

KARAKTERISASI STRUKTUR MIKRO MENGUNAKAN SEM DAN XRD PADA KETAHANAN KOROSI BAJA KOMERSIAL SS430 DAN BAJA NON KOMERSIAL F1

I. Wahyono, R. Salam, A. Dimiyati, Parikin

Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju.
Kawasan Puspipstek Serpong – Tangerang Selatan 15314
Email : imwa@batan.go.id, arbi_dimiyati@hotmail.com

ABSTRAK

KARAKTERISASI STRUKTUR MIKRO MENGGUNAKAN SEM DAN XRD PADA KETAHANAN KOROSI BAJA KOMERSIAL SS430 DAN BAJA NON KOMERSIAL F1. Keberhasilan pengembangan reaktor daya eksperimen (RDE) ditentukan di antaranya oleh penguasaan teknologi pembuatan dan pengetahuan yang mendalam tentang kualitas material yang dipergunakan. Dalam pemilihan material untuk komponen dan struktur reaktor diperlukan spesifikasi bahan yang memenuhi persyaratan nuklir, selain harus tahan terhadap radiasi juga harus tahan terhadap suhu tinggi dan korosi. Sehubungan dengan itu dalam penelitian ini telah dilakukan studi mikroskopi serta perbandingan sifat korosi basah baja feritik komersial SS430 yang biasa digunakan sebagai bahan struktur reaktor dengan baja feritik F1 yang merupakan hasil pengembangan PSTBM-BATAN menggunakan *scanning electron microscopy* (SEM) dan difraksi sinar-X (XRD). Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa SS430 memiliki struktur feritik dengan fasa kedua di sepanjang batas butir. Sementara F1 terdiri dari fasa ferit murni. Laju korosi SS430 dua kali lebih cepat dari baja F1, nilainya masing-masing 0,1142 dan 0,06 mm per-tahun (MPY).

Kata kunci : Baja feritik SS430, baja F1 non standard, korosi basah, SEM dan XRD

ABSTRACT

CHARACTERISATION OF MICROSTRUCTURES BY USING SEM AND XRD ON CORROSION RESISTANT OF SS430 COMMERCIAL STEEL AND F1 NON COMMERCIAL STEEL. The successful development of experimental power reactor (RDE) is determined among others by mastering technology manufacturing and in-depth knowledge about the quality of materials used. In the selection of materials for reactor components and structures required specification of materials that meet the requirements of nuclear, other than to be resistant to radiation must also be resistant to high temperatures and corrosion. In connection with it in this study has been conducted microscopy studies and comparative wet corrosion properties SS430 commercial ferritic steels used as structural material with ferritic steel reactor F1 which is a result of the development PSTBM-BATAN using scanning electron microscopy (SEM) and x-ray diffraction (XRD). The results showed that SS430 has a ferritic structure with a second phase along the grain boundaries. While F1 consists of pure ferrite phase. SS430 corrosion rate two times faster than steel F1, the value respectively 0.1142 and 0.06 mm per year (MPY).

Key words: SS430 steel ferritic, F1 non standard steel, corrosion wet, SEM and XRD.

PENDAHULUAN

BATAN berencana membangun sebuah reaktor daya eksperimental dengan kapasitas 10 MWth. Reaktor yang akan digunakan adalah jenis reaktor gas dengan temperatur operasi yang tinggi (*High Temperature Gas Cooled Reactor- HTGR*). Di mana, selain energi listrik, energi panas sisa

pendingin masih dapat dimanfaatkan untuk proses industri, sehingga diharapkan total efisiensinya akan lebih tinggi dari sistem reaktor daya konvensional. Untuk itu pemilihan material yang sesuai untuk kondisi fisik seluruh sistem transfer panas, dari bejana reaktor, penukar kalor hingga pemipaan sangat menentukan besar efisiensi riil yang dapat dicapai reaktor daya ini.

