



# **PENGERASAN PERMUKAAN BAJA STAINLESS MENGUNAKAN *RF-DCHIGH DENSE PLASMA NITRIDING***

## **DISERTASI**

Ditujukan untuk memenuhi persyaratan  
memperoleh gelar doktor teknik



Disusun oleh:

**ISTIROYAH**

NIM. 107060200111007

**UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
FAKULTAS TEKNIK  
MALANG**

**2016**



## IDENTITAS TIM PENGUJI

**JUDUL DISERTASI : Pengerasan Permukaan Baja Stainless  
Menggunakan RF-DC High Dense Plasma Nitriding**

Nama Mahasiswa : Istiroyah  
NIM : 107060200111007  
Program Studi : Doktor Teknik Mesin  
Minat : Material dan Manufaktur

### KOMISI PEMBIMBING

Ketua : Prof. Ir. ING. Wardana, M.Eng., Ph.D  
Anggota : Prof. Dr. Tatsuhiko Aizawa  
Ir. D.J. Djoko Herry S., M.Phil., Ph.D

### TIM DOSEN PENGUJI

Dosen Penguji 1 : Dr. Eng. Yudy Surya Irawan, S.T, M.Eng  
Dosen Penguji 2 : Dr. Eng. Masrurroh, S.Si., M.Si  
Dosen Penguji 3 : Prof. Dr. Arif Hidayat, M.Si

Tanggal Ujian : 27 Agustus 2015

SK Penguji : 753/UNG10.6/SK/2015





## RIWAYAT HIDUP

Istiroyah, dilahirkan di desa kecil di kaki gunung Kelud Kabupaten Kediri pada tanggal 15 Agustus 1974, putripertama dari pasangan Bapak Suwarno dan Ibu Sunarsih. Pendidikan dasar hingga menengah di tempuh di Kabupaten Kediri, yaitu di SDN Tunge III (1984), SMPN 1 Wates (1990), SMAN 2 Pare (1993). Lulus program sarjana sains Fisika Fakultas MIPA Universitas Brawijaya tahun 1998. Pendidikan S2 ditempuh di program magister Ilmu dan Teknik Material Fakultas Teknik Institut Teknologi Bandung, lulus tahun 2002. Sejak tahun 2010 menempuh pendidikan S3 di Program Doktor Teknik Mesin Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Brawijaya melalui skema join supervisor dengan Prof. Tatsuhiko Aizawa dari SIT Jepang. Selama menempuh S3 ini penulis telah mengikuti Program *sandwich-like* DIKTIdi SIT Jepang selama 3bulan yaitu dari bulan Oktober 2011-Januari 2012 dan mengikuti 6 *International Conference* baik di dalam maupun di luar negeri.

Sejak lulus dari program sarjana, penulis bekerja sebagai dosen di Jurusan Fisika FMIPA Universitas Brawijaya hingga sekarang.

Tahun 2000 menikah dengan Yerry Soepriyanto, ST., MT., dan dikarunia satu putri, Alifianti Shinta Putri Pratama (15 tahun) dan dua putra, M. Yusuf Alvianto (13 tahun), Ahmad Haidar Mauludyanto (3 tahun).

Malang, Agustus 2015

Penulis





## Ucapan Terimakasih

Ucapan terimakasih yang sedalam-dalamnya penulis sampaikan kepada Ibu dan bapak tercinta, ibu Sunarsih dan Bapak Suwarno serta ibu mertua saya, Ibu Soertartik yang telah memberikan do'a, dukungan, pengorbanan serta didikannya selama ini.

Penghormatan dan ucapan terimakasih yang tak terhingga, penulis sampaikan kepada suami tercinta, Yerry Soepriyanto yang telah memberikan restu, do'a, pengorbanan, serta dukungan bagi penulis selama menuntut ilmu dan menyelesaikan program doktor ini. Juga kepada anak-anakku tercinta: Ananda Alifianti Shinta Putri Pratama, Ananda Muhammad Yusuf Alvianto dan Ananda Ahmad Haidar Mauludyanto, atas segala do'a, pengorbanan dan dukungannya selama penulis menyelesaikan studi.

Ucapan terimakasih secara khusus saya sampaikan kepada guru saya Bapak Ir. D.J. Djoko Herry S., M.Phil., Ph.D dan sensei Prof. Dr. Tatsuhiko Aizawa, yang telah "memaksa" penulis terjun dalam skema kerjasama riset dan pendidikan ini. Banyak ilmu yang bukan hanya ilmu akademik namun juga ilmu tentang kearifan dalam kehidupan ini telah penulis peroleh selama menjalani proses pendidikan selama ini. Kesempatan mengikuti berbagai *international conference* terutama forum SEATUC dan ASMP telah membuka wawasan bagi penulis bagaimana berperan dalam mendidik, meneliti dan mendesiminasikan hasil riset sehingga bisa berkontribusi dalam kemajuan riset dan teknologi secara nyata. Beliau berdua telah memberikan banyak ilmu, wejangan, kesabaran, pengertian, motivasi, pengorbanan, kesempatan serta dukungan moral dan materiil selama penulis menyelesaikan kuliah, melakukan penelitian hingga penyusunan disertasi ini.

Ucapan terimakasih yang sebesar-besarnya penulis sampaikan kepada Prof. Ir. ING. Wardana, M.Eng., Ph.D, selaku Promotor (Pembimbing Utama) atas segala keluasan ilmu dan kesabarannya dalam memberikan ilmu, wejangan serta bimbingan kepada penulis selama menyelesaikan kuliah dan menyusun disertasi ini.

Ucapan terimakasih yang sebesar-besarnya juga penulis sampaikan kepada Dr. Eng. Masruroh, S.Si., M.Si, selaku dosen penguji atas ilmu, saran, masukan dan dukungannya selama penulis melakukan penelitian hingga menyelesaikan disertasi ini. *Special thank* atas pengorbanan beliau menemani penulis serta banyak memberikan dukungan dan bantuan selama melakukan program *sandwich-like* dalam rangka mengambil data penelitian di Lab. LLC- SIT Jepang, hanya Allah SWT yang bisa membalas semua kebaikannya.

Ucapan terimakasih yang mendalam juga penulis sampaikan kepada Dr. Eng. Yudy Surya Irawan, S.T, M.Eng, selaku dosen penguji atas segala masukan dan saran serta ilmu yang telah diberikan selama penulis menempuh kuliah dan menyelesaikan disertasi ini.

Ucapan terimakasih juga penulis sampaikan kepada Prof. Dr. Arif Hidayat, M.Si., selaku penguji tamu yang telah banyak memberikan masukan dan saran untuk menyempurnakan disertasi ini.

Ucapan terimakasih yang sebesar-besarnya penulis haturkan kepada Dr. Adi Susilo yang saat itu selaku Kajur Fisika yang telah mendorong dan memotivasi penulis untuk berangkat menuntut ilmu ke jenjang S3 ini, juga kepada Dr. Eng. Setyawan P. Sakti yang saat itu menjabat PD I FMIPA yang telah mensyaratkan boleh melanjutkan studi S3 di





Teknik Mesin UB namun harus di bawah Promotor Prof. Wardana. Sebuah syarat yang akhirnya penulis paham bahwa beliau menginginkan saya mendapatkan pembimbing yang benar-benar bisa mengarahkan saya.

Ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada Prof.Dr.Marjono,M.Phil., selaku Dekan FMIPA UB yang telah memberikan ijin kepada penulis untuk menuntut ilmu di Program Doktor Teknik Mesin.

Ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada Direktur Pascasarjana UB yang telah memberikan kepercayaan dan kesempatan kepada penulis mengikuti Beasiswa BPPS dan Program *sandwich-like* untuk menyelesaikan studi S3 ini.

Ucapan terimakasih yang sedalam-dalamnya juga penulis sampaikan kepada Dr. Ir. M. Sasmito Djati dan Dr. Lukman Hakim selaku sekretaris dan staff Program Pascasarjana UB yang dengan gigih memperjuangkan penulis untuk lolos program *sandwich-like* yang terganjal aturan DIKTI terkait posisi penulis yang baru duduk di semester 2 pada saat proses seleksi.

Ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada Dr. Sukir Maryanto dan Dr. Eng. Ahmad Nadhir selaku Kajur & Sekjur Fisika FMIPA UB yang telah banyak memberikan motivasi serta dukungan bagi penulis untuk segera menyelesaikan studi S3 ini.

Ucapan terimakasih penulis haturkan kepada para guru dan kolega penulis di Jurusan Fisika FMIPA UB, Bu Lailatin Nuriyah, Bu Iswarin, Pak Juwono, Pak Johan, Pak Unggul, Pak Didik Rahadi, Pak Hari Arif, Pak Nurhuda, Pak Gancang, Pak Wiyono, Pak Didik Y, Pak Gufron, Pak Dayat, Pak Dardiri, Pak Chomsin, Pak Sugeng, Pak Heru, Pak Djamil, Bu Firdy, Bu Cholis, Pak Naba, Pak Rouf, Pak Mauludi, Pak Wasis, Pak Arinto Yudi, terimakasih atas bekal ilmu yang diberikan sejak penulis menuntut ilmu di S1 Fisika serta motivasi dan dorongannya selama penulis menyelesaikan studi S3 ini.

Ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada Dra. Lailatin Nuriyah, M.Si, selaku Kepala Lab. Fisika Material Jurusan Fisika FMIPA UB beserta mas Puji selaku laboran yang telah banyak memberikan bantuan pada penulis saat melakukan penelitian awal tentang pirolisis tempurung kelapa serta saat karakterisasi material.

Ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada Bu Cholisina, sejawat seruangan yang telah menyemangati dan banyak membantu di kala perlu trik dalam penulisan.

Terimakasih kepada rekan mahasiswa, peneliti serta teknisi di lab. LLC Nano Films and Coatings – SIT dan TITech Jepang, Dr. N. Tugur R, Dr. Ersyzario, Dr. Foo Jin Hoo, Yukawa-san, Morita-san, Kourozumi-san, Kato-san, Yoshida-san, Muraishi-san dari TITech, Fukuda-san dari Sanko Litte Industry, Sugita-san dari YS-Denshi Plasma Technology, atas segala diskusi, dukungan dan bantuannya selama penulis menjalani suka duka di lab. dan menyusun disertasi ini.

Terimakasih penulis sampaikan kepada Pak Fuad, Pak Nandang serta segenap teknisi di Laboratorium Sentral Universitas Negeri Malang yang telah banyak membantu dalam karakterisasi XRD dan SEM.

Ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada segenap dosen dan karyawan di Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik atas segala ilmu, dukungan dan bantuannya selama penulis menuntut ilmu di Program Doktor Teknik Mesin ini.





