



# Pengaruh Amonium Bikarbonat terhadap Sifat Kekerasan Permukaan pada *Low Alloy Steel* AISI 4340 dengan Metode *Pack Nitriding*

Andinnie Jurniarsih<sup>a,1</sup>, Ikmal<sup>b,2</sup>, Anistasia Milandia<sup>c,3</sup>

<sup>a</sup>Jurusan Teknik Metalurgi, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Jl. Jendral Sudirman Km 3, Kotabumi Kec. Purwakarta, Kota Cilegon, Banten, 42435, Indonesia

<sup>1</sup>E-mail: [andinnie@untirta.ac.id](mailto:andinnie@untirta.ac.id)

## INFO ARTIKEL

### Riwayat artikel:

Diajukan pada Agustus 21

Direvisi pada September 21

Disetujui pada Oktober 21

### Kata kunci:

AISI 4340, Pack Nitriding, Kekerasan.

### Keywords:

AISI 4340, Pack Nitriding,

Hardness.

## ABSTRAK

Seiring dengan meningkatnya pasar industri permesinan, maka permintaan akan baja jenis *tool steel* juga semakin meningkat. Namun, harga *tool steel* yang tinggi membuat industri permesinan perlu mengeluarkan biaya yang tinggi untuk penggantian suku cadang *tool steel*. Oleh karena itu, pada penelitian ini, baja AISI 4340 dijadikan material alternatif karena harganya lebih ekonomis. Namun, karena kekerasan baja AISI 4340 lebih rendah dibandingkan dengan *tool steel*, maka dilakukan proses *pack nitriding* dengan serbuk amonium bikarbonat dengan tujuan agar kekerasan permukaan baja AISI 4340 setara dengan *tool steel*. Penelitian dilakukan dengan menggunakan sampel baja AISI 4340 *rounded bar* diameter 16 mm dan panjang 25 mm. Baja AISI 4340 dan amonium bikarbonat dimasukkan pada tabung nitridasi tertutup dan dipanaskan dengan *muffle furnace*. Variasi temperatur yang digunakan 450, 550, dan 650°C dengan waktu tahan 1, 3, dan 5 jam serta berat amonium bikarbonat sejumlah 42,5 gr; 85 gr; dan 127,5 gr. Berdasarkan hasil yang diperoleh, variasi berat amonium bikarbonat tidak berpengaruh secara signifikan. Hasil kekerasan tertinggi diperoleh dengan nilai 42 HRC pada sampel dengan variasi temperatur 650°C, waktu 5 jam, dan berat amonium bikarbonat 127 gr.

## ABSTRACT

Along with the increase in the machining industry market, the demand for tool steel is also increasing. However, the high price of tool steel makes the machining industry need to pay high costs for the replacement of tool steel parts. Therefore, in this study, AISI 4340 steel was used as an alternative material because the price was more economical. However, because the hardness of AISI 4340 steel is lower than tool steel, a pack nitriding process is carried out with ammonium bicarbonate powder with the aim that the surface hardness of AISI 4340 steel is equivalent to that of tool steel. The research was conducted using AISI 4340 steel rounded bar with a diameter of 16 mm and a length of 25 mm. AISI 4340 steel and ammonium bicarbonate were put in a closed nitriding tube and heated in a muffle furnace. The temperature variations used are 450, 550, and 650°C with holding times of 1, 3, and 5 hours and the weight of ammonium bicarbonate is 42.5 gr; 85 gr; and 127.5 grams. Based on the results obtained, the weight variation of ammonium bicarbonate did not have a significant effect. The highest hardness results were obtained with a value of 42 HRC in samples with variations in temperature of 650°C, time of 5 hours, and weight of 127 gr ammonium bicarbonate.

