

Analisis Nilai Kekerasan dan Morfologi Presipitat pada Paduan Co-30Cr-5Mo-0,32C-0,23N Hasil Proses *Solution Treatment* dengan Variasi Temperatur

Fendy Rokhmanto^{1*}, Daniel Panghihutan Malau¹, Pradhita Putri Ariani², Benidiktus Tulung Prayoga², Ika Kartika¹, Aprilia Erryani¹, Made Subekti Dwijaya¹, Galih Senopati¹, Albertus Deny Heri Setyawan¹, Cahya Sutowo¹

¹Research Center for Metallurgy, National Research and Innovation Agency
Jl. Puspiptek Serpong Gd. 470, Kota Tangerang Selatan, Banten, Indonesia 15314

²Departemen Teknik Mesin Sekolah Vokasi Universitas Gadjah Mada
Sekip Unit 1 Catur Tunggal, Depok, Sleman Yogyakarta, Indonesia 55281

Abstrak

Paduan kobal banyak digunakan sebagai material implan orthopaedi karena faktor biokompatibilitas material, ketahanan korosi, sifat mekanis yang baik, dan juga sifat mampu bentuknya. Pada penelitian ini nilai kekerasan dimodifikasi melalui proses *heat treatment*. Proses *heat treatment* diharapkan dapat menurunkan nilai kekerasan paduan. Paduan Co-30Cr-5Mo-0.32C-0.23N hasil coran dihomogenisasi pada temperatur 1200 °C selama 12 jam dalam atmosfer argon. Kemudian paduan di-hot roll dengan preheat selama 1 jam pada temperatur 1250 °C. Lalu dilakukan proses *solution treatment* dengan variasi temperatur 1200, 1250, 1300 °C, selama 30 menit dalam atmosfer argon kemudian di-*quenching*. Karakterisasi paduan dengan pengamatan metalografi, SEM dan kekerasan memakai metode Vickers. Berdasarkan analisis dapat disimpulkan bahwa nilai kekerasan turun dan morfologi presipitat berubah dari starlike-dense pada kondisi setelah roll menjadi starlike-stripes pada kondisi setelah *solution treatment* dengan temperatur 1250 °C, serta jenis presipitat dari $M_{23}X_6$ pada kondisi as cast menjadi M_7X_3 pada kondisi setelah *solution treatment*. Demikian halnya dengan nilai kekerasan, turun hingga 392,5 HV pada kondisi *solution treatment* dengan temperatur 1250 °C.

Kata kunci: paduan kobal; material implan; perlakuan panas; *solution treatment*; presipitat

Abstract

[Title: The Effect of Solution Treatment Temperature Variations on Hardness and Precipitation of Co-30Cr-5Mo-0.32C-0.23N Alloy] Cobalt Alloys are widely used as orthopaedic implants because of its biocompatibility, good corrosion resistance, good mechanical properties and workability. In this paper, the hardness will be modified by the *solution treatment* process. The *heat treatment* process is expected to decrease the hardness of the alloy. The as-cast Co-30Cr-5Mo-0.32C-0.23N was being homogenized at 1200 °C for 12h in argon atmospheric followed by furnace cooling, then hot rolled with preheat at 1250 °C for 1h. The *solution treatment* was held at various temperatures of 1200, 1250, and 1300 °C for 30 minutes followed by *quenching*. Then the microstructure of Co-30Cr-5Mo-0.32C-0.23N alloys was observed by an optical microscope and SEM, and the hardness was observed with a Vickers hardness testing machine. According to the analysis, the *heat treatment* induced the hardness, morphology and types of the precipitate. After the *solution treatment* condition, the morphology also transforms from a starlike dense to a starlike stripe. The types of precipitate transform from $M_{23}X_6$ in as-cast to M_7X_3 after *solution treatment* condition at 1250 °C, likewise, the hardness value decreased to 392.5 HV.

