



## FENOMENA *TEMPER EMBRITTELEMENT* PADA BAJA MARTENSITIK AISI 410 UNTUK APLIKASI *STEM GATE VALVE 20'' CLASS 150 GRADE WCB*

Galih Senopati\*, Cahya Sutowo, Efendi Mabruhi

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI  
Gedung 470, Kawasan Puspiptek, Tangerang Selatan  
E-Mail: \* gali002@lipi.go.id

Masuk Tanggal : 07-01-2016, revisi tanggal : 29-02-2016, diterima untuk diterbitkan tanggal 30-04-2016

### Intisari

*Temper embrittlement* merupakan fenomena penurunan kekuatan dari material baja yang disebabkan oleh proses *tempering* pada rentang temperatur tertentu. Beberapa kasus *temper embrittlement* ditemukan pada baja martensitik. Pada studi kali ini dilakukan pengamatan terhadap *stem gate valve* pada sistem perpipaan minyak mentah yang mengalami patah. *Stem gate valve* tersebut terbuat dari baja tahan karat martensitik tipe AISI 410. Kemudian dilakukan beberapa pengujian untuk mengetahui proses terjadinya patah pada *stem gate valve* yang meliputi pemeriksaan visual, analisa komposisi kimia dengan OES (*optical emission spectrometer*) dan EDS (*energy dispersive spectrometry*), pengamatan metalografi dengan OM (*optical microscopy*) dan SEM (*scanning electron microscopy*), fraktografi dengan SEM, serta uji keras Rockwell. Hasil pemeriksaan pada *stem gate valve* menunjukkan komposisi Cr adalah 13,65-13,67 %berat atau melebihi batas atas standar AISI 410 yaitu 13,5 %berat. Dari pengamatan struktur mikro diketahui material *stem gate valve* dalam kondisi telah dilakukan proses *tempering* dan teramati adanya *secondary crack*. Dari pengamatan fraktografi diketahui jenis retakan pada permukaan *stem* yang patah adalah retakan antar butir (*intergranular crack*) yang mengindikasikan terjadinya proses *temper embrittlement* pada saat proses *tempering* material *stem gate valve*.

**Kata Kunci:** *Temper embrittlement, Stem gate valve, Baja martensitik, Intergranular crack*

### Abstract

*Temper embrittlement* is a phenomenon that will decrease the toughness of steel due to tempering process at a certain temperature range. This phenomenon has been found in martensitic steel. This research is investigated the failure in stem gate valve of crude oil pipeline system. The stem gate valve material is made of stainless steel AISI 410. Several examinations were done to study cause of failure in stem gate valve such as visual inspection, chemical composition test using OES (*optical emission spectrometer*) and EDS (*energy dispersive spectrometry*), metallography observation by using optical microscopy (OM) and SEM (*scanning electron microscopy*), fractography using SEM, and Rockwell hardness test. Chemical composition test result on stem gate valve showed 13.65-13.67 wt.% Cr. The content of Cr in stem material is out from the required composition of AISI standard with the requirement of Cr amount 13.5 wt.%. Fractography result on the surface of failure stem area by SEM was observed intergranular crack followed by secondary crack. Its indicated that stem gate valve failure was caused by temper embrittlement due to tempering process.

**Keywords:** *Temper embrittlement, Stem gate valve, Martensitic steel, Intergranular crack*

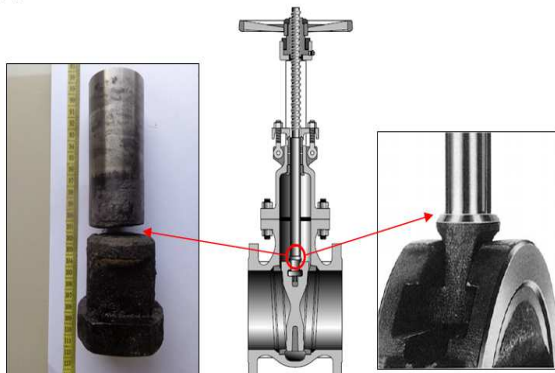
## 1. PENDAHULUAN

*Valve* (katup) adalah alat yang digunakan untuk mengatur, mengarahkan, dan mengontrol aliran fluida. Ada beberapa jenis *valve* yang sering digunakan seperti *gate valve*, *globe valve*, *ball valve*, *butterfly valve*, *check valve*,

