

## Pengaruh Ukuran Butir terhadap Ketahanan Korosi akibat Pembentukan Fasa Sigma pada Material Baja Tahan Karat Dupleks

**Husaini Ardy, Joi Terkelin Sembiring**

Program Studi Teknik Material  
Departemen Teknik Mesin  
Institut Teknologi Bandung  
E-mail : [husaini@material.itb.ac.id](mailto:husaini@material.itb.ac.id)

### Abstrak

Baja tahan karat dupleks digunakan secara luas dalam industri karena sifat ketahanan korosi tegangan (*stress corrosion cracking*) yang bagus, dan kekuatan yang lebih tinggi dibandingkan dengan baja tahan karat austenitik. Dalam pemakaiannya sifat-sifat unggulan tersebut dapat mengalami degradasi akibat terbentuknya fasa sigma pada saat material mengalami pemanasan di atas temperatur 600 °C. Jumlah fasa sigma yang terbentuk sangat bergantung kepada temperatur pemanasan dan ukuran butir.

Makalah ini akan membahas tentang pengaruh ukuran butir (17  $\mu\text{m}$  dan 42  $\mu\text{m}$ ) dan temperatur pemanasan (650, 700, dan 850°C) terhadap jumlah fasa sigma yang terbentuk dan ketahanan korosi material. Identifikasi fasa sigma dilakukan dengan teknik difraksi sinar-x dan teknik metalografi warna. Peningkatan jumlah fasa sigma yang terbentuk sebanding dengan kenaikan temperatur pemanasan. Jumlah fasa sigma yang terbentuk dalam material berbutir halus lebih banyak daripada material yang berbutir kasar.

Ketahanan korosi material dinyatakan dengan derajat sensitisasi yang diukur dengan metoda *single loop electrochemical potentiodynamic reactivation (SL-EPR)*. Penurunan ketahanan korosi sebanding dengan peningkatan jumlah fasa sigma. Kekerasan material juga meningkat dengan bertambahnya jumlah fasa sigma.

Kata kunci : Baja tahan karat dupleks, fasa sigma, ukuran butir, aging, *electrochemical potentiodynamic reactivation (EPS)*, derajat sensitisasi

### 1. Pendahuluan

Baja tahan karat dupleks (*duplex stainless steel*) adalah salah satu kelompok baja tahan karat yang struktur mikronya terdiri dari fasa ferit dan fasa austenit dalam perbandingan 50 : 50. Struktur dupleks inilah yang menyebabkan material ini mempunyai sifat-sifat yang lebih baik dari baja tahan karat austenit (*austenitic stainless steel*). Sifat-sifat unggulan itu antara lain adalah kekuatan yang lebih tinggi, dan ketahanan korosi tegangan (*stress corrosion cracking*) yang lebih baik dari baja tahan karat austenit. Material ini juga mempunyai sifat mampu las yang lebih baik dari baja tahan karat ferit (*ferritic stainless steel*).

Masalah yang sering ditemui dalam praktek adalah turunnya ketahanan korosi dan terjadinya retakan di daerah pengaruh panas (*heat affected zone, HAZ*) setelah material tersebut beroperasi dalam lingkungan yang korosif. Analisis kegagalan terhadap penukar panas (*heat exchanger*) yang terbuat dari material baja tahan karat dupleks [Ardy, 2005] menunjukkan bahwa penyebab terjadinya korosi pada daerah lasan antara tube dan tube-sheet adalah karena berkurangnya kadar khromium (*chromium depletion*) pada daerah pengaruh panas akibat terbentuknya fasa sigma ( $\sigma$ -phase).

Fasa sigma adalah senyawa antarlogam Fe-Cr yang terbentuk pada temperatur antara 500 sampai 900 °C. Fasa ini merupakan fasa yang getas dan mudah terkorosi, sehingga dapat menurunkan ketangguhan dan ketahanan korosi baja tahan karat dupleks. Turunnya ketangguhan disebabkan oleh terbentuknya batas fasa yang koheren antara fasa sigma dengan matriksnya, sehingga menghambat pergerakan dislokasi ketika dideformasi plastis. Penurunan ketahanan korosi disebabkan oleh dua hal, yaitu fasa sigma sendiri tidak tahan korosi dan terjadinya pengurangan kadar khromium di sekitar fasa sigma.

