



HEAT TREATMENT BAJA TAHAN KARAT AISI 430, KAJIAN MICROSTRUCTURE AND HARDNESS SEBAGAI MATERIAL BIOMEDIS

**Perdamean Sebayang^{1,3}, Achmad Maulana Soehada S.¹, Ukfan Dwi Cahya Harefa²,
Alfirano², Toto Sudiro³, Didik Aryanto^{1,3}**

¹⁾ Program Studi Teknik Mesin-Universitas Pamulang, Tangerang Selatan – Banten

²⁾ Jurusan Teknik Metalurgi - Fakultas Teknik, UNTIRTA, Cilegon – Banten

³⁾ Pusat Penelitian Fisika – LIPI, Tangerang Selatan – Banten

E-mail: dosen01546@unpam.ac.id, sebayang.perdamean@gmail.com

Abstrak - Proses perlakuan termal telah dilakukan pada material baja tahan karat AISI-430 dalam suasana aliran gas inert Nitrogen dengan tekanan gas: 300, 400 dan 500 Psi, suhu 1200°C selama 5 dan 7 jam. Dari percobaan ini akan dianalisa struktur mikro dan kekerasan (HV) dari material tersebut. Analisa struktur mikro meliputi: mikroskop optik, scanning electron microscope-energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS) dan x-ray diffraction (XRD). Hasil pengamatan menunjukkan bahwa kondisi optimum dicapai pada temperatur pemanasan 1200°C, 7 jam dan tekanan gas inert Nitrogen sebesar 500Psi. Pada kondisi ini diperoleh distribusi atom Nitrogen cukup merata pada permukaan sampel, yaitu sebesar 29,7 % berat. Fraksi fasa austenit sebesar 9,69% dan kekerasan material tersebut meningkat dari 161,8 HV hingga mencapai 547,15 HV. Dari hasil ini diharapkan material tersebut dapat dipertimbangkan untuk aplikasi dalam bidang biomedis, khususnya material implan.

Kata Kunci: austenit, heat treatment, baja tahan karat AISI-430, biomedis, Nitrogen

Abstract - The heat treatment of AISI-430 steel was carried out in inert gas Nitrogen atmosphere at 1200 °C and elevated pressures of 300, 400 and 500 Psi for 5 and 7 hours, respectively. In this experiment, the microstructure and hardness (HV) of the sample were analyzed. The structure analysis consists of optical microscope, scanning electron microscope equipped with energy dispersive X-ray spectrometer (SEM-EDS) and X-ray diffraction (XRD). The results show that the optimum condition for the heat treatment was achieved at 1200°C for 7 h and inert gas Nitrogen pressure of 500 Psi. At the aforesaid condition, the Nitrogen element was uniformly distributed on the sample surface with concentration of 29.7 wt%. The fraction of austenitic phase is about 9.69 wt% and the hardness of material increases from 161.8 to 547.15 HV. The results of this study suggests that the materials can be considered to be used for biomedical applications as implant material.

Keywords: austenite, heat treatment, high resistant steel AISI-430, biomedical, Nitrogen

I. PENDAHULUAN

Biomaterial adalah material biokompatibilitas tidak beracun, tidak menyebabkan kanker, alergi dan inflamasi berkelanjutan, bersifat inert dan tahan terhadap karat [1], [2]. Salah satu jenis material baja tahan karat yang digunakan dalam bidang medis seperti material implan adalah austenit (SS-316L). Tingginya angka kecelakaan yang sebagian besar menyebabkan terjadinya patah tulang sehingga dibutuhkan material implan [3], dimana 70-80% material implan yang digunakan berbasis logam baja tahan karat [4], [5]. Selain itu ada juga berupa paduan Co-Cr-Mo dan paduan Titanium [6].

Pemilihan material baja tahan karat SS-316L sebagai material implan, karena harganya relatif murah daripada material implan logam lainnya, memiliki sifat mekanis dan ketahanan terhadap karat yang baik. Selama ini material implan berbasis baja tahan karat bebas Nikel masih diimport. Oleh karena itu perlu penguasaan teknologi proses dan produksi material tersebut sebagai pembedayaan tumbuhnya industri lokal dan penghematan devisa negara menjadi penting. Masalahnya adalah pada material baja tahan karat SS-316L masih mengandung unsur Nikel (Ni) yang beresiko menimbulkan alergi dan bersifat toksik pada tubuh manusia [7]. Ion Ni yang terkandung pada material baja tahan karat SS-316L akan diserap oleh tubuh sehingga menyebabkan alergi, terutama pada jaringan kulit. Hal ini menjadi masalah sehingga nilai biokompatibilitasnya rendah.



