

PENGARUH *POST-TREATMENT* PLASMA CVD LAPISAN *DIAMOND-LIKE CARBON* TERHADAP SIFAT KEKERASAN PERMUKAAN BAJA AISI 410

Wahyu Anhar¹, Nurwahidah Jamal², Suprpto³

¹ Program Studi Alat Berat Jurusan Teknik Mesin Politeknik Negeri Balikpapan

² Program Studi Elektronika Jurusan Teknik Elektronika Politeknik Negeri Balikpapan

³ Pusat Sains dan Teknologi Akselerator (PSTA) -BATAN Yogyakarta

Email: wahyu.anhar@poltekba.ac.id

ABSTRACT

This study is aimed to determine the effect of post-treatment plasma CVD on diamond-like carbon films of surface hardness AISI 410 steel. Enhancement of surface hardness on AISI 410 can be done with deposition thin layer by plasma CVD, and continued by post-treatment plasma CVD. Mixture of Ar (90%) with CH₄ (10%), and He (76%) with CH₄ (24%) are used as thin layer material. Deposition parameter of pressure, temperature, and time that been used are 1.6 mbar, 300 °C, and 4 hours, respectively. Furthermore, post-treatment process parameter is used by Ar gas, with pressure of 1 mbar, temperature 300 °C, and variation time of 10, 20, 30 minutes. Surface hardness test is used by Vickers microhardness tester. Cross-section microstructure and chemical compositions are examined by scanning electron microscopy coupled with energy dispersive spectroscopy. Based on surface hardness test, the surface hardness on AISI 410 is increased by post-treatment process. The surface hardness from 232.3 VHN increase to 301.2 VHN is produced by post-treatment of compound Ar-CH₄ in 20 minutes. Furthermore, the surface hardness from 1,035.8 VHN increase to 1,743.2 VHN is produced by post-treatment of compound He-CH₄ in 30 minutes.

Keywords: Post-treatment, Surface hardness, AISI 410, Ar-CH₄, He-CH₄

PENDAHULUAN

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui pengaruh *post-treatment* (perlakuan setelah) proses plasma *chemical vapor deposition* (CVD) terhadap sifat kekerasan permukaan baja AISI 410. Penggunaan bahan baja AISI 410 paling utama adalah sebagai peralatan potong seperti mata pisau [1]. Selain itu, bahan baja AISI 410 juga digunakan sebagai peralatan potong maupun *non-cutting* alat bedah [2]. Dalam penggunaan sebagai peralatan potong maupun *non-cutting*, baja AISI 410 harus memiliki kekerasan dan ketahanan aus yang baik agar dapat bertahan lama. Salah satu metode peningkatan kekerasan khususnya kekerasan permukaan dapat menggunakan plasma CVD.

Plasma CVD merupakan proses CVD yang dibantu/ditingkatkan dengan bantuan plasma untuk dapat mendeposisikan lapisan [3]. Pendeposisian lapisan menggunakan plasma CVD memberikan keuntungan yaitu proses pendeposisian dapat dilakukan pada temperatur rendah [4-7]. Proses plasma CVD menggunakan gas hidrokarbon (seperti metana, asetilen, benzana, dan lain-lain) yang diuraikan dalam ruang vakum menjadi ion hidrogen dan karbon sehingga menubruk permukaan substrat karena adanya pemberian tenaga [8]. Sumber tenaga yang digunakan dalam proses plasma CVD dapat berupa arus bolak-balik (dengan penggunaan radio frekuensi), atau arus searah [9-13].

