

## **PENGARUH DOSIS ION NITROGEN PADA KETAHANAN KOROSI, STRUKTUR MIKRO DAN STRUKTUR FASE BIOMATERIAL STAINLESS STEEL AUSTENITIK 316L**

### **EFFECT OF NITROGEN ION DOSE ON THE CORROSION RESISTANCE, THE MICROSTRUCTURE AND THE PHASE STRUCTURE OF THE BIOMATERIAL AUSTENITIC STAINLESS STEEL 316L**

**Lely Susita R.M., Bambang Siswanto, Ihwanul Aziz, Anjar Anggraini H, Sudjatmoko**

*Pusat Sains dan Teknologi Akselerator, BATAN*

*Jl. Babarsari Kotak Pos 6101 Ykb, Yogyakarta 55281*

*e-mail: susita@batan.go.id*

*Diterima 14 Desember 2015, diterima dalam bentuk perbaikan 13 Januari 2016, disetujui 25 Januari 2016*

#### **ABSTRAK**

**PENGARUH DOSIS ION NITROGEN PADA KETAHANAN KOROSI, STRUKTUR MIKRO DAN STRUKTUR FASE BIOMATERIAL STAINLESS STEEL 316L.** Keberhasilan pemanfaatan biomaterial untuk piranti cangkok ortopedik ditentukan oleh sifat-sifat mekanik, stabilitas kimia dan biokompatibilitas dalam jaringan dan cairan tubuh. Ketahanan korosi adalah salah satu sifat utama biomaterial untuk menentukan keberhasilan cangkok ortopedik dalam jaringan tubuh. Dalam penelitian ini dilakukan perbaikan sifat-sifat permukaan biomaterial stainless steel austenitik 316L dengan teknik implantasi ion nitrogen dan nitridasi ion. Implantasi ion nitrogen dilakukan pada energi ion 60 keV dengan variasi dosis ion  $2 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> -  $2 \times 10^{17}$  ion/cm<sup>2</sup>. Ketahanan korosi cuplikan stainless steel 316L dalam larutan Hanks dilakukan dengan menggunakan potensiostat, dan ketahanan korosi optimum cuplikan diperoleh pada dosis ion  $5 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> dan terjadi peningkatan ketahanan korosi dengan faktor 2,1 jika dibandingkan dengan cuplikan tanpa implantasi ion nitrogen. Selanjutnya cuplikan stainless steel 316L dengan ketahanan korosi optimum tersebut dinitridasi ion pada suhu nitridasi 350 °C dan waktu nitridasi 4 jam. Berdasarkan uji korosi cuplikan yang dihasilkan dengan nitridasi ion diperoleh peningkatan ketahanan korosi dengan faktor 2,96 jika dibandingkan dengan cuplikan sebelum implantasi ion. Peningkatan ketahanan korosi cuplikan tersebut diakibatkan terbentuknya nitrida besi  $\xi$ -Fe2N dan  $\gamma'$ -Fe4N yang memiliki sifat ketahanan korosi yang baik.

**Kata kunci:** Dosis ion, ketahanan korosi, biomaterial, implantasi ion, nitridasi ion, nitrida besi.

#### **ABSTRACT**

**EFFECT OF NITROGEN ION DOSE ON THE CORROSION RESISTANCE, THE MICROSTRUCTURE AND THE PHASE STRUCTURE OF THE BIOMATERIAL AUSTENITIC STAINLESS STEEL 316L.** The succeed of the use of biomaterials for orthopedic implant device is determined by its mechanical properties, chemical stability and biocompatibility in tissues and body fluids. The corrosion resistance is one of the main property of biomaterials to determine for successful orthopedic implant in body tissues. Surface modification is carried out to improve biomaterial surface properties of austenitic stainless steel 316L with nitrogen ion implantation technique and ion nitriding. Nitrogen ion implantation performed on 60 keV ion energy and ion dose variations  $2 \times 10^{16}$  ions/cm<sup>2</sup>-  $2 \times 10^{17}$  ions/cm<sup>2</sup>. The corrosion resistance of austenitic stainless steel 316L in Hanks solution is measured by using a potentiostat, and corrosion resistance optimum of a sample is obtained at an ion dose of  $5 \times 10^{16}$  ions/ cm<sup>2</sup> and increase by a factor of 2.1 if compared to the sample without the nitrogen ion implantation. Further the sample of austenitic stainless steel 316L with the optimum corrosion resistance is processed by ion nitriding technique at a nitriding temperature of 350 °C and nitriding time of 4 hours. Based on corrosion test of the sample produced by ion nitriding is obtained an increasing the corrosion resistance by a factor of 2.96 when compared to the sample before nitrogen ion implantation. The improvement of corrosion resistance of the sample is caused by the formation of iron nitride  $\xi$ -Fe2N and  $\gamma'$ -Fe4N which has excellent corrosion resistance properties.