Berdasarkan latar belakang tersebut maka perlu dilakukan penelitian untuk mensubstitusi unsur Nikel dengan Nitrogen (N) pada baja tahan karat sebagai penstabil fasa (γ -austenit) [8], [9]. Pemilihan unsur Nitrogen sebagai material penstabil fasa γ -austenit relatif lebih efisien, karena 1 kg Nitrogen dapat menggantikan 6-18 kg Nikel [10] dan [11]. Substitusi unsur Nitrogen terhadap Nikel, dapat meningkatkan kekuatan luluh, kekuatan tarik, sifat daktilitas lebih baik, kekerasan dan ketahanan terhadap karat lebih tinggi [12]. Meningkatnya kekuatan material tersebut dapat dilakukan melalui mekanisme *solid solution strengthening* [13].

Pada penelitian ini dilakukan perlakuan panas (*heat treatment*) material baja tahan karat AISI-430 dalam suasana aliran gas Nitrogen pada temperatur 1200°C selama 5 dan 7 jam, sehingga dapat diharapkan terbentuknya fasa γ -austenit.

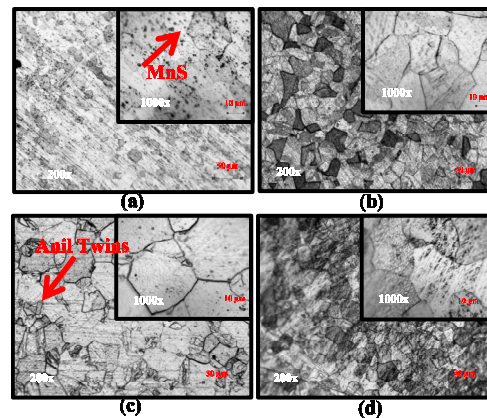
II. METODOLOGI PENELITIAN

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah baja tahan karat AISI 430, dengan panjang, lebar dan tebal secara berurutan sekitar 50 mm, 5 mm dan 0,4 mm. Preparasi sampel dilakukan dengan ultrasonik *cleaner* menggunakan larutan etanol selama 5 menit. Setelah bersih sampel dimasukkan ke dalam *furnace* untuk proses perlakuan termal dalam suasana aliran gas inert nitrogen. Aliran gas inert nitrogen dibuat pada tekanan sekitar 300, 400 dan 500 psi masing-masing ditahan selama 5 dan 7 jam pada temperatur tetap 1200 °C. Selanjutnya setelah proses perlakuan termal tercapai maka diberi poses pendinginan cepat (*thermal shock*) menggunakan media air.

Karakterisasi sampel sebelum dan sesudah perlakuan termal, meliputi: pengamatan mikroskop optik (olympus), *x-ray diffraction/XRD* (rigaku), *scanning electron microscopy – energy dispersive spectroscope/SEM-EDS* (hitachi) dan kekerasan dengan menggunakan *micro hardness tester* (Leco).

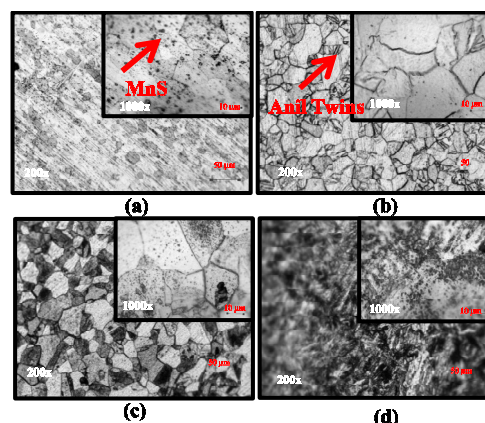
III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pengamatan permukaan sampel dengan menggunakan mikroskop optik, perbesaran 200× dan 1000× diperlihatkan pada Gambar 1 dan 2. Dari Gambar 1, terlihat morfologi permukaan baja tahan karat AISI-430, sebelum dan sesudah perlakuan termal 1200°C selama 5 jam, masing-masing dengan tekanan gas: 300, 400 dan 500 Psi. Dari gambar tersebut terlihat adanya sebaran titik-titik hitam pada penampang butir yang mengidentifikasikan sebagai globular Mangan Sulfida (MnS). Ternyata unsur Sulfur yang terdapat pada baja tahan karat AISI-430 yang berfungsi untuk meningkatkan mampu mesin dari material tersebut [14].