Gas asetilen banyak digunakan sebagai bahan pelapis dalam proses plasma CVD karena kandungan H yang sedikit, yang selanjutnya akan menurunkan kecenderungan terbentuknya a-C:H. Tetapi apabila

dibandingkan dengan gas metana, kekurangan gas asetilen adalah mengandung pengotor, dan membutuhkan energi yang besar untuk proses ionisasi dibandingkan gas metana [14]. Penggunaan gas hidrokarbon (metana, asetilen) sebagai bahan pelapis dalam proses plasma CVD dapat menghasilkan lapisan yang dikenal sebagai *diamond-like carbon* (DLC) [15-18]. Karakteristik lapisan DLC antara lain adalah lapisan tipis yang keras, tahan aus, tahan korosi, dan *biocompatible* [19-23].

Proses *post-treatment* plasma CVD mampu mempengaruhi karakteristik suatu lapisan. Tzeng dkk [24] menghasilkan penelitian tentang pengaruh penambahan tekanan *post-treatment* terhadap ketebalan lapisan, kekasaran permukaan, kekerasan permukaan, dan *residual stress* lapisan. Gas yang digunakan dalam *post-treatment* adalah gas N₂. Penambahan tekanan proses *post-treatment* menyebabkan penurunan ketebalan lapisan, dan peningkatan kekasaran permukaan. Hasil pengujian kekerasan permukaan menunjukkan peningkatan kekerasan permukaan walaupun secara keseluruhan lebih rendah daripada kekerasan permukaan tanpa proses *post-treatment*. Penurunan kekerasan lapisan dalam *post-treatment* dikarenakan ketika adanya tumbukan oleh gas N₂ terjadi peningkatan rasio sp² terhadap sp³ pada lapisan. Selanjutnya, gas N₂ yang digunakan dalam *post-treatment* ikut bergabung di lapisan dan memacu terbentuknya grafit. Demikian pula *residual stress* hasil *post-treatment* mengalami peningkatan, tetapi secara keseluruhan masih dibawah *residual stress* tanpa *post-treatment*.

Tzeng dkk [25] melakukan penelitian tentang pengaruh rasio gas asetilen/nitrogen, tekanan pendeposisian pada proses plasma CVD, maupun *post-treatment* plasma CVD terhadap kekasaran permukaan, dan sifat mekanis lapisan. Proses *post-treatment* menggunakan gas Ar, N₂, dan H₂. Berdasarkan hasil dari proses plasma CVD didapatkan bahwa kekasaran lapisan menurun, dan kekerasan menurun seiring dengan pengurangan jumlah C₂H₂ terhadap N₂. Penambahan tekanan pendeposisian menyebabkan peningkatan kekasaran permukaan dan *residual stress* lapisan. Selanjutnya hasil proses *post-treatment* menggunakan gas H₂ mampu menurunkan kekasaran permukaan dibandingkan penggunaan gas N₂ dan Ar. Selain itu, *post-treatment* menggunakan gas H₂ mampu mengurangi kekasaran permukaan tanpa menurunkan kekerasan lapisan. Tebal lapisan setelah *post-treatment* mengalami penipisan, yang disebabkan terjadinya erosi lapisan akibat tumbukan gas dalam *post-treatment*. Berdasarkan uraian tersebut ada peluang untuk mencari parameter *post-treatment* plasma CVD lainnya untuk mendapatkan kekerasan permukaan yang optimum, khususnya terhadap lapisan DLC.

METODOLOGI

Bahan dan Persiapan Benda Uji

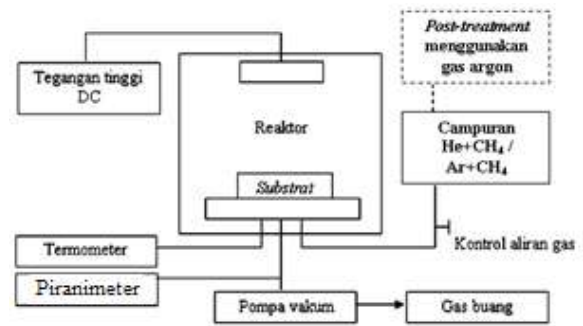
Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah baja AISI 410, dengan komposisi kimia seperti ditunjukkan dalam Tabel 1 [26]. Benda uji berbentuk lingkaran pejal, dengan ukuran diameter 14 mm dan tebal 4 mm. Selanjutnya benda uji dilakukan pemolesan menggunakan amplas dengan urutan kekasaran amplas 180, 400, 600, 800, 1000, 1500 hingga 2000. Langkah *finishing* dilakukan pemolesan menggunakan kain beludru (*velvet*) dengan pasta *metal polish*, dan alkohol 96%.