**Keywords:** Ion dose, corrosion resistance, biomaterial, ion implantation, ion nitriding, ion nitride.

## PENDAHULUAN

Pada umumnya *stainless steel* austenitik 316L dengan ketahanan korosi yang baik banyak digunakan dalam berbagai bidang industri, terutama sebagai biomaterial yang dimanfaatkan dalam bidang kedokteran, dalam industri makanan dan kimia, juga bahan struktur dalam perkapalan dan industri petrokimia<sup>(1-3)</sup>. *Stainless steel* austenitik 316L banyak digunakan dalam sendi lutut dan sendi pinggul buatan serta perangkat fiksasi internal dalam aplikasi biomedis. Lebih khusus lagi, *stainless steel* austenitik 316L digunakan dalam bidang medis sebagai bahan implan atau cangkok karena sifatnya yang unik dari ketahanan korosi yang baik dan biokompatibel<sup>(4)</sup>. *Stainless steel* austenitik 316L mempunyai sifat ketahanan korosi yang sangat baik disebabkan karena pembentukan selaput permukaan pasif pada permukaannya, akan tetapi untuk beberapa jenis aplikasi industri kekerasan permukaannya relatif rendah dan ketahanan ausnya kurang memadai<sup>(5-8)</sup>.

Biomaterial adalah material sintetis yang digunakan untuk membuat prostetik atau piranti cangkok ortopedik (*orthopedic implant devices*). Ada tiga paduan metal yang pada umumnya digunakan untuk pencangkokan ortopedik, yaitu *stainless steel*, titanium dan paduannya, dan paduan kobalt-khrom<sup>(9,10)</sup>. *Stainless steel* adalah material yang sudah sangat lama dikenal dan paling disukai untuk piranti ortopedik fiksasi internal karena ketahanan korosi yang tinggi, sifat mekaniknya yang baik, harganya tidak mahal jika dibandingkan dengan kobalt-khrom, titanium dan paduannya, serta biokompatibel<sup>(10)</sup>. Meskipun unsur paduan, *stainless steel* masih memiliki kecenderungan terjadinya korosi di lingkungan yang agresif, yaitu di dalam medium yang mengandung unsur Cl<sup>-</sup><sup>(11)</sup>. Juga telah dilaporkan bahwa jenis *stainless steel* austenitik 316L untuk cangkok ortopedik menimbulkan korosi dalam lingkungan tubuh manusia dan melepaskan ion-ion krom, besi, dan nikel<sup>(12)</sup>. Apabila jumlah ion-ion besi yang dilepaskan ke jaringan sekitar cangkokan cukup besar dapat menimbulkan risiko tumor lokal dan kegagalan mekanik cangkokan. Telah dilaporkan bahwa pelepasan ion besi dalam jumlah yang signifikan merangsang pembentukan fibrosis pada jaringan di sekitar piranti cangkok<sup>(13)</sup>. Khrom dan nikel dikenal karsinogen, dan mereka tidak hanya ditemukan dalam jaringan sekitar piranti cangkok, tetapi juga dalam sampel darah dan urin, sering pada tingkat lebih tinggi dari pada individu profesional yang terkena logam ini.

Berdasarkan laporan yang ada, kegagalan piranti cangkok *stainless steel* telah mengungkapkan bahwa bahan tersebut tidak dapat digunakan untuk jangka waktu yang lama dalam lingkungan cairan tubuh. Piranti cangkok *stainless steel* sering terdegradasi karena korosi sumuran (*pitting corrosion*) dan korosi celah (*crevice corrosion*) dan korosi galvanik, yang menyebabkan penurunan ketahanan korosi dan dengan demikian mempengaruhi stabilitas mekanik bahan piranti cangkok dan juga biokompatibilitasnya<sup>(14)</sup>. Sebuah biomaterial yang ideal diharapkan mampu melindungi permukaannya dalam waktu yang tidak terbatas untuk mempertahankan sifat penting biomaterial seperti biokompatibilitas dan ketahanan korosi. Untuk mempertahankan permukaan biomaterial dengan sifat yang terkandung di dalamnya untuk jangka waktu yang panjang, para peneliti telah menggunakan berbagai teknik untuk memodifikasi permukaan piranti cangkok ortopedik. Terdapat berbagai jenis teknik modifikasi permukaan untuk memperbaiki ketahanan aus dan korosi dari *stainless steel* austenitik 316L, antara lain adalah teknik implantasi ion<sup>(15,16)</sup>, teknik PVD (*physical vapor deposition*), nitridasi ion, deposisi laser yang dipulaskan<sup>(17,18)</sup>, penyemprotan plasma (*plasma spraying*), deposisi elektrokimia, deposisi elektroforesis, dan teknik deposisi biomimetik<sup>(14)</sup>. Implantasi ion sebagai teknik untuk meningkatkan ketahanan aus dan korosi dari berbagai bahan telah banyak dipelajari, dimana jumlah ion yang diimplantasikan dapat diatur dan dapat dilakukan pada suhu kamar atau suhu rendah<sup>(19)</sup>. Implantasi ion nitrogen telah digunakan untuk memperbaiki sifat gesekan dan keausan dari 316L SS sebagai komponen sendi tulang siku dan tulang lutut buatan.

Dalam penelitian ini disajikan hasil implantasi ion nitrogen pada biomaterial *stainless steel* austenitik 316L, kemudian dilanjutkan nitridasi ion yang belum pernah dilakukan sebelumnya untuk meningkatkan ketahanan korosinya, juga diamati perubahan struktur-mikro dan komposisi unsur, serta struktur fase setelah terimplantasi ion nitrogen. Ketahanan korosi cuplikan diukur dengan alat uji korosi potensiostat PGS-201T menggunakan larutan Hanks, yaitu larutan yang disimulasikan seperti cairan dalam tubuh manusia. Analisis struktur-mikro dan komposisi unsur dilakukan menggunakan teknik SEM (*Scanning Electron Microscopy*) yang dikopel dengan EDAX (*Energy Dispersive Analysis X-Ray*) dan analisis struktur fase kristalin dilakukan menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD).