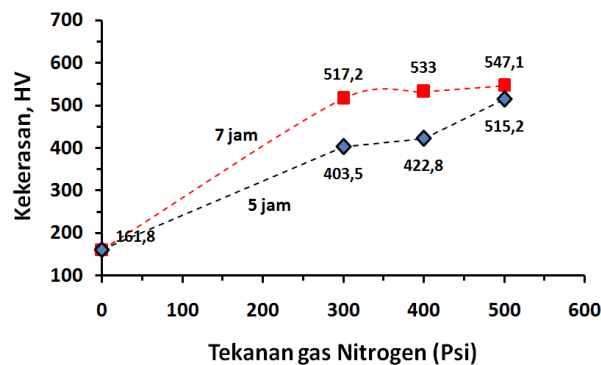
Gambar 1. Morfologi permukaan baja tahan karat AISI-430, (a). tanpa perlakuan, (b). 1200°C, 5 jam, 300 Psi (c). 1200°C, 5 jam, 400 Psi dan (d). 1200°C, 5 jam, 500 Psi.

Pada Gambar 2, merupakan morfologi permukaan baja tahan karat AISI-430, sebelum dan sesudah perlakuan termal 1200°C selama 7 jam, masing-masing dengan tekanan gas: 300, 400 dan 500 Psi. Dari gambar tersebut juga dapat diperlihatkan terbentuknya anil *twins* akibat difusi Nitrogen ke dalam material baja tahan karat AISI-430. Hal tersebut merupakan peristiwa berubahnya fasa ferit menjadi fasa austenit. Batas butir kembar (*twins*) terbentuk akibat transformasi bentuk butir yang dikarenakan proses anil maupun hasil deformasi [15].



Gambar 2. Morfologi permukaan baja tahan karat AISI 430, (a). tanpa perlakuan, (b). 1200°C, 7 jam, 300 Psi (c). 1200°C, 7 jam, 400 Psi dan (d). 1200°C, 7 jam, 500 Psi.

Gambar 3 memperlihatkan bahwa nilai kekerasan, HV tertinggi dicapai pada tekanan gas Nitrogen sebesar 500 Psi. Oleh karena itu untuk analisa selanjutnya ditetapkan pada kondisi tekanan 500 Psi. Sedangkan menurut referensi [16], nilai kekerasan material ferit dan austenit masing-masing sebesar 159 dan 350 HV.

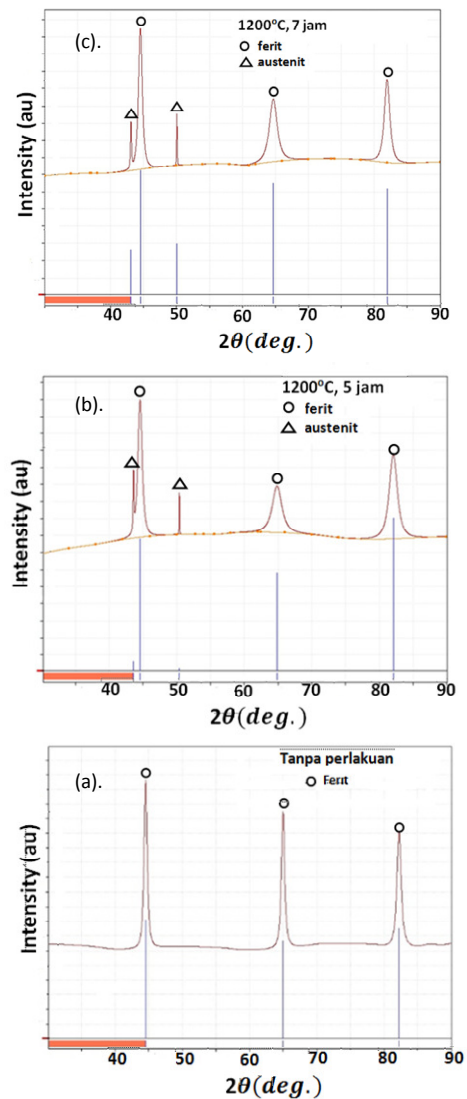


Gambar 3. Kurva hubungan tekanan gas Nitrogen terhadap kekerasan baja tahan karat AISI-430 setelah perlakuan termal 1200°C, selama 5 dan 7 jam.