Terimakasih yang sebesar-besarnya tak lupa penulis sampaikan kepada para sahabat seperjuangan Mbak Retno Wulandari, Mbak Isti Purwaningsih, Bu Maryani, Pak Aminuddin, Pak Kardi, Pak Karni, Pak Heru Suryanto, Pak Priagung, Pak Agus, Pak Sugeng, Ustadz Suriansyah, Pak Bambang serta teman-teman angkatan 2010 lainnya, yang selama ini telah bersama-sama saling membantu, mendukung dan menguatkan untuk bisa bersama-sama menyelesaikan perjuangan di PDTM ini. Juga kepada sensei Choiron yang telah banyak memotivasi penulis untuk segera menyelesaikan studi ini.

Terimakasih juga tak lupa penulis sampaikan kepada Riset Grup ASMAT UB; LLC Nano Films and Coatings Lab.; YS Denshi Plasma Technology , Co. Ltd.; dan Sanko Litte Industry, Co. Ltd., atas bantuan pendanaan untuk riset dan publikasi. Juga kepada semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian disertasi ini.





## RINGKASAN

**Istiroyah**, Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik Universitas Brawijaya, Februari 2016, Pengerasan Permukaan Baja Stainless Menggunakan High Dense RF-DC Plasma Nitriding, Komisi Pembimbing: Prof. Ir. ING. Wardana, M.Eng., Ph.D, Prof. Dr. Tatsuhiko Aizawa, dan Ir. D.J. Djoko Herry S., M.Phil., Ph.D.

Baja austenitik stainless steel AISI 316L dan martensitik stainless steel merupakan bahan yang diharapkan dapat menggantikan paduan Titanium dan Tungsten Karbida (WC) sebagai bahan *molds* dan *dies*. Untuk dapat memenuhi salah satu syarat sebagai bahan *molds* dan *dies* maka baja stainless steel tersebut harus diberikan rekayasa permukaan untuk meningkatkan kekerasannya. Karena proses rekayasa permukaan pada suhu di atas 500 °C akan menimbulkan sensitization dan penurunan daya tahan korosi, maka plasma nitriding menjadi alternatif pilihan yang tepat.

Pada penelitian terdahulu yang telah dilakukan di laboratorium Aizawa didapatkan bahwa *nitriding rate* konstan ( $K_p$ ) dari paduan Fe-18Cr yang dinitriding dengan DC plasma nitriding (DCPN) pada 500 °C memiliki nilai yang rendah sekitar  $0,078 \mu\text{m}^2/\text{s}$ . Sehingga salah satu upaya untuk meningkatkan *nitriding rate* ini adalah dengan mengombinasikan sumber plasma RF dan DC secara bersamaan sehingga diperoleh densitas plasma yang tinggi. Selain itu, pengaruh penambahan 30% gas hidrogen ke dalam plasma nitrogen terhadap intensitas optik spesies aktif di dalam plasma serta kedalaman difusi nitrogen ke dalam plasma juga diteliti. Hasil dari studi penambahan gas hidrogen dan penggabungan RF-DC plasma ini digunakan untuk memberikan rekayasa permukaan pada baja austenitik stainless steel (ASS) dan martensitik stainless steel (MSS) dan dipelajari karakteristik hasil nitriding serta kaitannya dengan mekanisme pengerasan (*hardening mechanism*) dan pengerasan permukaannya (*surface hardening*).

Bahan yang digunakan penelitian ini adalah baja austenitik stainless steel (ASS) AISI 316L dan baja martensitik stainless steel (MSS) AISI 420. Sedangkan alat utama yang digunakan meliputi: Sistem High Dense RF-DC Plasma Nitriding untuk proses nitriding, *Optical Emission Spectroscopy* (OES) digunakan untuk mendiagnosis plasma sehingga diketahui jenis dan intensitas optik dari spesies aktif di dalam plasma, *Vickers microhardness test* digunakan untuk mengukur kekerasan spesimen hasil nitriding, AES (*Auger Electron Spectroscopy*) untuk menganalisa konsentrasi dan kedalaman difusi unsur yang masuk ke dalam matrik baja stainless steel terutama unsur nitrogen, SEM (*Scanning Electron Spectroscopy*) untuk menganalisa morfologi permukaan spesimen hasil nitriding, XRD (*X-Ray Diffraction*) baik metode konvensional Bragg-Brentano maupun metode XRD 2 scintilator *Bragg Surface Diffraction* (BSD) dilakukan untuk menganalisa fasa yang terbentuk dan internal strain di dalam spesimen hasil nitriding. Selanjutnya, metode *First Principles* digunakan untuk memprediksikan posisi penempatan atom N di dalam *interstitial site* matrik baja martensitik stainless steel.

Hasil diagnostik plasma menggunakan OES menunjukkan  $\text{N}_2^+(X)$  dan  $\text{N}_2^*(B)$  merupakan 2 spesies yang dominan di dalam plasma. Sedangkan penambahan 30% hidrogen menyebabkan peningkatan intensitas optik dari ion  $\text{N}_2^+(X)$  secara drastis. Selanjutnya pengukuran kekerasan baja austenitik stainless steel meningkat dari kekerasan substrat tanpa nitriding sebesar 200 HV menjadi hingga 900 HV tergantung waktu dan temperatur nitriding dengan nilai  $K_p$  sebesar  $0,22 \mu\text{m}^2/\text{s}$  pada 480 °C. Hasil analisis AES pada spesimen baja martensitik stainless steel hasil nitriding menunjukkan bahwa penambahan 30%  $\text{H}_2$  selain





meningkatkan konsentrasi N juga meningkatkan kedalaman difusi N ke dalam matrik baja. Lebih lanjut hasil analisis XRD mengindikasikan terjadinya transformasi fasa dari martensite ( $\alpha'$ ) menjadi fasa ekspanded austenite ( $\gamma_N$ ) hal ini diperkuat oleh prediksi penempatan atom N yang mengindikasikan sebagian besar atom N menempati posisi interstisi pada bidang lateral sehingga menimbulkan anisotropik internal strain yang dapat memicu terjadinya transformasi fasa.





## SUMMARY

**Istiroyah**, Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, University of Brawijaya, February 2016, *Surface Hardening of Stainless Steel Using RF-DC High Dense Plasma Nitriding*, the Supervisory Committee: Prof. Ir. ING. Ward, M. Eng., Ph.D., Prof. Dr. Tatsuhiko Aizawa, and Ir. D.J. Herry Djoko S., M. Phil., Ph.D.

AISI 316L austenitic stainless steel and AISI 420 martensitic stainless steel are material that is expected to replace the Titanium and tungsten carbide alloy as molds and dies materials. To fulfill the molds and dies requirement, stainless steel must be given surface treatment to increase its hardness. Plasma nitriding is an alternative choice related to low temperature process. Stainless steel must be processed below 500 ° C, because at high temperature sensitization occurs and leads to corrosion resistance reduction.

Previous research carried out in Aizawa laboratory has found that nitriding rate constant of Fe-18Cr alloy which nitrided by DC plasma nitriding (DCPN) at 500 ° C is low,  $0,078 \mu\text{m}^2 / \text{s}$ . Effort was done by combining RF and DC plasma source simultaneously. This combination is expected to increase density of plasma and improve the nitriding rate. Furthermore, we investigate the effect of 30% hydrogen addition into nitrogen plasma to the intensity of the optical active species in the plasma and the depth of diffusion of nitrogen into the matrix.

AISI 316L austenitic stainless steel and AISI 420 martensitic stainless steel was used as specimen. The RF-DC High Dense Plasma nitriding system used for nitriding process, Optical Emission Spectroscopy (OES) was used for diagnose plasma. Vickers microhardness test was used to measure hardness of nitrided specimen. Furthermore, AES (Auger Electron Spectroscopy) was used for analyze the concentration and diffusion depth length of elements into the matrix of stainless steel, especially nitrogen, SEM ( Scanning Electron Spectroscopy) was used for analyze the morphology of the nitrided surface. XRD (X-Ray Diffraction) Bragg- Brentano conventional method and XRD 2D scintillator Bragg Surface Diffraction (BSD) were carried out to analyze the phases formed and the internal strain in the specimen. Furthermore, the First Principles methods was used to predict placement of N atoms in the interstitial sites.

OES spectrum show  $\text{N}_2^+$  (X) and  $\text{N}_2^*$  (B) are dominant species in the plasma. While the addition of 30% hydrogen in nitrogen plasma increase the optical intensity of both species and produces NH radicals in the plasma. Furthermore, Vickers microhardness of nitrided austenitic stainless steel increases from 200 HV up to 900 HV depend on the nitriding time and temperature. Nitriding rate constant ( $K_p$ ) is  $0.22 \mu\text{m}^2 / \text{s}$  at 480 °C. AES analysis of nitrided martensitic stainless steel shows concentration and diffusion depth length of nitrogen increase in  $\text{N}_2 + \text{H}_2$  plasma. Furthermore, XRD analysis indicated the occurrence of phase transformation from martensite ( $\alpha'$ ) into expanded austenite phase ( $\gamma\text{N}$ ). The prediction of N placement indicate the majority of N atoms occupy in lateral plane of interstitial site. This preference cause internal anisotropic strain which can trigger the phase transformation.





## KATA PENGANTAR

Puji Syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas rahmat dan karuniaNya sehingga penulis dapat menyelesaikan disertasi ini dengan judul :”Pengerasan Permukaan Baja Stainless Menggunakan RF-DC *High Dense* Plasma Nitriding”. Disertasi ini merupakan salah satu syarat untuk menyelesaikan studi pada Program Doktor Teknik Mesin, Fakultas Teknik UB.

Disertasi ini disusun berdasarkan penelitian yang telah penulis lakukan di LLC Nano Films and Coatings, OTA ku Jepang yang dilanjutkan dengan karakterisasi yang dilakukan di Lab. Pengujian Bahan di Kampus SIT Tamachi, di Centre of Advance Materials Analysis (CAMA) TITech Tokyo serta di Lab. Sentral Universitas Negeri Malang. Sebagian dari disertasi ini telah dipublikasikan dalam Jurnal Internasional terakreditasi dan dalam Prosiding Konferensi Internasional.

Ibarat pepatah, *tiada gading yang tak retak*, penulis menyadari disertasi ini masih sangat jauh dari sempurna, oleh karenanya saran dan kritik yang bersifat membangun akan penulis terima dengan tangan terbuka. Dan semoga disertasi ini dapat memberikan manfaat bagi pembaca.Aamiin.