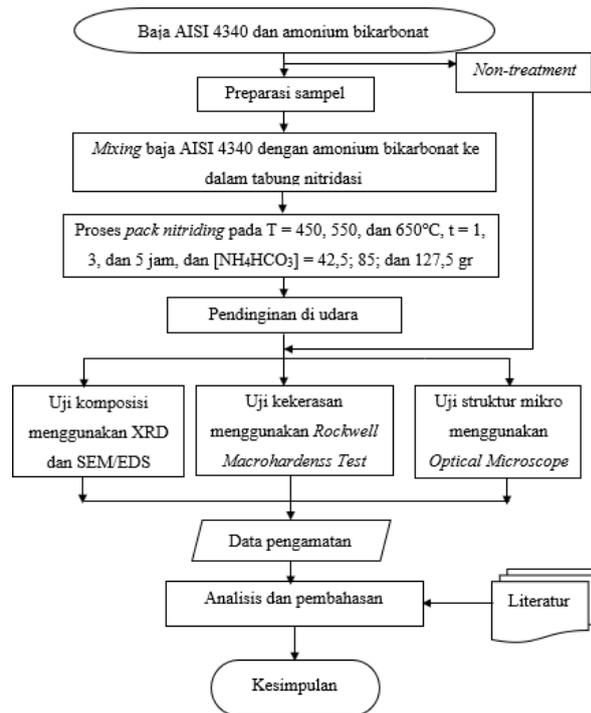
## 1. Pendahuluan

Industri permesinan adalah salah satu industri yang banyak menggunakan baja, baik untuk komponen mesinnya maupun baja sebagai *raw material* yang akan diproses pada alat-alat permesinan. Salah satu komponen penting dalam alat permesinan yaitu *tool steel* atau baja perkakas dengan kekerasan dan ketahanan aus tinggi yang sering digunakan sebagai pahat bubut, mata bor, atau alat potong dalam industri permesinan. Baja perkakas berfungsi terutama untuk perkakas dalam industri manufaktur dan dalam pembentukan logam, kayu, plastik, dan bahan industri lainnya[1]. Dengan adanya peningkatan produksi alat-alat permesinan, maka permintaan *tool steel* juga tentu akan meningkat. Namun, harga *tool steel* yang mahal mengakibatkan menurunnya efisiensi perusahaan-perusahaan industri permesinan, karena harus mengeluarkan biaya yang cukup besar untuk penggantian *tool steel* yang sudah tidak layak pakai. Untuk mengatasinya maka diperlukan solusi untuk mengatasi hal tersebut dengan mencari material lain yang memiliki karakteristik setara dengan *tool steel* AISI Grade T1. Baja AISI 4340 pada umumnya digunakan untuk *crankshafts* otomotif, poros transmisi, *crankshafts* pesawat, batang koneksi, poros baling-baling, *gear*, dan alat-alat berat[2]. Baja AISI 4340 ini diharapkan dapat diaplikasikan untuk menggantikan *tool steel* T1, yakni sebagai pahat bubut ataupun mata bor. Namun, nilai kekerasan baja AISI 4340 hanya sebesar 32 HRC[2], sedangkan *tool steel* tipe AISI Grade T1 memiliki kekerasan sebesar 62 HRC[3]. Berdasarkan permasalahan tersebut, perlu dilakukan upaya peningkatan kekerasan permukaan baja AISI 4340 melalui proses *pack nitriding* dengan amonium bikarbonat.

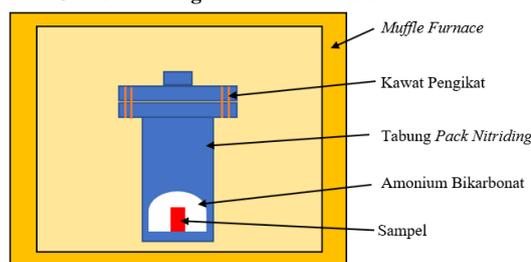
## 2. Metode Penelitian

Metode *pack nitriding* dipilih karena memiliki temperatur proses yang lebih rendah yaitu 500°C dibandingkan dengan *pack carburizing* yang mencapai 900°C[4]. *Pack nitriding* juga tidak memerlukan kontrol udara di ruangan *furnace* sehingga proses lebih mudah jika dibandingkan dengan gas *nitriding*[5]. Penelitian *pack nitriding* sebelumnya dilakukan menggunakan amonium karbonat ( $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ ) [5], namun pada penelitian *Pack nitriding* kali ini digunakan amonium bikarbonat ( $\text{NH}_4\text{HCO}_3$ ). Proses ini belum pernah dilakukan sebelumnya sehingga menjadi penelitian baru.

Proses *pack nitriding* dengan amonium bikarbonat ini dilakukan pada *muffle furnace* dengan temperatur 450, 550, dan 650°C serta waktu tahan selama 1, 3, dan 5 jam. Untuk melihat pengaruh jumlah berat amonium bikarbonat terhadap kekerasan permukaan baja AISI 4340, amonium bikarbonat divariasikan dengan berat 42,5; 85; dan 127,5 gr. Material yang digunakan adalah baja AISI 4340 dengan bentuk silinder diameter 16 mm dan tinggi 25 mm. Tabung nitridasi yang digunakan terbuat dari bahan *stainless steel* dengan dimensi dalam 100 x 50 mm. Diagram alir penelitian dan skema proses *pack nitriding* dapat dilihat pada Gambar 1 dan Gambar 2. Secara skematik, penelitian ini digambarkan dalam bentuk diagram alir yang dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Diagram Alir Penelitian.



Gambar 2. Skema Pack Nitriding Amonium Bikarbonat

## 3. Hasil dan Pembahasan

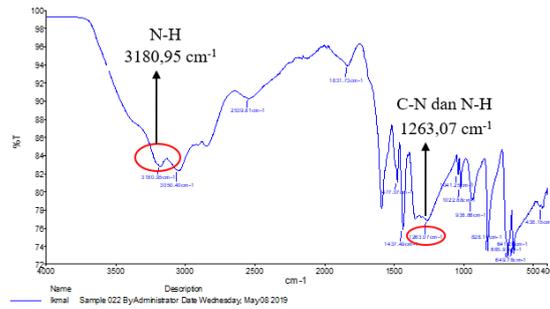
### 3.1. Hasil dan Analisis Data Pengujian

Melalui Sampel baja AISI 4340 yang digunakan memiliki komposisi kimia awal seperti yang tertera pada Tabel 1. Baja AISI 4340 dengan kandungan karbon 0.32% termasuk ke dalam golongan baja karbon medium yang memiliki ketangguhan dan *hardenability* yang baik.

Tabel 1. Hasil Pengujian Komposisi Kimia Baja AISI 4340 sebelum Proses Pack Nitriding

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Al
0.32	0.24	0.63	0.020	0.011	1.36	1.35	0.17	0.20	0.019

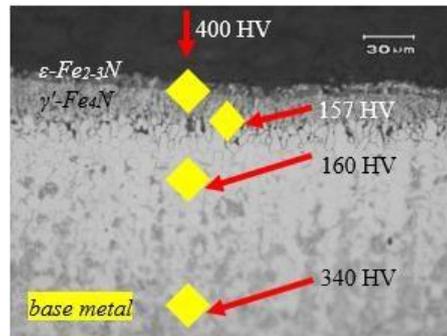
Amonium bikarbonat dilakukan uji komposisi dengan metode FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) untuk memastikan keberadaan unsur nitrogen yang ada di dalam amonium bikarbonat. Gambar 3. adalah grafik hasil uji FTIR dari sampel amonium bikarbonat.