dan *safety valve*. Dalam pemilihan *valve* yang akan digunakan ada beberapa parameter yang diperhitungkan yaitu, fluida yang digunakan, fungsi yang dibutuhkan, kondisi operasi, karakteristik aliran dan gesekan, ukuran dari *valve*, serta kebutuhan khusus lain seperti dapat

membuka dengan cepat. *Gate valve* merupakan salah satu jenis *valve* yang berfungsi untuk membuka dan menutup aliran fluida dalam sistem perpipaan. *Gate valve* bekerja dengan cara membuka penutupnya dalam kondisi penuh (sempurna) untuk mengalirkan fluida atau menutup secara penuh untuk menutup aliran fluida<sup>[1]</sup>.

*Stem gate valve* merupakan komponen *gate valve* berbentuk tangkai/batang yang terhubung dengan *disc* (gerbang) yang berfungsi menutup dan membuka aliran fluida. Dalam studi ini dilakukan penelitian terhadap *stem gate valve* yang mengalami kerusakan pada sistem perpipaan minyak mentah di perusahaan yang bergerak dalam bidang eksplorasi minyak bumi. *Gate valve* yang digunakan adalah *class 150 grade WCB* dengan diameter 20" terbuat dari besi cor. *Class 150* menunjukkan *valve* beroperasi pada tekanan maksimum 150 Psi atau setara dengan 10 Bar sedangkan *grade WCB* menunjukkan standar ASTM *wrought carbon grade B*. Kerusakan terjadi pada bagian *stem* pada posisi yang dekat dengan bagian *disc* (*tee-head disc-stem connection*) seperti yang terlihat pada Gambar 1.



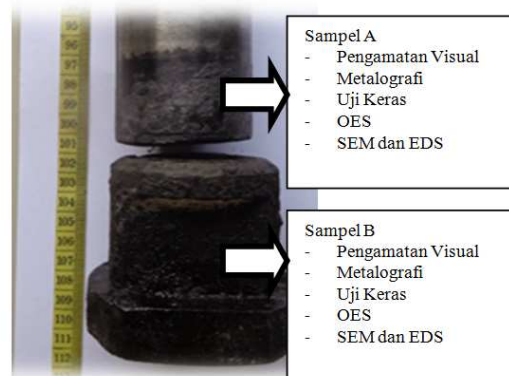
Gambar 1. Posisi *stem* yang patah pada *Gate Valve Class 150*

*Stem gate valve* terbuat dari baja tahan karat tipe AISI 410. Baja tahan karat tipe AISI 410 adalah baja tahan karat martensitik dengan unsur pepadu yang dominan adalah karbon dan krom. Baja tahan karat tipe AISI 410 dapat bertahan pada lingkungan yang tingkat korosinya rendah. Kandungan karbon maksimum sebanyak 0,15 %berat dan kromium yaitu sebanyak 11,5 – 13,5 %berat. Keberadaan unsur karbon dan kromium bertujuan untuk mendapatkan struktur martensit setelah proses *hardening*<sup>[2]</sup>. Baja tahan karat martensitik dapat memiliki rentang kekuatan mekanik yang cukup lebar dengan melakukan proses laku panas yang berbeda. Dengan mengontrol mikrostruktur pada saat proses austenisasi dan

temperisasi akan didapatkan kombinasi yang menarik antara kekuatan mekanik yang tinggi dan ketahanan korosi yang baik. Namun pada saat dilakukan temperisasi pada temperatur 450 - 600 °C kekuatan impak dari baja tahan karat martensitik akan menurun drastis. Fenomena menurunnya kekuatan impak baja tahan karat martensitik pada rentang temperatur 400 - 600 °C dikenal dengan istilah *temper embrittlement*<sup>[3]</sup>. Bentuk patahan dari *temper embrittlement* adalah intergranular yang menjalar pada batas butir. Ada beberapa perbedaan pendapat mengenai penyebab utama terjadinya *temper embrittlement*. Ada penelitian yang menyebutkan bahwa *temper embrittlement* disebabkan impuritas berupa presipitat karbida pada batas butir<sup>[4,5]</sup>, namun ada juga yang menyebutkan bahwa impuritas berupa elemen Pb dan S pada batas butir saat proses temperisasi merupakan penyebab utama terjadinya *temper embrittlement*<sup>[6-7]</sup>. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menentukan penyebab patahnya *stem gate valve* dengan beberapa pendekatan antara lain analisa visual, fraktografi, metalografi, uji keras, dan analisa komposisi kimia dengan OES (*optical emission spectroscopy*) maupun EDS (*energy dispersive spectroscopy*).