*) Penulis Korespondensi.
E-mail: fendy.rokhmanto@gmail.com

Keywords: cobalt alloys; implant material; *heat treatment*; *solution treatment*; precipitate

1. Pendahuluan

Paduan kobal dikenal sebagai salah satu material biokompatibel, sehingga banyak digunakan sebagai material implan, khususnya material implan ortopedi. Beberapa contoh aplikasi dalam kedokteran bedah ortopedi adalah *knee joint* dan *hip joint*. Pemilihan paduan kobal terutama Co-Cr-Mo tidak lepas karena faktor biokompatibilitas material, ketahanan korosi dan sifat mekanis yang baik, dan juga sifat mampu bentuknya (Black & Hastings, 2016; Bombač dkk., 2007; Davis, 2000, 2003; Hermawan dkk., 2011; Kurosu dkk., 2006; Niinomi dkk., 2012; Öztürk dkk., 2006). Sifat mampu bentuk yang baik pada paduan kobal ini merupakan hasil modifikasi paduan melalui proses *heat treatment* (Herrera dkk., 2005; Mineta dkk., 2012a, 2012b; Muterlle dkk., 2010; Yamanaka dkk., 2014), hal ini perlu dilakukan karena hasil coran paduan kobal memiliki struktur interdendritik pada struktur mikronya (Bellefontaine, 2010; Kaiser dkk., 2014).

Kekuatan tarik, kekerasan dan ketangguhan juga merupakan sifat mekanis yang dapat dimodifikasi yang dalam hal ini dapat ditingkatkan melalui proses *thermomechanical treatment* (Kartika, 2016; Rokhmanto, Soegijono, dkk., 2017; Yamanaka dkk., 2019). Peningkatan sifat mekanis ini terjadi melalui mekanisme penghalusan butir, pengerasan regangan dan penguatan presipitat (Kartika, 2016; Narushima dkk., 2013). Selain proses *heat treatment*, modifikasi paduan Co-Cr-Mo juga dapat dilakukan dengan penambahan unsur pematunya Co-Cr-Mo, demikian halnya dengan laju korosinya (Herrera dkk., 2005; Rokhmanto dkk., 2018; Yamanaka dkk., 2019).

Pada penelitian sebelumnya dijelaskan bahwa proses *hot roll* mampu meningkatkan nilai kekerasan paduan Co-30Cr-5Mo-0.32C-0.23N (Rokhmanto dkk., 2021). Material dengan nilai kekerasan tinggi diketahui mempunyai kegetasan yang tinggi pula, sehingga tidak tepat bila digunakan sebagai material implan ortopedi, terutama pada area yang mengalami beban impak dinamis seperti pengganti sendi tulang. Oleh karena itu pada penelitian ini nilai kekerasan paduan Co-30Cr-5Mo-0.32C-0.23N akan diturunkan dengan proses *heat treatment*, dalam hal ini *solution treatment*, sedemikian

hingga kegetasan dapat diantisipasi ditandai dengan menurunnya kekerasan. Kemudian struktur mikro dan presipitat yang terbentuk akan dianalisis lebih lanjut.

2. Metode dan Bahan

Paduan Co-30Cr-5Mo-0.32C-0.23N yang digunakan pada penelitian ini merupakan hasil coran. Komposisi paduan ditunjukkan pada Tabel 1. Proses pengecoran dilakukan di PT. Metinca dengan metode *investment casting*. Produk hasil coran (*as cast*) kemudian dipotong menggunakan mesin bubut seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1. Material paduan kemudian dihomogenisasi pada temperatur 1200 °C, selama 12 jam dalam atmosfer argon dengan pendinginan lambat di dalam tungku. Proses selanjutnya adalah *hot roll* dengan *preheat* selama 1 jam pada temperatur 1250 °C. *Solution treatment* dengan variasi temperatur 1200, 1250, 1300 °C, dilaksanakan selama 30 menit di dalam atmosfer argon yang kemudian diikuti dengan pendinginan cepat dengan media air (*quenching*).

