
Nitridasi Bahan Cor-Ten Untuk Meningkatkan Kekerasan dan Ketahanan Korosi Suhu Tinggi

Surian Pinem¹ dan Elman Panjaitan²

Email: pinem@batan.go.id

Penulis

Surian Pinem¹ adalah staf pengajar di Jurusan Teknik Industri, Universitas Bunda Mulia, Jakarta. Kesehariannya, penulis adalah salah satu peneliti utama di Badan Tenaga Atom Indonesia (BATAN). Bidang peminatan: Fisika, Matematika, *Material Science*.

Elman Panjaitan² adalah peneliti pada PT BIN BATAN.

Abstract

Samples of Cor-Ten steels have been subjected to surface treatment, by coating Al and followed by nitridation. High-temperature corrosion tests were carried out using a Thermo Gravimetry Analysis / Magnetic Suspension Balance (TGA/MSB). The Nitridation process was performed at 550°C for 3, 5, 4, 7 and 20 hours under flowing N₂ and NH₃ gases. Corrosion tests were performed for 50 hours at 650°C. After the oxidation, sample were characterized using X-Ray Diffractometer (XRD) to determine the crystal structure, and then using Scanning Electron Microscope (SEM) to observe the microstructure and hardness of the alloys by allowing Micro Hardness Tester. It can be concluded that sample nitridized for 5 hours showed the lowest corrosion rate or highest corrosion resistance, due to the corrosion barrier was Al₂O₃ protective layer. The hardness of Cor-Ten increased from 137 VHN to 340VHN (after nitridation), and to 744 VHN after Al deposition and nitridation for 5 hours. The increase of hardness might be associated with the formation of aluminum nitride.

Keywords

Al Deposition, corrosion resistant, Cor-Ten, nitridation, TGA/MSB, XRD, SEM

PENDAHULUAN

Korosi merupakan proses alam yang banyak ditemui dalam kehidupan sehari-hari, yang selalu menjadi masalah dan tidak dapat dihindari. Akan tetapi hal ini dapat dikurangi seminimal mungkin bila para ahli, khususnya ahli desain teknik memahami penyebab terjadinya korosi dan cara penanggulangannya. Oleh karena itu korosi merupakan hal yang menarik untuk diteliti dan didiskusikan karena dampak yang ditimbulkan dapat menyebabkan kerugian baik secara langsung seperti pada saat perbaikan atau penggantian komponen yang terkorosi, maupun tidak langsung misalnya, pencemaran lingkungan yang dapat menjadi beban bagi kehidupan manusia dan dapat juga memboroskan sumber daya alam (Wagio, Sulistio, 2004; Untoro, Wagio, 2002).

Pengujian korosi pada temperatur tinggi sangat bermanfaat dalam bidang teknik nuklir seperti pada pengujian komponen reaktor (Dani, Wagio, Teguh, Susi, 2003), komponen pemanas insenerator untuk pengeringan limbah, pengilangan minyak, pabrik petrokimia, *furnace* (tungku), turbin mesin dan lain lain. Tingkat korosi temperatur tinggi terutama ditentukan oleh laju reaksi antara unsur-unsur logam pada paduan dengan gas yang ada pada lingkungannya seperti O, C, N, H, S dan Cl. Reaksi terjadi dengan cara unsur-unsur logam yang keluar ke permukaan bereaksi dengan gas, atau dengan cara gas-gas masuk ke dalam logam bereaksi dengan unsur-unsur logam. Ketahanan korosi pada temperatur tinggi ditentukan oleh kadar unsur-unsur logam pada paduan yang dapat membentuk kerak oksida dan sifat fisiknya yang stabil. Untuk itu dilakukan disain bahan-bahan yang tahan terhadap korosi temperatur tinggi, seperti pembuatan bahan *super alloy* atau dengan penciptaan lapisan kerak oksida khrom yang oksidasinya cepat dan atau kerak oksida aluminium (alumina) yang kerak oksidanya rapat.

Pemilihan bahan untuk operasi temperatur tinggi merupakan tantangan bagi para ahli iptek bahan, ahli mesin dan ahli kimia. Kecenderungan inovasi proses yang makin kompleks membuat makin sulit dalam pemilihan bahan untuk mengakomodasinya. Pada masa yang akan datang beberapa perubahan di dalam pemakaian bahan harus diantisipasi dan sangat diperlukan paduan tahan panas yang kuat ketahanan mekaniknya maupun ketahanan korosinya.