Kecendrungan terbentuknya fasa sigma dalam paduan Fe-Cr-Ni dapat dilakukan dengan menggunakan metoda Grow dan Harder [Peckner, 1977], atau metoda Hull [Peckner, 1977]. Kedua metoda ini memprediksi terbentuknya fasa sigma berdasarkan komposisi kimia material. Metoda Grow dan Harder menggunakan faktor rasio (*ratio factor*) sebagai parameter dalam menentukan kecendrungan pembentukan fasa sigma. Faktor rasio ini merupakan fungsi komposisi antara unsur yang mendorong dan yang menghambat pembentukan fasa sigma. Fakto rasio ini dihitung dari persamaan :

$$FaktorRasio = \frac{\%Cr - 16(\%C)}{\%Ni} \quad (1)$$

Fasa sigma akan terbentuk jika nilai faktor rasio lebih besar dari 1,7.

Metoda Hull menentukan kecendrungan pembentukan fasa sigma berdasarkan diagram fasa Fe-Cr. Persentase khromium yang digunakan adalah  $Cr_{ekivalen}$ . Angka ekivalensi ini menyatakan persentase Cr ditambah dengan persentase unsur lain yang memberi efek sama dengan Cr dalam pembentukan fasa sigma. Angka ini juga sudah mengurangi pengaruh unsur yang menghambat pembentukan fasa sigma.

$$Cr_{eq} = Cr + 3,31Mn + 1,76Mo + 0,97W + 2,02V + 1,58Si + 2,44Ti + 1,7Nb + 1,22Ta - 0,266Ni - 0,177Co \quad (2)$$

Fasa sigma yang terbentuk dapat dihilangkan dengan proses pemanasan material (*solution treatment*) pada temperatur 1050 °C, kemudian dicelup cepat ke dalam air. Untuk menghindarkan terbentuknya fasa sigma pada waktu pengelasan, maka telah diperkenalkan jenis filler metal untuk baja tahan karat dupleks, yaitu dengan penambahan W sebanyak 2.0% [Yamadera, 2003] untuk menaikkan temperatur pembentukan fasa sigma.

Penelitian ini bertujuan untuk melihat pengaruh ukuran butir dan temperatur pemanasan terhadap jumlah fasa sigma yang terbentuk dan ketahanan korosi material baja tahan karat dupleks.

## 2. Metodologi, Hasil, dan Pembahasan

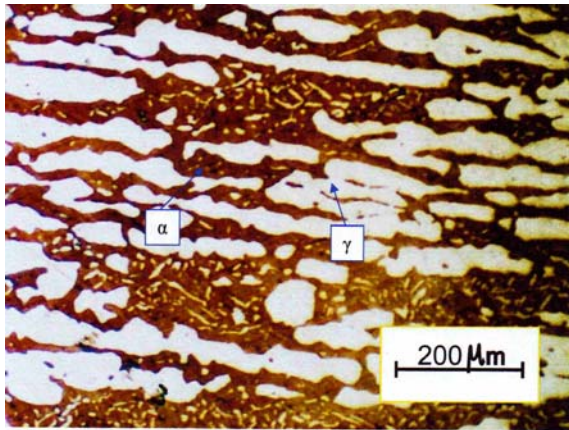
Dua jenis material baja tahan karat dupleks yang dipakai dalam penelitian ini adalah material berbutir kasar, dan material berbutir halus. Komposisi kimia material-material yang diuji dengan alat OES (*optical emission spectroscopy*) dapat dilihat dalam Tabel I.

**Tabel I. Komposisi Kimia Material Uji (% berat)**

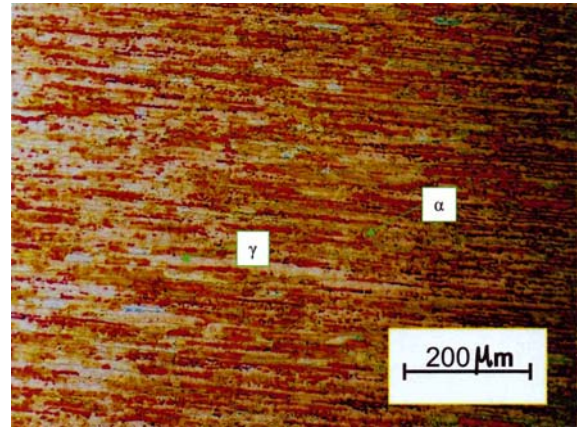
	C	S	P	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Cu	Fe
<b>Butir Halus</b>	0.029	0.007	0.031	0.355	0.453	6.781	23.602	3.513	0.135	Sisa
<b>Butir Kasar</b>	0.036	0.001	0.019	0.338	1.571	5.128	21.558	3.226	0.109	Sisa
<b>UNS S31803 Specs.</b>	≤0.030	≤0.030	≤0.030	≤1.0	≤2.0	4.5 – 6.5	21 - 23	2.5 – 3.5	Nil	Sisa