Berdasarkan analisa XRD (Gambar 4) diperlihatkan munculnya fasa baru sesudah diberikan perlakuan termal. Baja tahan karat AISI-430 sebelum diberikan perlakuan panas memiliki fasa tunggal ferrit (ICDD No. 00-034-0396), sedangkan sesudah perlakuan termal memiliki dua fasa, yaitu ferrit dan austenit (ICDD No. 00-003-0970 dan 00-031-0619). Perubahan fasa dari ferrit menjadi austenit terjadi akibat difusi Nitrogen ke dalam material baja tahan karat AISI-430. Perubahan fasa ini juga diikuti dengan perubahan ukuran butir, terlihat jelas ukuran butir setelah proses perlakuan termal 1200°C selama 5 jam relatif lebih kecil dibanding 7 jam. Pada awalnya butir austenit kecil dengan adanya pengaruh temperatur dan waktu penahanan terjadi pertumbuhan butir (*grain growth*) yang berakibat pada perubahan ukuran butir [17].

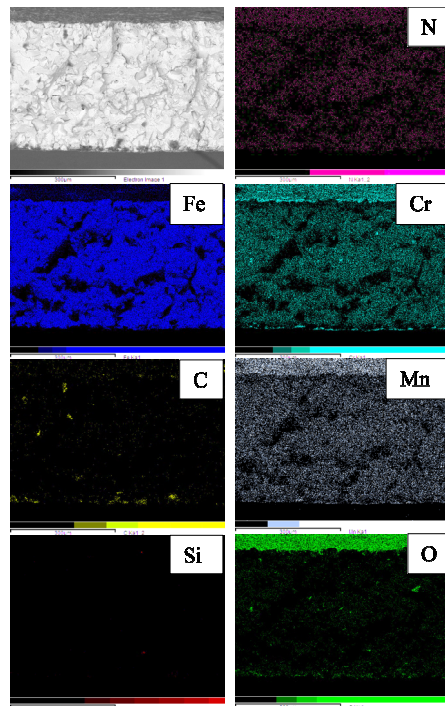
Dalam kasus ini menunjukkan bahwa Nitrogen sebagai unsur interstisi pada kisi fcc dapat menstabilkan fasa austenit. Dengan demikian perlakuan termal dengan aliran gas inert Nitrogen akan terdisosiasi menjadi unsur Nitrogen dan berdifusi ke dalam material baja tahan karat AISI-430. Transformasi fasa dari ferrit menjadi austenit turut serta dalam meningkatkan kekuatan dan kekerasan baja tahan karat tersebut [11], [18], dan [19]. Selain itu pengaruh temperatur perlakuan dan waktu dapat meningkatkan terbentuknya unsur Nitrogen [20], dan [21], hal ini sesuai dengan mekanisme *solid solution strengthening*.

Ternyata dari Gambar 4, kondisi perlakuan termal dalam suasana aliran gas inert Nitrogen pada baja tahan karat AISI-430 dapat menyebabkan terbentuknya fasa gamma (γ) austenit dan menurunkan fraksi volume fasa ferrit [12]. Persen fraksi volume fasa dapat dihitung dengan menggunakan persamaan Hanawalt [17]. Sampel baja tahan karat AISI-430 tanpa perlakuan mempunyai fraksi volume fasa ferrit sebesar 100%. Setelah perlakuan termal 1200°C selama 5 jam dan tekanan gas 500Psi diperoleh fasa austenit sebesar 8,65%, dan ferrit 91,35%. Pada saat waktu perlakuan diperlama menjadi 7 jam, fasa austenit meningkat menjadi 9,69% dan ferrit turun menjadi 90,31%.