## METODOLOGI

### Bahan

Bahan yang digunakan dalam proses implantasi ion nitrogen adalah biomaterial berbasis besi, yaitu *stainless steel austenitik* 316L dengan kemurnian (% berat): Fe-69%, Cr-18%, Ni-10%, Mo-3%; gas nitrogen, dan bahan-bahan yang digunakan dalam pembuatan larutan Hanks untuk uji korosi yang terdiri dari NaCl, CaCl<sub>2</sub>, KCl, NaHCO<sub>3</sub>, glukosa, NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, MgCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O, Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O dan MgSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O produksi PT Merck yang memiliki tingkat kemurnian 99,5%.

### Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari: akselerator implantasi ion 150 keV/1 mA buatan PSTA-BATAN, peralatan nitridasi ion, alat uji korosi potensiostat PGS-201T, SEM-EDAX merk Jeol JSM-636 OLA, dan difraktometer sinar-X (XRD) tipe Simadzu XRD-6000 menggunakan sumber radiasi CuK $\alpha$  dengan panjang gelombang 1,54056 $\text{\AA}$ .

### Tata Kerja

Bahan yang digunakan untuk cuplikan berupa *stainless steel* austenitik 316L dalam bentuk silinder dengan diameter 2,6 cm dan ketebalan 2,0 mm, dibuat menurut teknik metalografi konvensional dengan pengampelasan dan penghalusan permukaan. Cuplikan tersebut dihaluskan permukaannya menggunakan kertas abrasif mulai dari ukuran 800 *mesh* hingga 1.200 *mesh*; selanjutnya dipoles atau dihaluskan menggunakan pasta intan dan digosok dengan kain beludru sampai dihasilkan permukaan yang sangat halus dan mengkilap. Untuk menghilangkan kotoran pada permukaan cuplikan dilakukan pencucian menggunakan alkohol dan kemudian dimasukkan ke dalam pembersih ultrasonorik. Sesudah proses pencucian kemudian cuplikan dikeringkan, dimasukkan dalam plastik klip dan disimpan dalam desikator untuk menghindari kemungkinan terjadinya oksidasi.

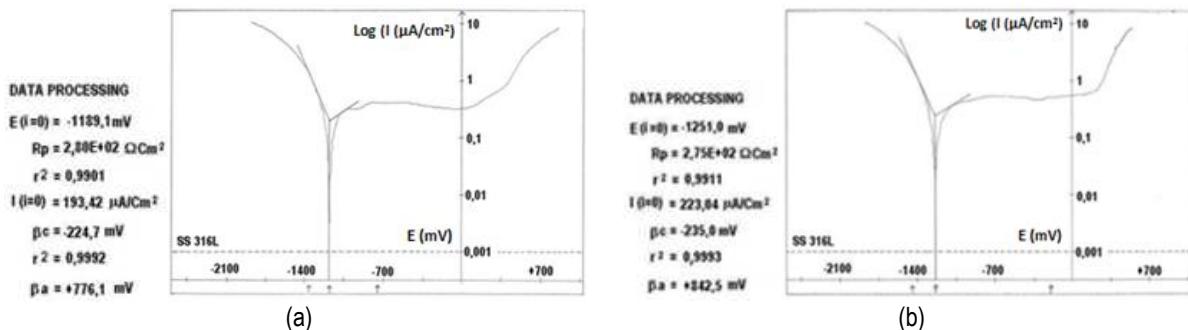
Setelah diperoleh cuplikan dilanjutkan dengan proses implantasi ion nitrogen menggunakan peralatan akselerator implantasi ion buatan PSTA-BATAN. Pada proses implantasi ion, atom-atom nitrogen diionisasikan dalam sistem sumber ion, kemudian dipercepat dalam medan listrik dan selanjutnya diimplantasikan pada permukaan cuplikan *stainless steel* austenitik 316L. Parameter yang berpengaruh terhadap hasil implantasi ion adalah dosis ion, energi ion, massa atau jenis ion dan massa atau jenis material yang diimplantasi. Pada penelitian ini dilakukan implantasi ion nitrogen dengan variasi dosis ion  $2,0 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>;  $5,0 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>;  $1,0 \times 10^{17}$  ion/cm<sup>2</sup> dan  $2,0 \times 10^{17}$  ion/cm<sup>2</sup>, dan pada energi ion nitrogen 60 keV. Selanjutnya dari implantasi ion nitrogen yang menghasilkan ketahanan korosi optimum, cuplikan dinitridasi ion pada suhu nitridasi 350 °C dan waktu nitridasi ion selama 4 jam.