Malang, Februari 2016

Penulis

Istiroyah



**DAFTAR ISI**

Halaman

<b>PENGANTAR</b> .....	i
<b>DAFTAR ISI</b> .....	ii
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	v
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	vi
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	vii
<b>DAFTAR SIMBOL dan SINGKATAN</b> .....	viii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Batasan Masalah .....	4
1.4 Tujuan Penelitian .....	5
1.5 Manfaat Penelitian .....	5
<b>BAB II KAJIAN PUSTAKA</b> .....	7
2.1 Baja Austenitik dan Martensitik Stainless Steel .....	7
2.1.1 Baja Austenitik Stainless Steel AISI 316L .....	8
2.1.2 Baja Martensitik Stainless Steel .....	8
2.2 Cetakan (Dies dan Mold) .....	9
2.3 Rekayasa Permukaan (surface Engineering) .....	10
2.4 Plasma .....	12
2.4.1 DC Glow Discharge .....	12
2.4.2 RF Glow Discharge .....	14
2.5 Plasma Nitriding untuk Baja Stainless Steel .....	15
2.6 Penambahan Gas Hidrogen ke dalam Plasma Nitrogen .....	16
2.7 Diagnostik Plasma dan Optical Emission Spectroscopy (OES) .....	17
2.7.1 Metode Probe Optik dengan Optical Emission Spectroscopy (OES) .....	18
2.7.2 Metode Probe Listrik dengan Langmuir Probe .....	19
2.8 Difusi Nitrogen dalam Baja Stainless Steel .....	21
2.8.1 Difusi Keadaan Tidak Steady (Nonsteady-state Diffusion) .....	23
2.9 Kekerasan Bahan dan Mekanisme Hardening .....	25
<b>BAB III KERANGKA KONSEP</b> .....	27
3.1 Desain dan Konsep Teoritis .....	27
3.2 Kerangka Konsep .....	28
3.3 Hipotesis Penelitian .....	29
<b>BAB IV METODOLOGI</b> .....	31
4.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	31
4.2 Bahan dan Alat .....	31
4.3 Metode Penelitian .....	31





4.3.1 Geometri Spesimen .....	32
4.3.2 Pencucian Spesimen .....	33
4.3.3 Proses Nitriding .....	33
4.3.4 Karakterisasi Plasma .....	36
4.3.5 Karakterisasi Kekerasan .....	38
4.3.6 Karakterisasi XRD .....	39
4.3.7 Auger Electron Spectroscopy (AES) .....	44
<b>BAB V HASIL dan PEMBAHASAN 47</b>	
5.1 Pengaruh Penggabungan Sumber Pembangkit Plasma RF-DC terhadap Proses Nitriding Baja Stainless .....	47
5.1.1 Pengujian Kekerasan Spesimen .....	47
5.1.2 Analisis XRD .....	51
5.2 Pengaruh Penambahan Hidrogen ke dalam Plasma Nitrogen terhadap Spesies Aktif selama Proses Transport dan Difusi Atom Nitrogen pada Plasma Nitriding RF-DC Densita Tinggi .....	54
5.2.1 Pembentukan Spesies Aktif di dalam RF-DC Plasma Nitriding Densitas Tinggi .....	54
5.2.2 Pengaruh Penambahan Hidrogen ke dalam Plasma Nitrogen .....	58
5.2.3 Mekanisme Pengerasan Baja Martensitik Stainless Steel (MSS) Hasil Nitriding pada Temperatur Substrat Rendah .....	66
<b>BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>73</b>
6.1 Kesimpulan .....	73
6.2 Saran .....	74
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>75</b>





## DAFTAR TABEL

No	Judul	Halaman
Tabel 4.1	Komposisi Kimia Spesimen Baja .....	31
Tabel 4.2	Geometri Chamber .....	34
Tabel 4.3	Parameter Proses Presputtering .....	35
Tabel 4.4	Parameter Proses Nitriding .....	35
Tabel 5.1	Energi ikat dari interaksi 2 FIA .....	70





## DAFTAR GAMBAR

No	Judul	Halaman
Gambar 2.1	Diagram Klasifikasi Baja Austenitik seri 300 .....	8
Gambar 2.2	Struktur Kristal Body Centered Tetragonal (BCT) .....	9
Gambar 2.3	Diagram Klasifikasi Baja Martensitik seri 41000 .....	9
Gambar 2.4	Skema DC Glow Discharge .....	13
Gambar 2.5	Kurva Karakteristik Arus-Tegangan DC Plasma .....	14
Gambar 2.6	Skema pembangkit RF Plasma .....	15
Gambar 2.7	Skema Reaktor Plasma Nitriding .....	16
Gambar 2.8	Morfologi Permukaan Substrat Setelah Proses Nitriding .....	16
Gambar 2.9	Bentuk Probe dari Langmuir Probe : (a) Spheris (b) silinder (c) planar .....	19
Gambar 2.10	Karakteristik I-V dari Langmuir Probe .....	20
Gambar 2.11	Oktahedral Interstisial site dari FCC dan BCC .....	21
Gambar 2.12	Difusi Interstisi Atom B ke dalam Matrik Atom A .....	21
Gambar 2.13	Kondisi untuk Menurunkan Hukum Ficks Kedua .....	23
Gambar 2.14	Bentuk Kurvatur dari persamaan 2.9 .....	24
Gambar 3.1	Kerangka Konsep Riset .....	28
Gambar 4.1	Diagram Proses Penelitian .....	32
Gambar 4.2	Geometri Spesimen .....	32
Gambar 4.3	Reaktor Plasma Nitriding .....	33
Gambar 4.4	Bagian Dalam Chamber .....	34
Gambar 4.5	Peralatan OES .....	37
Gambar 4.6	Skema Sistem Plasma Diagnostik Menggunakan OES .....	37
Gambar 4.7	Pengukuran OES (1) jendela kaca (2) fiber optik .....	38
Gambar 4.8	Tampilan Layar monitor OES .....	38
Gambar 4.9	Gambar Pengukuran Langmuir Probe .....	39
Gambar 4.10	Gambar alat Vickers microhardness test .....	39
Gambar 4.11	Skema Geometri dari Identer Vickers .....	40
Gambar 4.12	Skema Pengukuran XRD .....	41
Gambar 4.13	Skema Interaksi antar Berkas sinar-X dan Syarat terpenuhinya Hukum Bragg .....	41
Gambar 4.14	Bruker X-Ray Diffractometer di Tokyo Institute of Technology, Jepang .....	42
Gambar 4.15	Prinsip dari teknik X-Ray Bragg Surface Diffraction .....	43
Gambar 4.16	Peralatan X-Ray Bragg Surface Diffraction .....	44
Gambar 4.17	Aksis rotasi dan translasi dari peralatan 2D BSD defraktometer .....	44
Gambar 5.1	Spesimen (a) sebelum dinitriding dan (b) setelah dinitriding .....	47
Gambar 5.2	Kekerasan permukaan dari spesimen AISI 316L tanpa nitriding (substrat) dan spesimen hasil nitriding .....	48
Gambar 5.3	Kekerasan sebagai fungsi kedalam (Hardness Profile) spesimen AISI 316L pada masing-masing temperatur dengan variasi waktu nitriding .....	50
Gambar 5.4	Pola XRD dari Spesimen AISI 316L yang dinitriding pada temperatur 400°C dengan variasi waktu nitriding .....	51





Gambar 5.5	Pola XRD dari Spesimen AISI 316L yang dinitriding pada temperatur 450 dan 480°C selama 8 jam .....	53
Gambar 5.6	Spektrum OES dari Plasma N <sub>2</sub> dan N <sub>2</sub> +H <sub>2</sub> .....	55
Gambar 5.7	Mekanisme Pembentukan Ion N <sub>2</sub> <sup>+</sup> (X) dan molekul tereksitasi N*(B) .....	56
Gambar 5.8	Pembentukan Spesies Aktif dalam Plasma Nitriding RF-DC Densitas Tinggi dan Mekanisme Difusi Nitrogen ke dalam Matriks Spesimen (Substrat) .....	58
Gambar 5.9	Analisis Spektrum pada Panjang Gelombang 330-340 nm .....	59
Gambar 5.10	Karakteristik Arus-Tegangan (i-V) Probe dari Analisis Langmuir Probe (ALP) .....	60
Gambar 5.11	Model Reaksi dalam Plasma Campuran Hidrogen dan Nitrogen	61
Gambar 5.12	Pembentukan Spesies Aktif dalam Plasma Nitriding RF-DC Densitas Tinggi dengan atmosfer plasma campuran gas N <sub>2</sub> + H <sub>2</sub> dan Mekanisme Difusi Nitrogen ke dalam Matriks Spesimen (Substrat) .....	62
Gambar 5.13	Analisis AES Spesimen yang dinitriding dengan plasma nitrogen .....	64
Gambar 5.14	Analisis AES Spesimen yang dinitriding dengan plasma campuran nitrogen + hidrogen .....	64
Gambar 5.15	Profil Konsentrasi Nitrogen dalam Spesimen yang dinitriding dengan plasma campuran nitrogen-hidrogen .....	65
Gambar 5.16	Hasil SEM dari spesimen yang dinitriding dengan (a) plasma N <sub>2</sub> (b) Plasma N <sub>2</sub> +H <sub>2</sub> .....	65
Gambar 5.17	Pola XRD spesimen AISI 420 Martensitik stainless steel yang dinitriding dengan plasma nitrogen dan plasma campuran nitrogen+hidrogen .....	67
Gambar 5.18	Hasil analisis BSD 2D scintilator detektor spesimen tanpa nitriding dan spesimen hasil nitriding dengan plasma campuran nitrogen+hidrogen .....	69
Gambar 5.19	Posisi FIA di dalam superkisi BCC .....	70





## DAFTAR LAMPIRAN

No	Judul	Halaman
Lampiran 1	Data Analisis AES .....	
Lampiran 2	Perhitungan nitriding growth rate (Kp) .....	
Lampiran 3	Daftar Publikasi Pada Jurnal Internasional Terakreditasi .....	
Lampiran 4	Daftar Publikasi Pada Posiding Konferensi Internasional .....	





## DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN

Besaran	Satuan	Simbol atau Singkatan
Panjang gelombang	nm	$\lambda$
Sudut defraksi	derajat	$\theta$
Nitriding rate Constant	$\mu\text{m}^2/\text{s}$	Kp
Fasa expanded Austenit		$\gamma\text{N}$
Fasa Martensit		$\alpha'$
Fasa expanded Martensit		$\alpha\text{N}$
Synklotron Resonan Elektron		ECR
Arus Searah		DC
Frekuensi Radio		RF
Baja Stainless		SS
Probe Langmuir		LP
Analisis Probe Langmuir		ALP
Spektroskopi Elektron Auger		AES
Portable Komputer		PC
Analiser Penguat Foton		PMA





## BAB I PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Pengembangan dan pemanfaatan ilmu pengetahuan dan teknologi dalam kehidupan manusia ditekankan untuk menghasilkan produk yang dapat membuat hidup kita lebih mudah, lebih baik dan lebih aman. Berdasarkan pemikiran ini, ada kebutuhan yang berkesinambungan untuk menciptakan manufaktur yang ramah lingkungan (*environmentally benign manufacture*). Salah satu aspeknya adalah kebutuhan untuk memperoleh metode pemrosesan yang efektif dan efisien untuk memperbaiki properti permukaan bahan melalui rekayasa permukaan (*surface engineering*).