## 2. PROSEDUR PERCOBAAN

Material yang akan diuji adalah *stem gate valve* yang mengalami kerusakan berupa patah pada posisi dekat dengan *stem disc*. Untuk menganalisa penyebab terjadinya kegagalan dilakukan serangkaian pengujian. Posisi pengambilan sampel pengujian ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Pengambilan sampel pada komponen *stem gate valve* yang mengalami kerusakan untuk dilakukan beberapa pengujian

Pemeriksaan visual merupakan pengamatan pada permukaan material yang mengalami kerusakan. Pemeriksaan visual dilakukan untuk mengetahui kemungkinan indikasi

penyebab terjadinya kerusakan atau kegagalan/patah pada material *stem gate valve* berdasarkan kondisi permukaan patahan. Dengan pengamatan visual dapat dilihat pola-pola khusus atau tanda-tanda khusus yang disebabkan oleh tipe pembebanan tertentu yang diterima komponen *stem gate valve* sebelum terjadi kegagalan sehingga dapat dilakukan prediksi jenis kegagalan yang dialami komponen untuk selanjutnya dapat dilakukan pengujian yang mengarah pada prediksi awal.

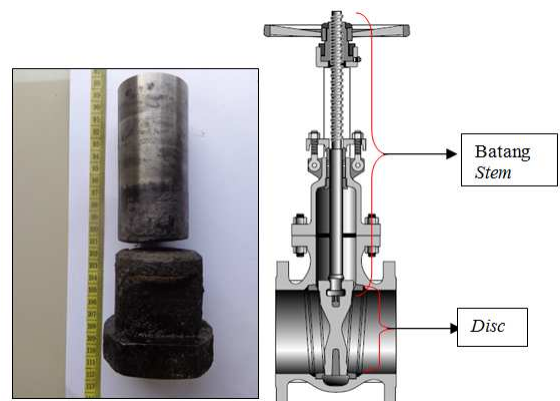
Analisa komposisi kimia dilakukan dengan menggunakan OES dan menggunakan EDS untuk analisa komposisi kimia pada daerah tertentu. Tujuan analisa komposisi kimia adalah untuk mengetahui kesesuaian komposisi kimia material yang mengalami kerusakan dengan standar yang dipersyaratkan. Pengamatan metalografi dilakukan pada dua bagian *stem* yang patah yaitu pada area permukaan patahan dan pada area yang jauh dari patahan. Spesimen yang akan diamati dipotong menggunakan gergaji mekanik kemudian dilakukan *mounting*, dipoles, dan dietsa dengan larutan *Kalling's reagent*. Kemudian dilakukan pengamatan dan pemotretan dengan menggunakan mikroskop optik OLYMPUS DP 12.

Pengamatan fraktografi dilakukan pada permukaan patahan terutama bagian atas dari *stem* yang patah (Sampel A). Tujuan dari fraktografi adalah untuk mengetahui ciri-ciri patahan yang terjadi sehingga dapat diketahui kronologis terjadinya kerusakan dan faktor penyebab kerusakan pada *stem gate valve*. Pengamatan fraktografi dilakukan dengan menggunakan alat SEM (*scanning electron microscope*) merek JEOL. Uji keras dilakukan dengan metode *Rockwell* sesuai dengan standar ASTM E 18-98 untuk mengetahui harga kekerasan sebenarnya dari material *stem* yang mengalami kerusakan sehingga dapat dibandingkan dengan harga kekerasan standar yang dipersyaratkan dari material tersebut.

### 3. HASIL DAN DISKUSI

#### A. Hasil Pemeriksaan Visual

Berdasarkan hasil pemeriksaan secara visual pada kedua permukaan patahan material *stem gate valve* diketahui bahwa patahan terjadi pada posisi dekat dengan *disc* seperti ditunjukkan pada Gambar 3. Pada Gambar 3 juga menunjukkan bahwa bidang patahan rata dan tegak lurus arah *stem* yang menandakan patah getas.