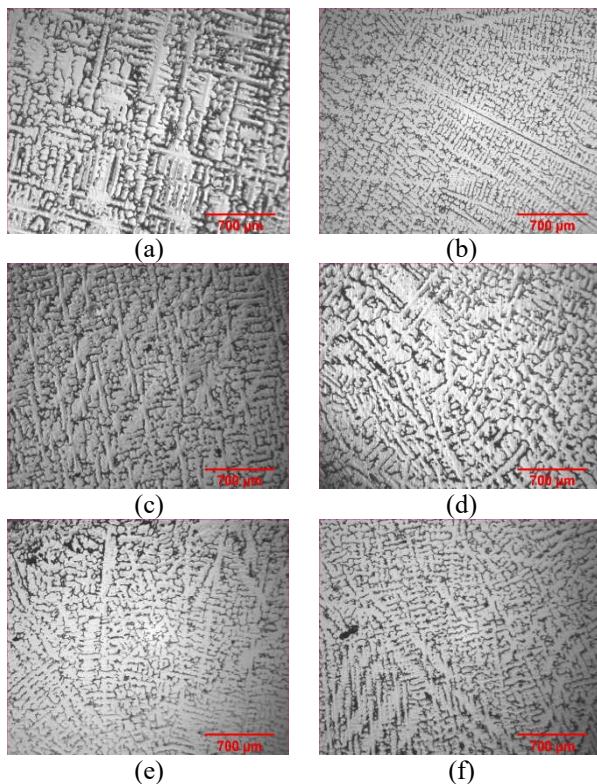
Karakterisasi paduan dilakukan pada setiap kondisi percobaan. Karakterisasi yang dilakukan adalah pengamatan metalografi, SEM dan kekerasan dengan metode Vickers. Pada pengamatan metalografi dan SEM, sampel dipreparasi terlebih dahulu, preparasi yang dilakukan adalah pengampelasan dengan kertas ampelas kasar (grid 400) sampai dengan halus (grid 1200), dilanjutkan dengan pemolesan dengan larutan poles alumina dengan kekasaran hingga 0,01µm. Sampel hasil poles kemudian dietsa dengan metode *electrolytic etching* dengan tegangan 6 volt, menggunakan metanol 10% dan H₂SO₄. Pengamatan metalografi dilakukan menggunakan mikroskop optik Olympus dan SEM JEOL, demikian juga dengan pengamatan EDX-nya. Uji keras dilakukan menggunakan *microhardness tester* Mitutoyo HM-200 dengan metode Vickers.



Gambar 1. Paduan *as cast*

Tabel 1. Komposisi paduan

Unsur	Komposisi
Co	Balance
Cr	30%
Mo	5%
N	0,23%
C	0,32%
Fe	0,75% - 1%
Si	Max 1%
Ni	Max 0,5%
Mn	0,06%

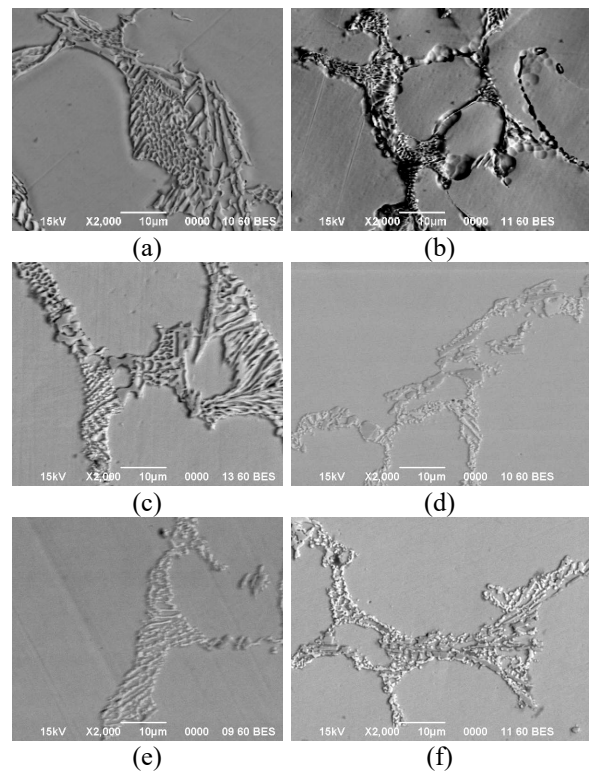


Gambar 2. Mikrostruktur paduan pada kondisi; (a) *as cast*, (b) homogenisasi, (c) *hot roll*, dan variasi temperatur *solution treatment*, (d) 1200 °C, (e) 1250 °C, (f) 1300 °C, perbesaran 100×

3. Hasil dan Diskusi

Gambar 2 merupakan foto mikrostruktur paduan Co-30Cr-5Mo-0.32C-0.23N. Tampak pada Gambar 2a struktur mikro yang terbentuk pada kondisi hasil coran adalah terbentuknya presipitat interdendritik dalam matriks dendritik cobalt. Presipitat kemudian menyebar merata dan terbentuk pada batas butir setelah material paduan mengalami proses homogenisasi, seperti yang tampak pada Gambar 2b. Presipitat pada paduan cobalt terbentuk karena adanya difusi karbon dan nitrogen dalam paduan pada matriks γ akibat proses laku panas (Alfirano dkk., 2012; Mineta dkk., 2012a; Narushima dkk., 2013).