Tabel 1. Komposisi kimia baja AISI 410[26]

Unsur	C	Si	S	P	Mn	Ni	Cr	Fe
Berat %	0,12	0,34	0,03	0,02	0,43	0,21	12,83	85,9

Pendeposisian Lapisan dan Post-Treatment

Benda uji yang akan dilakukan pendeposisian lapisan terlebih dahulu dibersihkan menggunakan *ultrasonic cleaner*. Media larutan pembersih menggunakan alkohol 96%, dan pembersihan dilakukan selama 15 menit. Proses pendeposisian pada benda uji baja AISI 410 menggunakan alat DC plasma CVD milik PSTA-BATAN Yogyakarta. Skema alat plasma CVD seperti ditunjukkan dalam Gambar 1.



Gambar 1. Skema alat plasma CVD

Bahan pelapis yang digunakan dalam penelitian ini adalah campuran gas argon (Ar) dengan gas metana (CH₄), dan campuran gas helium (He) dengan metane (CH₄). Gas Ar dan He berperan sebagai gas inert dalam pembentukan plasma. Perbandingan untuk campuran gas Ar dengan gas CH₄ adalah 90% Ar dan 10% CH₄, sedangkan perbandingan untuk campuran gas He dengan gas CH₄ adalah 76% He dan 24% CH₄. Parameter pendeposisian lapisan yakni tekanan 1,6 mbar, temperatur 300 °C, dan waktu pendeposisian selama 4 jam. Setelah waktu pendeposisian tercapai, kemudian dilanjutkan dengan *post-treatment*. Dalam proses *post-treatment* bahan yang digunakan adalah gas argon. Parameter *post-treatment* menggunakan tekanan 1 mbar, temperatur 300 °C, dan variasi waktu pendeposisian yaitu 10, 20, dan 30 menit.

Pengujian Kekerasan

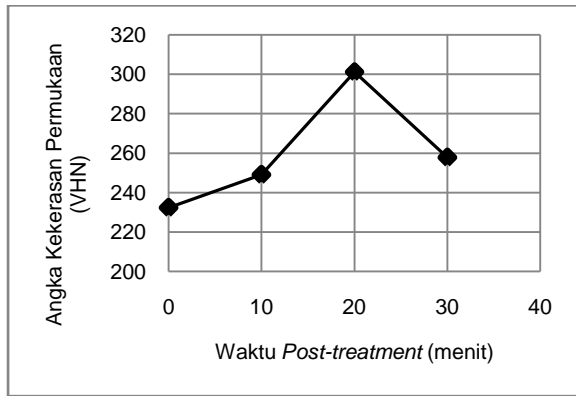
Pengujian kekerasan mikro *Vickers* menggunakan alat *Matsuzawadigital micro hardness tester* MMT-X7 milik PSTA-BATAN Yogyakarta. Pengujian kekerasan permukaan menggunakan *microindentation* dikarenakan permukaan benda uji terdapat lapisan tipis [27]. Beban yang digunakan adalah 10-50 gf, dengan waktu indentasi selama 10 s.

Pengamatan SEM dan EDS

Pengamatan *scanning electron microscopy* (SEM) dan uji *electron dispersive spectroscopy* (EDS) menggunakan alat JEOL JSM-6510LA milik LPPT UGM. Benda uji yang menghasilkan angka kekerasan tertinggi untuk lapisan Ar-CH₄ dan He-CH₄ dilakukan pemotongan melintang. Hasil pemotongan selanjutnya dilakukan pengamatan SEM dan uji EDS dengan menggunakan tegangan sebesar 10 kV.