Material ini selanjutnya mengalami proses *solution treatment* dengan cara pemanasan pada 1050 °C selama 30 menit untuk melarutkan semua presipitat ke dalam matriksnya. Setelah proses tersebut, spesimen langsung dicelup ke dalam air untuk menghindari terjadinya presipitasi pada pendinginan lambat. Gambar 1 dan 2 menunjukkan struktur mikro material setelah mengalami *solution treatment* dan pencelupan dalam air. Fasa-fasa yang ada hanyalah fasa austenit ( $\gamma$ ) dan fasa ferit ( $\alpha$ ).

Besar butir dari masing-masing material diukur mengikuti standar ASTM E112, dengan metoda circular intercept. Diameter lingkaran sampling adalah 500 mm. Hasil pengukuran menunjukkan bahwa material berbutir halus mempunyai ukuran butir rata-rata 17  $\mu$ m, sedangkan material berbutir kasar mempunyai ukuran butir rata-rata 42  $\mu$ m.



Gambar 1. Struktur mikro spesimen berbutir kasar setelah mengalami solution treatment



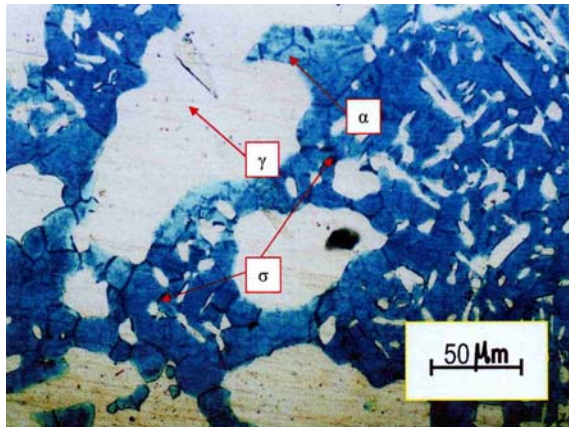
Gambar 2. Struktur mikro spesimen berbutir halus setelah mengalami solution treatment

Proses pemanasan (*aging*) dilakukan pada tiga temperatur, yaitu 650, 700, dan 850 °C selama 60 menit, dan dilanjutkan dengan pendinginan udara. Tujuan proses aging ini adalah untuk menghasilkan presipitat fasa sigma. Selanjutnya spesimen hasil pengelasan dimetalografi dengan menggunakan etsan Murakami (10 gr  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$  + 10 gr KOH + 50 ml  $\text{H}_2\text{O}$ ) pada selang temperatur 90 – 95 °C. Identifikasi fasa dilakukan berdasarkan perbedaan warna fasa-fasa yang terlihat. Gambar 3 dan 4 menunjukkan struktur mikro material butir kasar dan butir halus setelah mengalami proses pemanasan pada tiga temperatur tersebut di atas. Dari gambar struktur mikro yang diambil dengan mikroskop optik, ditemui tiga jenis fasa, yaitu austenit ( $\gamma$ ) berwarna putih, ferit ( $\alpha$ ) berwarna kuning, dan sigma ( $\sigma$ ) berwarna biru. Fasa sigma dalam spesimen berbutir kasar berwarna biru yang lebih gelap dari spesimen berbutir halus. Gambar-gambar struktur mikro tersebut menunjukkan bahwa jumlah fasa sigma yang terbentuk semakin banyak dengan semakin tingginya temperatur pemanasan. Pengintian fasa sigma terjadi pada batas butir ferit yang kandungan Cr-nya tinggi, selanjutnya fasa sigma tumbuh dengan mengkonsumsi (mengurangi) fasa ferit. Data yang diperoleh juga menunjukkan bahwa jumlah fasa sigma dalam spesimen berbutir halus lebih banyak dari spesimen berbutir kasar, karena jumlah batas butir pada spesimen berbutir halus lebih banyak. Gambar 5 menunjukkan pengaruh temperatur pemanasan terhadap jumlah fasa sigma yang terbentuk untuk masing-masing spesimen uji. Jumlah fasa sigma yang terbentuk dihitung dengan image analyzer yang menghitung berdasarkan perbedaan warna fasa-fasa yang ada.