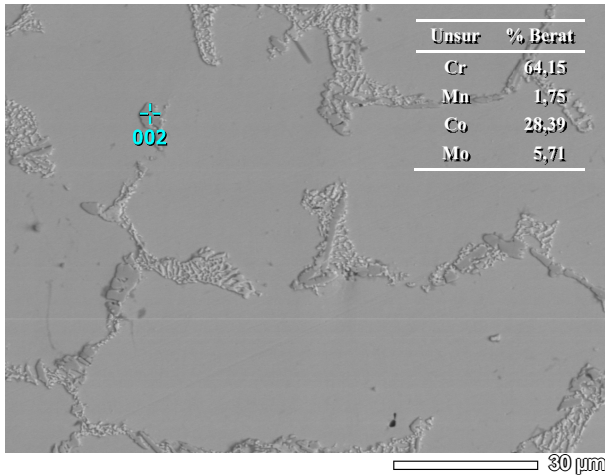
Mikrostruktur paduan pada kondisi setelah pengerolan panas tampak berbentuk lamelar, seperti yang terlihat pada Gambar 2c, hal ini disebabkan adanya deformasi selama proses pengerolan, arah struktur lamelar searah dengan arah pengerolan. Struktur lamelar perlahan memudar seiring dengan proses *solution treatment* dengan variasi temperatur proses, seperti yang terlihat pada Gambar 2d, 2e dan 2f. Presipitat yang terbentuk pada kondisi setelah *solution treatment* nampak lebih banyak terkumpul di batas butir dengan morfologi



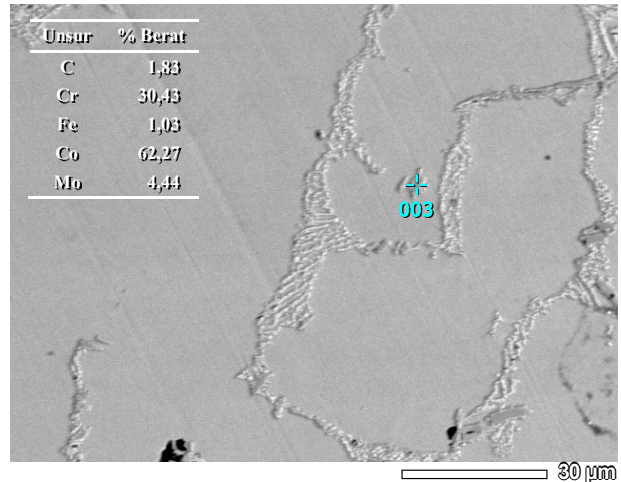
Gambar 3. Foto BSE-SEM paduan pada kondisi; (a) *as cast*, (b) homogenisasi, (c) *hot roll*, dan variasi temperatur *solution treatment*, (d) 1200 °C, (e) 1250 °C, (f) 1300 °C, perbesaran 2000×

yang berbeda bila dibandingkan dengan kondisi setelah homogenisasi dan hasil coran (*as cast*). Perbedaan persebaran presipitat dan morfologi presipitat diakibatkan oleh laju pendinginan paduan, dengan laju pendinginan yang berbeda maka jumlah dan morfologi jenis presipitat yang terbentuk juga akan berbeda (Narushima dkk., 2013). Jenis presipitat paduan pada berbagai kondisi tampak pada foto *backscattered-SEM* pada Gambar 3.