**Gambar 3. Grafik Hasil Uji FTIR Amonium Bikarbonat**

Analisis keberadaan senyawa amonium bikarbonat dari data hasil pengujian FTIR dapat dilakukan dengan mengetahui bilangan gelombang dari gugus yang ada pada  $\text{NH}_4\text{HCO}_3$ , yaitu gugus N-H dan OH. Berdasarkan hasil FTIR pada Gambar 3, dapat dilihat bahwa amonium bikarbonat yang telah diuji memiliki pita serapan pada bilangan gelombang  $3180,95 \text{ cm}^{-1}$ ;  $3050,40 \text{ cm}^{-1}$ . Berdasarkan referensi, bilangan gelombang  $3100 - 3300 \text{ cm}^{-1}$  merupakan tanda adanya gugus N-H[6]. Gambar 3. juga menunjukkan adanya bilangan gelombang  $1263,07 \text{ cm}^{-1}$ . Hal ini menunjukkan sampel tersebut memiliki gugus senyawa C-N dan N-H karena ditandai dengan adanya bilangan gelombang pada  $1229-1301 \text{ cm}^{-1}$ [6].

Sampel dilakukan pengujian kekerasan setelah proses *pack nitriding* dalam skala *hardness rockwell* (HRC). Data nilai kekerasan dapat dilihat pada Tabel 2. Sampel baja AISI 4340 juga telah dilakukan pengujian metalografi dengan *microscope optic* untuk melihat apakah terjadi pembentukan lapisan nitrida seperti yang diinginkan. Gambar 4 adalah hasil metalografi dan pengujian kekerasan *micovickers* pada sampel no. 27 dengan perbesaran 500x.



**Gambar 4. Hasil Pengujian Metalografi dan Kekerasan *Microvickers* Sampel No. 27 (t : 5 jam; T : 650°C;  $[\text{NH}_4\text{HCO}_3]$  : 127,5 gr).**

Struktur mikro yang dihasilkan berupa lapisan nitrida  $\epsilon\text{-Fe}_{23}\text{N}$  dan  $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$ . Lapisan  $\epsilon\text{-Fe}_{23}\text{N}$  terbentuk sangat tipis dan diikuti oleh lapisan  $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$  yang cukup tebal. Pada pengujian kekerasan *microvickers*, lapisan nitrida yang dapat diindentasi terbatas pada lapisan  $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$  karena lapisan terlalu tipis dan posisi di ujung sampel. Nilai kekerasan lapisan  $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$  yang diperoleh sangat rendah yaitu 157 HV (3 HRC), lebih rendah dari kekerasan *base metal* yaitu 340 HV (36 HRC). Hasil tersebut tidak sejalan dengan nilai kekerasan dari pengujian *rockwell*.

Perbedaan ini disebabkan oleh beberapa faktor. Pertama, arah indentasi pengujian *rockwell* dan *microvickers* berbeda. Arah indentasi pengujian *rockwell* dilakukan dari atas permukaan ke dalam lapisan, sedangkan pengujian *microvickers* dilakukan dari arah samping. Hasil kekerasan *rockwell* dalam hal ini akan lebih valid karena nitrida terindentasi secara bersamaan, baik nitrida  $\epsilon\text{-Fe}_{23}\text{N}$  maupun  $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$  sehingga kekerasan yang dihasilkan lebih tinggi dibandingkan hasil kekerasan *microvickers*. Tetapi, meskipun nilai kekerasan lapisan nitrida  $\epsilon\text{-Fe}_{23}\text{N}$  dan  $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$  yang diperoleh pada pengujian kekerasan *rockwell* lebih keras, namun belum sesuai dengan literatur. Lapisan nitrida  $\epsilon\text{-Fe}_{23}\text{N}$  dan  $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$  berdasarkan literatur memiliki kekerasan berkisar 65 - 50 HRC[7], sedangkan nilai kekerasan *rockwell* hasil penelitian ini hanya sebesar 42 HRC.

Faktor lainnya adalah segregasi. Dalam penelitian ini, daerah indentasi *rockwell* dan *microvickers* berbeda. Perbedaan daerah indentasi dapat memungkinkan adanya perbedaan nilai kekerasan dikarenakan segregasi unsur/senyawa yang ada pada lapisan permukaan sampel. Terjadinya segregasi pada permukaan sampel dapat diakibatkan karena difusi N yang tidak merata pada setiap permukaan. Difusi N tidak merata disebabkan karena posisi serbuk amonium bikarbonat yang tidak merata di setiap permukaan sampel pada saat *pack nitriding*.

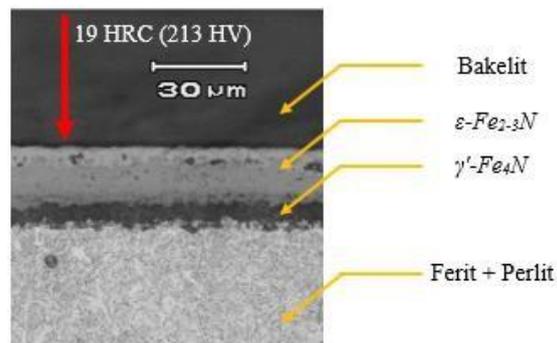
**Tabel 2. Nilai Kekerasan Sampel setelah Proses *Pack Nitriding***

No. Sampel	Kekerasan (HRC)	Temperatur (°C)	Waktu Tahan (jam)	Jumlah $\text{NH}_4\text{HCO}_3$ (gr)
0	36			
1	35	450	1	42,5
2	36	450	1	85
3	34	450	1	127,5
4	34,5	450	3	42,5
5	35	450	3	85