Ketahanan korosi cuplikan ditentukan menggunakan alat uji korosi potensiostat PGS-201T untuk mengukur besarnya arus korosi  $I_{kor}$  cuplikan di dalam larutan Hanks yang disimulasikan mirip dengan cairan tubuh manusia. Besarnya laju korosi sebagai fungsi dari arus korosi (ampere/m<sup>2</sup>), yaitu sebanding dengan besarnya arus listrik yang mengalir dari anode menuju ke katode atau sebaliknya dan berat ekivalen, serta berbanding terbalik dengan rapat jenis dan luas penampang cuplikan yang terkorosi. Untuk mengetahui perubahan struktur mikro dan komposisi unsur permukaan cuplikan dilakukan analisis dengan menggunakan SEM (Scanning Electron Microscope) dan EDAX (*Energy Dispersive Analysis X-Ray*); sedangkan untuk mengetahui perubahan struktur fase kristalin dari lapisan tipis nitrida dilakukan pengujian dengan XRD (*X-ray Diffraction*) menggunakan metode pencocokan dengan data JCPDS, pada panjang gelombang Cu 1,54056  $\text{\AA}$ .

## HASIL DAN PEMBAHASAN

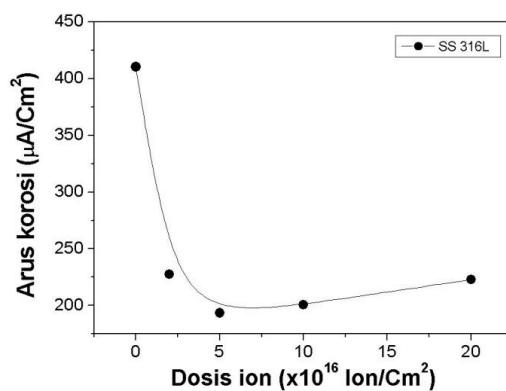
Pada penelitian ini uji korosi cuplikan *stainless steel* austenitik 316L dilakukan dengan menggunakan Potensiostat PGS 201T dalam larutan Hanks yang disimulasikan mirip dengan cairan tubuh manusia. Larutan Hanks dibuat di laboratorium dengan bahan-bahan kimia yang terdiri dari: NaCl 8,0 g/l, CaCl<sub>2</sub> 0,14 g/l, KCl 0,4 g/l, NaHCO<sub>3</sub> 0,35 g/l, glukosa 1,0 g/l, NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 0,1 g/l, MgCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O 0,1 g/l, Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O 0,06 g/l dan MgSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O 0,06 g/l. Hasil uji korosi berupa grafik tafel untuk tiap cuplikan, dan laju korosi ditentukan dengan mengamati  $I_{kor}$

(intensitas arus korosi) cuplikan dalam larutan Hanks. Pada grafik tafel terdapat kurve polarisasi yang menggambarkan hubungan antara potensial  $E_{kor}$  dalam satuan mV sebagai fungsi log arus  $I_{kor}$  dalam satuan  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ . Arus korosi tersebut menunjukkan jumlah ion-ion logam cuplikan yang larut dalam larutan Hanks; jika rapat arus korosi yang terukur besar, maka ion-ion cuplikan banyak yang terlarut ke dalam larutan Hanks sehingga cuplikan berada pada kondisi yang tidak stabil dan mengakibatkan permukaan cuplikan mengalami kerusakan karena bereaksi dengan lingkungannya.



**Gambar 1.** Kurve potensial sebagai fungsi log rapat arus korosi dari cuplikan stainless steel austenitik 316L yang diimplantasi ion nitrogen pada energi ion 60 keV dan dosis ion: (a)  $5 \times 10^{16} \text{ ion/cm}^2$ , (b)  $2 \times 10^{17} \text{ ion/cm}^2$ .

Pada Gambar 1.a. ditampilkan grafik kurve potensial sebagai fungsi log rapat arus korosi dari cuplikan stainless steel austenitik 316L yang terimplantasi ion nitrogen dengan dosis ion  $5 \times 10^{16} \text{ ion/cm}^2$ , dan Gambar 1.b. untuk cuplikan stainless steel austenitik 316L yang terimplantasi ion nitrogen dengan dosis ion  $2 \times 10^{17} \text{ ion/cm}^2$ , masing-masing pada energi ion 60 keV. Pada Gambar 1.a. terlihat bahwa rapat arus korosi cuplikan dalam larutan Hanks adalah  $193,42 \text{ } \mu\text{A}/\text{cm}^2$  dan pada Gambar 1.b. diperoleh rapat arus korosi cuplikan sebesar  $223,04 \text{ } \mu\text{A}/\text{cm}^2$ . Berdasarkan uji korosi yang dilakukan pada cuplikan stainless steel austenitik 316L sebelum proses implantasi ion dan setelah implantasi ion nitrogen untuk variasi dosis ion  $2 \times 10^{16} \text{ ion/cm}^2$ ,  $5 \times 10^{16} \text{ ion/cm}^2$ ,  $1 \times 10^{17} \text{ ion/cm}^2$  dan  $2 \times 10^{17} \text{ ion/cm}^2$  masing-masing pada energi ion 60 keV diperoleh grafik hubungan dosis ion nitrogen terhadap rapat arus korosi seperti yang ditampilkan pada Gambar 2.