Karena sifat-sifatnya yang unggul, baja feritik dengan kandungan chromium (Cr) yang tinggi merupakan material yang pada umumnya digunakan sebagai bahan struktur dalam teknologi reaktor nuklir, di antaranya yang sangat populer adalah SS430 dan AISI430. Baja-baja ini mempunyai paduan utama kromium antara 12 sampai dengan 30 persen dengan kadar karbon dibuat sangat rendah, sehingga tahan korosi hingga temperatur tinggi (>500 °C). Pada temperatur ruang, baja ini membentuk paduan α -Fe-Cr dengan struktur kristal *body centered cubic* (BCC) [1].

Di sisi lain, dalam kerangka program riset bahan maju, PSTBM-BATAN telah berhasil mensintesa baja feritik (F1) berbahan baku lokal. Bahan-bahan tersebut di antaranya *ferro scrap*, *ferro chrom*, *ferro mangan* dan *ferro silicon*. Dari penelitian pendahuluan yang telah dilakukan, baja F1 memiliki keunggulan sifat-sifat seperti kekerasan dan kemampuan las yang baik [1,2,3,].

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengkarakterisasi mikrostruktur baja komersial SS430 dan baja F1 sebelum dan setelah uji korosi basah terutama guna mengetahui ketahanannya terhadap korosi. Kemudian hasilnya dianalisa dan dibahas secara mikroskopik serta dibandingkan satu sama lain untuk memperkirakan kelebihan dan kekurangan baja F1 sebagai bahan struktur reaktor. Karakterisasi dilakukan menggunakan metoda dan teknik yang berkembang aktual dalam teknologi SEM dan XRD saat ini.

METODE

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah baja feritik komersial SS430 dan non-komersial F1, dengan komposisi kimia (% berat) masing-masing ditunjukkan pada Tabel1

Tabel1. Komposisi kimia baja SS430 [4] dan F1 [1].

Sampel	C	Mn	Si	Cr	P	Ni	S	Mo	Ti	Fe
SS430	0,26	0,61	0,27	14,49	0,19	0,27	0,004	0,85	-	-
F1	0,08	2,0	1,5	21,0	-	-	-	-	0,08	74,42

Untuk uji korosi kedua bahan dipotong dalam bentuk koin dengan diameter 10 mm. Setelah itu kemudian dipoles dengan menggunakan kertas amplas secara bertahap mulai nomor 320, 400, 600, 1000, 1200, 1500 dan 2000. Pemolesan terakhir dilakukan menggunakan suspensi alumina dan sabun untuk menghilangkan sisa-sisa partikel SiC yang tertinggal dan goresan halus sekaligus sebagai langkah pembersihan dari pengotor mengandung minyak. Sampel kemudian di Etsa selama 120 detik dalam larutan Nital-10, merupakan campuran 90 ml ethanol kadar 96 % dan 10 ml asam nitrat (HNO₃) kadar 65 %. Uji korosi dilakukan pada alat Potentiostat/Galvanostat tipe EG&G 273 setelah memastikan bahwa mikrostruktur telah tampak dengan baik dan relatif merata diseluruh bidang yang menjadi obyek pengamatan melalui mikroskop optik. Parameter pengujian ditentukan sebagai berikut :

Technique	: Poln Resistance
Original Name	: SS430 dan F1
Initial E (MV)	: -20 VS E
Final E (MV)	: 20 VS E
Scan Rate (MV/S)	: 0,1

Karakterisasi sampel sebelum dan sesudah uji korosi dilakukan menggunakan SEM merek JEOL JSM-6510LA dengan fasilitas EDX untuk mengetahui struktur mikro dan komposisi kimia sampel. Proses pengambilan gambar SEM dilakukan menggunakan detektor elektron sekunder (SE) pada energi akselerasi berkas elektron primer dari sumber kawat wolfram sebesar maksimal 20 keV dengan jarak kerja atau *work distance* WD dipertahankan konstan di 10 mm. Nilai WD ini diseting untuk mendapatkan spektrum EDX dalam kondisi terbaiknya. EDX diambil pada nilai *dead time* rata-rata antara 20% sampai 40%. Informasi lebih detil telah dibahas dalam publikasi terdahulu [5].