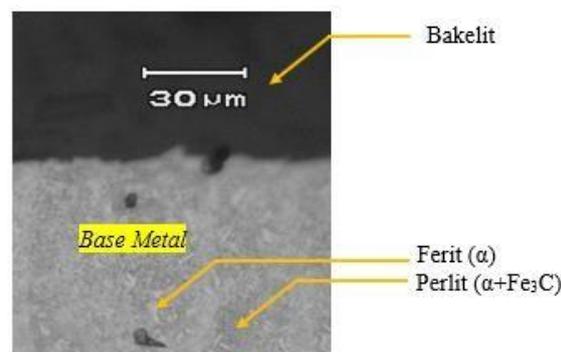
6	32	450	3	127,5
7	35	450	5	42,5
8	35,6	450	5	85
9	32	450	5	127,5
10	23,6	550	1	42,5
11	25,6	550	1	85
12	24,4	550	1	127,5
13	25	550	3	42,5
14	26	550	3	85
15	22,7	550	3	127,5
16	26,7	550	5	42,5
17	22	550	5	85
18	19,3	550	5	127,5
19	24	650	1	42,5
20	19	650	1	85
21	19	650	1	127,5
22	24,5	650	3	42,5
23	34,2	650	3	85
24	40,5	650	3	127,5
25	40,5	650	5	42,5
26	41	650	5	85
27	42	650	5	127,5

Gambar 5. merupakan sampel dengan nilai kekerasan terendah. Pengujian kekerasan dilakukan dengan metode *rockwell*. Ketebalan lapisan nitrida yang terbentuk pada sampel tersebut yaitu 29,5 mikron. Namun, ketebalan nitrida tidak menjamin dapat meningkatkan kekerasan karena jika nitrida yang terbentuk adalah  $Fe_2N$ , maka nilai kekerasan permukaan baja dapat menurun disebabkan karena  $Fe_2N$  bersifat rapuh[8].

Berdasarkan analisis struktur mikro pada Gambar 6, sampel *non treatment* memiliki fasa berupa fasa ferit dan perlit halus. Hal ini ditandai dengan adanya butir berwarna putih (fasa ferit) dan butir dengan warna hitam+putih (fasa perlit). Hasil pengujian kekerasan *rockwell* dan kekerasan *microvickers* pada sampel *non treatment* yaitu sebesar 36 HRC atau sekitar 340 HV. Nilai tersebut merupakan nilai rata – rata yang diambil dari beberapa titik indentasi. Berdasarkan data dari *mill certificate*, bahan AISI 4340 yang digunakan telah melalui proses *oil quench* dan *tempering*.



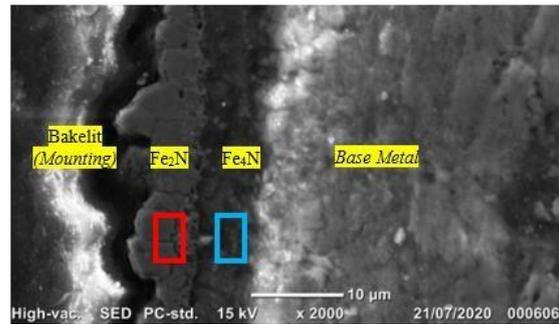
Gambar 5. Sampel Baja AISI 4340 dengan Variasi T = 650°C; t = 1 jam;  $[NH_4HCO_3] = 85gr$ .



Gambar 6. Sampel Baja AISI 4340 *Non Treatment*.

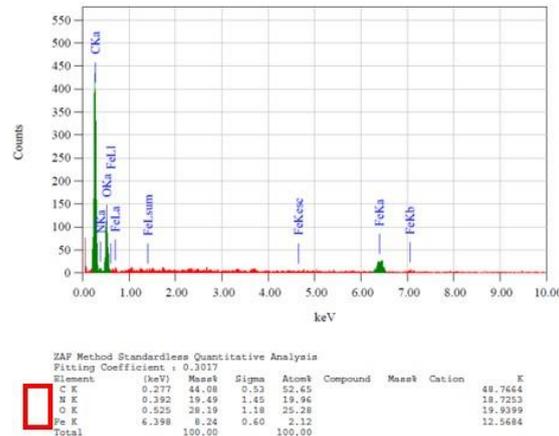
Pengujian *scanning electron microscopy / energy dispersive spectroscopy* (SEM/EDS) juga dilakukan pada sampel no. 27 untuk mengetahui struktur mikro secara lebih detail dan kandungan unsur yang terdapat pada lapisan nitrida yang terbentuk. Gambar 7 adalah gambar hasil pengujian SEM sampel no. 27. Pada Gambar7. terlihat keberadaan lapisan nitrida fasa epsilon ( $Fe_2N$ ) dan lapisan gama primer ( $Fe_4N$ ). Lapisan nitrida yang terbentuk dapat dibedakan berdasarkan warna yang dimiliki. Lapisan fasa epsilon ( $Fe_2N$ ) berwarna abu-abu dan lapisan gama primer ( $Fe_4N$ ) yang berwarna dominan hitam. Sebagai bukti lebih lanjut bahwa lapisan tersebut adalah lapisan nitrida,

maka telah dilakukan analisis EDS. Hasil analisis EDS dapat dilihat pada Gambar 8 untuk lapisan fasa epsilon ( $\text{Fe}_2\text{N}$ ) dan Gambar 9 untuk lapisan fasa gama primer ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ).

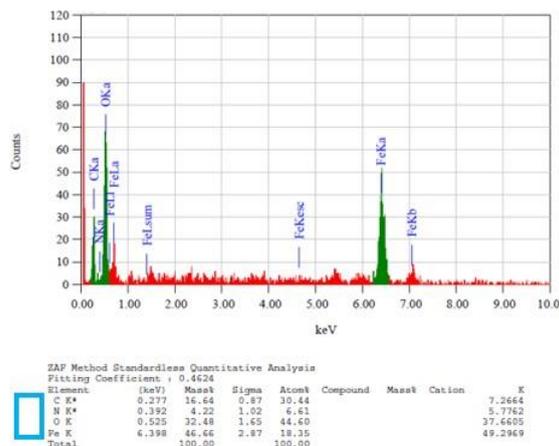


**Gambar 7.** Hasil Pengujian *Scanning Electron Microscopy* (SEM) Sampel No. 27 (t : 5 jam; T : 650°C;  $[\text{NH}_4\text{HCO}_3]$  : 127,5 gr).