Ketahanan bahan terhadap korosi temperatur tinggi hanya tergantung pada kestabilan kerak oksida yang terbentuk dan tidak *porous* serta melekat kuat pada paduannya. Untuk itu dapat dilakukan dengan pelapisan dan atau nitridasi (Wright, 1990).

Untuk waktu nitridasi yang relatif lama, bahan *stainless steels* kurang menguntungkan, karena terjadinya karbida krom yang menyebabkan defisiensi krom. Pada umumnya nitridasi pada baja paduan rendah waktunya dari 10 jam sampai 130 jam (Lay, 2003).

Penelitian ini bertujuan untuk mencari parameter proses nitridasi bahan *Cor-Ten* yang dilapis Al kemudian dinitridasi, yang diharapkan dapat meningkatkan ketahanan korosi pada temperatur tinggi. Bahan *Cor-Ten* banyak dipakai pada komponen pengambil panas pada pembangkit daya (PLTU dan PLTG). Bahan pelapis Al pada substrat *Cor-Ten* ini selain dapat membentuk lapis lindung oksida aluminium yang kuat pada komponen insenerator, juga lapisan ini mempunyai daya hantar panas yang baik. Hal ini sangat menguntungkan dalam aplikasinya sebagai komponen pengambil panas pada instalasi pembangkit daya. Pada bahan *Cor-Ten* dipilih temperatur oksidasi 650 °C, selain untuk mengakselerasi terjadinya korosi sewaktu pengujian, bahan tersebut juga banyak digunakan untuk cerobong asap (<http://www.adq.it/eng/products/prodo3.htm>, 2003). Pada waktu dipakai untuk *casing*, bagian dalam dari insenerator /tungku yang beroperasi pada suhu 1300 °C, bisa mencapai 650 °C, sehingga temperatur oksidasi tersebut mendekati temperatur riil di lapangan.

Untuk mengetahui ketahanan korosi pada temperatur tinggi, sampel *Cor-Ten* yang telah dilapis Al dan dinitridasi, diuji dengan alat TGA/MSB.

Hasil oksidasi ini dapat diketahui dengan adanya penambahan massa pada sampel, yang terekam pada komputer dan didukung data karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM), *X-Ray Diffractometer* (XRD) dan *Micro Hardness Tester*.

METODE PENELITIAN

Sampel *Cor-Ten Steel* berbentuk lempeng dengan ukuran panjang dan lebar 10×10 mm, tebal 2,9 mm. Dihaluskan menggunakan kerta ampelas mulai dari tingkat kekasaran 80 hingga 1500, yang selanjutnya dilakukan proses pelapisan dan nitridasi.

Proses deposisi lapisan Al pada substrat *Cor-Ten* dilakukan menggunakan teknik menguapkan bahan target (*Physical Vapor Deposition*). Proses pelapisan terjadi dalam ruang hampa dengan tekanan sekitar 1×10^{-6} torr (Wasa K. and Haya Kawa S, 1992). Alat PVD yang digunakan dalam eksperimen ini merk Varian yang berada di PTBIN-BATAN. Bahan Al dalam kondisi tersebut mempunyai titik uap 1085 K. Proses pelapisan dengan teknik PVD dilakukan pada jarak 145 mm dari target selama 30 menit. Setelah dideposisi sampel *Cor-Ten* dilakukan nitridasi, sedang komposisi *Cor-Ten* ditunjukkan Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi kimia sampel *Cor-Ten*.

Sampel	C	S mak	P mak	Si	Al	Mn	Cu	Ni	V	Cr	Fe
Cor-Ten*											
(% berat)	0,0943	0,0047	0,0903	0,4466	0,0442	0,3159	0,3184	0,1923	0,0081	0,9075	sisanya

*Hasil Analisis AAS Laboratorium Uji Material PT Krakatau Steel

Nitridasi dilakukan dengan menggunakan gas N₂ dan NH₃ cair, proses nitridasi dilakukan dengan cara mengalirkan gas N₂ ke dalam elenmeyer yang berisi NH₃ cair, campuran antara gas N₂ dan uap NH₃ kemudian dialirkan ke dalam tungku yang berisi sampel yang telah dideposisi Al. Temperatur tungku diset pada 550 °C dengan lama nitridasinya 3, 5, 7 dan 20 jam. Untuk mengurangi bau amoniak selama proses nitridasi dilakukan pencelupan ujung keluaran selang ke dalam bak yang berisi air.