Gambar 3a merupakan morfologi presipitat pada kondisi hasil coran, tampak adanya pola garis-garis pada presipitat yang terbentuk, hal ini mengindikasikan jenis presipitat $M_{23}X_6$, dimana M adalah unsur logam dan X adalah unsur Karbon atau Nitrogen (Narushima dkk., 2013). Jenis presipitat yang terbentuk pada kondisi setelah *solution treatment* adalah tipe M_7X_3 (*starlike with complicated microstructures*) dimana M adalah unsur logam dan X adalah unsur Karbon atau Nitrogen (Narushima dkk., 2013), hal ini diindikasikan dengan adanya struktur tak beraturan dalam morfologi presipitat *starlike*, seperti yang terlihat pada Gambar 3b, 3c, 3d, dan 3f, dengan morfologi yang terbentuk adalah *starlike-dense* maupun *starlike-stripe*. Morfologi presipitat *blocky dense* juga teramati pada kondisi setelah dilakukan



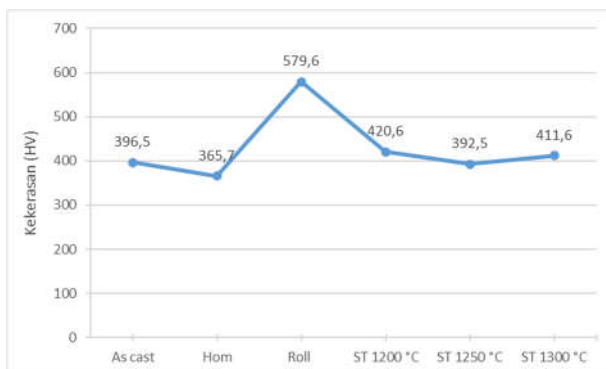
Gambar 4. Analisis semi-kuantitatif EDX komposisi paduan pada temperatur homogenisasi 1300 °C



Gambar 5. Analisis semi-kuantitatif EDX komposisi paduan pada temperatur homogenisasi 1250 °C

homogenisasi, morfologi ini diindikasikan dengan adanya bentuk bulatan-bulatan kecil dalam matriksnya. Morfologi *blocky dense* ini merupakan jenis presipitat σ -phase yang mempunyai ikatan intermetalik, sedangkan presipitat yang terbentuk merupakan presipitat Karbida ataupun Nitrida (Narushima dkk., 2013).

Morfologi *blocky dense* teramati pada Gambar 4, yang merupakan analisis semi-kuantitatif SEM-EDX komposisi paduan pada temperatur homogenisasi 1300 °C. Pada Gambar 4 tersebut tampak bahwa titik 002 berada pada presipitat σ -phase. Hal ini terkonfirmasi bahwa pada titik tersebut kaya akan unsur Co dan Cr yang berikatan secara intermetalik sehingga terbentuk σ -phase (Narushima dkk., 2013). Sedangkan pada Gambar 5, tampak bahwa presipitat yang terbentuk adalah $M_{23}X_6$ dimana terkonfirmasi adanya unsur Karbon pada titik 003. Gambar 5 merupakan analisis semi-kuantitatif SEM-EDX komposisi paduan pada temperatur homogenisasi 1250 °C.



Gambar 6. Nilai kekerasan paduan pada berbagai kondisi percobaan

Gambar 6 merupakan grafik nilai kekerasan paduan pada setiap kondisi proses. Nilai kekerasan tertinggi adalah 579,6 HVN pada kondisi setelah pengerolan, sedangkan nilai terendah berada pada kondisi setelah proses homogenisasi yaitu 365,7 HVN. Nilai kekerasan pada kondisi setelah homogenisasi ini turun bila dibandingkan dengan nilai kekerasan pada kondisi hasil coran karena difusi karbon, nitrogen dan elemen lain dalam matriks sehingga kelarutan paduan menjadi lebih homogen (Rokhmanto, Soegijono, dkk., 2017). Kelarutan ini juga terkonfirmasi dalam Gambar 2b, dengan tersebarnya presipitat dalam matriks dan menghilangnya presipitat interdendritik. Penguatan material, dalam hal ini peningkatan keuletan yang berbanding terbalik dengan penurunan kekerasan paduan dipengaruhi oleh mekanisme *solid solution strengthening*. Sedangkan peningkatan kekerasan pada kondisi setelah proses pengerolan panas melalui mekanisme *strain hardening* dan *precipitation hardening* selama proses laku panas (Black & Hastings, 2016; Davis, 2000).