Gambar 3. Posisi patahan pada komponen *stem gate valve*

Terdapat area gelap yang menunjukkan patahan lama dan area terang atau kilap yang menunjukkan patahan baru yang ditunjukkan pada Gambar 4. Dari Gambar 4 juga dapat diperkirakan persentase luas permukaan area yang hitam yang merupakan patahan lama sekitar 60%, sedangkan persentase luas permukaan area kilap/terang sekitar 40%. Pada kedua permukaan teramati tidak terjadi deformasi. Deformasi pada bidang patahan dapat diamati dengan adanya tanda berupa garis pantai/*beachmark*. Sedangkan pada permukaan patahan *stem* tidak teramati adanya tanda deformasi berupa garis pantai/*beachmark*. Pada area kilap teramati bekas gesekan antara kedua permukaan patahan dan terjadi sebelum material *stem gate valve* patah total, sedangkan pada area warna hitam menunjukkan material telah teroksidasi karena bersentuhan langsung dengan minyak mentah. Dari ciri-ciri tersebut menunjukkan kegagalan pada *stem gate valve* merupakan patah getas (Gambar 4).



Gambar 4. Permukaan patahan *stem* bagian atas (sampel A) dan bagian bawah (sampel B)

Pada daerah dekat dengan permukaan patahan teramati lekukan sedalam 2 mm berbentuk seperti *fillet* hasil proses pembubutan (Gambar 5), dimana *fillet* seperti ini tidak seharusnya ada pada batang *stem* yang dapat memicu terjadinya kegagalan.



Gambar 5. Stem yang patah teramati adanya fillet

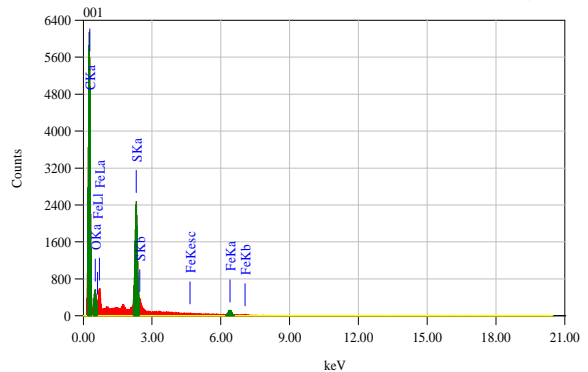
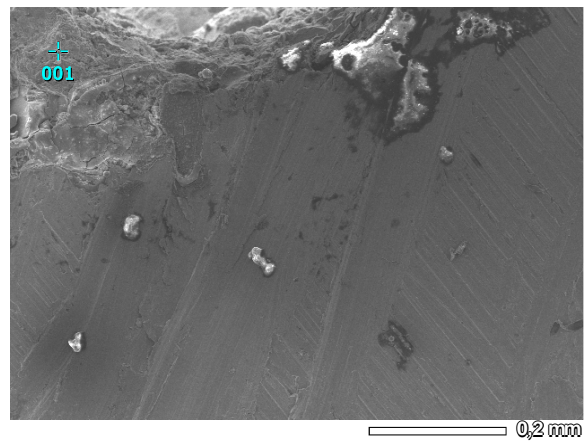
### B. Hasil Analisa Komposisi Kimia

Tabel 1 menunjukkan hasil analisa komposisi kimia menggunakan spark OES pada patahan atas (sampel A) dan patahan bawah (sampel B). Berdasarkan hasil analisa komposisi kimia diketahui bahwa unsur-unsur yang terkandung pada material stem gate valve mendekati komposisi kimia standar SS 410. Akan tetapi kandungan Cr pada material stem gate valve yang mengalami kegagalan memiliki komposisi di atas batas toleransi yaitu 13,65-13,67 %berat, dimana standar SS 410 mempersyaratkan kandungan Cr sebesar 11,5-13,5 %berat.