Gambar 8 adalah hasil analisis EDS untuk daerah fasa epsilon. Daerah pengujian ditandai dengan garis persegi panjang berwarna merah pada Gambar 4.5. Data hasil analisis membuktikan adanya keberadaan unsur N sebesar 19,9 % atom. Nilai tersebut cukup besar dan menandakan kebenaran fasa epsilon yang mampu menyerap N cukup banyak hingga sekitar 30 % atom[9]. Namun merujuk pada teori bahwa fasa epsilon memiliki sifat yang rapuh, berdasarkan analisis data hasil EDS, hal ini terjadi karena lapisan tersebut memiliki porositas yang tinggi ditandai dengan adanya kandungan oksigen yang tinggi. Unsur lain yang menyebabkan fasa epsilon menjadi rapuh yaitu karbon. Data hasil EDS pada Gambar 8 membuktikan pada fasa epsilon terdapat karbon sebesar 52,65 % atom.



**Gambar 8.** Hasil Analisis Lapisan  $\text{Fe}_2\text{N}$  *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS) Sampel No. 27 (t : 5 jam; T : 650°C;  $[\text{NH}_4\text{HCO}_3]$  : 127,5 gr).

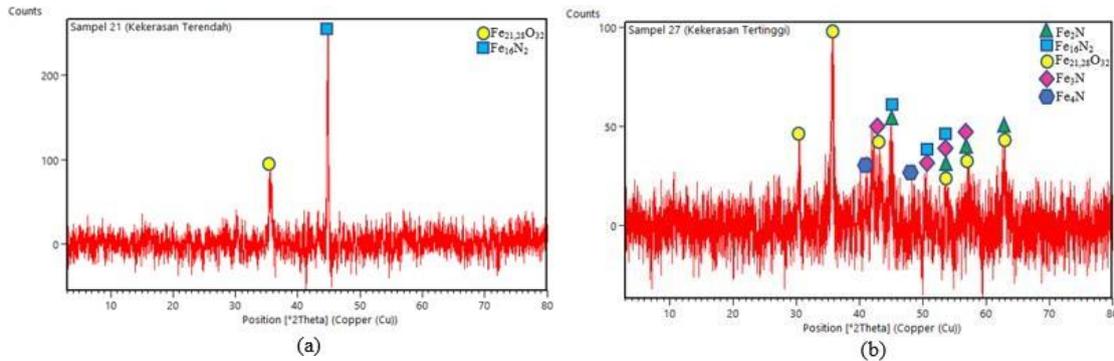


**Gambar 9.** Hasil Analisis Lapisan  $\text{Fe}_4\text{N}$  *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS) Sampel No. 27 (t : 5 jam; T : 650°C;  $[\text{NH}_4\text{HCO}_3]$  : 127,5 gr).

Keberadaan unsur Fe pada lapisan epsilon justru sangat rendah, hanya sebesar 2,12 % atom. Hal tersebut membuktikan bahwa atom Fe yang berikatan dengan unsur lain sangat sedikit yang menandakan bahwa nitrida yang terbentuk hanya sedikit. Berbeda dengan hasil analisis EDS untuk lapisan  $\text{Fe}_4\text{N}$  pada Gambar 9, kandungan unsur nitrogen lebih rendah jika dibandingkan dengan lapisan  $\text{Fe}_2\text{N}$  yakni sebesar 6,61 % atom. Hal ini menandakan bahwa N yang berikatan dengan Fe membentuk  $\text{Fe}_4\text{N}$  sangat sedikit. Oleh karena itu, nilai kekerasan lapisan  $\text{Fe}_4\text{N}$  pada sampel ini sangat rendah. Adapun kandungan atom karbon dan oksigen pada lapisan ini sangat cukup besar yaitu berturut-turut 30,44 dan 44,60 % atom. Hal ini juga menjadi penyebab nilai kekerasan lapisan  $\text{Fe}_4\text{N}$  sangat rendah karena atom karbon akan membuat lapisan menjadi getas dan atom oksigen akan membuat lapisan  $\text{Fe}_4\text{N}$  memiliki porositas yang tinggi.

Kandungan Fe yang ada pada lapisan  $Fe_4N$  lebih tinggi jika dibandingkan dengan lapisan  $Fe_2N$  yaitu 18,35 % atom. Lapisan  $Fe_4N$  memiliki kandungan Fe lebih besar karena lapisan tersebut berada paling dekat dengan *base metal*. Kandungan Fe yang lebih tinggi pada lapisan  $Fe_4N$  tidak menjamin terbentuknya nitrida  $Fe_4N$  yang banyak. Pembentukan  $Fe_4N$  juga harus didukung dengan adanya difusi unsur N.

Baja AISI 4340 setelah proses pengujian metalografi, dilakukan pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*). Pengujian XRD dilakukan bertujuan untuk mengetahui senyawa yang ada pada permukaan sampel. Dalam penelitian ini, sampel yang dilakukan pengujian XRD adalah sampel yang memiliki nilai kekerasan paling rendah (sampel no. 21) dan kekerasan paling tinggi (sampel no. 27). Hal ini dilakukan untuk mengetahui perbedaan puncak-puncak hasil XRD dari sampel dengan kekerasan paling rendah dan yang paling tinggi.



Gambar 10. Data Hasil XRD ; (a) Sampel No. 21 ; (b) Sampel No. 27.