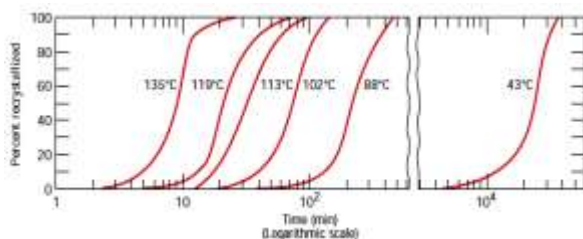
HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pengujian kekerasan permukaan baja AISI 410 dengan lapisan DLC hasil pelapisan dengan plasma gas Ar-CH₄ ditunjukkan pada Gambar 2. Penambahan waktu *post-treatment* menggunakan parameter tekanan 1 mbar, dan temperatur 300 °C menyebabkan peningkatan kekerasan permukaan lapisan. Dalam *post-treatment*, gas Ar membentur lapisan DLC hasil pelapisan plasma gas Ar-CH₄ yang menyebabkan jarak partikel lapisan menjadi lebih rapat sehingga kekerasan lapisan meningkat.



Gambar 2. Efek waktu *post-treatment* terhadap angka kekerasan permukaan lapisan DLC (plasma gas Ar-CH₄)

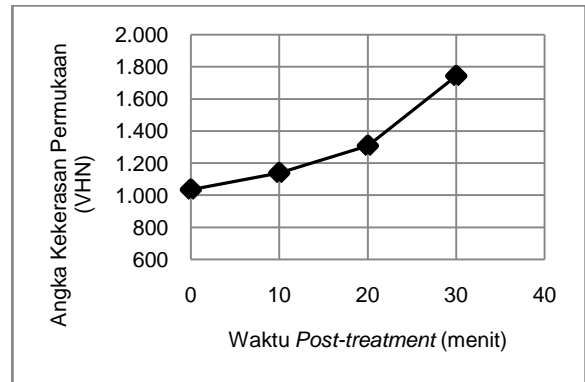
Fenomena ini mirip dengan proses *shot peening*, dimana permukaan benda kerja mengalami *compressive stress* akibat tumbukan gas Ar sehingga jarak partikel di permukaan menjadi lebih rapat [3]. Penambahan waktu *post-treatment* sebelum mencapai kekerasan permukaan optimum meningkatkan intensitas tumbukan ke permukaan lapisan, yang berdampak terhadap perubahan susunan butiran permukaan. Dengan susunan butiran permukaan yang lebih rapat maka terjadi peningkatan kekerasan permukaan [28-31]. Selain itu, belum terjadi perubahan rasio kandungan antara sp³ terhadap sp² [24]. Setelah melewati 20 menit *post-treatment*, terjadi penurunan kekerasan permukaan. Butiran lapisan mulai mengalami rekristalisasi karena pengaruh tumbukan, waktu dan temperatur *post-treatment*. Hubungan antara waktu dan temperatur terhadap terjadinya rekristalisasi butiran ditunjukkan dalam Gambar 3 [32]. Rekristalisasi merubah sifat mekanis material dan menyebabkan lapisan menjadi lebih lunak [32]. Rasio kandungan sp³ menjadi lebih sedikit dibandingkan kandungan sp² setelah terjadinya tumbukan oleh gas Ar.