Rekayasa permukaan ini dibutuhkan karena dalam pemilihan bahan yang tepat untuk aplikasi tertentu terkadang sangat kompleks dan sulit dilakukan karena properti yang dibutuhkan tidak dapat dipenuhi oleh bahan secara langsung. Sehingga diharapkan dengan memberi perlakuan (*treatment*) khusus pada permukaan bahan maka properti yang dibutuhkan tersebut akan terpenuhi. Salah satu kebutuhan rekayasa permukaan adalah kebutuhan untuk pengerasan permukaan bahan, terutama pada logam. Hal ini berkaitan dengan kebutuhan memenuhi meningkatnya permintaan logam yang memiliki kekuatan dan ketahanan aus tinggi untuk keperluan manufaktur.

Secara umum metode perlakuan permukaan dapat dikelompokkan kedalam metode pelapisan (*coating*) baik secara elektro plating maupun secara deposisi (Kimia - *Chemical Vapour Deposition* / CVD dan Fisika - *Physical Vapour Deposition* /PVD) dan metode difusi (nitriding dan karburising).

Nitriding merupakan perlakuan permukaan yang telah banyak digunakan dan memegang peran penting dalam industri modern, terutama untuk meningkatkan kekerasan dan ketahanan aus dan telah digunakan dalam berbagai bidang, termasuk industri otomotif dan perkakas (*tooling*) (Bell, 1992). Berbagai jenis teknik nitriding saat ini telah banyak dikembangkan, seperti gas nitriding, *salt bath* nitriding (*liquid nitriding*), dan plasma nitriding. Plasma nitriding memiliki berbagai keunggulan, diantaranya dengan plasma nitriding temperatur proses menjadi lebih rendah (dibawah 500°C) dan waktu proses pun lebih singkat (Edenhofer, 1974; Kuwahara et al., 1991).





Seiring perkembangan teknologi berbagai variasi peralatan plasma nitriding kini banyak dikembangkan, seperti DC Plasma Nitriding, DC Pulsed Plasma nitriding, RF Plasma Nitriding, dan Microwave Plasma Nitriding. Akhir-akhir ini juga telah dikembangkan RF-DC Plasma, menurut Prolov, dengan memadukan sumber pembangkitan plasma DC dan RF diperoleh karakteristik plasma yang lebih stabil (Frolov, Matveev, Ivanov, & Zverev, 2011). Selain itu, dengan mengkombinasikan sumber RF dan DC maka kemampuan medan RF membentuk expanded plasma digunakan secara bersamaan dengan efek penguatan sputtering dan biasing dari sumber DC (Dinescu et al., 1998) atau disebut RF berbantu DC (Valencia et al., 2004) sehingga densitas plasma akan meningkat (Cebulla, Wendt, & Ellmer, 1998). Laboratorium Aizawa telah mengembangkan plasma nitriding RF-DC densitas tinggi terutama ditujukan untuk proses nitriding Aluminium alloy dan baja (Aizawa, T., Sugita, 2011).

Baja stainless steel merupakan kelompok paduan Fe yang memiliki ketahanan korosi yang cukup bagus sehingga memegang peran penting dalam berbagai sektor kehidupan, seperti sektor manufaktur, struktural, kimia, medis, makanan dan minuman serta lain sebagainya. Stainless steel saat ini banyak dieksplorasi sebagai alternatif material *dies* dan *mold* karena secara nilai ekonomi lebih menguntungkan daripada material tungsten karbida (WC) maupun titanium dan paduannya. Namun untuk memenuhi kriteria cukup keras dan tahan aus sebagai persyaratan *dies* dan *mold* maka baja stainless steel tersebut perlu diberi surface treatment berupa nitriding.

Dalam proses nitriding stainless steel, temperatur yang digunakan harus mempertimbangkan proses sensitisasi yang terjadi pada stainless steel pada temperatur di atas 500°C. Proses sensitisasi ini akan menghasilkan presipitasi kromium secara berlebihan pada batas butir sehingga daerah batas butir ini akan mudah terkorosi. Inilah salah satu keuntungan menggunakan plasma nitriding karena proses nitriding dapat dilakukan pada temperatur rendah dibawah 500°C.

Salah satu faktor yang sangat menentukan dalam proses plasma nitriding adalah kondisi plasma. Hal ini dikarenakan kondisi plasma merupakan salah satu parameter penting untuk memahami mekanisme reaksi yang terjadi antara spesies-spesies aktif di dalam plasma dengan permukaan substrat serta mekanisme difusi nitrogen ke dalam substrat. Salah satu teknik untuk mengidentifikasi dan mengkarakterisasi spesies-spesies aktif tersebut adalah





dengan menggunakan optical emission spectroscopy (OES) karena dengan OES kita dapat memperoleh informasi tanpa mengganggu plasmanya. Spesies-species aktif ini akan bertanggungjawab terhadap proses nitriding yang terjadi.

Berbagai model telah dikemukakan oleh para peneliti, seperti Edenhofer yang menyatakan bahwa mekanisme utama dalam proses transfer massa N ke dalam substrat adalah melalui sputtering dan re-deposisi, dimana ion-ion N berperan dalam proses sputtering pada permukaan substrat kemudian atom-atom Fe yang terlepas dari permukaan substrat akan bereaksi dengan N radikal yang terdapat dalam plasma membentuk FeN<sub>x</sub> dan kemudian terdeposisi kembali ke permukaan substrat (Edenhofer, 1974). Sedangkan menurut Hudis, yang meneliti proses nitriding baja AISI 4140 dan 4340, berdasarkan pengamatan spektroskopi menyimpulkan bahwa bombardir oleh molekul-molekul N-H ionik (NH<sup>+</sup>, NH<sub>2</sub><sup>+</sup>, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>, N<sub>2</sub>H<sub>2</sub><sup>+</sup>, dll) yang berperan aktif dalam proses nitriding dan bukan ion N (N<sup>+</sup> dan N<sub>2</sub><sup>+</sup>). Dia juga menyimpulkan bahwa campuran gas N<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub> menghasilkan respon nitriding yang superior (Hudis, 1973).

Selanjutnya Tibbets melakukan investigasi dengan menggunakan Fe murni dan baja AISI 1020 untuk mengetahui spesies-species yang bertanggungjawab terhadap proses nitriding mempostulatkan bahwa spesies netral terutama atom N lah yang berperan aktif dalam proses glow-discharge nitriding (Tibbetts, 1974). Sementara itu Brokman melakukan investigasi tentang efek penggunaan medan magnet dalam ionitriding (DC Plasma nitriding) dan mempostulatkan bahwa justru fluks ion lah yang berperan dalam proses nitriding (Brokman, 1981). Investigasi selanjutnya yang dilakukan oleh beberapa peneliti (Ahmadi & Czerwiec, 2008; Y.-H. Choi, Kim, Paek, Ju, & Hwang, 2005; Czerwiec, Michel, & Bergmann, 1998; Henrion, Hugon, Fabry, & Scherentz, 1997; Hirohata, Tsuchiya, & Hino, 2001; Kim & Han, 2003; Oliviera, Riofano, Castelitti, Tremiliosi, & Bento, 2003; Pinedo & Monteiro, 2004; Renevier, Czerwiec, Collignon, & Michel, 1998; a Ricard, 1999; Rie & Broszeit, 1995; M. K. Sharma, Saikia, & Bujarbarua, 2008; Sun & Bell, 1997) menyimpulkan bahwa mekanisme nitriding merupakan kombinasi dari berbagai model transfer massa N dan sangat tergantung pada sumber plasma serta parameter proses yang digunakan.

Walaupun telah banyak investigasi plasma diagnostik dan berbagai model telah direkomendasikan oleh para peneliti, namun penelitian mengenai nitriding dan





mekanismenya masih sangat diperlukan terutama untuk memperoleh nitriding yang efisien untuk memperoleh material baja stainless steel yang memenuhi kriteria untuk digunakan sebagai *dies* dan  *mold*. Di laboratorium Aizawa telah dilakukan penelitian plasma nitriding ini dengan menggunakan dc plasma nitriding pada paduan baja dengan kandungan Cr 17 % atomik dan diperoleh nilai nitriding rate (Kp) yang relatif rendah yaitu sekitar  $0,078 \mu\text{m}^2/\text{s}$  (Granito, 2003). Upaya untuk mendapatkan proses nitriding yang lebih efisien dengan nilai nitriding rate yang tinggi dilakukan dengan menggabungkan sumber pembangkit plasma RF dan DC. Pemanfaatan sumber pembangkit plasma gabungan RF-DC ini diharapkan akan dapat meningkatkan efektivitas proses nitriding pada baja stainless steel. Selain itu, investigasi terhadap peran hidrogen dengan penambahan gas hidrogen ke dalam plasma nitrogen juga perlu dilakukan. Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian untuk menginvestigasi proses pengerasan permukaan baja stainless steel dengan menggunakan plasma nitriding RF-DC densitas tinggi agar baja stainless steel jenis austenitik dan martensitik stainless steel dapat diaplikasikan sebagai *dies* pada proses microstamping dan  *mold* pada proses pencetakan lensa.

### 1.2. Rumusan Masalah:

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan di atas, maka permasalahan umum yang akan diselesaikan dalam penelitian ini adalah bagaimanakah karakteristik RF-DC densitas tinggi dalam proses nitriding baja stainless? Permasalahan umum ini kemudian dibagi menjadi beberapa permasalahan khusus yaitu:

1. Bagaimanakah pengaruh penggabungan sumber pembangkit plasma RF dan DC terhadap proses nitriding baja stainless?
2. Bagaimanakah pengaruh penambahan hidrogen ke dalam plasma nitrogen terhadap species aktif selama proses transport dan difusi atom nitrogen serta pengaruhnya terhadap proses nitriding baja stainless di dalam sistem plasma nitriding RF-DC densitas tinggi ?





### 1.3. Tujuan Penelitian:

Tujuan dari penelitian ini adalah:

Tujuan umum penelitian ini adalah mengungkap karakteristik RF-DC densitas tinggi dalam proses nitriding baja stainless. Tujuan umum ini dibagi menjadi beberapa tujuan khusus yaitu:

1. Mengungkap pengaruh penggabungan sumber pembangkit plasma RF-DC terhadap proses nitriding baja stainless.
2. Mengungkap pengaruh penambahan hidrogen ke dalam plasma nitrogen terhadap species aktif selama proses transport dan difusi atom nitrogen serta pengaruhnya terhadap proses nitriding baja stainless di dalam sistem plasma nitriding RF-DC densitas tinggi.

### 1.4 Batasan Masalah

Pendekatan teori yang memprediksikan reaksi di dalam plasma berdasarkan persamaan transport Boltzmann digunakan untuk menjelaskan kondisi species aktif di dalam plasma. Hal ini disebabkan hasil analisa menggunakan langmuir probe di dapatkan plasma dalam kondisi supersaturasi ion. Arus probe bernilai negatif pada semua nilai tegangan probe. Kondisi ini menyebabkan densitas ion tidak dapat dianalisis secara kuantitatif menggunakan software Analysis of Langmuir Probe (ALP).