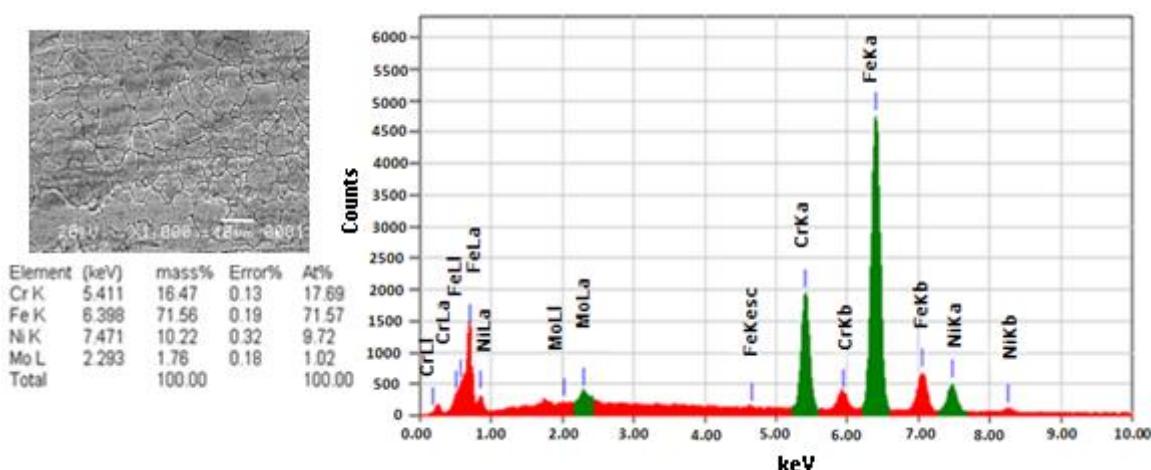


**Gambar 2.** Grafik hubungan dosis ion nitrogen yang diimplantasikan pada cuplikan stainless steel austenitik 316L terhadap rapat arus korosi dalam larutan Hanks.

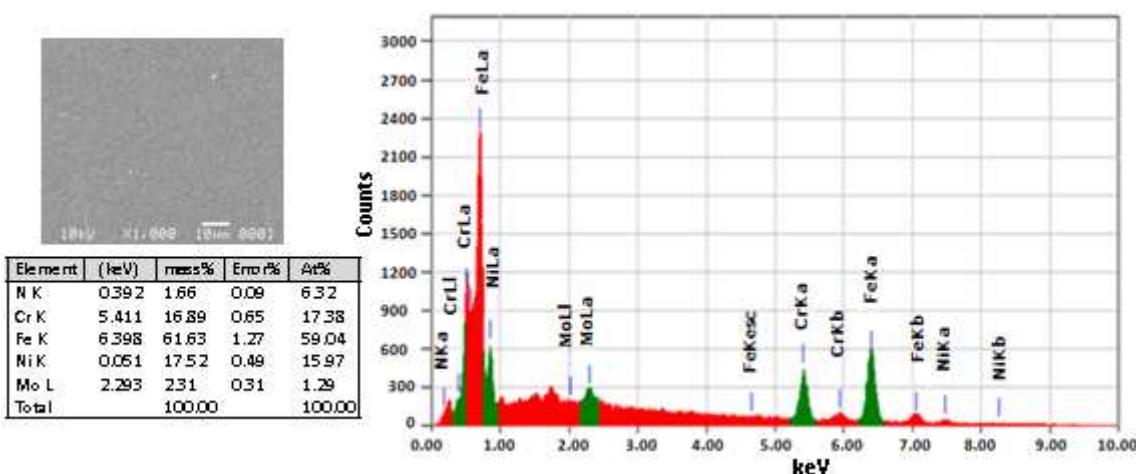
Berdasarkan Gambar 2 dapat diketahui bahwa rapat arus korosi yang sebanding dengan laju korosi mengalami penurunan cukup besar setelah proses implantasi ion nitrogen, dan mencapai nilai optimum pada dosis ion  $5 \times 10^{16} \text{ ion/cm}^2$ . Jika nilai rapat arus korosi optimum ini dibandingkan dengan rapat arus korosi cuplikan yang tidak diimplantasi ion nitrogen diketahui bahwa ketahanan korosinya meningkat dengan faktor 2,1. Hal ini disebabkan karena terbentuknya fase nitrida besi pada permukaan cuplikan, dan untuk memastikan terbentuknya fase nitrida besi tersebut dilakukan pengamatan dengan menggunakan teknik XRD. Selanjutnya

pada dosis ion yang lebih besar diperoleh sedikit peningkatan rapat arus korosi atau terjadi penurunan ketahanan korosi cuplikan; hal ini kemungkinan terjadinya peningkatan terbentuknya fase nitrida khrom, dan menyebabkan defisiensi khrom yang seharusnya membentuk oksida khrom sebagai lapisan pelindung pasif permukaan cuplikan dalam lingkungan korosif. Hasil yang serupa juga didapatkan oleh Muthukumaran dkk.<sup>(4)</sup> yang melakukan implantasi ion nitrogen dengan energi ion 100 keV dan dosis ion  $1 \times 10^{17}$  ion/cm<sup>2</sup> pada permukaan stainless steel AISI 316L, dan diperoleh peningkatan ketahanan korosi dan kekerasan cuplikan yang cukup signifikan. K.R. Jagdeo, dkk.<sup>(20)</sup> juga melakukan implantasi ion nitrogen pada cuplikan SS 316L untuk variasi dosis ion pada energi ion 60 keV, diperoleh ketahanan korosi optimum pada dosis ion  $1 \times 10^{17}$  ion/cm<sup>2</sup>.