Pengujian korosi dilakukan dengan menggunakan peralatan *Thermal Gravimetry Analysis /Magnetic Suspension Balance* (TGA/MSB) merk *Rubotherm Präzisionsmesstechnik GmbH*, yang berkerja berdasarkan perubahan massa (<http://www.ankersmind.com/China/PhysicCharacterisation/Products>, 2006), berat sampel maksimal untuk timbangan ini adalah 25 g, temperatur maksimalnya 1100 °C dan resolusinya sebesar 10 µg. Pengujian ketahanan korosi dengan TGA/MSB ini dilakukan selama 50 jam dengan temperatur 650 °C untuk sampel *Cor-Ten*.

Sampel yang telah diuji korosi selanjutnya dikarakterisasi struktur kristalnya dengan XRD dan struktur mikronya menggunakan SEM, sedangkan untuk mengetahui kekerasan bahan *Cor-Ten* sebelum dan sesudah perlakuan, kekerasannya diukur dengan *Micro Hardness Tester*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

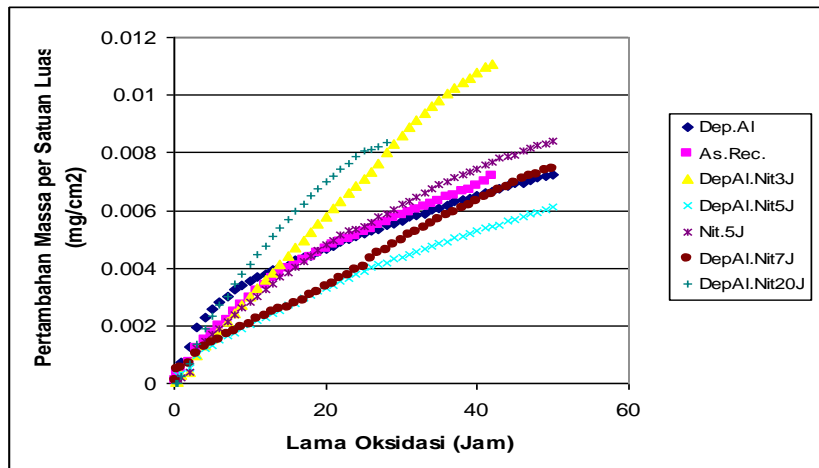
Data penambahan massa hasil oksidasi sampel *Cor-Ten* pada temperatur tetap 650 °C, selama 50 jam menggunakan alat TGA/MSB, ditunjukkan pada Gambar 2, yang memperlihatkan sampel *Cor-Ten* yang telah dideposisi Al dan nitridasi selama 5 jam perubahan massa persatuan luasnya paling rendah. Aluminium nitrida pada permukaan sampel selama proses oksidasi akan bereaksi dengan oksigen, membentuk lapisan pelindung Al₂O₃ yang menghambat terjadinya oksidasi dan melindungi logam

dari korosi selanjutnya. Al_2O_3 merupakan oksida logam yang sangat baik untuk melindungi korosi pada temperatur tinggi.

Pada sampel yang telah dilapisi Al dan dinitridasi selama 7 jam dalam selang waktu pengukuran 1 sampai 45 jam lebih tahan korosi dibandingkan dengan sampel murni, tetapi 5 jam berikutnya ketahanan korosinya mulai menurun, hal ini disebabkan lapisan oksida yang terbentuk berupa Cr_2O_3 pada 5 jam berikutnya mulai berkurang sehingga menyebabkan kecepatan oksidasinya semakin tinggi, sehingga ketahanan korosinya menurun.

Pada sampel yang hanya dinitridasi selama 5 jam tanpa dilapisi Al kecepatan oksidasinya lambat dalam selang waktu pengujian 1 sampai 20 jam dibandingkan dengan sampel murni. Pada selang waktu pengujian setelah 20 jam kecepatan oksidasinya semakin cepat, hal ini disebabkan jumlah atom nitrogen yang larut padat pada Fe jumlahnya sedikit, sehingga kurang bisa menahan oksidasi. Lapisan oksida Cr_2O_3 yang terbentuk juga semakin berkurang sehingga ketahanan korosinya menurun.