Gambar 10 adalah hasil pengujian XRD untuk sampel no. 21 (a) dan sampel no.27(b). Berdasarkan Gambar 10., dapat dilihat bahwa pada sampel dengan kekerasan paling rendah memiliki lebih sedikit puncak dibandingkan dengan sampel dengan kekerasan paling tinggi. sampel no. 21 memiliki 2 puncak, sedangkan sampel no. 27 memiliki 10 puncak. Analisis dilakukan dengan menggunakan bantuan *Software Highscore Plus* (HSP).

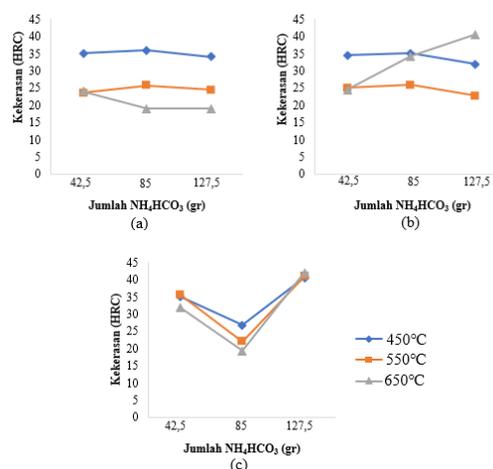
Berdasarkan data hasil XRD untuk sampel no. 21 pada Gambar 410 (a), puncak yang terkonfirmasi berjumlah 2, yaitu pada sudut  $2\theta$  :  $35,579^\circ$  dan  $44,779^\circ$ . Berdasarkan analisis dengan *Software Highscore Plus*, senyawa yang terdapat puncak tersebut adalah  $Fe_{21,28}O_{32}$  ( $2\theta$  :  $35,579^\circ$ ) dan  $Fe_{16}N_2$  ( $2\theta$  :  $44,779^\circ$ ). Senyawa  $Fe_{21,28}O_{32}$  merupakan oksida besi yang keberadaannya tidak diinginkan. Oksida tersebut merupakan pengotor yang terbentuk karena baja pada sampel bereaksi dengan oksigen yang ada di udara atau dalam tabung nitridasi. Di dalam amonium bikarbonat juga terdapat unsur oksigen sehingga dapat diasumsikan bahwa oksida yang terbentuk dapat juga berasal dari amonium bikarbonat.

Senyawa selanjutnya yang ada pada sampel no. 21 yaitu  $Fe_{16}N_2$ . Senyawa  $Fe_{16}N_2$  adalah senyawa nitrida besi yang bersifat *metastable* yang terbentuk karena fasa austenit yang tidak sempat bertransformasi menjadi fasa stabil  $\gamma'$  (gama primer) atau senyawa  $Fe_4N$ [10]. Fasa  $Fe_{16}N_2$  terbentuk pada kondisi temperatur yang lebih rendah dibandingkan dengan pembentukan fasa gama primer. Pendinginan yang cepat setelah proses nitridasi juga menjadi faktor terbentuknya fasa  $Fe_{16}N_2$ .

Senyawa yang terdeteksi pada sampel no. 27 lebih banyak jika dibandingkan dengan sampel no. 21. Namun, terdapat 2 senyawa yang sama-sama dimiliki oleh kedua sampel yakni  $Fe_{21,28}O_{32}$  dan  $Fe_{16}N_2$ . Selain 2 senyawa yang sama seperti sampel no. 21, pada sampel no. 27 juga terdapat senyawa  $Fe_2N$ ,  $Fe_3N$ , dan  $Fe_4N$ . Senyawa-senyawa nitrida yang terbentuk tersebut membuktikan keberhasilan proses *pack nitriding* amonium bikarbonat pada baja AISI 4340. Senyawa  $Fe_2N$  dan  $Fe_3N$  adalah senyawa dengan fasa epsilon ( $\epsilon$ ), sedangkan  $Fe_4N$  memiliki fasa gama primer ( $\gamma'$ ).

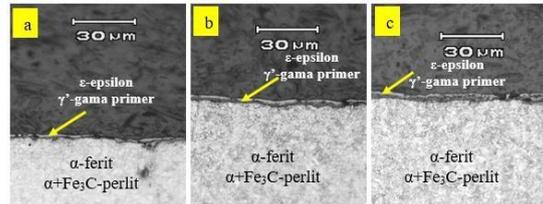
### 3.2 Analisis Pengaruh Variasi Amonium terhadap Nilai Kekerasan dan Struktur Mikro Permukaan Baja

Pengaruh jumlah massa amonium bikarbonat terhadap nilai kekerasan yang dihasilkan, dapat dilihat pada Gambar 11. Berdasarkan grafik yang ditunjukkan oleh Gambar 11, variasi banyaknya jumlah amonium bikarbonat yang ditambahkan tidak memiliki pengaruh yang signifikan terhadap perubahan kekerasan permukaan baja.



Gambar 11. Grafik Pengaruh Amonium Bikarbonat terhadap Nilai Kekerasan ; (a) 1 jam ; (b) 3 jam ; (c) 5 jam

Variasi jumlah amonium bikarbonat menghasilkan grafik yang relatif tidak stabil baik pada temperatur 450, 550, dan 650°C, grafik yang dihasilkan naik dan turun. Gambar 11 menunjukkan bahwa variasi jumlah amonium bikarbonat pada proses *pack nitriding* dapat memiliki efek peningkatan kekerasan pada baja hanya pada temperatur 650°C, sedangkan pada temperatur 450 dan 550°C, efek yang dihasilkan cenderung menurunkan nilai kekerasan. Hal ini disebabkan karena pada temperatur 450°C, atom-atom Fe pada permukaan baja tidak mampu menyerap atom nitrogen dalam jumlah yang banyak. Meskipun jumlah amonium yang ditambahkan lebih banyak, maka hasilnya tetap tidak maksimal untuk menyerap atom nitrogen yang berdifusi. Hal ini diperkuat oleh hasil pengamatan struktur mikro, seperti yang terlihat pada Gambar 12.