Dalam penelitian ini juga dilakukan pengamatan struktur-mikro dan komposisi unsur permukaan cuplikan dengan menggunakan teknik SEM-EDAX. Dengan teknik ini dapat diketahui kandungan unsur nitrogen setelah proses implantasi ion, terutama yang berkaitan dengan terbentuknya lapisan nitrida dan perhitungan laju korosi cuplikan. Gambar 3 menampilkan hasil pengamatan struktur-mikro dan komposisi unsur dari cuplikan stainless steel austenitik 316L sebelum implantasi ion nitrogen. Berdasarkan analisis komposisi unsur diperoleh kandungan Fe 71,57% atom, Cr 17,69% atom, Ni 9,72% atom dan Mo 1,02% atom, dan tidak ditemukan unsur nitrogen pada permukaan cuplikan.

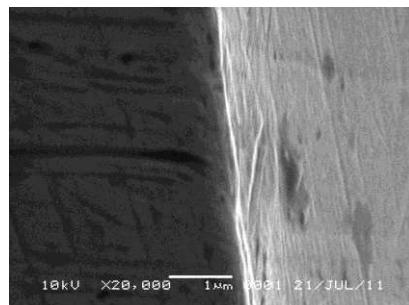


Gambar 3. Struktur-mikro cuplikan stainless steel austenitik 316L sebelum proses implantasi ion nitrogen.

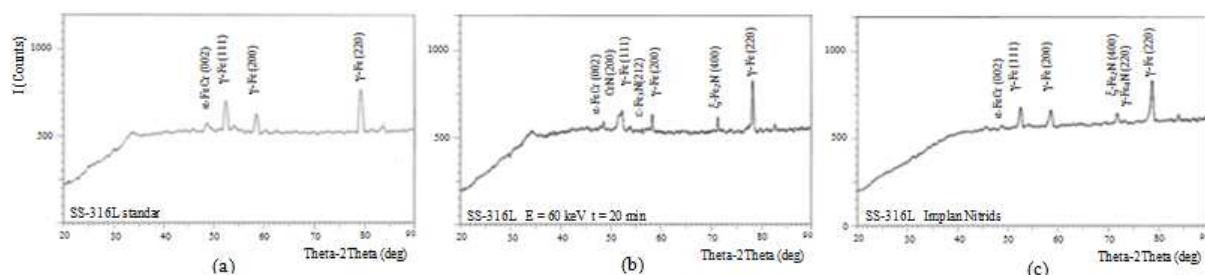


Gambar 4. Struktur-mikro cuplikan stainless steel austenitik 316L setelah implantasi ion nitrogen pada energi 60 keV dan dosis ion  $5 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>.

Pada penelitian ini dilakukan implantasi ion nitrogen untuk variasi dosis ion dalam interval  $2 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> hingga  $2 \times 10^{17}$  ion/cm<sup>2</sup>; dan Gambar 4 menampilkan salah satu hasil pengamatan struktur-mikro dan komposisi unsur dari cuplikan *stainless steel* austenitik 316L yang diimplantasi pada dosis ion  $5 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>. Berdasarkan Gambar 4 tersebut dapat diketahui bahwa komposisi unsur nitrogen yang terdeteksi pada permukaan cuplikan adalah sebesar 6,32% atom. Unsur nitrogen yang terimplantasi pada permukaan cuplikan tersebut yang diperkirakan membentuk lapisan tipis nitrida yang merupakan struktur fase nitrida besi dengan sifat istimewa, dan pada Gambar 5 diperlihatkan terbentuknya lapisan tipis nitrida yang berwarna putih pada permukaan cuplikan *stainless steel* austenitik 316L. Untuk memastikan terbentuknya struktur fase nitrida besi tersebut dilakukan pengamatan dengan menggunakan teknik XRD.



**Gambar 5.** Tampang lintang mikrograf SEM untuk cuplikan *stainless steel* austenitik 316L yang diimplantasi ion nitrogen dengan dosis ion  $5 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> dan pada energi ion 60 keV.



**Gambar 6.** Pola difraksi cuplikan *stainless steel* austenitik 316L : (a) sebelum proses implantasi ion nitrogen, (b) diimplantasi ion nitrogen pada dosis  $5 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> dan energi ion 60 keV, (c) diimplantasi ion nitrogen pada dosis  $5 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> dan energi ion 60 keV kemudian dilanjutkan dengan proses nitridasi ion pada suhu nitridasi 350 °C dan waktu nitridasi 4 jam.

Gambar 6.a. dan 6.b. menampilkan pola difraksi cuplikan *stainless steel* austenitik 316L sebelum proses implantasi ion nitrogen dan yang diimplantasi ion nitrogen pada dosis ion  $5 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> dan energi ion 60 keV. Berdasarkan informasi sudut hamburan, intensitas dan jarak antara bidang pada Gambar 6.b., setelah data-data tersebut dicocokan dengan JCPDS (*Joint Committee Powder on Diffraction Standards*), lapisan nitrida yang terbentuk pada permukaan cuplikan *stainless steel* austenitik 316L hasil implantasi ion nitrogen menghasilkan puncak-puncak CrN,  $\xi$ -Fe<sub>2</sub>N dan  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N.