Tabel 1. Komposisi kimia stem gate valve (%berat) yang mengalami kerusakan

Elemen	% Berat		AISI 410
	Sampel A	Sampel B	
C	0,12	0,14	Maks 0,15
Si	0,79	0,81	Maks 1,0
S	0,0002	0,0002	Maks 0,03
P	0,0124	0,0117	Maks 0,04
Mn	0,463	0,476	Maks 1,0
Ni	0,164	0,164	Maks 0,50
Cr	13,65	13,67	11,5 – 13,5

Hasil analisa komposisi kimia pada permukaan patahan sampel A menggunakan SEM-EDS dapat dilihat pada Gambar 5 ditandai dengan spot 001. Hasil analisa komposisi kimia menunjukkan unsur yang terkandung pada area hitam (spot 001) terdapat unsur yang dominan berupa karbon sebanyak 73 %berat dan sulfur sebanyak 10 %berat serta oksigen dan besi masing-masing sebanyak 8 dan 9 %berat. Hal ini menunjukkan bahwa minyak mentah yang merendam stem telah masuk dan mengendap pada permukaan patahan (Gambar 6).

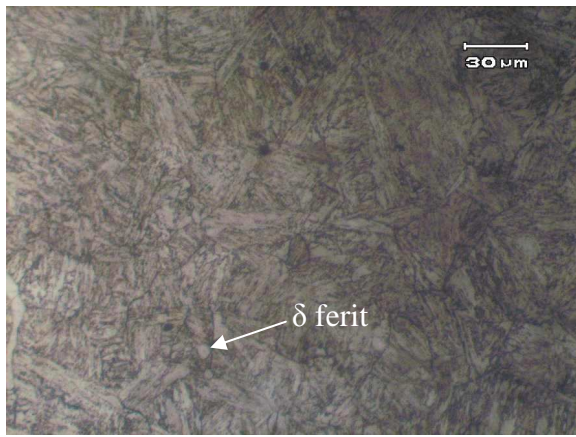


Unsur	% berat
C	73
S	10
O	8
Fe	9

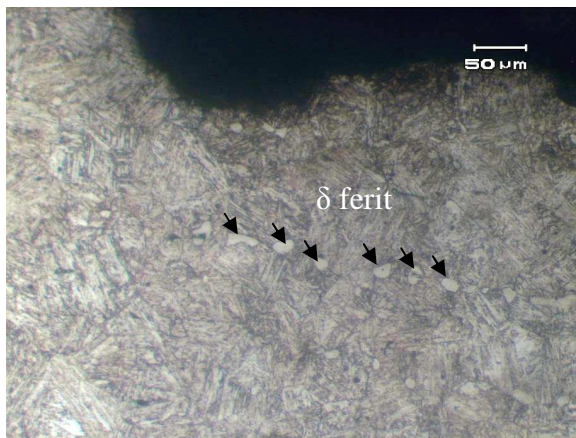
Gambar 6. Hasil SEM EDS permukaan patahan stem pada sampel A beserta komposisi unsur (% berat) yang terkandung pada area spot 001

### C. Hasil Pengamatan Metalografi

Hasil pengamatan struktur mikro stem gate valve dengan mikroskop optik OLYMPUS DP 12 dapat dilihat pada Gambar 7. Dari gambar tersebut menunjukkan stem gate valve memiliki struktur martensit temper yang mengindikasikan stem gate valve merupakan material yang telah mengalami proses quenching dan tempering. Batas butir asutenit juga teramati pada Gambar 7 dan 8. Struktur mikro stem gate valve homogen pada bagian tengah maupun bagian tepi dan tidak teramati adanya sambungan (Gambar 8). Pada Gambar 7 dan 8 juga teramati adanya fasa delta ferit. Fasa delta ferit memiliki struktur BCC dan terbentuk pada temperatur 1400-1500 °C. Fasa delta ferit ini ada pada proses pembuatan baja martensitik dimana ketika baja tahan karat 13Cr dengan kandungan karbon sekitar 0,1% dipanaskan sampai temperatur austenitik lalu didinginkan secara cepat<sup>[2]</sup>.



Gambar 7. Struktur mikro *stem* bagian tengah dengan OM, fasa yang terbentuk adalah martensit temper. Etsa Kalling's reagent



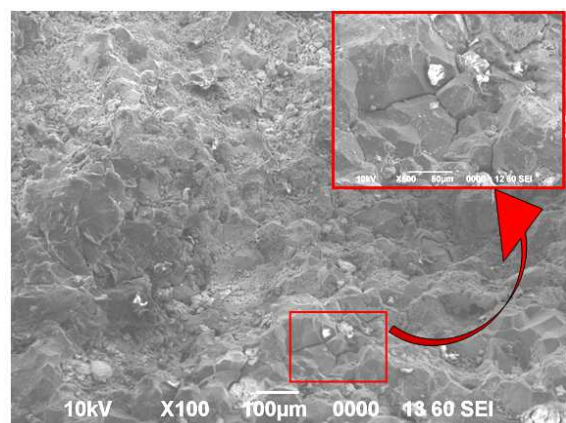
Gambar 8. Struktur mikro *stem* bagian tepi dengan OM, fasa yang terbentuk martensit temper. Etsa Kalling's reagent

