hal. 163-165.
- Kumachi, M., Sridhar, Raj, B., (2003). "Corrosion of Bio Implants", *Metalurgy and Materials Group*, vol. 28, parts 3 & 4, hal 601-637.
- Liang, W., Xiaolei, Jiujun, Yaqin, (2001). "Characteristics of Low Pressure Plasma Arc Source Ion Nitride Layer on Austenitic Stainless Steel at Low Temperature", *Thin Solid Film*, vol. 391, hal 11-16.
- Linda, G., Brühl, S., Jiménez, L., Leon, O., Guevara R., Mariana H. (2006). "Corrosion Performance of the Plasma Nitrided 316L Stainless Steel", *Surface & Coatings Technology*, vol. 201, hal. 4424-4429.
- Macionczyk, F., Gerold, B., Thull, R., (2001). "Repasivating Tantalum/Tantalum Oxide Surface Modification", *Surface & Coatings Technology*, vol. 142-144, hal. 1084-1087.
- Oliveira, A. M., Riofano, R. M., Casteletti, L. C., Tremiliosi, G. F., Bento C. A. S., (2003). "Effect Of Temperature Of Plasma Nitriding In AISI 316L Austenitic Stainless Steel", *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo*, vol. 22, 63-66.
- Shaikh, Rao, George, Venogopal, Sasi, T. Jayakumar, HS Katak (2002), "Assesment of Intergranular Corrosion in AISI 316L Stailless Steel Weldsment", *British Corrosion Journal*, vol. 37, hal. 2.
- Smallman, R. E. And Bishop R. J., (1999). *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material*, edisi keenam, Tejemahan oleh Sriati Djaprie, Erlangga, Jakarta.
- Tijpto S., (2003). *Aplikasi Plasma dan Teknologi Sputtering Untuk Surface Treatment; Workshop Sputtering untuk Rekayasa Permukaan Bahan*, P3TM-BATAN, Yogyakarta.
- Virtanen, S., Milos'ev, I., Gomez, Barrena, Trebs, R., Kontinen, Y. T., (2008). "Special Modes of Corrosion Under Physiological and Simulated Physiological Condition", *Acta Biomaterialia*. Vol. 4, hal. 468-476.
- Xu, X., Yu, Z., Wang, L., Qiang J., Hei, Z., (2003). "Phase Depth Distribution Characteristics of The Plasma Nitrided Layer on AISI 304 Implant Stainless Steel", *Surface & Coatings Technology*, vol. 162, hal. 242-247.