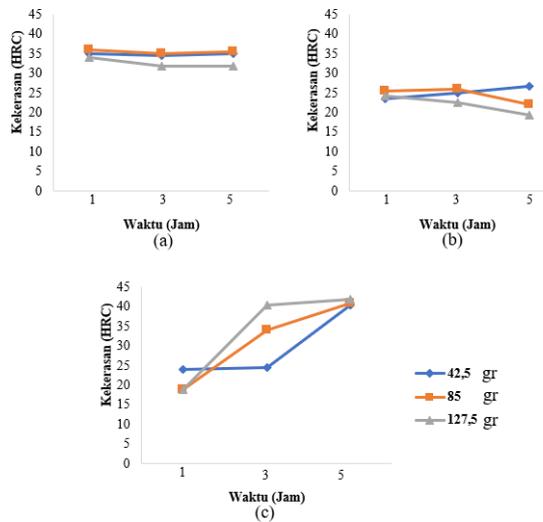


**Gambar 12 Struktur Mikro Sampel :** (a)  $[NH_4HCO_3] = 42,5$  gr; (b)  $[NH_4HCO_3] = 85$  gr; (c)  $[NH_4HCO_3] = 127$  gr ; Variasi T = 450°C; t = 3 jam.

Gambar 12. merupakan struktur mikro sampel no. 4, 5, dan 6 dengan perbesaran 200x. Berdasarkan gambar struktur mikro yang dihasilkan, dapat disimpulkan bahwa jumlah amonium bikarbonat yang ditambahkan tidak berpengaruh secara signifikan dalam pembentukan lapisan nitrida sehingga kekerasan yang dihasilkan tidak jauh berubah dari *base metal*.

**3.3 Analisis Pengaruh Variasi Temperatur dan Waktu terhadap Nilai Kekerasan dan Struktur Mikro Permukaan Baja**

Gambar 13 merupakan grafik yang menunjukkan pengaruh temperatur proses *pack nitriding* terhadap nilai kekerasan yang dihasilkan. Terlihat bahwa baik pada waktu 1, 3, dan 5 jam, temperatur 550°C nilai kekerasan baja turun, namun pada temperatur 650°C mengalami peningkatan. Untuk temperatur 450°C, kekerasan yang dihasilkan cenderung tidak berubah, bahkan justru menurun. Hal ini disebabkan karena temperatur 450°C terlalu rendah untuk mengaktifkan pergerakan atom-atom unsur pada permukaan baja. Peningkatan temperatur sejatinya akan mengakibatkan atom-atom unsur Fe, C, dan paduan lainnya bergetar. Semakin tinggi temperatur, getaran atau pergerakan atom semakin aktif. Pergerakan atom-atom tersebut mengakibatkan terbukanya celah antar atom sehingga atom nitrogen dapat berdifusi dengan lebih mudah. Atom-atom nitrogen berdifusi secara interstisi mengisi celah yang terbentuk.

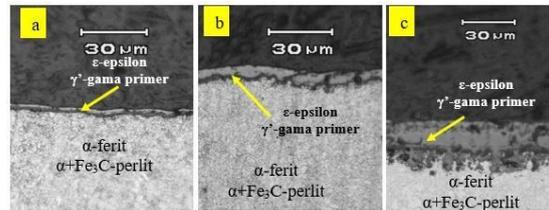


**Gambar 13. Grafik Pengaruh Waktu terhadap Nilai Kekerasan pada temperatur berbeda :** (a) 450°C ; (b) 550°C ; (c) 650°C

Namun berbeda dengan 450°C, pada temperatur 550°C nilai kekerasan baja yang seharusnya meningkat, justru menurun. Hal ini dikarenakan temperatur disosiasi amonium bikarbonat menjadi gas amonia lebih rendah dibandingkan dengan temperatur reaksi nitridasi antara gas amonia dengan baja. Faktor lain yang menjadi penyebab menurunnya kekerasan pada temperatur 550°C salah satunya kondisi tabung nitridasi yang tidak rapat atau tidak vakum sehingga yang terjadi adalah gas amonia yang seharusnya bereaksi dengan permukaan baja, justru hilang keluar tabung.

Berbeda dengan analisis kekerasan permukaan yang tidak sesuai dengan teori, berdasarkan analisis struktur mikro pada Gambar 14, peningkatan temperatur dapat berpengaruh pada ketebalan lapisan nitrida. yang dihasilkan. Hal ini sesuai dengan teori dan penelitian-penelitian *nitriding* sebelumnya bahwa semakin tinggi temperatur maka difusi nitrogen semakin dalam sehingga menghasilkan lapisan

nitrida yang tebal. Namun, dalam proses *nitriding*, temperatur tertinggi yang paling efektif dibatasi pada temperatur berkisar 650°C karena di atas temperatur tersebut nitrogen sulit berdifusi karena batas kelarutan nitrogen pada baja yang sangat kecil.