### 1.5 Manfaat

Manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Memberikan kontribusi ilmiah dalam kajian tentang proses nitriding dan mekanisme difusi nitrogen ke dalam baja stainless padaplasma nitriding RF-DC densitas tinggi.
2. Hasil penelitian ini diharapkan dapat mendukung terwujudnya manufaktur ramah lingkungan terutama dalam upaya menemukan proses nitriding yang efisien untuk baja stainless.
3. Hasil penelitian ini akan memberikan kontribusi bagi dunia industri dalam mengaplikasikan baja stainless steel ternidridisasi sebagai bahan *dies* dan *mold*.





## BAB II KAJIAN PUSTAKA

### 2.1 Baja Austenitik dan Martensitik Stainless

Baja stainless merupakan kelompok paduan Fe yang mengandung elemen tahan korosi berupa kromium (Cr) dan nikel (Ni). Kandungan Cr biasanya berada pada kisaran 11 hingga 30 %. Secara umum, berdasarkan struktur kristalnya, baja stainless diklasifikasikan kedalam empat kelompok besar, yaitu: austenitik stainless steel (ASS), feritik stainless steel, martensitik stainless steel (MSS) dan dupleks stainless steel. Austenitik stainless steel memiliki struktur kristal kubus berpusat muka atau *face-centered cubic* (FCC), sedangkan feritik stainless steel memiliki struktur kristal kubus berpusat badan atau *body-centered cubic* (BCC) dan martensitik stainless steel (MSS) memiliki struktur kristal BCC termodifikasi atau lebih dikenal sebagai struktur kristal tetragonal berpusat badan atau *body-centered tetragonal* (BCT) (ASM International, 1994). Berikut ini akan diulas tentang baja austenitik dan martensitik stainless.

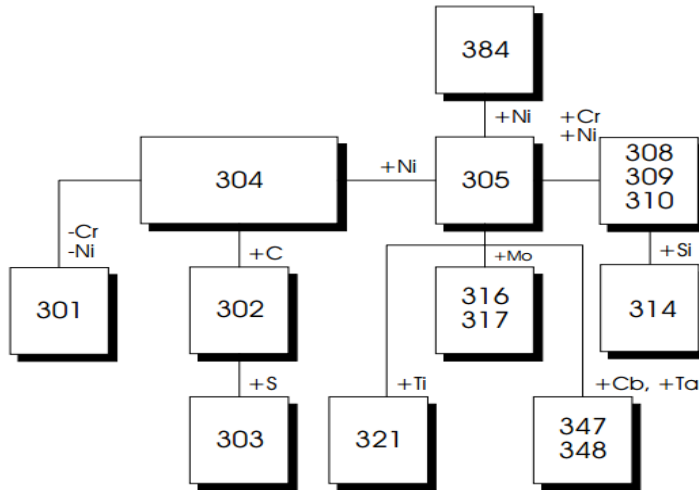
#### 2.1.1 Baja Austenitik Stainless AISI 316L

Baja austenitik stainless merupakan kelompok besar dalam keluarga baja stainless yang memiliki aplikasi yang luas karena keunggulannya dari sisi keuletan, kemampuan pembentukan (*formability*), ketangguhan (*toughness*) dan ketahanan korosi. Salah satu kategori dari baja austenitik stainless ini adalah paduan kromium-nikel dan dikenal sebagai seri 300, seperti AISI S30400 dan AISI S31600. Baja austenitik kategori ini merupakan paduan yang bersifat non magnetik dan biasanya memiliki kandungan kromium minimum 12 % serta memiliki ketahanan korosi dan oksidasi yang bagus (ASM International, 2008).

Sifat ketahanan korosi dari paduan ini juga tergantung pada elemen tambahan yang bersifat tahan korosi yang ditambahkan ke dalam paduan, yaitu molibdenum (Mo). Elemen Mo ini ditambahkan pada paduan AISI S31600 untuk tujuan ketahanan korosi dalam lingkungan klorida yang bersifat asam. Sedangkan simbol L menunjukkan kandungan karbon yang lebih rendah (*lower carbon grades*). Hal ini ditujukan untuk mencegah korosi intergranular (ASM International, 1994).

Diagram klasifikasi baja austenitik dapat dilihat pada gambar 2.1.





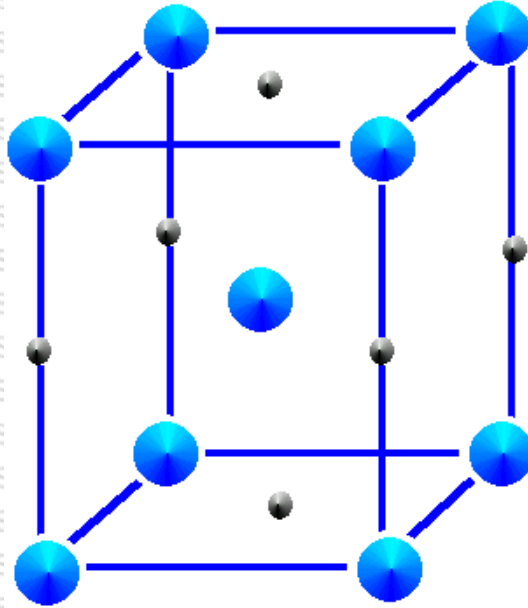
Gambar 2.1 Diagram klasifikasi baja austenitik seri 300 (ASM International, 2008)

### 2.1.2 Baja Martensitik Stainless AISI 420

Baja martensitik stainless merupakan kelompok dalam baja stainless steel yang memiliki struktur BCC termodifikasi atau lebih dikenal sebagai *Body Centered Tetragonal (BCT)*. Struktur BCT ini dapat dilihat pada gambar 2.2. Baja martensitik stainless ini mirip dengan paduan besi-karbon yang diaustenisasi, dikeraskan dengan quenching, dan kemudian ditemper untuk meningkatkan keuletan dan ketangguhan (ASM International, 1994).

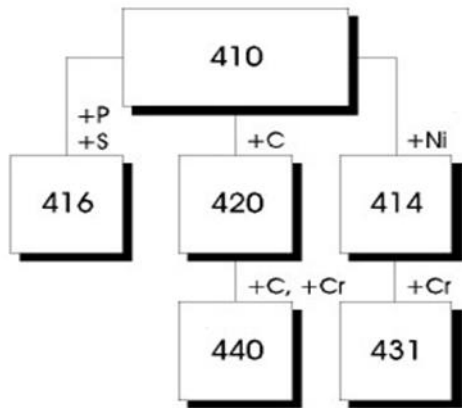
Kekuatan baja martensitik yang diperoleh dari perlakuan panas (*heat treatment*) tergantung pada kandungan karbon dalam paduan. Semakin tinggi kandungan karbonnya maka akan semakin tinggi kekuatannya tetapi keuletan dan ketangguhannya akan menurun. Paduan yang paling banyak digunakan adalah kelompok AISI S41000 yang memiliki kandungan karbon 0,1 % dan kromium 12%. Baik kandungan karbon maupun kromium ditingkatkan pada paduan AISI S42000 (ASM International, 1994). Paduan ini bersifat magnetik dan memiliki ketangguhan dan ketahanan korosi yang cukup bagus pada lingkungan normal.





Gambar 2.2 Struktur kristal Body Centered Tetragonal (BCT)(Alan's Angel, 2008).

Diagram klasifikasi kelompok S41000 dapat dilihat pada gambar 2.3.



Gambar 2.3 Diagram klasifikasi kelompok baja martensitik stainless steel AISI S41000 (ASM International, 2008).

## 2.2 Cetakan (*Dies dan Mold*)

*Dies* dan *mold* merupakan perkakas manufaktur yang berfungsi sebagai cetakan. Bila material yang diproses berupa padatan (*solid*) maka cetakannya disebut *dies* sedangkan bila





material yang diproses berupa cairan, semi cair ataupun semi solid seperti pada proses pembuatan plastik dan lensa maka cetakannya disebut dengan *mold*. Material yang digunakan sebagai *dies* dan *mold* harus memenuhi beberapa syarat yaitu cukup kuat, keras, akurat pada temperatur dan tekanan tinggi, memiliki ketahanan oksidasi yang bagus, memiliki ekspansi termal rendah dan konduktivitas panas yang tinggi. Selama ini material yang biasa digunakan untuk *mold* dan *dies* adalah tungsten carbide (WC), CrN, titanium dan titanium alloy (Choi et al., 2004; Lin, Duh, & Yau, 2006) yang dilapisi dengan *hard coating* (Ma, Chien, Chuan, Chao, & Hwang, 2008). Namun material-material tersebut memiliki harga yang relatif tinggi sehingga sebuah *mold* dan *dies* mencapai harga puluhan juta rupiah, sehingga selain upaya memperpanjang lifetime dan durabilitas dari *mold* dan *dies* maka upaya eksplorasi material lain sebagai pengganti material *mold* dan *dies* sangat diperlukan.

Saat ini material yang banyak diekplorasi sebagai alternatif material *mold* dan *dies* adalah baja baik baja austenitik, martensitik maupun *tool steel*. Namun untuk memenuhi kriteria cukup keras sebagai salah satu persyaratan *mold* dan *dies* maka diperlukan rekayasa permukaan (*surface engineering*) berupa pengerasan permukaan. Bagian berikut ini akan mengulas tentang rekayasa permukaan yang banyak digunakan untuk pengerasan permukaan baja.

### 2.3 Rekayasa Permukaan (*Surface Engineering*)

Rekayasa permukaan (*surface engineering*) memegang peran penting dalam bidang teknologi, sebagai upaya meningkatkan properti mekanik material dalam mengatasi masalah keausan (*wear*), kekerasan (*hardness*), dan ketahanan korosi. Rekayasa permukaan secara umum didefinisikan sebagai penggunaan proses atau perlakuan (*treatment*) untuk memodifikasi permukaan material sehingga propertiesnya memenuhi kriteria yang diperlukan untuk sebuah aplikasi serta meningkatkan performanya (Bell, 1990; Jacobs, 1993). Dari definisi ini maka rekayasa permukaan ini memiliki beberapa keuntungan, di antaranya adalah:

1. Meningkatkan kinerja dan produktivitas
2. Penggunaan bahan substrat (spesimen) yang lebih murah





3. Memberikan fleksibilitas untuk menyesuaikan substrat (spesimen) dan sifat permukaan untuk aplikasi tertentu.

Sehingga sangat penting mempertimbangkan karakteristik permukaan dan substrat (spesimen) ketika akan memilih perlakuan rekayasa permukaan. Secara umum, rekayasa permukaan dikelompokkan ke dalam 3 kelompok, yaitu :

1. Melapisi substrat (*coating*), baik menggunakan PVD, CVD, elektroplating, dll.
2. Memodifikasi struktur substrat (spesimen), meliputi pengerasan permukaan dengan induksi (*induction hardening*), *flame hardening* dan *shot peening*.
3. Memodifikasi komposisi kimia dan struktur substrat (spesimen), meliputi : implantasi ion dan metode difusi.