#### D. Hasil Analisa Fraktografi

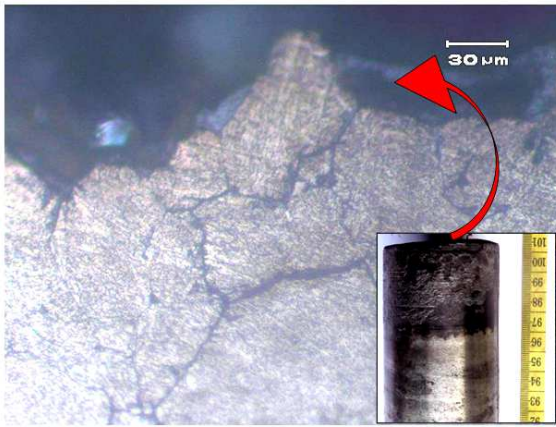
Gambar 9 menunjukkan hasil pengamatan fraktografi pada permukaan patahan *stem gate valve* dari sampel A dengan menggunakan SEM. Pada Gambar 9 teramati *intergranular crack*, dimana area ini diperbesar dan ditunjukkan dalam foto sisipan pada gambar tersebut dan ditandai dengan kotak merah. *Intergranular crack* adalah jenis patahan berupa retak yang menjalar pada batas butir dimana dalam penelitian ini retakan menjalar pada batas butir austenit. Pada baja martensitik, *intergranular crack* menandakan terjadinya fenomena *temper embrittlement*<sup>[3]</sup>. *Temper embrittlement* merupakan fenomena menurunnya kekuatan impak baja paduan ketika dilakukan proses *tempering* pada temperatur 400 – 600 °C. Adanya impuritas pada batas butir dipercaya sebagai penyebab dari *temper embrittlement*<sup>[8,9]</sup>. Unsur- unsur dari grup IV-IV pada tabel periodik seperti Si, Ge, Sn, P, As, Sb, S, Se, dan Te merupakan unsur-unsur penyebab *embrittlement* yang umum. Namun penelitian yang dilakukan oleh

G. Chakraborty<sup>[10]</sup> dengan menggunakan alat AES (*auger electron spectroscopy*), unsur P dan S tidak terdeteksi pada batas butir. Pada penelitian tersebut *temper embrittlement* cenderung disebabkan oleh adanya karbida  $Fe_2C$  dan  $M_{23}C_6$  pada temperatur tempering 550 – 650 °C. Hal ini juga dikuatkan oleh penelitian Si Yuan Liu<sup>[11]</sup> bahwa pada proses tempering baja martensitik akan terbentuk karbida  $M_{23}C_6$  pada temperatur 500 dan 600 °C dengan ukuran yang berbeda. Pada 500 °C akan terbentuk karbida  $M_{23}C_6$  dengan ukuran nano sedangkan pada temperatur 600 °C akan terbentuk  $M_{23}C_6$  dengan ukuran mikron atau sub mikron. Isfahani<sup>[12]</sup> juga menemukan kasus yang serupa pada baja AISI 420 dimana pada rentang temperatur tempering 500 – 700 °C terbentuk karbida  $M_{23}C_6$ <sup>[12]</sup>.

Hasil uji keras material *stem* sampel B memiliki kekerasan rata-rata 33,6 HRC sedangkan nilai kekerasan rata-rata sampel A 30,5 HRC. Menurut Dieter<sup>[8]</sup> *temper embrittlement* tidak terlalu berpengaruh terhadap harga kekerasan dan kuat tarik material, namun menurut Isfahani<sup>[12]</sup> ketika tempering pada temperatur 400 °C akan terbentuk karbida  $M_7C_3$  yang akan meningkatkan kekerasan, sedangkan tempering pada temperatur 500 °C akan terbentuk karbida  $M_{23}C_6$  yang akan menurunkan harga kekerasan dari baja. Jika dibandingkan dengan grafik kekerasan Isfahani<sup>[12]</sup> maka hasil harga kekerasan *stem gate valve* sama dengan harga kekerasan baja martensitik AISI 420 ketika dilakukan tempering pada temperatur 600 °C yaitu 30 HRC. Harga kekerasan ini lebih rendah jika dilakukan tempering pada rentang temperatur 200 - 500 °C yaitu 40-50 HRC. Transformasi dari karbida  $M_7C_3$  menjadi  $M_{23}C_6$  menyebabkan harga kekerasan dari baja AISI 420 menurun.