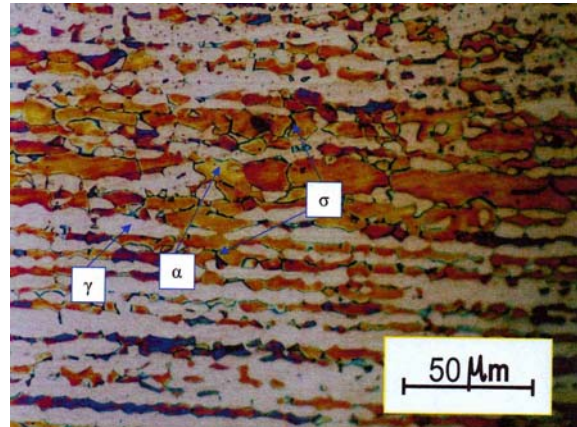
Verifikasi lebih lanjut keberadaan fasa sigma dilakukan dengan menggunakan teknik difraksi sinar-x Phillips PW 1835, dengan logam target tembaga. Gambar 6 menunjukkan hasil difraksi sinar-x pada spesimen yang telah mengalami *solution treatment*, dan spesimen-spesimen (berbutir halus dan kasar) yang diekspose ke temperatur 850 °C. Pada spesimen hasil *solution treatment*, hanya ada fasa austenit dan ferit, tidak ada fasa sigma. Hal ini menunjukkan bahwa proses *solution treatment* pada 1050 °C dan celup di air telah berhasil melarutkan semua fasa sigma dan menghalangi presipitasinya pada waktu pendinginan. Terbentuknya fasa sigma setelah pemanasan dapat dilihat dalam hasil difraksi sinar-x (Gambar 7). Puncak-puncak milik fasa sigma muncul di samping fasa ferit dan fasa austenit. Dari hasil tersebut juga dapat dilihat bahwa jumlah fasa sigma yang terbentuk, yang sebanding dengan jumlah puncak yang muncul, lebih banyak terjadi pada spesimen berbutir halus dibandingkan dengan spesimen berbutir kasar.

Untuk melihat pengaruh fasa sigma terhadap kekerasan material, maka dilakukan uji keras mikro Vickers dengan beban 200 gram. Uji keras dilakukan pada spesimen yang telah mengalami *solution treatment* dan spesimen yang mengalami proses pemanasan. Gambar 8 menunjukkan kekerasan dari spesimen berbutir kasar dan berbutir halus. Ada dua hasil yang patut diperhatikan di sini, yaitu

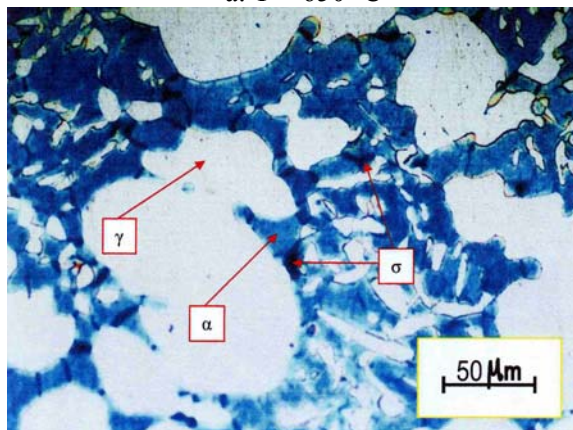
kekerasan spesimen berbutir halus lebih tinggi dari spesimen yang berbutir kasar; dan kekerasan material meningkat dengan bertambah banyaknya jumlah fasa sigma dalam material. Meningkatnya kekerasan dengan bertambahnya fasa sigma ini dapat dipahami mengingat bahwa fasa sigma tersebut adalah fasa yang keras dan getas, sehingga kekerasan akan meningkat jika jumlah fasa yang keras dalam material juga bertambah.