Untuk karakterisasi struktur kristal digunakan XRD merek Shimadzu XD610 dengan sudut pengukuran 2θ dari 40° - 100° Sinar-X untuk pengukuran dihasilkan dari Cu-K α dengan panjang gelombang 1,5405 Å Analisa spektrum dan refining hasil XRD dilakukan dengan program RIETAN.

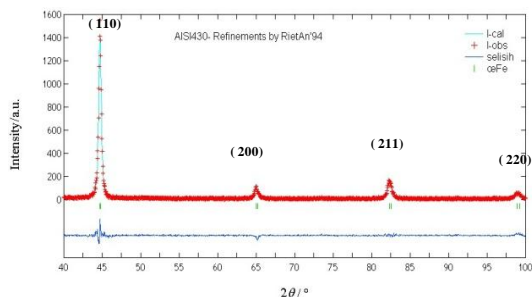
HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil XRD

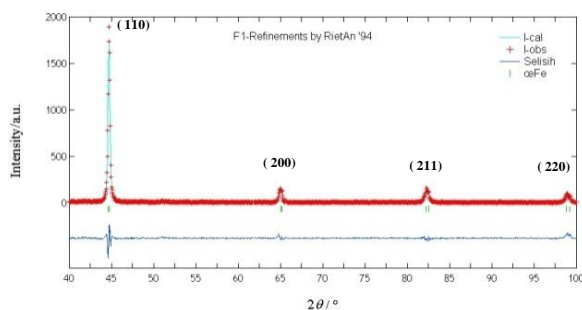
Gambar 1 dan 2 menunjukkan pola difraksi sinar-X dari bahan SS430 dan F1 tanpa etsa. Refinement menggunakan Rietan'94 [6] pada sampel SS430 (Gambar 1) menghasilkan Rwp sebesar 24,49 dengan Nilai kepercayaan (S) 1,1850. Parameter kisi yang terukur adalah $a=b=c=2,87 \text{ \AA}$ dengan sudut $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Dengan demikian dapat dipastikan bahwa baja SS430 memiliki struktur kristal BCC. Hal ini secara kristalografis berarti Cr menempati posisi substitusi terhadap posisi Fe.

Hasil refinement spektrum sampel F1 pada gambar 2 didapatkan nilai Rwp sebesar 27,76, S sebesar 1,32. Parameter kisi yang terukur adalah $a=b=c= 2,86$ dengan sudut $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ maka struktur kristal bahan F1 adalah BCC.

Dari hasil analisa dan perhitungan pola spektrum difraksi sinar-X terdapat kesesuaian struktur mikro kedua bahan sebelum diuji korosi yang mempunyai struktur kristal BCC. Perbedaan parameter kisi antara SS430 dan F1 terpaut 0,01 yang kemungkinan disebabkan oleh perbedaan komposisi kimia kedua bahan.

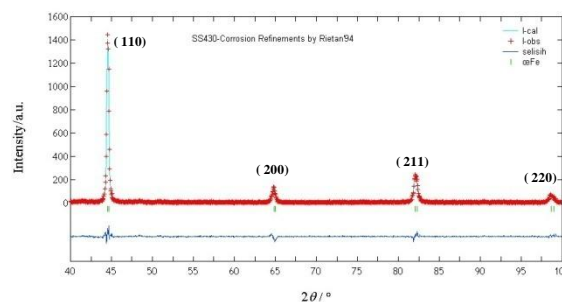


Gambar 1. Pola difraksi sinar-X pada bahan baja SS430.

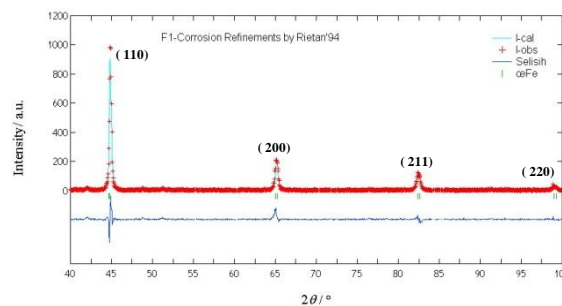


Gambar 2. Pola difraksi sinar-X pada bahan baja F1.