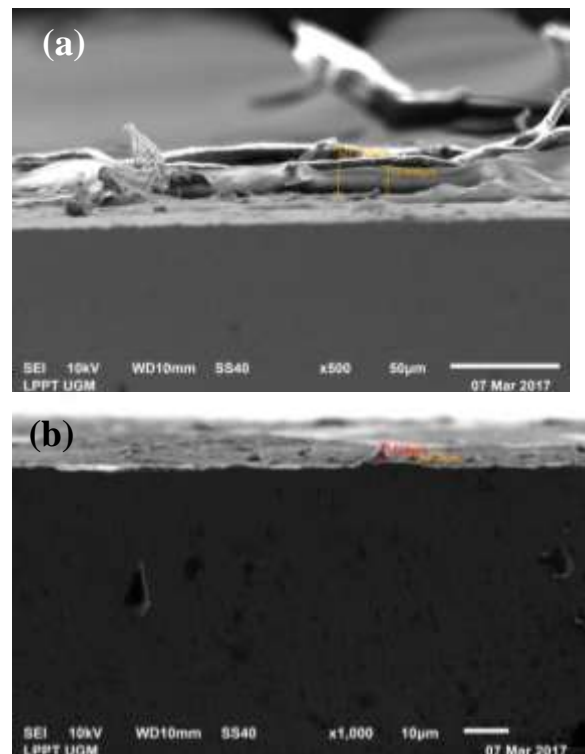
Gambar 3. Persentase rekristalisasi terhadap fungsi waktu dan temperatur [32]

Demikian pula untuk pengujian kekerasan permukaan lapisan DLC hasil pelapisan dengan plasma gas He-CH₄, seperti ditunjukkan pada Gambar 4. Terjadi peningkatan kekerasan permukaan seiring dengan penambahan waktu *post-treatment* menggunakan parameter 1 mbar, dan temperatur 300 °C. Dalam penelitian ini waktu *post-treatment* hingga 30 menit untuk lapisan DLC hasil pelapisan dengan

plasma gas He-CH₄, belum terjadi rekristalisasi butiran. Rasio kandungan sp³ dimungkinkan masih lebih tinggi dari pada sp².



Gambar 4. Efek waktu *post-treatment* terhadap angka kekerasan permukaan lapisan DLC (plasma gas He-CH₄)



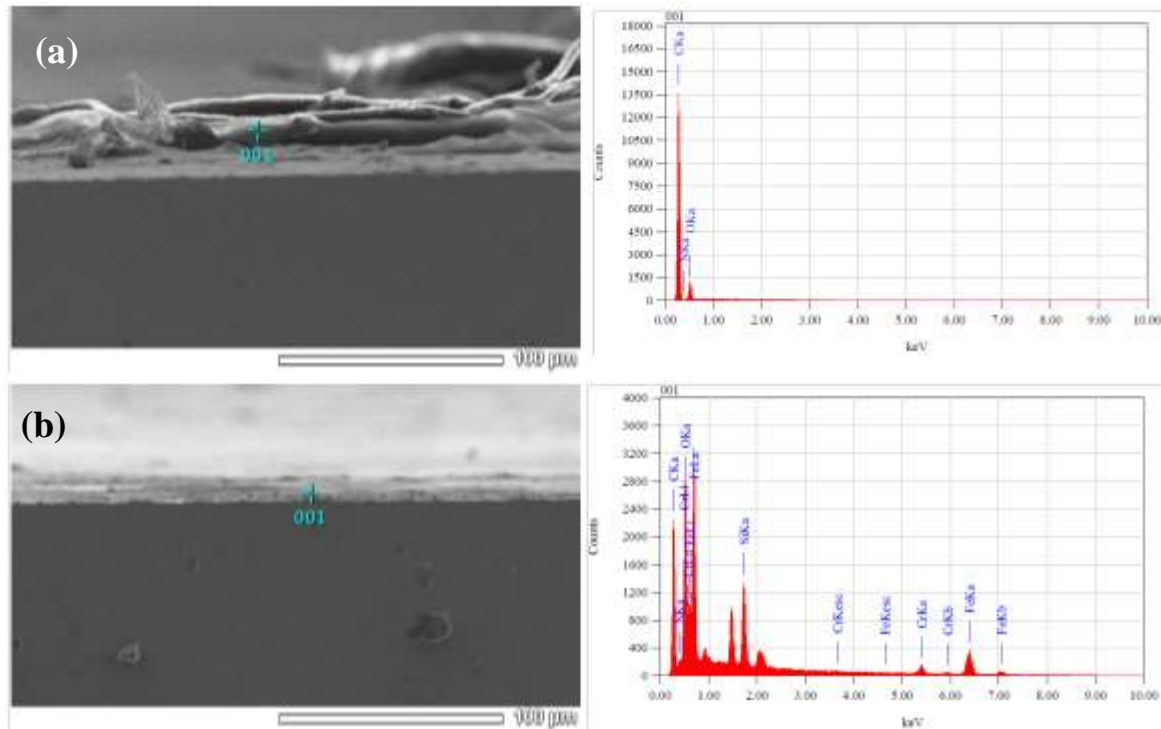
Gambar 5. Lapisan DLC pada permukaan baja AISI 410; (a) dengan plasma Ar-CH₄; (b) dengan plasma He-CH₄