Nilai kekerasan tertinggi diperoleh pada kondisi setelah perlakuan *hot roll*, hal ini diakibatkan adanya proses termomekanikal, dalam hal ini *hot roll*. Proses termomekanikal mengakibatkan deformasi plastis dan dislokasi sehingga kekerasan paduan meningkat (Rokhmanto dkk., 2021; Rokhmanto, dkk., 2017). Selain itu proses termomekanikal juga mengakibatkan perubahan morfologi presipitat yang juga mempengaruhi nilai kekerasan paduan (Rokhmanto dkk., 2021). Pada Gambar 3b tampak adanya presipitat *blocky dense*, namun setelah dilakukan proses *hot roll*, presipitat bertransformasi menjadi *starlike* seutuhnya, seperti yang tampak pada Gambar 3c.

Nilai kekerasan pada kondisi setelah *solution treatment*, turun secara signifikan bila dibandingkan dengan kondisi setelah *hot roll* dari 579,6 HVN menjadi

392,5 HVN pada kondisi setelah *solution treatment* pada temperatur 1250 °C. Hal ini terjadi karena dislokasi yang terjadi kembali terurai akibat proses laku panas. Demikian halnya dengan presipitat yang terbentuk, pada kondisi setelah pengerolan panas tampak morfologi *starlike-dense* sedangkan pada kondisi setelah *solution treatment* pada temperatur 1250 °C adalah *starlike-stripes*. Variasi temperatur *solution treatment* tampak tidak memberikan efek signifikan dalam nilai kekerasan paduan seperti terlihat pada Gambar 6 maupun pembentukan presipitat baik morfologi maupun jenisnya seperti terlihat pada Gambar 2d, 2e, 2f, dan Gambar 3d, 3e, 3f.

4. Kesimpulan

Telah dilakukan analisis nilai kekerasan dan struktur mikro paduan Co-30Cr-5Mo-0.32C-0.23N pada kondisi *as cast* hingga setelah proses *solution treatment*. Berdasarkan analisis dapat disimpulkan bahwa proses *heat treatment* dan *thermomechanical treatment* mempengaruhi nilai kekerasan dan perubahan morfologi dari *starlike-dense* pada kondisi setelah *roll* menjadi *starlike-stripes* untuk kondisi setelah *solution treatment* pada temperatur 1250 °C, serta jenis presipitat dari $M_{23}X_6$ pada kondisi *as cast* menjadi M_7X_3 pada kondisi setelah *solution treatment*. Nilai kekerasan tertinggi pada kondisi setelah *hot roll*, 579,6 HVN dan terendah pada *solution treatment* pada temperatur 1250 °C, 392,5 HVN. Proses *solution treatment* terbukti dapat menurunkan nilai kekerasan namun variasi temperatur tidak memberikan dampak signifikan terhadap nilai kekerasan dan morfologi serta jenis presipitat yang terbentuk setelah proses *hot roll*.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada PRM – BRIN atas pendanaan yang telah diberikan, serta untuk semua tim yang telah membantu dalam pelaksanaan penelitian ini.