Sampel yang hanya dideposisi Al pada selang waktu pengujian 1 sampai 28 jam kecepatan oksidasinya lebih lambat dibandingkan dengan sampel murni, tetapi setelah 28 jam kecepatan oksidasinya meningkat, hal ini disebabkan karena pada selang waktu setelah 28 jam lapisan pelindung berupa Al_2O_3 mulai berkurang sehingga mengakibatkan ketahanan korosinya mulai menurun.



Gambar 2. Kurva hasil oksidasi bahan Cor-Ten pada 650 °C yang dilapisi Al dan nitridasi 550 °C

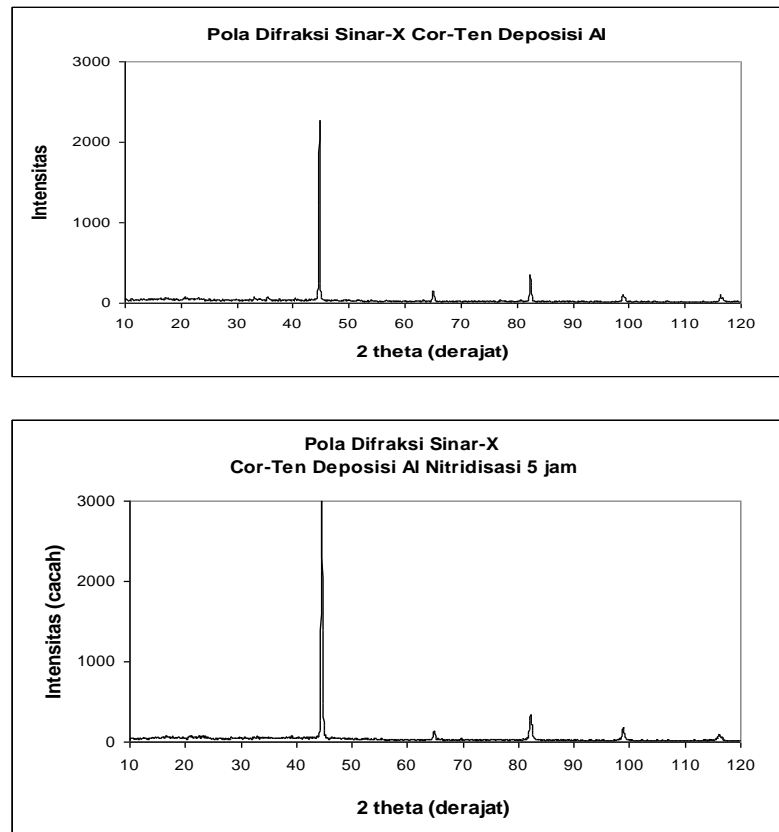
Pada sampel yang telah dideposisi Al dan dinitridasi 3 jam kecepatan oksidasinya meningkat tajam setelah selang waktu pengujian 15 jam dibandingkan dengan sampel murni. Lapisan pelindung yang terbentuk berupa Al_2O_3 dan Cr_2O_3 sangat tipis sehingga selama proses oksidasi akan semakin berkurang dan tidak mampu melindungi logam yang dibawahnya.

Pada sampel yang telah dideposisi Al dan dinitridasi selama 20 jam kecepatan oksidasinya meningkat tajam pada selang waktu selama 5 jam sehingga menyebabkan sampel tidak tahan korosi, hal ini disebabkan proses nitridasi yang terlalu lama pada temperatur 550 °C dapat mengembalikan sampel ke kondisi semula, sehingga mengakibatkan sampel mudah terkorosi selama proses oksidasi berlangsung. Lapisan oksida yang terbentuk adalah Fe_2O_3 .

Sedangkan pada sampel murni setelah oksidasi, kurvanya berada di tengah-tengah, ketahanan korosinya lebih baik bila dibandingkan dengan sampel hasil deposisi dan nitridasi selama 3 jam dan 20 jam serta hasil nitridasi selama 5 jam. Hal ini dikarenakan pemolesan pada sampel murni terlalu halus, selain itu juga terbentuk lapisan oksida Fe_2O_3 , sedang untuk nitridasi selama 20 jam di permukannya sudah banyak terbentuk nitrida besi dalam jumlah banyak nitrida ini akan mengurangi ketahanan korosinya pada temperatur tinggi. Dari uraian di atas diketahui bahwa sampel yang