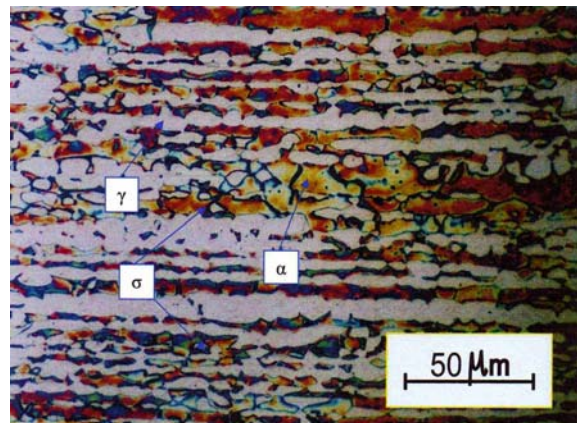
a. T = 650 °C



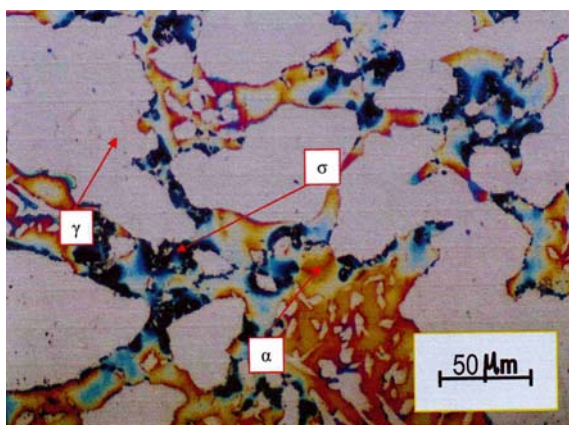
b. T = 650 °C



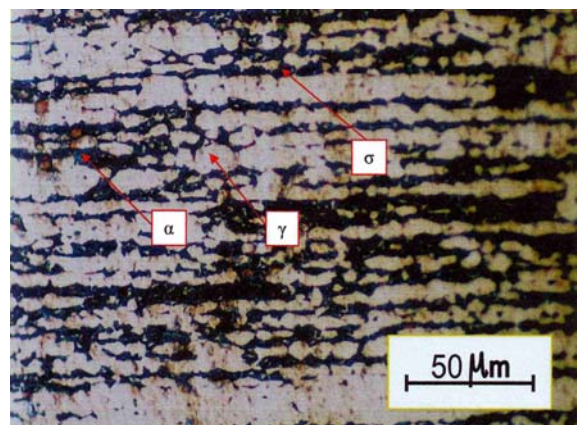
b. T = 700 °C



b. T = 700 °C



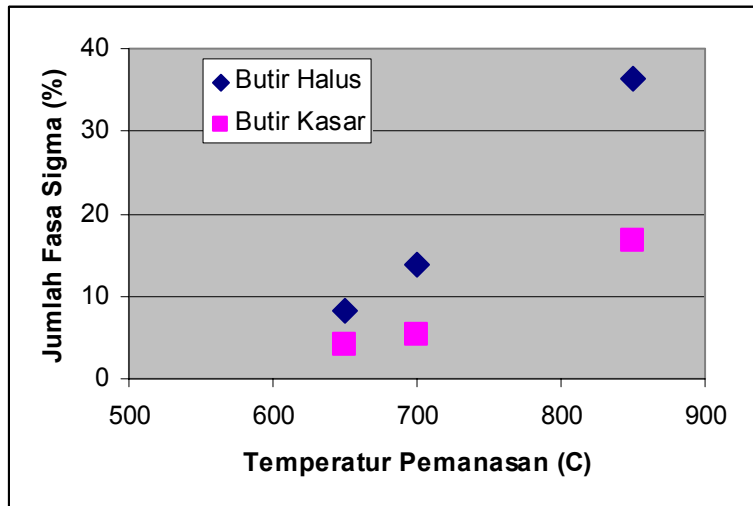
c. T = 850 °C



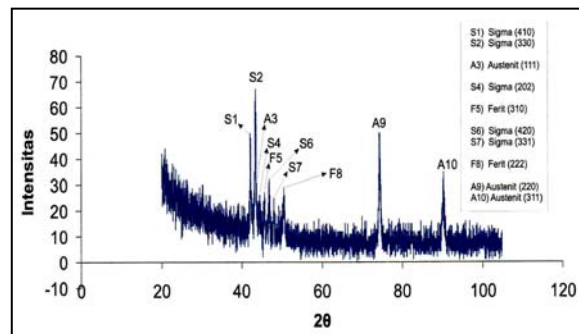
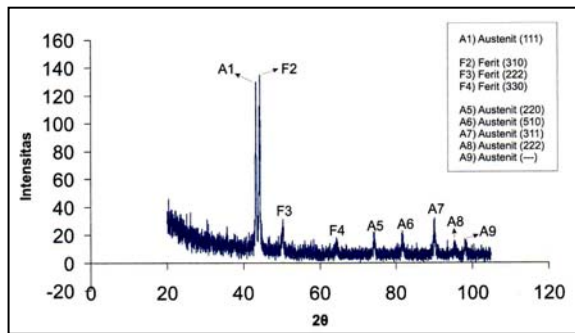
c. T = 850 °C

Gambar 3. Struktur mikro spesimen berbutir kasar setelah pemanasan.

Gambar 4. Struktur mikro spesimen berbutir halus setelah pemanasan.