Daftar Pustaka

- Alfirano, Mineta, S., Namba, S., Yoneda, T., Ueda, K., & Narushima, T. (2012). Precipitates in Biomedical Co-Cr-Mo-C-N-Si-Mn Alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A 2012* 43:6, 43(6), 2125–2132.
- Bellefontaine, G. (2010). *The corrosion of CoCrMo alloys for biomedical applications*.
- Black, J., & Hastings, G. W. (2016). Handbook of Biomaterial Properties. Dalam W. Murphy, J. Black, & G. Hastings (Ed.), *Springer US*. Springer New York.
- Bombač, D., Brojan, M., Fajfar, P., Kosel, F., & Turk, R. (2007). Review of materials in medical applications. *RMZ – Materials and Geoenvironment*, 54(4), 471–499.
- Davis, J. R. (2000). Nickel, Cobalt, and Their Alloys. *ASM International: Materials Park, OH*, 7–13.
- Davis, J. R. (2003). *Handbook of materials for medical devices*. 341.
- Hermawan, H., Ramdan, D., & Djuansjah, J. R. P. (2011). Metals for Biomedical Applications. *Biomedical Engineering - From Theory to Applications*.
- Herrera, M., Espinoza, A., Méndez, J., Castro, M., López, J., & Rendón, J. (2005). Effect of C content on the mechanical properties of solution treated as-cast ASTM F-75 alloys. *Journal of Materials Science. Materials in Medicine*, 16(7), 607–611.
- Kaiser, R., Williamson, K., O'Brien, C., Ramirez-Garcia, S., & Browne, D. J. (2014). Effects of hot isostatic pressing and heat treatment on cast cobalt alloy. *Materials Science and Technology*, 31(11), 1298–1304.
- Kartika, I. (2016). Pengaruh Penambahan Mangan Terhadap Sifat Mampu Tempa Paduan Co-35Cr-5Mo untuk Aplikasi Implan. *Metalurgi*, 27(2), 95–104.
- Kurosu, S., Nomura, N., & Chiba, A. (2006). Effect of Sigma Phase in Co-29Cr-6Mo Alloy on Corrosion Behavior in Saline Solution. *MATERIALS TRANSACTIONS*, 47(8), 1961–1964.
- Mineta, S., Alfirano, Namba, S., Yoneda, T., Ueda, K., & Narushima, T. (2012a). Precipitates in Biomedical Co-28Cr-6Mo-(0–0.41)C Alloys Heat-Treated at 1473 K to 1623 K (1200 °C to 1350 °C). *Metallurgical and Materials Transactions A 2012* 43:9, 43(9), 3351–3358.
- Mineta, S., Alfirano, Namba, S., Yoneda, T., Ueda, K., & Narushima, T. (2012b). Phase and Formation/Dissolution of Precipitates in Biomedical Co-Cr-Mo Alloys with Nitrogen Addition. *Metallurgical and Materials Transactions A 2012* 44:1, 44(1), 494–503.
- Muterlle, P. v., Zendron, M., Perina, M., Bardini, R., & Molinari, A. (2010). Microstructure and tensile properties of metal injection molding Co-29Cr-6Mo-0.23C alloy. *Journal of Materials Science*, 45(4), 1091–1099.
- Narushima, T., Mineta, S., Kurihara, Y., & Ueda, K. (2013). Precipitates in Biomedical Co-Cr Alloys. *JOM 2013* 65:4, 65(4), 489–504.
- Niinomi, M., Nakai, M., & Hieda, J. (2012). Development of new metallic alloys for biomedical applications. *Acta Biomaterialia*, 8(11), 3888–3903.
- Öztürk, O., Türkan, U. ur, & Eroğlu, A. E. (2006). Metal ion release from nitrogen ion implanted CoCrMo orthopedic implant material. *Surface and Coatings Technology*, 200(20–21), 5687–5697.

- Rokhmanto, F., Senopati, G., Sutowo, C., Nyoman, I., Putrayasa, G., Darsono, N., & Kartika, I. (2017). Perlakuan Termomekanikal Ingot Paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N. *Prosiding Semnastek*, 0(0).
- Rokhmanto, F., Soegijono, B., & Kartika, I. (2017). Pengaruh Penambahan Karbon Dan Nitrogen Terhadap Mikrostruktur, Kekuatan Tarik Dan Mampu Bentuk Paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni [Influence of Additional Carbon And Nitrogen on Microstructure, Tensile Strength And Workability of Co- 28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni]. *Metalurgi*, 31(3), 138–149.
- Rokhmanto, F., Sutowo, C., & Kartika, I. (2018). Influence of Carbon and Nitrogen Addition on The Corrosion Resistance of Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni Alloys. *Widyariset*, 4(1), 1–8.
- Rokhmanto, F., Yuriansyah, & Alfirano. (2021). Effect of homogenizing temperature and percent reduction of hot roll into Co-30Cr-5Mo-0.32C-0.23N hardness and precipitate forms. *AIP Conference Proceedings*, 2382(1), 030005.
- Yamanaka, K., Mori, M., & Chiba, A. (2014). Effects of nitrogen addition on microstructure and mechanical behavior of biomedical Co–Cr–Mo alloys. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 29, 417–426.
- Yamanaka, K., Mori, M., Kartika, I., Anwar, M. S., Kuramoto, K., Sato, S., & Chiba, A. (2019). Effect of multipass thermomechanical processing on the corrosion behaviour of biomedical Co–Cr–Mo alloys. *Corrosion Science*, 148, 178–187.