Gambar 9. Foto permukaan patahan material *stem* sampel B dengan SEM. *Intergranular crack* teramati pada permukaan patahan



Gambar 10. Foto permukaan *stem* yang patah pada posisi melintang dengan OM, fasa yang terbentuk martensit temper. Etsa *Kalling's* reagent

#### 4. KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan terhadap *stem gate valve* yang patah dapat disimpulkan bahwa material *stem* terbuat dari baja tahan karat tipe SS 410. Struktur mikro *stem gate valve* adalah martensit temper yang menandakan material telah dilakukan proses *tempering*. Fraktografi patahan menunjukkan material *stem* mengalami patah getas yang diakibatkan oleh temper *embrittlement* pada saat proses laku panas. Hal ini ditandai dengan *intergranular crack* yang diikuti oleh adanya *secondary crack*.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada teknisi laboratorium Bapak To'at Nursalam, Bapak Sugandi, Bapak Rahmat, dan Bapak Septian Adi Chandra yang telah membantu dalam proses pengujian. Penulis juga mengucapkan terimakasih kepada Bapak Budi Priyono.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] T. Christopher Dickenson, "Valve, piping and pipeline handbook," *Elsevier Advance Technology*, 3<sup>rd</sup> Edition, pp. 3-26, 1999.
- [2] ASM Handbook vol. 1, "Properties and selection irons, steels, and high performance alloys," 1990.
- [3] K. Chandra, Vivekanand Kain, N. Srinivasan, I. Samajdar, A.K. Balasubrahmanian, "Temper embrittlement and corrosion behaviour of martensitic stainless steel 420,"

*Advanced Materials Research*., Vol. 794, pp. 757-765, 2013.

- [4] G.V.Prabhu Gaunkar, A.M. Huntz, P. Lacombe, "Role of carbon in embrittlement phenomena of tempered martensitic 12Cr-O-15%C steel," *Metal Science*., vol. 14, Iss. 7, pp. 241-252, 1980.
- [5] S.K. Bhambri, "Intergranular fracture in 13wt% chromium martensitic stainless steel," *Journal of Material Science*., vol. 21, pp. 1741-1746, 1986.
- [6] Yang Gang, Wang Chang, Liu Xin-quan, Liu Zheng-dong, "Embrittlement mechanism due to slow cooling during quenching for M152 martensitic heat resistant steel," *Journal of iron and steel research international*., vol. 17 6, pp. 60-66, 2010.
- [7] R. Guiliou, M. Guttman, Ph. Dumoulin, "Role of molybdenum in phosphorousinduced temper embrittlement of 12% Cr martensitic stainless steel," *Materials Science*., vol.15, pp. 63-72. 1981.
- [8] G.E. Dieter, "Mechanical metallurgy SI metric edition," *McGraw-Hill Book Company*, 1998.
- [9] C.L. Briant, S.K. Banerji, "Intergranular failure in steel: the role of grain boundary composition," *International metals reviews*., vol. 23, pp. 164-199. 1978.
- [10] G Chakraborty, CR Das, SK Albert, AK Bhaduri, V.T Paul, G. Panneerselvam, A. Dasgupta, "Study on tempering behaviour of AISI 410 stainless steel," *Materials Characterization*., vol. 100, pp. 81-87, 2015.
- [11] SY Lu, KF Yao, YB Chen, MH Wang, XY Ge, "Influence of heat treatment on the microstructure and corrosion resistance of 13 Wt Pct Cr-Type martensitic stainless steel," *Metallurgical and Materials Transactions A*., vol. 46, pp. 6090-6102, 2015.
- [12] A.N. Isfahany, H. Saghafian, G. Borhani, "The effect of heat treatment on mechanical properties and corrosion behaviour of AISI420 martensitic stainless steel," *Journal of Alloys and Compounds*., vol. 509, pp. 3931-3936, 2011.