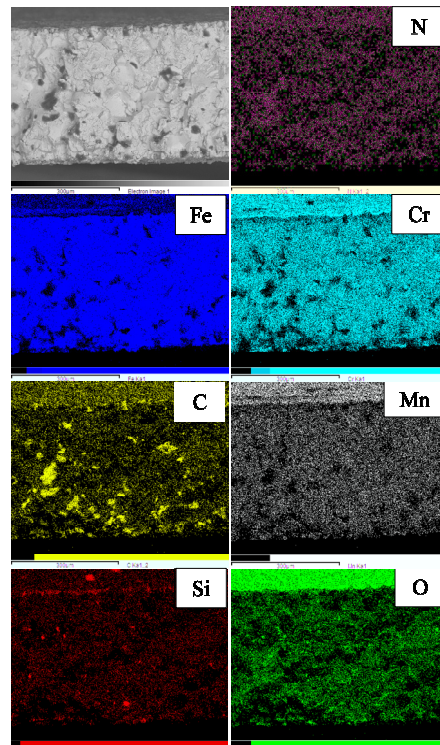


Gambar 4. Pola difraksi sinar X dari material baja tahan karat AISI-430, (a). tanpa perlakuan, (b). 1200°C, 5 jam, 500 Psi, dan (c). 1200°C, 7 jam, 500 Psi.

Dari Gambar 5 dan 6, hasil SEM-EDS dapat diketahui terjadinya substitusi Nitrogen ke dalam baja tahan karat AISI-430 setelah diberi perlakuan termal.



Gambar 5. Hasil foto SEM-EDS dari sampel baja tahan karat AISI-430 pada temperatur perlakuan 1200°C selama 7 jam dan tekanan 500Psi.

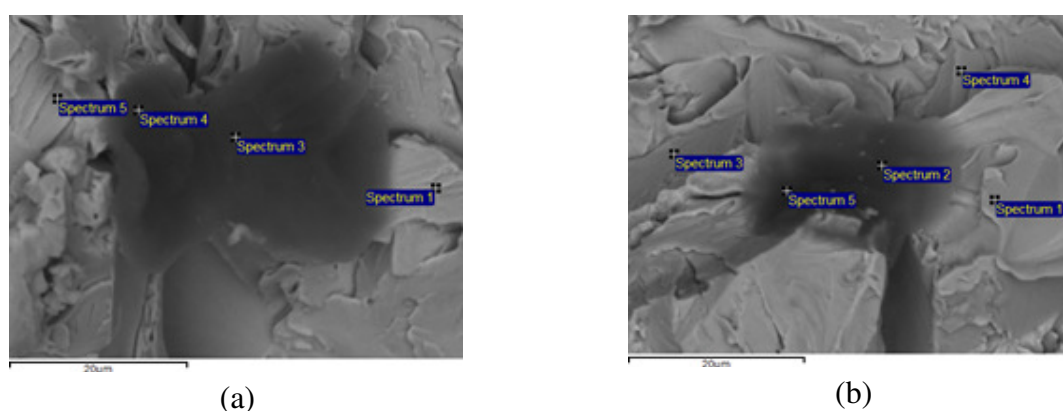


Gambar 6. Hasil foto SEM-EDS dari baja tahan karat AISI-430 pada 1200°C selama 5 jam dan tekanan 500Psi.

Sebaran Nitrogen cukup jelas terlihat terdistribusi secara merata pada permukaan atau penampang lintang (*cross section*) dari baja tahan karat AISI-430. Begitu juga halnya untuk unsur Fe, Cr, C, Mn, Si dan O terlihat cukup jelas sebarannya berdasarkan warna yang ditampilkannya.

Pada proses *mapping* dan *point analysis* dapat diketahui unsur apa saja yang terkandung pada point pengamatan (SP.), seperti terlihat pada Gambar 7, Tabel 1 dan 2. Disisi lain terbentuknya lapisan oksida yaitu Kromium-Mangan (Cr-Mn) oksida. Hal tersebut dapat terjadi karena Kromium dan Mangan memiliki afinitas yang tinggi terhadap oksigen seperti tercantum pada diagram Ellingham [18]. Diprediksi Kromium Oksida terbentuk lebih dahulu dan diikuti oleh Mangan Oksida. Hal ini dikarenakan kadar Kromium relatif cukup besar (16 – 18%) dan Mangan 1% yang terdapat pada baja tahan karat AISI-430.