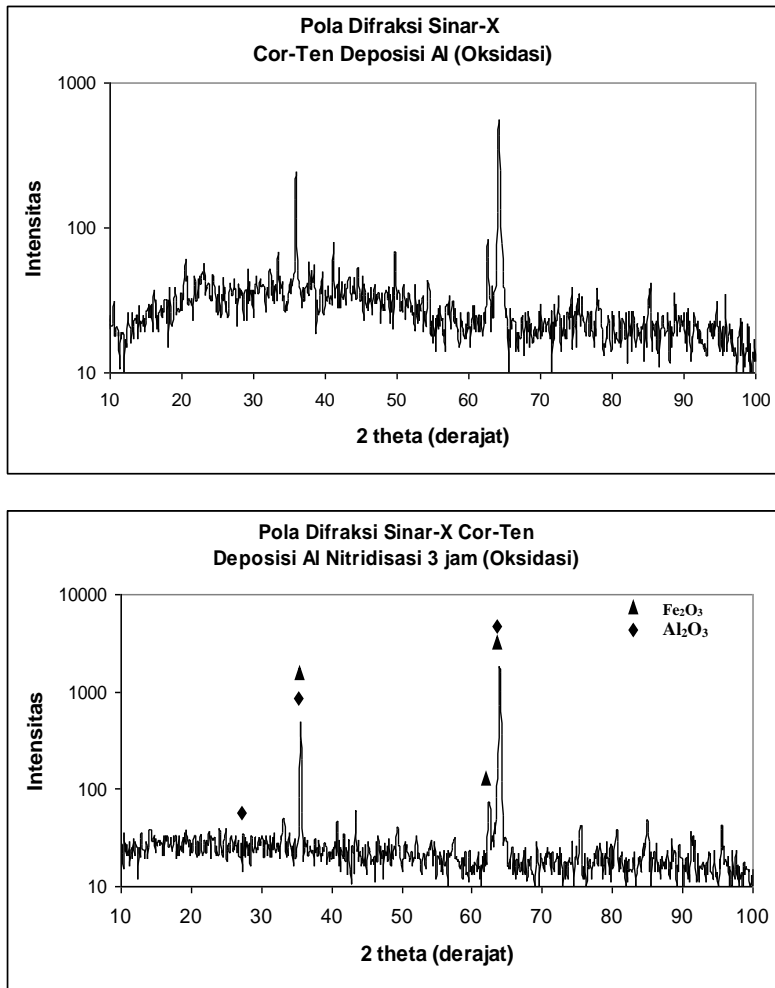
dideposisi Al dan dinitridisasi selama 5 jam memiliki ketahanan korosi yang paling baik dibandingkan dengan yang lain.

Hasil pengamatan menggunakan difraktometer sinar-X, ditunjukkan pada Gambar 3, 4 dan 5. Gambar 3 (a) adalah pola difraksi sinar-X sampel bahan *Cor-Ten* yang deposisi Al sedangkan Gambar 3 (b) untuk sample yang terdeposisi Al disertai nitridasi selama 5 jam, kedua pola difraksi tersebut menunjukkan fasa ferit dan tidak menunjukkan adanya puncak difraksi Al, hal ini dimungkinkan karena lapisan Al masih bersifat amorf atau puncak difraksi Al masih dibawah batas deteksi alat XRD tersebut.



Gambar 3. Pola difraksi sinar-X *Cor-Ten* deposisi Al (a) nitridasi 30 menit dan (b) nitridasi selama 5 jam pada 550°C

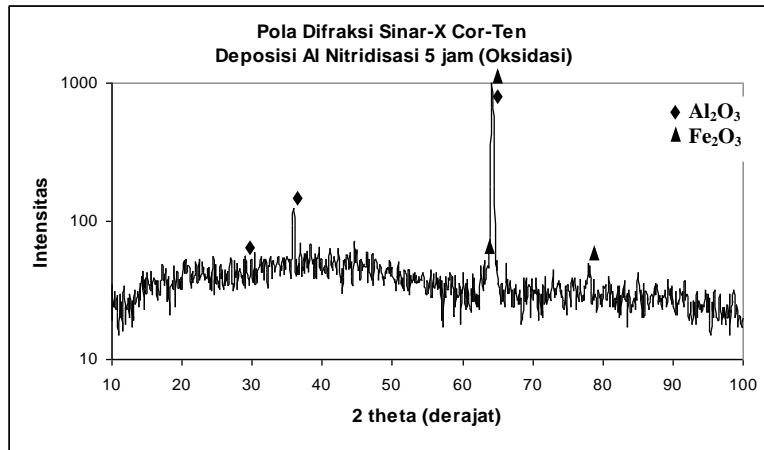
Gambar 4(a) menunjukkan pola difraksi bahan *Cor-Ten* setelah diseposisi Al diikuti proses oksidasi 50 jam pada temperatur 650°C, sedangkan Gambar 4(b) adalah pola difraksi bahan *Cor-Ten* yang dideposisi Al diikuti nitridasi selama 3 jam pada temperatur 550°C.