Pola spektrum difraksi sinar-X setelah uji korosi ditunjukkan pada Gambar 3 dan Gambar 4. Dapat dilihat bahwa pola spektrum difraksi sina-X kedua bahan setelah proses korosi tidak mengalami perubahan. Tidak tampak adanya penambahan puncak baru, hal ini mengindikasikan bahwa proses korosi yang dialami sampel selama pengujian hanyalah sebuah proses kimia biasa berupa pengikisan permukaan sampel dan tidak menyebabkan tumbuhnya fasa baru seperti oksida atau fasa lain.



Gambar 3. Pola difraksi sinar-x sampel SS430 setelah dikorosi.

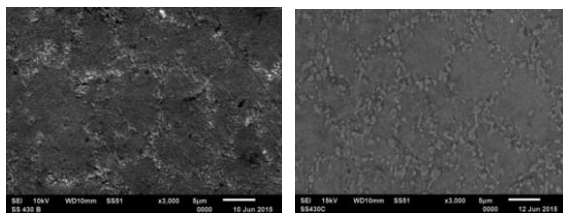


Gambar 4. Pola difraksi sinar-x sampel F1 setelah di korosi

Hasil SEM

Hasil karakterisasi permukaan sampel dengan SEM pada bahan SS430 sebelum dan sesudah uji korosi dapat dilihat pada Gambar 3. Berdasarkan gambar tampak struktur warna putih halus yang untuk sementara dapat diasumsikan sebagai fasa kedua yang tersebar menempati dihampir semua daerah batas butir, walaupun tidak terlihat sebagai garis yang jelas, Gambar 3a. Asumsi ini terbukti setelah proses korosi, seperti terlihat pada Gambar 3b. Sampel SS430 setelah pengujian mengalami

penurunan semua permukaan pada bidang pengamatan akibat korosi, kecuali fasa kedua pada batas butir yang telah diindikasikan di atas tadi pada Gambar 3a. Sebagian kecil fasa tersebut bahkan menempati daerah di dalam butir. Fasa kedua pada batas butir baja SS430 tidak mungkin terbentuk akibat proses korosi yang dilakukan pada penelitian ini, misalnya sebagai produk reaksi kimia yang mungkin dapat terjadi karena pengaruh arus listrik atau medium korosi yang digunakan. Sebab fasa ini sudah tampak sejak sebelum uji korosi dilakukan. Fenomena ini tidaklah lazim ditemukan pada baja tahan karat komersial yang seharusnya menunjukkan mikrostruktur feritik yang homogen dan bebas dari fasa lain. Mengenai proses bagaimana terbentuknya fasa tersebut, tidak dapat diketahui dengan pasti dari skop penelitian ini. Akan tetapi hal ini sangat penting untuk diteliti lebih lanjut sebab keberadaannya dapat menurunkan sifat mekaniknya yang disebabkan oleh stress yang dapat terbentuk pada batas antara partikel fasa kedua dengan butir matriks baja, terlebih karena ukurannya yang relatif besar hingga mencapai 1 mikron.

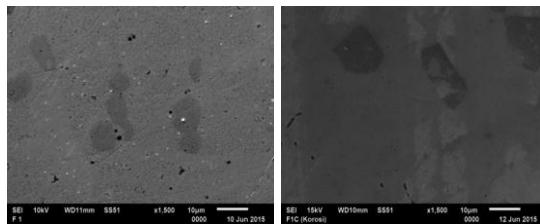


(a) (b)

Gambar 3. Gambar SEM pada sampel SS430 sebelum (a) dan sesudah korosi (b).