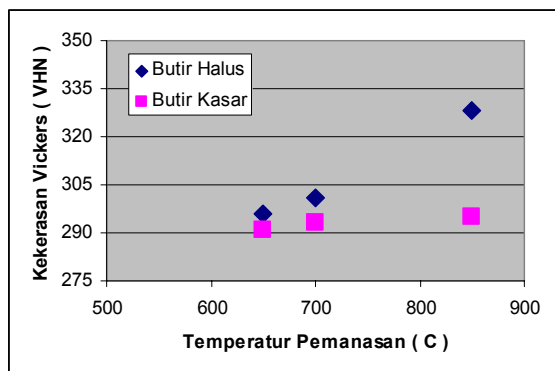


Gambar 5. Pengaruh temperatur pemanasan dan besar butir terhadap jumlah fasa sigma yang terbentuk.

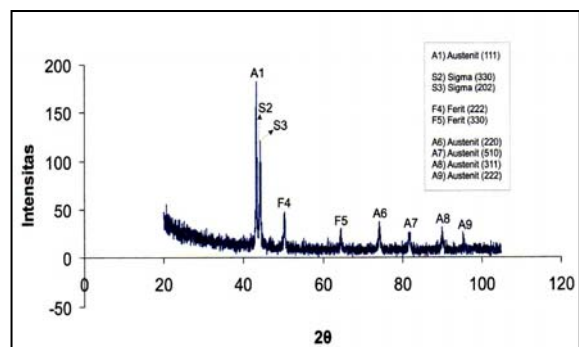


a. Spesimen butir halus

Gambar 6. Hasil difraksi sinar-x spesimen yang telah mengalami solution treatment dan celup di air.



Gambar 8. Pengaruh temperatur pemanasan dan ukuran butir terhadap kekerasan.



b. Spesimen butir kasar

Gambar 7. Hasil difraksi sinar-x spesimen yang telah mengalami pemanasan pada 850 °C.

Pengaruh fasa sigma terhadap ketahanan korosi diukur dengan menggunakan standar ASTM G 108 (*Standard Test Method for Electrochemical Reactivation (EPR) for Detecting Sensitization of AISI*

Type 304 and 304L). Metoda ini dapat juga digunakan untuk baja tahan karat dupleks karena korosi yang terjadi adalah korosi batas butir. Banyak metoda yang dapat digunakan untuk mendeteksi korosi batas butir seperti yang tercantum dalam standar ASTM A 262 (*oxalic test, sulfate-sulfuric acid test, Huey test, etc.*), namun demikian metoda reaktivasi digunakan karena mudah dilakukan, cepat, dan hasilnya juga representatif sebagai pembanding. Larutan elektrolit yang digunakan adalah HCl 2,5 M, dan scan rate adalah 1 mV/det. Laju korosi dinyatakan oleh parameter derajat sensitisasi ( $P_a$ ). Perhitungan  $P_a$  dilakukan dengan metode single loop EPR (*Electrochemical Potentiodynamic Reactivation*). Hasil pengukuran adalah kurva potential ( V ) dan arus yang terjadi ( i ). Dari data perubahan arus ( i ) terhadap waktu ( t ) diperoleh muatan ( Q ) yang nantinya digunakan dalam perhitungan  $P_a$ . Pengambilan data dilakukan setiap 0,6 detik.

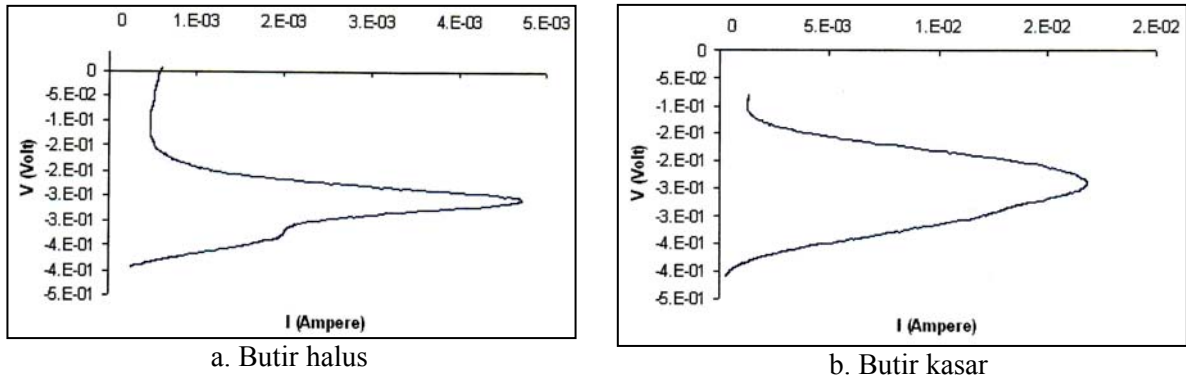
$$P_a = \frac{Q}{A[5,09510^{-3} \exp.(0.347x)]} \quad (3)$$