Hasil pengamatan SEM terhadap lapisan DLC dengan plasma gas Ar-CH₄ dan He-CH₄ yang menghasilkan angka kekerasan tertinggi ditunjukkan pada Gambar 5. Ketebalan lapisan DLC dengan plasma gas Ar-CH₄ setelah *post-treatment* berkisar 17,2 µm, sedangkan ketebalan lapisan DLC dengan plasma gas He-CH₄ berkisar 2,9 µm. Lapisan DLC dengan plasma gas He-CH₄ yang terbentuk lebih tipis dan rapat karena proses tumbukan oleh gas Ar dalam *post-treatment*. Sesuai dengan hasil pengujian angka kekerasan permukaan, bahwa lapisan DLC dengan plasma gas He-CH₄ menghasilkan angka kekerasan

tertinggi sebesar 1.743,2 VHN dari pada lapisan DLC dengan plasma gas Ar-CH₄ yang hanya sebesar 301,2 VHN.

Lapisan yang terbentuk di permukaan baja AISI 410 berdasarkan hasil uji EDS adalah lapisan DLC. Lapisan tersebut banyak mengandung unsur karbon. Hasil lapisan DLC dengan plasma gas Ar-

CH₄ mengandung karbon berkisar 73%, sedangkan hasil lapisan He-CH₄ mengandung karbon berkisar 42,19%. Posisi uji EDS, dan hasil uji EDS terhadap potongan melintang benda uji ditunjukkan dalam Gambar 6.



Gambar 6. Posisi uji EDS terhadap potongan melintang benda uji lapisan DLC; (a) dengan plasma Ar-CH₄; (b) dengan plasma He-CH₄

KESIMPULAN

Penambahan waktu *post-treatment* plasma CVD menggunakan parameter tekanan 1 mbar, dan temperatur 300 °C menyebabkan terjadinya peningkatan kekerasan permukaan. Peningkatan kekerasan permukaan dikarenakan perubahan susunan butiran lapisan DLC yang menjadi lebih rapat akibat tumbukan oleh gas Ar. Penambahan waktu *post-treatment* setelah terjadinya kekerasan optimum, menyebabkan kekerasan permukaan menurun. Penurunan kekerasan ini dikarenakan butiran lapisan mengalami rekristalisasi sehingga rasio kandungan sp³ dimungkinkan menjadi lebih sedikit dibandingkan sp².