Gambar 4. Pola difraksi sinar-X *Cor-Ten* deposisi Al, (a) dioksidasi 50 jam pada 650°C (b) nitridasi 3 jam, 550 °C dan dioksidasi 50 jam pada 650°C

Pola difraksi, Gambar 4(a), menunjukkan puncak oksida besi (Fe_2O_3) hampir bertumpang tindih dengan puncak oksida Aluminium (Al_2O_3). Bila dibandingkan dengan pola difraksi Gambar 3(b), seharusnya puncak oksida Al pada Gambar 3(b) sudah terlihat, akan tetapi disebabkan bahan *Cor-Ten* terdeposisi Al dikuti nitridasi selama 5 jam tidak dan belum mengalami proses pemanasan sehingga oksida Al belum tertumbuhkan. Untuk mengetahui ketahanan korosi sampel ini masih perlu diteliti, struktur mikro alumina dan dan waktu oksidasinya lebih lama. Meskipun laju korosinya selama 42 jam masih lebih besar dari pada yang as received. Gambar 4(b), pola difraksi bahan *Cor-Ten* yang telah dideposisi Al dan nitridasi 3 jam dan dioksidasi, menunjukkan sudah terbentuk lapisan oksida-oksida logam berupa Fe_2O_3 , Al_2O_3 dan Cr_2O_3

Gambar 5 menunjukkan pola difraksi *Cor-Ten* deposisi Al dan nitridasi 5 jam setelah proses oksidasi, terbentuk lapisan oksida Al_2O_3 dan Fe_2O_3 . Lapisan oksida Al_2O_3 lebih dominan dibandingkan dengan Fe_2O_3 , hal ini ditunjukkan dengan besarnya intensitas relatif Al_2O_3 (100%) dan Fe_2O_3 (3%). Lapisan tipis alumina pada sampel tersebut ternyata merupakan pelindung yang efektif, ini berarti lapisan tersebut merata melindungi hampir semua permukaan. Sampai 50 jam pengujian masih yang paling rendah laju korosinya atau paling tahan terhadap korosi dalam media atmosferik udara.



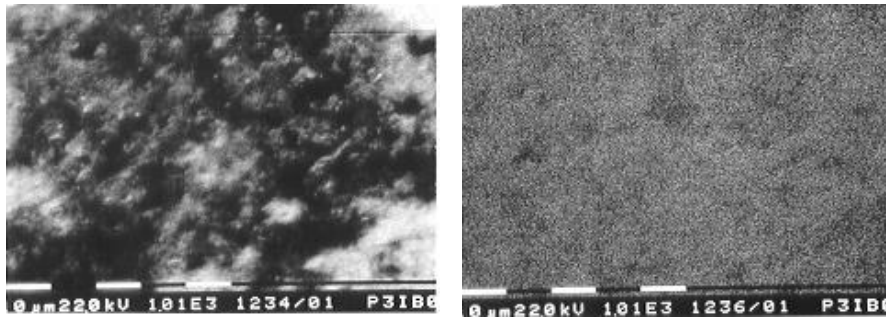
Gambar 5. Pola difraksi sinar-X *Cor-Ten* deposisi Al nitridasi 5 jam, 550 °C dan dioksidasi 50 jam pada 650 °C

Hasil pengujian kekerasan pada sampel *Cor-Ten* sebelum perlakuan (*as received*) dan sesudah perlakuan serta setelah dioksidasi ditunjukkan pada Tabel 2, bahan *Cor-Ten* sebelum pelapisan Al (*as received*) nilai kekerasannya sebesar 137,5 VHN, setelah dinitridasi selama 5 jam kekerasannya berkisar dua kali lipat, 340 VHN. Kekerasan setelah dideposisi Al dan nitridasi selama 5 jam kekerasannya meningkat tajam lebih dari lima kalinya yaitu sebesar 744 VHN, hal ini diduga karena terbentuknya aluminium nitrida (AlN)