Hasil *mapping* juga menunjukkan adanya Karbon (C) cukup tinggi, terutama pada titik SP. 2, 3 dan 4, sekitar 45,96-48,86% berat (Tabel 1). Demikian pula halnya dengan unsur Kromium (Cr) pada titik SP.1 dan 5 yaitu sekitar 15,21 dan 17,75% berat. Artinya ada kemungkinan terbentuknya Kromium Karbida (Cr-C), tetapi tidak terlihat dari hasil analisa XRD.



Gambar 7. Hasil point analysis SEM-EDS, setelah mengalami perlakuan termal 1200°C, selama (a). 7 jam dan (b). 5 jam.

Dari hasil *point analysis* SEM-EDS, menunjukkan daerah yang berwarna gelap merupakan unsur Nitrogen (Gambar 7). Kandungan Nitrogen ini mengidentifikasi telah terjadi difusi di dalam sampel baja tahan karat AISI-430. Peristiwa tersebut diperkuat hasil SEM-EDS yang telah dilakukan Mohammadzadeh [16]. Kandungan Nitrogen ini membuktikan bahwa morfologi struktur mikro ferit telah bertransformasi menjadi struktur mikro austenit. Tabel 1 dan 2, menunjukkan jumlah persen berat unsur yang terkandung pada substrat akibat perlakuan termal. Pada gambar 7, terdapat daerah gelap (unsur Nitrogen) dan daerah terang (tidak ada unsur Nitrogen). Ada terdapat sebanyak 19,17-23,68 % berat Nitrogen pada spektrum (SP): 2, 3 dan 4, setelah perlakuan termal 1200°C selama 7 jam (Tabel 1). Sedangkan untuk perlakuan termal 1200°C (5 jam) seperti pada SP. 2 dan 5 adak sebanyak 13,92-14,58% berat Nitrogen (Tabel 2).



Tabel 1. Hasil *point analysis* SEM-EDS dari sampel dengan kondisi perlakuan (1200°C, 7 jam)

Unsur	Dalam % berat				
	SP 1	SP 2	SP 3	SP 4	SP 5
Fe	73,06	13,63	14,52	8,78	80,39
Cr	15,21	3,52	3,74	2,26	17,75
C	10,93	46,96	48,86	47,85	0,89
Mn	0,49	0,17	-	-	0,76
Si	0,32	0,3	0,35	0,16	0,07
O	-	13,51	13,02	16,97	0,14
N	-	21,55	19,17	23,68	-
S	-	0,36	0,34	0,3	-
Total	100	100	100	100	100

Tabel 2. Hasil *point analysis* SEM-EDS dari sampel dengan kondisi perlakuan (1200°C, 5 jam)

Unsur	Dalam % berat				
	SP 1	SP 2	SP 3	SP 4	SP 5
Fe	72,42	19,26	69,68	71,75	16,33
Cr	15,64	4,96	14,73	15,81	4,02
C	11,13	47,34	12,43	11,58	50,15
Mn	0,43	-	0,59	0,44	-
Si	0,38	0,21	0,4	0,42	0,36
O	-	13,41	2,17	-	14,94
N	-	14,58	-	-	13,92
S	-	0,23	-	-	0,28
Total	100	100	100	100	100

IV. KESIMPULAN

Poses perlakuan termal (suhu dan waktu) dengan kondisi aliran gas inert Nitrogen 500 Psi menyebabkan terjadinya perubahan morfologi struktur mikro yang ditandai dengan adanya anil twins akibat difusi Nitrogen ke dalam material baja tahan karat ferit AISI-430. Proses perlakuan termal 1200°C (7 jam) dengan aliran gas inert Nitrogen 500 Psi, terbukti bahwa telah terjadi perubahan fasa dari ferit menjadi γ -austenit, dan jumlah fasa γ -austenit meningkat dengan meningkatnya waktu pemanasan material baja tahan karat AISI-430. Dari perlakuan termal tersebut juga dapat meningkatkan kekerasan, dimana sebelumnya tingkat kekerasannya hanya 161,8 HV dan setelah perlakuan (1200°C, 7 jam) meningkat menjadi 547,15 HV.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada bapak Ka. Puslit Fisika LIPI atas izin penggunaan fasilitas pengujian hingga selesainya penelitian ini. Tak lupa juga ucapan terima kasih kepada staf Pusat Penelitian Fisika LIPI atas bantuannya selama ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] P. Joon, and R. S. Lakes, *Biomaterials-An Introduction*. Springer Science, New York-USA: Business Media. LLC., 2007
- [2] B. D. Ratner, A. S. Hoffman, F. J. Schoen, J. E. Lemons, *Biomaterials Science - An Introduction to Materials in Medicine*, Canada: Elsevier, 2013.
- [3] R. Pignatello, *Biomaterials Science and Engineering*. Croatia: InTech, 2011.
- [4] T. Hanawa, *Overview of Metals and Applications*. Tokyo: Tokyo Medical and Dental University, 2010
- [5] A. Tathe, M. Ghodke and A. P. Nikalje, "A brief review: biomaterials and their application," *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, vol. 2, pp. 19-23, July 2010.