Berdasarkan Gambar 6.b. teramati puncak  $\gamma$ -Fe (austenitik) pada sudut difraksi 43,9°, 51,1° dan 74,9°; juga puncak-puncak CrN,  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N dan  $\xi$ -Fe<sub>2</sub>N. Puncak CrN(200) dengan jarak antara bidang 2,07332 Å diperoleh pada sudut difraksi 43,6°, puncak  $\xi$ -Fe<sub>2</sub>N (212) terjadi pada sudut difraksi 50,8° dengan jarak antara bidang 1,79584 Å, dan puncak  $\xi$ -Fe<sub>2</sub>N (400) dengan jarak antara bidang 1,39992 Å pada sudut difraksi 66,7°. Nitrida besi  $\gamma$ -Fe<sub>4</sub>N adalah *the iron-richest stable phase* dalam sistem besi-nitrogen biner, dan juga fase nitrida besi biner lainnya seperti  $\xi$ -Fe<sub>2</sub>N dan  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N memiliki sifat istimewa antara lain sangat keras, tahan korosi dan tahan aus pada lapisan permukaan komponen-koponen besi dan baja<sup>(21)</sup>. Dengan demikian dapat dipastikan bahwa terjadi perubahan yaitu peningkatan ketahanan korosi dengan faktor 2,1 dari cuplikan *stainless steel*

austenitik 316L setelah proses implantasi ion nitrogen adalah karena terbentuknya fase nitrida besi  $\xi$ -Fe<sub>2</sub>N dan  $\varepsilon$ -Fe<sub>3</sub>N pada permukaan cuplikan.

Pada penelitian ini setelah diperoleh ketahanan korosi optimum yang dihasilkan dari implantasi ion nitrogen, selanjutnya dilakukan nitridasi ion pada suhu nitridasi optimum 350 °C dan waktu nitridasi optimum 4 jam. Cuplikan *stainless steel* austenitik 316L setelah proses nitridasi ion selanjutnya diuji ketahanan korosinya dalam larutan Hanks, dan dari grafik tafel teramat besarnya rapat arus korosi Ikor sebesar 138,68  $\mu$ A/cm<sup>2</sup>. Jika nilai rapat arus korosi hasil nitridasi ion tersebut dibandingkan dengan nilai rapat arus korosi hasil implantasi ion nitrogen optimum, ketahanan korosi cuplikan meningkat dengan faktor 1,4; dan jika dibandingkan dengan rapat arus korosi cuplikan standar, ketahanan korosi cuplikan naik dengan faktor 2,96. Untuk mengetahui struktur fase nitrida yang terbentuk, cuplikan hasil nitridasi ion diamati menggunakan teknik XRD.

Berdasarkan Gambar 6.c. dapat diketahui puncak  $\gamma$ -Fe (austenitik) yang terjadi pada sudut-sudut difraksi 43,9°, 51,1° dan 74,9°, juga puncak-puncak  $\xi$ -Fe<sub>2</sub>N dan  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N; sedangkan puncak CrN dan puncak  $\varepsilon$ -Fe<sub>3</sub>N tidak muncul. Puncak  $\xi$ -Fe<sub>2</sub>N(400) terjadi pada sudut difraksi 66,7° dengan jarak antara bidang 1,39992 Å dan puncak  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N(220) pada sudut difraksi 70,0° dengan jarak antara bidang 1,34198 Å. Dengan demikian dapat diketahui bahwa terjadinya peningkatan ketahanan korosi cuplikan *stainless steel* austenitik 316L dengan faktor 2,96 karena terbentuknya fase  $\xi$ -Fe<sub>2</sub>N dan  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N yang memiliki sifat ketahanan korosi yang sangat baik. Selain itu berdasarkan pola difraksi pada Gambar 6.c. diketahui tidak terbentuk fase CrN, sehingga terjadi efisiensi pembentukan lapisan oksida khrom sebagai lapisan pelindung pasif yang stabil pada permukaan cuplikan dalam lingkungan korosif.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil dan pembahasan seperti yang diuraikan tersebut di atas dapat diambil kesimpulan sebagai berikut. Berdasarkan pengamatan struktur mikro dan komposisi unsur permukaan cuplikan *stainless steel* austenitik 316L setelah implantasi ion nitrogen dapat diketahui bahwa komposisi unsur nitrogen yang terdeteksi pada permukaan cuplikan adalah sebesar 6,32% atom. Unsur nitrogen yang terimplantasi pada permukaan cuplikan tersebut yang diperkirakan membentuk lapisan tipis nitrida yang merupakan struktur fase nitrida besi dengan sifat istimewa. Dari hasil uji ketahanan korosi dari cuplikan *stainless steel* austenitik 316L setelah implantasi ion nitrogen, ketahanan korosi optimum diperoleh dengan dosis ion nitrogen  $5 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> dan pada energi ion 60 keV. Jika dibandingkan dengan cuplikan standar diperoleh peningkatan ketahanan korosi hingga faktor 2,1 yang disebabkan oleh terbentuknya fase  $\xi$ -Fe<sub>2</sub>N dan  $\varepsilon$ -Fe<sub>3</sub>N yang mempunyai sifat ketahanan korosi sangat baik. Setelah diperoleh ketahanan korosi optimum dari proses implantasi ion nitrogen, tahap berikutnya adalah dilakukan proses nitridasi ion dengan suhu nitridasi 350 °C dan waktu nitridasi 4 jam. Dari uji ketahanan korosi diperoleh peningkatan ketahanan korosi dengan faktor 2,96 karena terbentuknya fase  $\xi$ -Fe<sub>2</sub>N dan  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N yang memiliki sifat ketahanan korosi yang sangat baik. Selain itu berdasarkan pola difraksi dari cuplikan hasil nitridasi ion diketahui tidak terbentuk fase CrN, sehingga terjadi efisiensi pembentukan lapisan oksida khrom sebagai lapisan pelindung pasif yang stabil pada permukaan cuplikan dalam lingkungan korosif.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Kegiatan penelitian ini seluruhnya dibiayai oleh PIPKPP (Program Incentif Peningkatan Kemampuan Peneliti dan Perekayasa) tahun 2011 dari Kementerian Riset dan Teknologi. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada BATAN dan Kementerian Riset dan Teknologi yang telah membiayai kegiatan penelitian kami, sehingga penelitian ini dapat terlaksana dengan baik. Penulis juga menyampaikan ucapan terima kasih kepada Sdr. Sunarto yang telah membantu pelaksanaan implantasi ion.