Rekayasa permukaan dengan metode difusi merupakan proses termokimia yang melibatkan perlakuan panas dan proses difusi elemen (unsur) ke dalam substrat atau spesimen. Contoh dari metode difusi adalah karburising, boriding dan nitriding. Dalam metode difusi ini 2 reaksi utama yang terlibat dalam proses, yaitu reaksi adsorpsi oleh permukaan substrat dan reaksi difusi ke dalam substrat (ASM Book, 1977).

Nitriding merupakan salah satu proses termokimia yang menggunakan metode difusi untuk memasukkan nitrogen ke dalam substrat (spesimen) sehingga menghasilkan gradien konsentrasi nitrogen di dalam spesimen. Nitriding telah banyak digunakan untuk meningkatkan kekerasan (*surface hardness*), ketahanan aus (*wear resistance*), kekuatan lelah (*fatigue strength*), ketahanan korosi (*corrosion resistance*) dan stabilitas dimensi (*dimensional stability*) dari logam terutama baja (Ahmadi & Czerwiec, 2008; Figueroa, Czerwiec, Driemeier, Baumvol, & Weber, 2007; R. Kumar et al., 2011; Oliviera, Riofano, Castelitti, Tremiliosi, & Bento, 2003).

Berbagai media dapat digunakan dalam proses nitriding, seperti: gas, cairan dan plasma. Penggunaan nitriding ini memiliki kelebihan dan kelemahannya masing-masing, namun dibandingkan dengan media gas dan cairan, media plasma memiliki beberapa kelebihan diantaranya temperatur prosesnya yang rendah (dibawah 500°C), ramah lingkungan dan lebih aman. Sehingga akhir-akhir ini plasma nitriding telah banyak





dikembangkan oleh para peneliti. Dalam proses plasma nitriding, maka kondisi plasma yang digunakan sebagai media proses nitriding ini sangat penting peranannya, sehingga pemahaman dasar tentang plasma sangat diperlukan. Selanjutnya akan diulas tentang plasma.

## 2.4 Plasma

Plasma merupakan keadaan ke empat dari materi selain padat, cair dan gas. Perubahan keadaan materi menjadi plasma melalui proses ionisasi atau pemisahan atom-atom materi tersebut menjadi ion dan elektron. Proses ionisasi ini dapat berlangsung secara bertahap sehingga menghasilkan derajat ionisasi yang berbeda-beda mulai dari sangat rendah ( $10^{-6}$  bagian) hingga 100% terionisasi. Salah satu jenis plasma laboratorium yang saat ini banyak diinvestigasi dan dimanfaatkan untuk berbagai keperluan seperti rekayasa permukaan, sterilisasi dan deposisi adalah plasma temperatur rendah (*low-temperature plasma*) yang biasa disebut dengan lucutan gas (*gas discharge*) atau *glow discharge*. Medan listrik yang digunakan untuk membangkitkan dan menjaga sustainabilitas *glow discharge* dapat dihasilkan dari pasokan arus listrik searah (DC) ataupun arus listrik bolak-balik (AC).

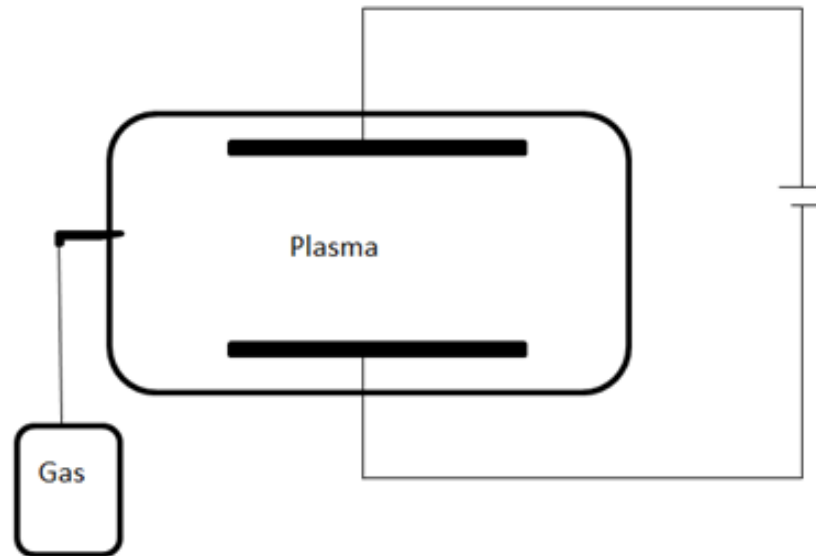
### 2.4.1 DC glow discharge

DC glow discharge merupakan plasma lucutan gas (*gas discharge plasma*) yang dihasilkan dari beda potensial yang cukup tinggi. Akibatnya, gas yang ada diantara elektroda akan mengalami ionisasi dengan melepaskan elektron menjadi ion positif dan elektron bebas. Proses ini menghasilkan lucutan atau pijaran dalam gas. Selengkapny proses ini dapat dijelaskan sebagai berikut: sejumlah elektron yang dipancarkan oleh elektroda akan dipercepat oleh adanya medan listrik yang terbentuk pada ruang diantara elektroda sehingga menumbuk atom-atom gas. Tumbukan yang paling banyak terjadi berupa tumbukan inelastik yang menghasilkan eksitasi dan ionisasi atom gas tersebut. Proses eksitasi yang terjadi akan diiringi dengan proses deeksitasi dengan memancarkan radiasi yang menghasilkan lucutan atau pijaran. Sedangkan proses ionisasi akan menghasilkan elektron dan ion. Ion-ion ini akan dipercepat oleh medan listrik menuju katoda, sehingga akan terjadi tumbukan yang menghasilkan pelepasan elektron baru oleh atom-atom yang ada pada permukaan katoda. Elektron-elektron baru ini akan meningkatkan proses tumbukan yang menghasilkan ionisasi dan menghasilkan ion dan elektron. Proses dari pancaran elektron pada katoda dan ionisasi





pada plasma akan menghasilkan lucutan atau pijaran yang berkesinambungan (Bogaerts, Neyts, Gijbels, & Van Der Mullen, 2002).



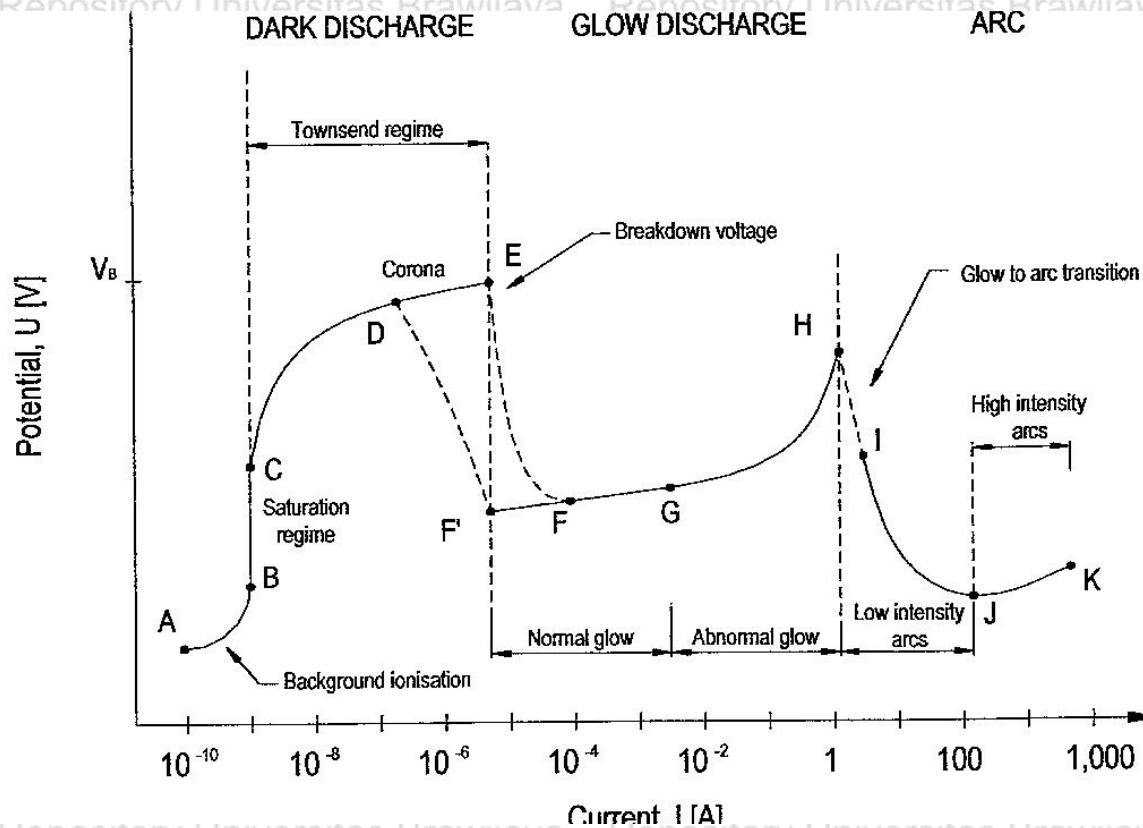
Gambar 2.4 Skema DC glow discharge

DC glow discharge ini memiliki beberapa daerah spesifik sesuai dengan karakteristik I-V nya, seperti dapat dilihat pada gambar 2.4. Secara umum dapat dibedakan menjadi 3 daerah, yaitu dark discharge, glow discharge dan arc discharge.

Daerah *dark discharge* memiliki arus yang lemah dengan tingkat eksitasi atom yang rendah dan sulit menjaga sustainabilitasnya secara kontinyu tanpa sumber elektron dari luar.

Berikutnya adalah daerah *glow discharge* yang terbagi menjadi *normal glow discharge* dan *abnormal glow discharge* yang memiliki arus relatif lebih besar pada kisaran 10<sup>-4</sup> hingga 10<sup>-1</sup> A. *Normal glow discharge* banyak dimanfaatkan di dunia industri untuk lampu dan tabung fluoresen. Sedangkan untuk keperluan perlakuan permukaan (*surface treatment*) biasanya digunakan *abnormal glow discharge* (Edenhofer, 1974).





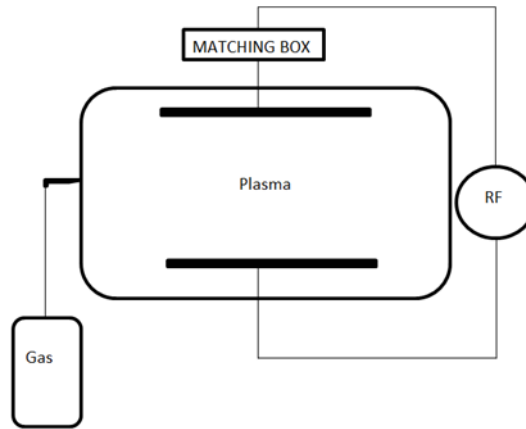
Gambar 2.5 Kurva karakteristik Arus-Tegangan DC Plasma (Reece Roth, 1997)

### 2.4.2 RF glow discharge

RF glow discharge biasanya dibangkitkan dan dijaga sustainabilitasnya menggunakan arus bolak-balik (AC) dengan frekuensi pada range frekuensi gelombang radio ( $10^5 - 10^8$  Hz). Frekuensi yang umum digunakan adalah 13,56 MHz. RF plasma ini memiliki kelebihan dibandingkan DC plasma karena dapat digunakan untuk memproses (deposisi / nitriding / etching) material yang bersifat non konduktor yang tidak dapat diproses menggunakan DC plasma.