$P_a$  adalah derajat sensitisasi ( Coulomb/cm<sup>2</sup> ), Q (i.t) adalah muatan (Coulomb), A adalah luas permukaan sampel (cm<sup>2</sup>), dan x adalah ukuran butir (μm). Harga Q/A menyatakan jumlah muatan yang terjadi per satuan luas. Namun data Q/A saja tidak valid karena tidak semua permukaan menghasilkan muatan, hanya daerah yang terkorosi saja. Untuk meningkatkan validitas persamaan tersebut, maka diasumsikan daerah yang terkorosi adalah batas butir saja. Banyaknya batas butir merupakan fungsi dari besar butir, sehingga konstanta  $5,095 \cdot 10^{-3} \exp (0,347 x)$  merupakan faktor koreksi terhadap Q/A. Walaupun sudah ada faktor koreksi, persamaan ini belum juga valid sepenuhnya, karena besar butir tidak seragam sehingga faktor koreksi seharusnya bukan merupakan konstanta. Adanya pitting juga akan meningkatkan luas permukaan, sehingga nilai Q/A menjadi tidak akurat. Karena keterbatasan tersebut di atas, maka metoda single loop EPR hanya dapat digunakan untuk membandingkan ketahanan korosi material.

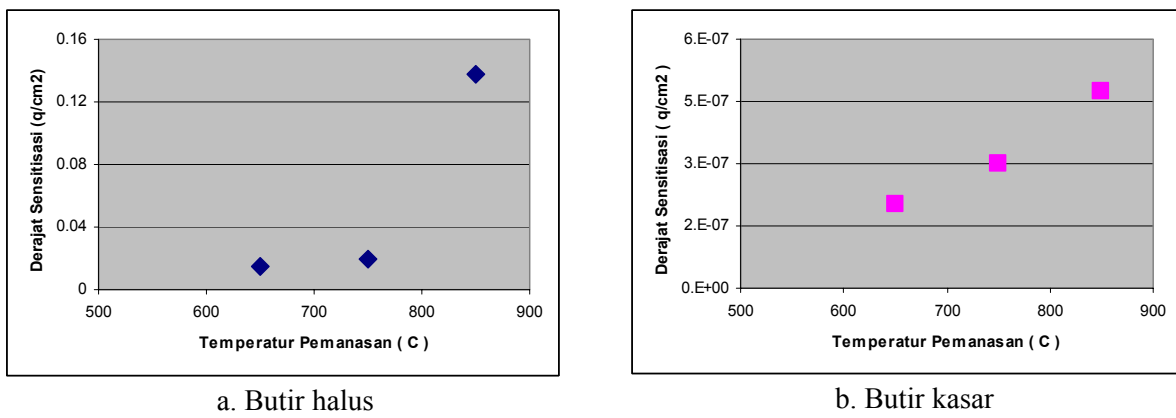
Jika ingin mengukur laju korosi dengan lebih teliti, maka dianjurkan menggunakan metoda double loop EPR, karena metoda ini tidak dipengaruhi oleh besar butir, tidak dipengaruhi oleh pitting, dan mudah dilakukan di lapangan [Amasou, 2001].

Contoh hasil pengukuran dengan metoda single loop EPR dapat dilihat dalam Gambar 9, sedangkan kurva derajat sensitisasi ditunjukkan dalam Gambar 10. Derajat sensitisasi material yang telah mengalami *solution treatment* (tidak ada fasa sigma) 0.013 q/cm<sup>2</sup> untuk material berbutir halus, dan  $1.77 \times 10^{-7}$  q/cm<sup>2</sup> untuk material berbutir kasar. Dari Gambar 10 dapat dilihat bahwa derajat sensitisasi spesimen berbutir halus jauh lebih tinggi dari spesimen berbutir kasar, karena jumlah fasa sigma yang terbentuk pada spesimen berbutir halus jauh lebih besar daripada spesimen berbutir kasar, setelah mengalami pemanasan pada temperatur yang sama. Derajat sensitisasi juga meningkat dengan semakin bertambahnya jumlah fasa sigma.