SARAN

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terkait pengaruh *post-treatment* CVD terhadap karakterisasi lainnya seperti laju keausan, dan ketahanan korosi.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini dapat terlaksana berkat dana penelitian yang bersumber dari Kementerian Riset, Teknologi, dan Pendidikan Tinggi Tahun 2015. Kami juga mengucapkan terima kasih kepada Bapak Tjipto Sujitno, Ibu Wiwien Andriyanti, dan Bapak Sayono atas bantuannya dalam penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Cardarelli, F., 2008, *Materials Handbook*, Springer-Verlag, London, hal. 97.
- [2] ASTM F 889-95, *Standard Specification for Stainless Steel Billet, Bar, and Wire for Surgical Instruments*
- [3] ASM Handbook, 1994, *Surface Engineering*, vol. 5.
- [4] Ladwig, A.M., Koch, R.D., Wenski, E.G., Hicks, R.F., 2009, "Atmospheric plasma deposition of diamond-like carbon coatings", *Diamond & Related Materials* 18, hal. 1129-1133.
- [5] Viana, G.A., Motta, E.F., da Costa, M.E.H.M., Freire, F.L., Marques, F.C., 2010, "Diamond-like carbon deposited by plasma technique as a function of methane flow rate", *Diamond & Related Materials* 19, hal. 756-759.
- [6] Chiou, A.H., Chang, Y.M., Wu, W.F., Chou, C.P., Hsu, C.Y., 2012, "Induced NH₂ bonding of carbon nanotubes using NH₃ plasma-enhanced chemical vapor deposition", *J. Mater Sci: Matter Electron* 23, hal. 889-896.
- [7] Hadinata, S.S., Lee, M.T., Pan S.J., Tsai, W.T., Tai, C.Y., Shih, C.F., 2013, "Electrochemical performances of diamond-like carbon coatings