Tabel 2. Hasil pengujian kekerasan Vickers

No	Sampel <i>Cor-Ten</i>	Angka kekerasan Vickers (VHN)
1.	<i>As received</i>	137
2.	Nitridasi 5 jam	340
3.	Deposisi Al dinitridasi 5 jam	744
4.	<i>As received</i> dan telah dioksidasi	340
5.	Deposisi Al dinitridasi 5 jam dan telah dioksidasi	305
6.	Deposisi Al dinitridasi 20 jam dan telah dioksidasi	330

Pengamatan struktur mikro menggunakan SEM seperti ditunjukkan Gambar 6(a) dan (b), menunjukkan struktur mikro permukaan (lapisan oksida) baja *Cor-Ten* setelah proses pelapisan tipis Al dengan teknik PVD. Gambar 6(a) nitridasi selama 5 jam dan oksidasi pada suhu 650°C selama 50 jam, uji komposisi menggunakan *energy dispersive spectrometer* (EDS), lapisan oksida yang terbentuk mengandung unsur logam (dalam persen berat) 14,20% Al; 0,47% Mn; 2,39% Cu dan 82,95% Fe.



Gambar 8. Struktur mikro permukaan baja *Cor-Ten* pasca deposisi Al, nitridasi dan oksidasi pada 650°C selama 50 jam. (a) Citra elektron sekunder dan (b) citra hamburan balik elektron (SEM BSE image).

Hal ini konsisten dengan hasil analisis fasa dengan difraksi sinar X; secara dominan fasa yang terbentuk adalah Al_2O_3 dan Fe_2O_3 . Namun *BSE image* (Gambar 6(b)) tidak menunjukkan kontras fasa yang tegas; fenomena ini mengindikasikan bahwa fasa-fasa tersebut kemungkinan besar membentuk lapisan-lapisan (*layers*) yang merata diseluruh permukaan benda uji. Kontras (gelap-terang) yang teramati pada Gambar 6(b) disebabkan oleh topografi permukaan dan bukan kontras fasa.

KESIMPULAN

Proses pelapisan tipis aluminium dengan teknik PVD menunjukkan hasil lapisan tipis aluminium yang terbentuk secara merata diseluruh permukaan benda uji.

Dari hasil uji korosi/oksidasi dengan alat TGA/MSB pada sampel *Cor-Ten* (deposisi Al) dengan temperatur oksidasi 650 °C, menggunakan media udara selama 50 jam, diperoleh ketahanan korosi bahan *Cor-Ten* (deposisi Al) yang paling tinggi adalah hasil nitridasi pada temperatur 550 °C selama 5 jam.

Kekerasan sebelum dan sesudah dinitridasi meningkat dua kali lipat lebih yaitu dari 137 VHN menjadi 340 VHN. Kekerasan setelah dideposisi Al dan nitridasi selama 5 jam meningkat tajam lebih dari empat kali lipat yaitu sebesar 744 VHN, hal ini diduga karena terbentuknya aluminium nitrida (AlN) yang keras.

DAFTAR PUSTAKA

- Dani M., Wagiy H., Teguh S.P.P., Susi I., J. *Mikroskopi dan Mikroanalisis*, Vol.6, No.1, 2003.
- Lai G.Y., "*High Temperature Corrosion of Engineering Alloys*", Group Leader High Temperature Alloys Haynes International, Inc. Kokomo, Indiana, 1990.
- Robergo P. R., "*Handbook of Corrosion Engineering*". Mc.Graw-Hill. New York, 2000.
- Untoro P., Wagiy H., *Workshop on Corrosion using TGA/MSB*, National Nuclear Energy Agency (BATAN), Serpong, 2002.
- Wagiy H., Sulistioso G.S., Siti M., *Pengaruh Nitridisasi Terhadap Ketahanan Korosi Temperatur tinggi Bahan SS312A*, Prosiding Pertemuan Ilmiah Iptek Bahan, 2004.
- Wasa K. And Hayakawa S., *Handbook of Sputter Deposition Technology, Principle, Technology and Applications*, Noyes Publication, (1992)
- Wright I.G., *High-Temperature Corrosion*, Metal Handbook, Vol.13, 9th-ed, 1990.
- <http://www.adq.it/eng/products/prodo3.htm>, 2003
- <http://www.ankersmid.com/China/PhysicCharacterisation/Products/Rubotherm>, 2006.