## DAFTAR PUSTAKA

1. J. WANG, J. XIONG, Q. PENG, H. FAN, Y. WANG, G. LI, B. SHEN, *Materials Characterization*, Volume 60, Issue 3, March (2009) 197–203
2. S. NAGARAJAN, N. RAJENDRAN, *Corrosion Science*, Volume 51, Issue 2, February (2009) 217–224
3. SUDJATMOKO, B. SISWANTO, WIRJOADI, L. SUSITA R.M., *Jurnal Iptek Nuklir Ganendra*, Volume 16, Nomor 2, Juli (2013) 67-75
4. V. MUTHUKUMARAN, V. SELLADURAI, A.R. REGHURAJ, M. SENTHILKUMAR, *Acta Mechanica Slovaca*, Volume 14, Issue 1 (2010) 80-87
5. F.A.P. FERNANDES, S.C. HECK, R.G. PEREIRA, A. LOMBARDI-NETO, G.E. TOTTEN, L.C. CASTELETTI, *Journal Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, Volume 40, Issue 2 (2010) 175-179
6. M. DROUET, J.C. STINVILLE, P. VILLECHASE, J.P. RIVIERE, C. TEMPLIER, *The European Physical Journal Applied Physics*, Volume 43, Issue 03, September (2008) 349-351
7. A. NISHIMOTO, K. AKAMATSU, *Plasma Processes and Polymers*, Volume 6, Issue Supplement 1, June (2009) S306–S309
8. SUDJATMOKO, B. SISWANTO, WIRJOADI, L. SUSITA, R.M., *Jurnal Iptek Nuklir Ganendra*, Volume 15, Nomor 2, Juli (2012) 104-112
9. L. SUSITA, R.M., SUDJATMOKO, WIRJOADI, B. SISWANTO, R. HERLANI, "Efek Lapisan Nitrida Terhadap Ketahanan Korosi Permukaan Material Untuk Prostetik", Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah Teknologi Akselerator dan Aplikasinya, Volume 13, Januari (2012) 90-100
10. K.W.K. YEUNG, R.W.Y. POON, P.K. CHU, C.Y. CHUNG, X.Y. LIU, W.W. LU, D. CHAN, S.C.W. CHAN, K.D.K. LUK, K.M.C. CHEUNG, *Journal of Biomedical Materials Research Part A* DOI 10.1002/jbm.a, (2007) 403-414
11. A. MOTALEBI, M. NASR-ESFAHANI, R. ALI, M. POURRIAH, *Progress in Natural Science: Materials International*, Volume 22, Issue 5, October (2012) 392–400
12. A. ZIEBOWICZ, J. MARCINIAK, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, Volume 18, Issue 1-2 (2006) 199-202
13. S. NAGARAJAN, N. RAJENDRAN, *Journal Sol-Gel Sci Technol*, 52 (2009) 188-196
14. S. NAGARAJAN, M. MOHANA, P. SUDHAGAR, V. RAMAN, T. NISHIMURA, S. KIM, Y.S. KANG and N. RAJENDRAN, *Applied Materials and Interfaces*, 4 (2012) 5134-5141
15. SUDJATMOKO, S. SULAMDARI, S. SUGIARTO, L. SUSITA, T. SUJITNO, "Perubahan sifat-sifat mekanik bahan besi/baja/aluminium terhadap dosis dan energi ion nitrogen", Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah PPNY-BATAN, Yogyakarta 23-25 April (1996) 8-14
16. M. GHORANNEVISS, A. HOJABRI, M. BORGHEI, A. SHOKOUEH, *Journal Sci. I. A. U. (JSIAU)*, Vol. 16, No. 59, Spring (2006) 35-40
17. J. XU, C. ZHUO, J. TAO, S. JIANG, L. LIU, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 42 (2009) 1-12
18. J. PAYAMARA, M. GHORANNEVISS, *International Journal of Chem Tech Research*, Vol. 3, No. 1 (2011) 309-313
19. SUDJATMOKO, M.I.R. SUBKI, "Karakterisasi lapisan nitrida yang terbentuk pada permukaan besi akibat implantasi ion nitrogen", Prosiding Seminar Nasional Teknologi Akselerator dan Aplikasinya, Vol. 2, No. 1, November (2000) 186-189
20. K.R. JAGDEO, S. KADAM, M.R. NAIR, *International Refereed Journal of Engineering and Science (IRJES)*, Volume 1, Issue 4 (2012) 01-06
21. J. CWIEK, M. BACZYNsKA, *Archives of Materials Science and Engineering*, Volume 43, Issues 1, (2010) 3041