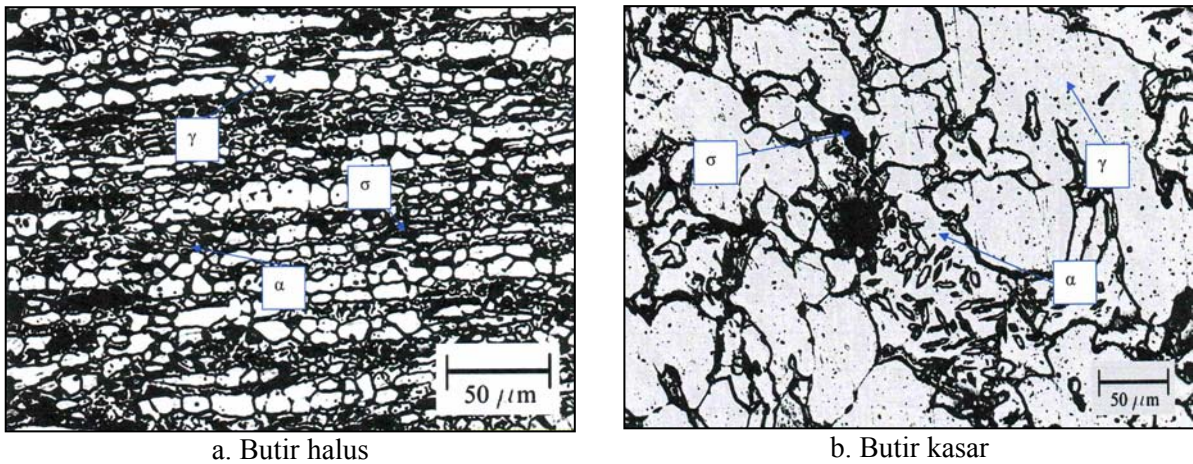
Pengamatan struktur mikro dilakukan untuk memverifikasi serangan korosi dalam material. Gambar 11 menunjukkan struktur mikro spesimen butir halus dan butir kasar setelah mengalami pemanasan pada 850 °C. Daerah yang terkorosi adalah daerah yang berwarna gelap (hitam), yaitu daerah yang tadinya diisi oleh fasa sigma. Dengan kata lain, korosi pada material baja tahan karat dupleks yang mengandung fasa sigma akan terjadi dengan serangan korosi pada fasa sigma. Semakin banyak jumlah fasa sigma, maka laju korosi akan semakin tinggi. Hal lain yang perlu diperhatikan adalah korosi pada spesimen butir halus jauh lebih parah dibandingkan dengan spesimen butir kasar, karena jumlah fasa sigma dalam spesimen butir halus lebih banyak dari spesimen butir kasar.



Gambar 9. Kurva single loop EPR untuk spesimen yang dipanaskan pada  $T = 700\text{ }^{\circ}\text{C}$



Gambar 10. Pengaruh temperatur pemanasan dan besar butir terhadap derajat sensitisasi.



Gambar 11. Daerah terkorosi dalam material yang telah dipanaskan pada  $T = 850\text{ }^{\circ}\text{C}$

### 3. Kesimpulan

1. Material baja tahan karat dupleks berbutir halus dan mengandung fasa sigma mempunyai laju korosi yang lebih tinggi daripada material berbutir kasar.
2. Korosi pada material baja tahan karat dupleks terjadi dengan serangan korosi terhadap fasa sigma dan daerah sekelilingnya, yang kadar chromiumnya rendah (*chromium depleted zone*).
3. Jumlah fasa sigma yang terbentuk pada material baja tahan karat dupleks berbutir halus jauh lebih banyak dibandingkan dengan yang berbutir kasar.
4. Jumlah fasa sigma yang terbentuk setelah proses pemanasan (aging) di atas 600 °C semakin banyak dengan semakin tingginya temperatur pemanasan.
5. Untuk temperatur pemanasan yang sama, jumlah fasa sigma dalam material baja tahan karat dupleks berbutir halus lebih banyak dibandingkan dengan material baja tahan karat dupleks berbutir kasar.

### Daftar Pustaka

1. Ardy, H; Corrosion Study Report : *Material Selection for KRA Discharge Cooler (HBG-3690), Report for Star Energy, PT. LAPI-ITB, October 2005.*
2. Peckner, D., Bernstein, I.M., *Handbook of Stainless Steel*, McGraw-Hill Book Company, 1977.
3. Amasou, T., Braham, C., Sidhom, H., *Double Loop Electrochemical Potentiodynamic Reactivation Test Optimization in Checking of Duplex Stainless Steel Intergranular Corrosion Susceptibility.* Laboratoire de Microstructure et Mecanique des Materiaux, Perancis, 2001.
4. *Properties and Experience of Tungsten Bearing Super Duplex Stainless Steel*, Stainless Steel World Conference, Netherlands, 2003.