- [6] M. Niinomi, *Metals For Biomedical Devices*, United Kingdom: CRC Press UK, 2010.
- [7] D. Kuroda, T. Hanawa, T. Hibar, S. Kuroda, M. Kobayashi, T. Kobayashi, "New manufacturing process of nickel free austenitic stainless steel with nitrogen absorption treatment," *Material Transactions*, vol. 44, pp. 414-420, Jan. 2003
- [8] L. Eschbach, G. Bigolin, W. Hirsiger, B. Gasser, "Fatigue of small bone fragment fixation plates made from low nickel steel," in *Stainless Steel for Medical and Surgical Applications*, ed. G. L. Winters and M. J. Nut, West Conshohocken PA: ASTM International, Jan. 2003.
- [9] P. Machovčák, Z. Carbol, A. Opler, A. Trefil, J. Bažan, L. Socha, "Nitrogen alloying of high chromium steels by gas injection in the ladle," *Acta Metallurgica Slovaca*, vol. 4, pp. 152-159, Apr. 2014,
- [10] J. K. L. Lai, K. H. Lo and C. H. Shek, *Stainless steel: an introduction and their recent development*, Belgium: Betham e-books, 2012.
- [11] ASM Handbook, *Metallography and Microstructure*. ASM International, vol. 9, 2004
- [12] B. Bramfitt, L. Arlan and O. Benscoter, *Metallographer's guide: Practices and produces for irons and steels*. ASM International, 2002
- [13] R. Mohammadzadeh, and A. Akbari, "Grain refinement of a nickel and manganese free austenitic stainless steel produced by pressurized solution nitriding," *Materials Characterization*, vol. 93, pp. 119-128, July 2014
- [14] D. H. Herring, *Grain Size and its influence on materials properties*. Industrial Heating, pp. 20-22. Agust. 2005
- [15] B. S. Mitchell, *An introduction to materials engineering and science for chemical and materials engineering*, USA: John Wiley and Sons, 2003
- [16] A. K. Lakshminarayanan, and V. Balasubramanian, "An assessment of microstructure, hardness, tensile and impact strength of friction stir welded ferritic stainless steel joints," *Materials and Design*, vol. 31, pp. 4592-4600, 2010.
- [17] N. Nakada, N. Hirakawa, T. Tsuchiyama, and S. Takaki, "Grain refinement of nickel-free high nitrogen austenitic stainless steel by reversion of eutectoid structure," *Scripta Materialia*, vol. 57, pp. 153-156, Apr. 2007
- [18] A. Suprihanto, Suyitno, R. Soekrisno, R. Dharmastiti, "Corrosion resistance of AISI 316L after short holding time of high temperature gas nitriding (HTGN)," *Chemistry and Materials Research*, vol 3, pp. 1-7, July 2015.
- [19] M. Talha, C. K. Behera, O. P. Sinha, "Effect of nitrogen and cold working on structural and mechanical behavior of Ni-free nitrogen containing austenitic stainless steels for biomedical applications," *Materials Science and Engineering C*, vol. 47, pp. 196-203, Feb. 2015.
- [20]. M. D. Taylor, K. S. Choi, X. Sun, D. K. Matlock, C. E. Packard, L. Xu, and F. Barlat, "Correlations between nanoindentation hardness and macroscopic mechanical properties in DP980 steels," *Materials Science and Engineering A*, vol. 597, pp. 431-439, March 2014.
- [21]. H. Castro, C. Rodriguez, F. J. Belzunce, and A. F. Canteli, "Mechanical properties and corrosion behaviour of stainless steel reinforcing bars," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 143-144, pp. 134-137, Dec. 2003.