- on carbon steel, stainless steel, and brass”, *Thin Solid Films* 529, hal. 412-416.
- [8] Oohira, K., 2009, “Characteristic and application of DLC films”, *NTN Technical Review* 77, hal. 90-95.
- [9] Martinez, D.M., Schenkel, M., Pei, Y.T., De Hosson, J.Th.M., 2011, “Microstructural and friction control of diamond-like carbon films deposited on acrylic rubber by plasma assisted chemical vapor deposition”, *Thin Solid Films* 519, hal. 2213-2217.
- [10] Vaghri, E., Khalaj, Z., Ghoranneviss, M., Borghei, M., 2011, “Characterization of diamond-like carbon films synthesized by DC-plasma enhanced chemical vapor deposition”, *J. Fusion Energy* 30, hal. 447-452.
- [11] Dwivedi, N., Kumar, S., Sreekumar, C., Dayal, S., Rauthan, C.M.S., Panwar, O.S., 2012, “Effect of metallic interfacial layers on the properties of diamond-like carbon thin films”, *Met. Mater. Int.* 18, hal. 231-236.
- [12] Honda, Y., Akamaru, S., Inoue, M., Abe, T., 2012, “Development of a polygonal barrel-plasma enhanced chemical vapor deposition method for preparing powdered materials with a diamond-like carbon film”, *Chemical Engineering Journal* 209, hal. 616-622.
- [13] Maheswaran, R., Thiruvadigal, D.J., Gopalakrishnan, C., Ramaswamy, S., 2013, “Effect of deposition temperature on the surface morphology of the radio frequency plasma enhanced chemical vapour deposition grown diamond like carbon films”, *Asian Journal of Chemistry* 25, hal. S276-S278.
- [14] Robertson, J., 2008, “Classification of diamond-like carbons”, in *Tribology of Diamond-Like Carbon Films*, C. Donnet, A. Erdemir, Ed., Springer Science+Business Media, New York.
- [15] Caschera, D., Cossari, P., Federici, F., Kaciulis, S., Mezzi, A., Padeletti, G., Trucchi, D.M., 2011, “Influence of PECVD parameters on the properties of diamond-like carbon films”, *Thin Solid Films* 519, hal. 4087-4091.
- [16] Ahmed, M.H., Byrne, J.A., McLaughlin, J., 2012, “Evaluation of glycine adsorption on diamond like carbon (DLC) and fluorinated DLC deposited by plasma-enhanced chemical vapour deposition (PECVD)”, *Surface & Coatings Technology* 209, hal. 8-14.
- [17] Suzuki, M., Saito, T., Tanaka, A., 2012, “Tribological properties of DLC films against different steels”, *Wear* 304, hal. 83-87.
- [18] Nakazawa, H., Miura, S., Kamata, R., Okuno, S., Suemitsu, M., Abe, T., 2013, “Effect of pulse bias on structure and properties of silicon/nitrogen-incorporated diamond-like carbon films prepared by plasma-enhanced chemical vapor deposition”, *Applied Surface Science* 264, hal. 625-632.
- [19] Jia, Z., Xia, Y., Li, J., Pang, X., Shao, X., 2010, “Friction and wear behavior of diamond-like carbon coating on plasma nitrided mild steel under boundary lubrication”, *Tribology International* 43, hal. 474-482.
- [20] Dayal, S., Kumar, S., Dwivedi, N., Chockalingam, S., Rauthan, C.M.S., Panwar, O.S., 2013, “Structural and nano-mechanical properties of nanostructured diamond-like carbon thin films”, *Met. Mater. Int.* 19, hal. 405-410.
- [21] Sharma, R., Barhai, P.K., Kumari, N., 2008, “Corrosion resistant behaviour of DLC films”, *Thin Solid Films* 516, hal. 5397-5403.
- [22] Sharma, R., Pandey, A.Kr., Sharma, N., Sasmal, D., Barhai, P.K., 2010, “Diamond-like carbon films as a protective surface on PMMA for biomedical applications”, *Surface & Coatings Technology* 205, hal. 2495-2502.
- [23] Jongwannasiri, C., Moolsradoo, N., Khantachawana, A., Kaewtatip, P., Watanabe, S., 2012, “The comparison of biocompatibility properties between Ti alloys and fluorinated-like carbon films”, *Adv. in Materials Science & Engineering* 2012, hal. 1-8.
- [24] Tzeng, S.S., Fang, Y.L., Chih, Y.K., Lin, Y.C., Tuan, C.F., 2010, “Influence of nitrogen plasma post-treatment on diamond-like carbon films synthesized by RF plasma enhanced chemical vapor deposition”, *Diamond & Related Materials* 19, hal. 783-786.
- [25] Tzeng, S.S., Fang, Y.L., Chih, Y.K., Hu, Y.G., Hsu, J.S., Wu, C.L., Wu, G.J., 2011, “Surface characterization and nanomechanical properties of diamond-like carbon films synthesized by RF plasma enhanced chemical vapor deposition”, *Thin Solid Films* 519, hal. 4870-4873.
- [26] Jatisukamto, G., Malau, V., Ilman, M.N., Iswanto, P.T., 2013, “Characteristic of AlN layer deposited by d.c. magnetron sputtering on AISI410”, *Int. Journal of Engineering & Technology IJET-IJENS* 13, hal. 129-133.
- [27] ASM Handbook, 2000, *Mechanical Testing and Evaluation*, vol. 8.
- [28] Singh, L., Khan, R.A., Anggarwal, M.L., 2011, “Relationship between damping factor and compressive residual stress for shot-peened austenitic stainless steel”, *ISRN Mechanical Engineering* 2011, hal. 1-7.
- [29] Jeon, C., Son, C.Y., Kim, C.P., Lee, S., 2012, “Effects of shot peening on fatigue properties of Zr based amorphous alloys containing ductile crystalline particles”, *Metallurgical & Materials Transactions A* 43A, hal. 471-478.
- [30] Trsko, L., 2013, “The effect of different shot peening intensities on fatigue life of AW 7075 aluminium alloy”, *Materials Engineering* 20, hal. 167-173.
- [31] Fouad, Y., Metwally, M.E., 2013, “Shot-peening effect on high cycling fatigue of Al-Cu alloy”, *Metallurgical & Materials Transactions A* 44A, hal. 5488-5492.
- [32] Callister, Jr.W.D., 2001, *Fundamentals of Materials Science and Engineering*, John Wiley & Sons, New York, hal. 213-216, 326.