Dalam RF discharge, tumbukan elastik antara partikel bermuatan dengan gas latar (gas yang dijadikan atmosfer plasma) merupakan mekanisme utama yang terjadi. Sehingga RF discharge ini memiliki derajat ionisasi dan disosiasi yang lebih tinggi dibandingkan DC glow discharge (Lister, 1994).





Gambar 2.6 Skema pembangkitan RF plasma

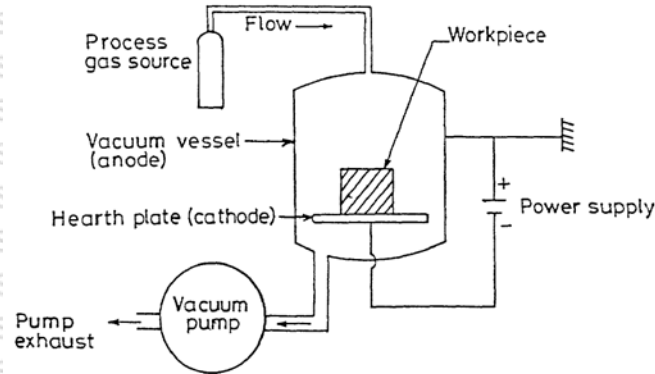
Saat ini aplikasi plasma untuk rekayasa permukaan yang telah banyak dikembangkan adalah plasma nitriding. Berikut ini akan diulas tentang plasma nitriding untuk baja.

## 2.5 Plasma Nitriding untuk baja stainless steel.

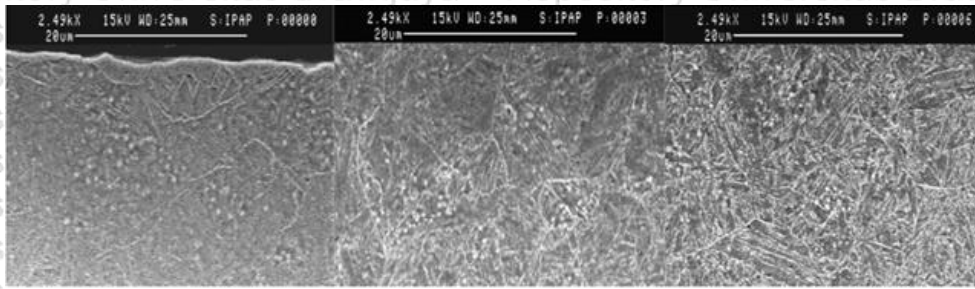
Seperti yang telah disebutkan pada sub bab terdahulu, bahwa nitriding pada baja stainless steel harus dilakukan pada temperatur rendah dibawah temperatur eutektoid paduan Fe-N yang berada pada kisaran 490 -530 °C, karena diatas temperatur tersebut baja akan mengalami penurunan kekerasan akibat *presipitation coarsening* dan penurunan ketahanan korosi akibat presipitasi CrN pada batas butir . Hal ini yang menjadi salah satu alasan plasma nitriding menjadi pilihan yang tepat.

Plasma nitriding menghasilkan kekerasan permukaan yang tinggi, laju proses tinggi serta diperoleh material dengan struktur bergradasi. Penelitian yang dilakukan Meletis dkk, diperoleh bahwa nitriding pretreatment yang diberikan pada substrat baja telah berhasil memodifikasi baik kekasaran permukaan maupun strukturmikro substrat sehingga diperoleh suatu lapisan bergradasi (*functionally-graded layer*) dalam hal kekerasan (hardness).





Gambar 2.7 Skema reaktor plasma nitriding (IAEA, Industrial Applications and Chemistry Section, 2000)



Gambar 2.8 Morfologi permukaan substrat setelah proses nitriding (Meletis, 1993)

## 2.6 Penambahan Gas Hidrogen ke dalam Plasma Nitrogen

Dalam proses nitriding, jenis gas yang digunakan sebagai plasma akan mempengaruhi proses nitriding itu sendiri. Salah satu jenis gas yang selama ini banyak ditambahkan ke dalam plasma nitrogen adalah gas hidrogen. Sejak era 70 an gas hidrogen ini dinyatakan dapat meningkatkan efektivitas proses nitriding melalui pembentukan radikal ion  $NH_x$  (Hudis, 1973). Namun, hingga saat ini peran hidrogen dan efeknya terhadap proses nitriding masih belum dapat dijelaskan secara komprehensif dan berbagai hasil yang saling kontradiksi didapatkan tergantung pada tekanan dan sistem plasma nitriding yang digunakan. Pada tekanan rendah di bawah 10 Pa, didapatkan bahwa penambahan gas hidrogen pada RF plasma nitriding meningkatkan daerah difusi sehingga kedalaman difusi atom nitrogen ke dalam matriks baja stainless steel AISI 316 meningkat secara signifikan (Fewell, Priest,





Baldwin, Collins, & Short, 2000; Hovorka & Musil, 2000; S. Kumar et al., 2000). Fenomena yang serupa juga teramati pada microwave plasma nitriding (Hovorka & Musil, 2000).

Namun, pada DC plasma nitriding diperoleh hasil yang kontradiktif, penambahan hidrogen justru mengurangi difusi atom nitrogen ke dalam matriks (Menthe & Rie, 1999).

Selain itu, beberapa peneliti juga telah melaporkan tentang efek penambahan hidrogen ke dalam plasma nitrogen terhadap spesies aktif yang terbentuk di dalam plasma. Pada tekanan rendah di bawah 10 Pa, penambahan hidrogen (<10%) meningkatkan konsentrasi spesies aktif dan efektivitas proses nitriding baik pada microwave maupun RF plasma nitriding (Priest, Baldwin, & Fewell, 2001; Ricard, Gaboriau, & Canal, 2008). Peningkatan konsentrasi spesies aktif ini berkaitan dengan pembentukan radikal NH melalui reaksi  $N + H + M_2 \rightarrow NH + M_2$  dan proses ionisasi melalui reaksi Penning. Selama proses, pembentukan radikal NH ini lebih dominan dibandingkan proses ionisasi, sehingga pada tekanan rendah ini atom N yang dihasilkan dari disosiasi NH merupakan aktif spesies utama dalam proses nitriding.

Di lain pihak, hasil yang berbeda teramati pada plasma tekanan medium. Kim menyimpulkan bahwa penambahan 20% hidrogen di dalam *pulsed DC plasma nitriding* pada tekanan medium, merupakan kondisi optimum untuk meningkatkan intensitas optik dari  $N_2^*$  dan  $N_2^+$  (Kim, Kim, & Han, 2002). Sedangkan Hirohata, menemukan bahwa densitas ion molekul nitrogen ( $N_2^+$ ) dan molekul nitrogen tereksitasi ( $N_2^*$ ) dalam sistem ECR plasma nitriding optimum pada rasio tekanan  $H_2 / N_2$  sebesar 0,5 (Hirohata, Tsuchiya, & Hino, 2001). Selanjutnya Walkowicz mendapatkan bahwa penambahan 50-75%  $H_2$  dalam *DC-pulsed glow discharge* menghasilkan ketebalan optimal dari zona difusi (diffusion zone) (Walkowicz, 2003). Tumbukan antar partikel atau molekul di dalam tekanan medium meningkat akibat pengaruh berkurangnya jarak antar partikel dan molekul. Lebih lanjut Tatarova menyatakan bahwa disosiasi molekular  $N_2-H_2$  dalam sistem microwave discharge pada tekanan 0.5 - 2 torr didominasi oleh mekanisme rekombinasi elektron- permukaan ion dari ion  $HN_2^+$  and  $N_2^+$ . Keduanya merupakan sumber utama dari pembentukan atom N dan bukan radikal NH.



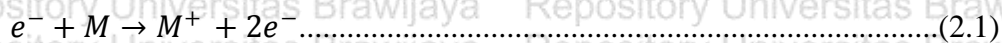


## 2.7 Diagnostik Plasma

Teknis plasma diagnostik penting dilakukan untuk memahami fisika plasma sehingga dapat digunakan untuk mengontrol dan mengoptimasi proses plasma serta (Iter, 1999). Teknik plasma diagnostik yang banyak digunakan adalah metode probe optik dengan menggunakan *optical emission spectroscopy* (OES) dan metode probe listrik menggunakan Langmuir Probe.

### 2.7.1 Metode Probe Optik dengan *Optical Emission Spectroscopy* (OES)

Prinsip dasar dalam cara kerja OES adalah dengan memanfaatkan pancaran (emisi) cahaya dari proses eksitasi-deeksitasi atom dan molekul di dalam plasma. Tumbukan inelastik yang terjadi antara elektron dan molekul atau atom di dalam plasma akan menghasilkan proses ionisasi dan eksitasi molekul atau atom gas di dalam plasma. Reaksi dari tumbukan inelastik ini dapat pada persamaan 2.1 dan 2.2.



Energetik molekul atau atom  $M^{*}$  memiliki tingkat energi yang lebih tinggi daripada molekul atau atom dalam keadaan dasar (ground state) dan cenderung mengalami peluruhan (proses deeksitasi) menuju keadaan dasar dengan memancarkan foton untuk membebaskan kelebihan energinya. Proses ini digambarkan dalam persamaan 2.3 (Modest, 2013).



Dimana  $h\nu$  adalah energi dari foton yang diemisikan.

Setiap transisi peluruhan (deeksitasi) memancarkan foton dengan energi tertentu, yaitu pada satu frekuensi tertentu, sehingga menimbulkan pola emisi atau spektrum, yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi spesies memancarkan. Selain itu, intensitas setiap garis emisi sebanding dengan jumlah molekul pada setiap tingkat energi (Hancock, 1995). Peralatan pengamatan spektroskopi biasanya meliputi perangkat input optik berupa serat optik yang berfungsi untuk mengumpulkan cahaya dan meneruskan cahaya input ini ke



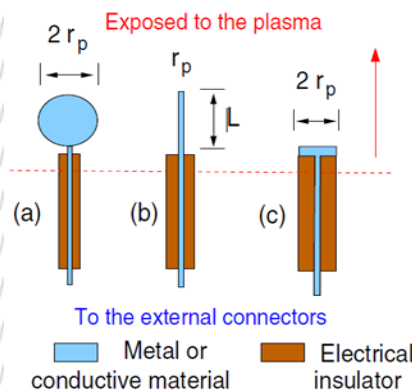
monokromator (Olesik, 1992). Kemudian diteruskan ke detektor berupa PMT. Spektrum yang terbentuk akan menunjukkan hubungan intensitas sinyal terhadap panjang gelombang.