Lain halnya dengan sampel baja F1 seperti terlihat pada Gambar 4. Gambar SEM sebelum dan sesudah korosi menunjukkan mikrostruktur yang relatif mirip. Ini menandakan proses korosi yang lambat dan homogen. Tidak tampak adanya fasa kedua seperti pada baja SS430 di atas. Porositas pada permukaan sampel F1 sebelum diuji korosi dapat dipastikan terjadi ketika proses etsa sebagai salah satu indikasi over etching. Ini biasanya disebabkan oleh etsa lanjutan akibat kurangnya pembilasan. Selama proses etsa, larutan etsa dapat terjebak pada setiap pori atau lekukan halus yang diakhir proses etsa yaitu selama pembersihan menggunakan alkohol dan

air, tidak dapat terbilas habis. Maka terjadilah etsa lanjutan untuk beberapa saat, sampai permukaan bahan benar-benar mengering akibat transfer panas dengan udara lingkungan

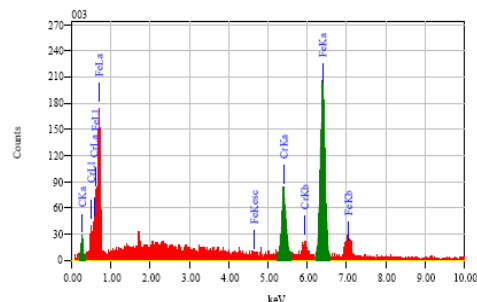


(a) (b)

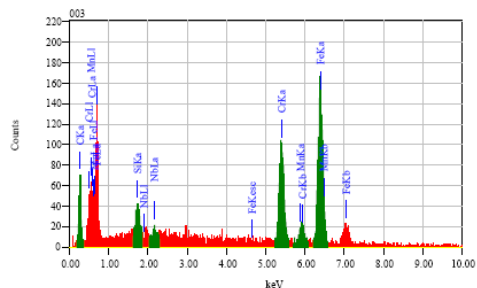
Gambar 4. Gambar SEM sampel F1 sebelum (a) dan sesudah korosi (b).

Hasil EDX

Spektrum SEM-EDX diambil pada permukaan sampel SS430 dan F1 ditunjukkan pada Gambar 5. Kuantifikasi spektrum dipresentasikan pada Tabel 2 berupa komposisi kimia dalam persen masa dan persen atom



(a)



(b)

Gambar 5. Spektrum EDX sampel SS430 (a) dan F1 (b) setelah uji korosi

Dari hasil analisa didapatkan informasi bahwa komposisi kimia sampel F1 memiliki atom Si, Mn dan Nb yang

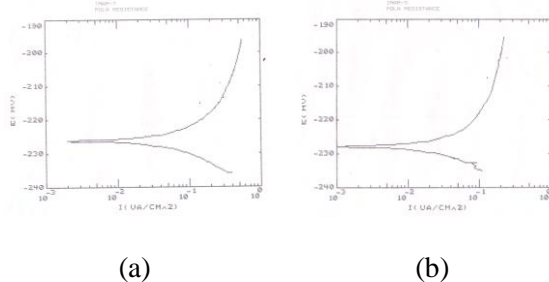
tidak terdeteksi pada sampel SS430, sehingga ini diperkirakan sebagai penyebab mengapa sampel F1 lebih tahan terhadap korosi dibandingkan SS430. Hasil uji korosi temperatur tinggi yang dilakukan penelitian terdahulu ditemukan bahwa penambahan Nb pada paduan Zr dapat meningkatkan ketahanannya terhadap korosi [7-8].

Tabel 2. Hasil analisa semi kualitatif spektrum EDX sampel SS430 dan F1

Sampel	Qty	C	Si	Cr	Mn	Fe	Nb	Total
SS430	Mass %	3,89	-	15,93	-	80,19	-	100
	Atom %	15,66	-	14,83	-	69,51	-	100
F1	Mass %	10,87	1,58	21,94	3,25	60,93	1,44	100
	Atom %	35,5	2,21	16,56	2,32	42,81	0,61	100

Laju Korosi

Uji korosi basah dilakukan dengan menggunakan alat Galvanostat dengan teknik tahanan polarisasi, dengan media air demineralisasi kondisi PH 6,7. Gambar 6 menunjukkan grafik hasil uji korosi dalam bentuk beda tegangan sebagai fungsi dari arus. Tabel 3 adalah hasil perhitungan laju korosi berdasarkan grafik korosi pada Gambar 6.



Gambar 6. Grafik hasil uji korosi sampel S430 (a) dan F1 (b).