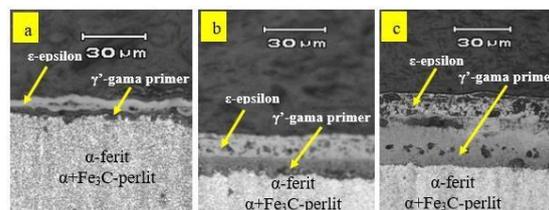


**Gambar 14. Struktur Mikro Sampel : (a) T = 450°C; (b) T = 550°C; (c) T = 650°C. Variasi [NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub>] = 85 gr; t = 3 jam**

Selain itu dapat dilihat pada Gambar 13. untuk temperatur 450°C, waktu tahan 3 jam cenderung menurunkan kekerasan dan pada waktu tahan 5 jam kembali meningkat. Namun penurunan dan peningkatan tersebut tidak signifikan. Pada temperatur 550°C, lamanya waktu tahan justru menurunkan nilai kekerasan. Hanya saja pada jumlah amonium bikarbonat 42,5 gr mengalami peningkatan. Pada temperatur 650°C, waktu tahan cenderung berpengaruh meningkatkan kekerasan, namun tidak untuk komposisi 42,5 gr. Hal ini berkebalikan dengan pengaruh waktu pada temperatur 550°C.

Lamanya waktu tahan seharusnya dapat meningkatkan kekerasan sampel karena lapisan nitrida yang terbentuk semakin tebal. Nilai kekerasan permukaan yang tidak stabil ini tentu dipengaruhi oleh berbagai faktor, diantaranya adalah konsentrasi elemen paduan pada sampel, temperatur yang tidak stabil, dan campuran gas amonia dengan udara dalam tabung yang tidak stabil [10]. Konsentrasi elemen yang tidak homogen di dalam paduan maupun pada permukaan sampel dapat mempengaruhi hasil pengujian kekerasan. Pada penelitian ini, tidak sedikit sampel pada saat diuji kekerasan memiliki nilai yang jauh berbeda di setiap titik pada sampel yang sama sehingga mempengaruhi nilai rata-rata kekerasan. Hal tersebut bisa terjadi karena pembentukan lapisan nitrida pada permukaan baja yang tidak homogen ataupun segregasi mikro pada sampel.

Berdasarkan struktur mikro pada Gambar 4.14, seiring bertambahnya waktu tahan menunjukkan lapisan nitrida yang terbentuk semakin tebal. Hal ini sesuai dengan teori bahwa waktu tahan dapat meningkatkan ketebalan lapisan nitrida sehingga kekerasan permukaan meningkat. Namun, jika ditinjau dari nilai kekerasan permukaan, waktu tahan proses *nitriding* tidak menjamin sampel memiliki kekerasan yang tinggi. Sebagai contoh berdasarkan Gambar 4.13, temperatur 550°C dengan waktu tahan 3 dan 5 jam pada berat NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub> 85 dan 127,5 gr memiliki kekerasan yang lebih rendah dibandingkan dengan waktu tahan 1 jam. Hal ini disebabkan karena meskipun lapisan nitrida yang terbentuk tebal, tetapi jika waktu tahan semakin lama maka lapisan tersebut akan jenuh dan bersifat rapuh. Keberadaan senyawa pada lapisan tersebut juga tidak sepenuhnya nitrida, tetapi bisa juga terdapat pengotor seperti oksida atau kondisi cacat seperti porositas yang membuat lapisan menjadi rapuh.



**Gambar 15. Struktur Mikro : (a) t = 1 jam; (b) t = 3 jam; (c) t = 5 jam ; Variasi [NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub>] = 42,5 gr; T = 450°C**

#### 4. Kesimpulan

1. Proses *pack nitriding* dengan amonium bikarbonat pada baja AISI 4340 dapat meningkatkan kekerasan dengan nilai paling tinggi sebesar 42 HRC atau hanya meningkat 17% dari nilai kekerasan *base metal* 36 HRC. Nilai kekerasan tertinggi diperoleh hasil dari variasi jumlah massa NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub> : 127 gr.
2. Temperatur optimum pada proses *pack nitriding* dengan amonium bikarbonat pada baja AISI 4340 yaitu 650°C dan waktu tahan optimum pada proses *pack nitriding* dengan amonium bikarbonat pada baja AISI 4340 yaitu 5 jam.

#### Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada PT. Krakatau Steel yang telah memfasilitasi dan membantu berjalannya penelitian ini

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] G. L. Huyett (2004) 'Engineering Handbook'. doi: 10.1201/9781482269826. Otai Special Steel (2019a) 'AISI 4340 Properties'. Available at: <http://www.astmsteel.com/product/4340-steel-aisi/>.
- [2] Otai Special Steel (2019b) 'Tool Steel T1 High Speed'. Available at: <http://www.astmsteel.com/product/t1-tool-steel-aisi/>.
- [3] Schneider, M. J., Company, T. T. and Chatterjee, M. S. (2013) 'Introduction to Surface Hardening of Steels', *Steel Heat Treating Fundamentals and Processes*, 4, pp. 389–398. doi: 10.31399/asm.hb.v04a.a0005771.
- [4] Stickels, C. A., Arbor, A. and Mich. (1978) 'United States Patent: PACK NITRIDING PROCESS FOR LOW ALLOY STEEL', (19).
- [5] Sulistyani, M. and Huda, N. (2017) 'Optimasi Pengukuran Spektrum Vibrasi Sampel Protein Menggunakan Spektrofotometer Fourier Transform Infrared (FT-IR)', 6(2).

- [6] Czerwinski, F. (2012) *Heat Treatment Conventional and Novel Applications*. doi: 10.1039/c2dt31079a.
- [7] Anthonius, S. and Sumaryo, S. G. S. (2019) 'PENGARUH PROSES NITRIDISASI TERHADAP SIFAT MEKANIS PERMUKAAN BAJA PADUAN RENDAH AISI 4340', 4340, pp.49-53.
- [8] ASM International (2003) 'An Introduction to Nitriding', *Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing*, pp. 1-13. doi: 10.1361/pnafn2003p001.
- [9] Gontijo, L. C. *et al.* (2004) 'Characterization of plasma-nitrided iron by XRD, SEM and XPS', *Surface and Coatings Technology*, 183(1), pp. 10-17. doi: 10.1016/j.surfcoat.2003.06.026.