Hasil uji korosi menunjukkan bahwa laju korosi sampel SS430 dua kali lebih cepat dari laju korosi sampel F1 yang hanya 0,06 milimeter pertahun. Fakta ini berkorelasi sangat baik dengan hasil observasi SEM, kecepatan proses korosi pada SS430 dapat terlihat jelas pada perubahan morfologi antara matriks dan fasa kedua.

Tabel 3. Hasil pengukuran laju korosi pada sampel SS430 dan F1.

Parameter uji	H a s i l	
	SS430	F1
E(I=0)(MV)	-226,1	-227,78
CATHODIC TAFEL (MV)	34,25	31,4
ANODIC TAFEL (MV)	82,58	137,78
I-CORR (UA/CM ²)	0,27	0,14
CORR RATE (MPY-mili per year)	0,1142	0,06

KESIMPULAN

Karakterisasi hasil uji korosi pada bahan baja feritik komersial dan baja feritik pengembangan PSTBM-BATAN menggunakan SEM dan XRD dapat disimpulkan bahwa:

1. Kedua bahan memiliki struktur kristal BCC (*Body Center Cubic*).
2. Mikrostruktur SS430 memiliki partikel fasa kedua yang tersebar pada area batas butir fasa utama (matriks).
3. Baja feritik F1 memiliki laju korosi yang lebih lambat dibanding SS430, terlihat dari laju korosi kedua bahan yaitu 0,06 mpy dan 0,1142 mpy. Fenomena ini diperkirakan berhubungan dengan kandungan elemen Si, Mn dan Nb pada baja F1.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Sumaryo dan Ari Handayani untuk ekspertisnya dalam prepasi sampel, Agus Sudjatno untuk mengambil gambar SEM/EDX, Bambang Sugeng untuk pengambilan spektrum XRD dan Supardi atas uji korosi basah. Penelitian ini didanai oleh DIPA Tahun 2015 Kelompok Bahan Reaktor Nuklir PSTBM BATAN.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] TRI DARWINTO and A.K. JAHJA, Analisis Strukturmikro dan Struktur Kristal Faritik F1, Jusami, Indonesia, PTBIN- BATAN : 11 (3) 202-206, (2010).

- [2] NURDIN EFFENDI, A. K. JAHJA, *Structural Characterization and Its Physical Properties Of Non-Standard A1 Austenite Steel*, Int. Journal of Materials and Mechanical Engineering, 3 (2) 38 - 44, (2014).
- [3] TRI DARWINTO, PARIKIN, NURDIN EFFENDI, Corrosion Experiment on Standard Ferritic Steel F1 In Sea Water Medium, Seminar Nasional Teknologi Energi Nuklir, 15-16 Oktober 2015.
- [4] P.T. BHINNEKA BAJANAS, Bohler M303-SS430, test certificate: 02541/s/do/03/15, 12 Maret 2015.
- [5] A. SUJATNO, R. SALAM, B. BANDRIYANA, A. DIMYATI, Studi Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk Karakterisasi Proses Oksidasi Paduan Zirkonium, Seminar Nasional X, SDM Teknologi Nuklir (2014)
- [6] FUJIO IZUMI, Rietveld Analysis System RIETAN, Part-2, *A Software Package for the Rietveld Analysis and Simulation of X-ray and Neutron Diffraction Patterns*, Rigaku J.6, No.2 10 Japan 1994.
- [7] T. CHUTO, F. NAGASE, T. FUKETA, High temperature oxidation of Nb-containing Zr-alloy cladding in LOCA condition, Nuclear Engineering and Tech. vol.41 no.2 (2009) 163-170.
- [8] B. BANDRIYANA, A. K. RIVAI, J. H. PRAJITNO, A. DIMYATI, High temperature oxidation of the hot rolled ZrNbMoGe alloy for fuel cladding material of Pressurized Water Reactor, Adv. Mat. Research, Vol. 1123 (2015) pp 356-359.

TANYA JAWAB

Pertanyaan

1. Komposisi SS436 dan F1 bagaimana komposisinya?
2. Kenapa F1 lebih tahan korosi?

Jawaban

1. Komposisinya bisa dilihat di tabel.
2. Karena F1 memiliki Nb yang tidak dimiliki baja SS436