Salah satu kelebihan OES adalah teknik diagnosanya yang sederhana, tidak mengganggu plasma, dan dapat secara akurat memberikan informasi tentang jenis dan populasi spesies aktif di dalam plasma (Harrison, Lord, & Loofbourow, 1948). Sehingga dengan OES akan dapat diketahui jenis spesies aktif yang dominan di dalam plasma.

### 2.7.2 Metode Probe Listrik dengan Langmuir Probe

Langmuir Probe merupakan salah satu cara menganalisa secara kuantitatif spesies aktif di dalam plasma meliputi rapat ion, rapat elektron, temperatur ion dan temperatur elektron. Langmuir Probe merupakan probe listrik yang banyak digunakan karena cukup sederhana dan mudah diaplikasikan pada plasma (Impedans, 2011).

Secara sederhana prinsip kerja dari probe listrik adalah mengukur parameter lokal dari plasma dengan menggunakan listrik untuk mengumpulkan partikel bermuatan dari plasma. Langmuir probe secara umum dibedakan menjadi 3, yaitu planar, silinder dan bulat seperti ditunjukkan dalam gambar 2.9. Probe ini dimasukkan ke dalam plasma dan diberi tegangan eksternal ( $V_p$ ). Kemudian, diukur arus yang terjadi di dalam plasma ( $I_p$ ). Hubungan  $V_p$  dan  $I_p$  akan memberikan kurva karakteristik I-V.



Gambar 2.9 Bentuk probe dari Langmuir Probe: (a) sferis (b) silinder (c) planar (Conde, 2011)





Karakteristik I-V dari analisis langmuir probe pada plasma densitas rendah (*low ionized plasma*) secara umum adalah seperti gambar 2.10. Karakteristik ini memiliki tiga daerah yang berbeda:

#### A. Saturasi Ion

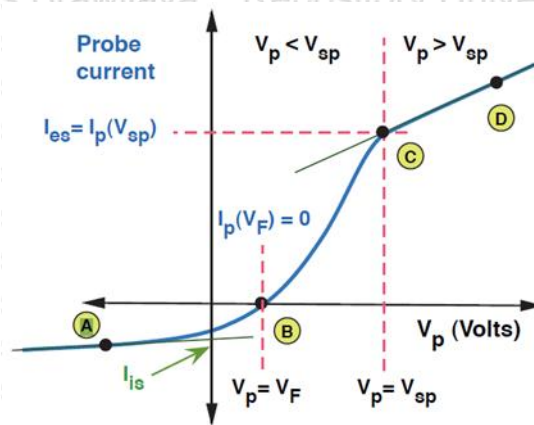
Daerah di sebelah kiri B merupakan daerah bias negatif dengan  $V_p \ll V_{sp}$ , yaitu tegangan bias probe adalah negatif dibandingkan dengan potensial plasma. Pada daerah ini, elektron ditolak dan ion positif ditarik oleh probe. Wilayah ini digunakan untuk menghitung densitas ion di dalam plasma.

#### B. Retardansi Elektron

Daerah antara B dan C disebut sebagai daerah retardansi elektron. Pada daerah ini potensial plasma mulai berkurang. Akibatnya, elektron mulai ditarik oleh probe. Elektron saat meningkat secara eksponensial ketika elektron dalam kesetimbangan termal. Kemiringan kurva di daerah ini memberikan informasi tentang suhu elektron.

#### C. Saturasi Elektron

Di sebelah kanan  $V_p$  potensi penyelidikan menarik elektron plasma dan elektron saturasi terjadi. Wilayah ini digunakan untuk menghitung nilai yang akurat untuk potensial plasma menggunakan teknik lereng berpotongan.



Gambar 2.10 Karakteristik I-V dari Langmuir Probe (Conde, 2011)



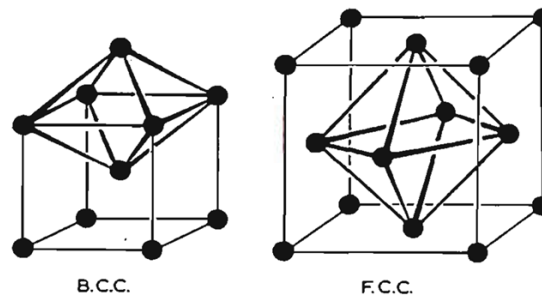


Dalam memahami informasi devais probe listrik, maka digunakan asumsi bahwa elektron adalah pembawa muatan negatif dan atom atau molekul terionisasi tunggal sebagai pembawa muatan positif (Chen, 2003).

## 2.8 Difusi Nitrogen dalam Baja Stainless Steel

Atom-atom nitrogen yang berdifusi masuk ke dalam matrik baja stainless steel salah satu kemungkinannya adalah akan menempati posisi interstisial pada kisi kristal matrik.

Gambar 2.10 menunjukkan posisi oktahedral interstisial pada struktur kristal FCC dan BCC.



Gambar 2.11 Oktahedral interstisial site dari FCC dan BCC (Porter & Easterling, 1992)

Salah satu jenis difusi atom di dalam logam adalah difusi interstisi (*interstitial diffusion*), difusi ini didefinisikan sebagai proses lompatan acak. Ilustrasi dari definisi ini dijelaskan menggunakan model sederhana dari pengenceran larutan padat interstisial (B) ke dalam matrik atom (A) berstruktur kristal kubus sederhana. Diasumsikan bahwa larutan ini encer sehingga setiap atom interstisi dikelilingi oleh 6 posisi interstisi kosong. Jika konsentrasi B dalam larutan bervariasi sepanjang arah satu dimensi ( $x$ ) seperti ditunjukkan gambar 2.12, maka atom B dapat berdifusi ke sepanjang material matrik hingga konsentrasinya sama di setiap tempat. Selanjutnya bagaimana difusi ini dapat digambarkan seperti karakteristik lompatan acak atom interstisial, maka diilustrasikan dengan pertukaran atom antara 2 bidang atom yang berhadapan seperti ditunjukkan pada gambar 2.12 (a).

Diasumsikan rata-rata interstisial atom melompat  $\Gamma_b$  kali perdetik dan setiap lompatannya bersifat acak, maka akan ada probabilitas yang sama dari atom melompat ke salah satu dari 6 tempat yang berdekatan.

Jika bidang 1 berisi  $n_1$  atom B per  $m^2$ , maka jumlah atom yang akan melompat dari bidang 1 ke bidang 2 dalam 1 detik (J) diberikan oleh:

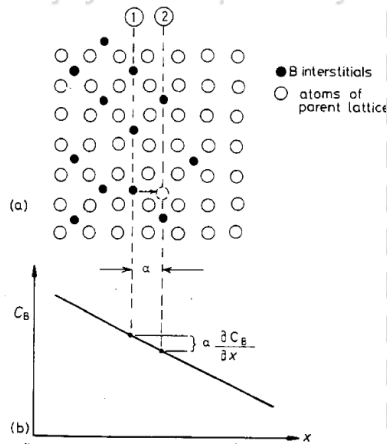




$$\vec{J}_B = \frac{1}{6} \Gamma_B n_1 \dots \dots \dots (2.1)$$

Dalam waktu yang sama, jumlah atom yang melompat dari bidang 2 ke bidang 1 adalah:

$$\overleftarrow{J}_B = \frac{1}{6} \Gamma_B n_2 \dots \dots \dots (2.2)$$



Gambar 2.12 Difusi interstisi atom B ke dalam matrik atom A (Porter & Easterling, 1992)

Jika  $n_1 > n_2$ , maka fluk netto dari kiri ke kanan adalah sebesar:

$$J_B = \vec{J}_B - \overleftarrow{J}_B = \frac{1}{6} \Gamma_B (n_1 - n_2) \dots \dots \dots (2.3)$$

dimana  $n_1$  dan  $n_2$  berkaitan dengan konsentrasi B di dalam kisi. Jika pemisahan bidang (1) dan (2) adalah  $\alpha$ , maka konsentrasi B pada posisi bidang (1) adalah  $C_B(1) = n_1/\alpha$  dan  $C_B(2) = n_2/\alpha$ . Oleh karena itu,  $(n_1 - n_2) = \alpha \{(C_B1 - C_B2)\}$  dan dari gambar 2.8 didapatkan bahwa  $C_B(1) - C_B(2) = -\alpha(\frac{\partial C_B}{\partial x})$ . Bila disubstitusikan ke dalam persamaan (2.3), maka akan diperoleh:

$$J_B = -\left(\frac{1}{6} \Gamma_B \alpha^2\right) \frac{\partial C_B}{\partial x} \dots \dots \dots (2.4)$$

Turunan parsial  $\left(\frac{\partial C_B}{\partial x}\right)$  digunakan untuk mengindikasikan bahwa gradien konsentrasi berubah terhadap waktu. Jadi dengan adanya gradien konsentrasi, lompatan acak dari atom-atom





individu akan menghasilkan aliran netto atom menuruni gradien konsentrasi. Jika

didefinisikan  $D_B = \left(\frac{1}{6} \Gamma_B \alpha^2\right)$ , maka persamaan (2.4) menjadi:

$$J_B = -D_B \frac{\partial C_B}{\partial x} \quad (2.5)$$

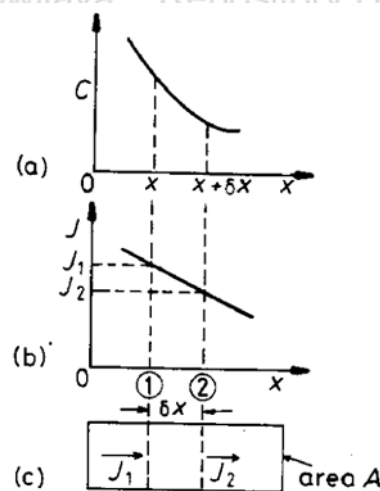
Persamaan ini identik dengan Hukum Ficks Pertama dimana  $D_B$  merupakan difusivitas intrinsik atau koefisien difusi dari B dan memiliki satuan  $m^2/s$  (Porter & Easterling, 1992).

### 2.8.1 Difusi Keadaan Tidak Steady (*Nonsteady-state Diffusion*)

Hampir sebagian besar situasi praktis difusi yang terjadi adalah kondisi *nonsteady* yaitu konsentrasi berubah baik terhadap jarak maupun waktu, sehingga Hukum Ficks Pertama tidak dapat digunakan. Maka untuk kondisi ini, ilustrasi sederhananya diberikan pada gambar 2.13 (a), dimana profil konsentrasi hanya ada di sepanjang sumbu (x).

Fluks pada setiap titik di sepanjang sumbu-x akan tergantung pada nilai lokal dari  $D_B$  dan  $\frac{\partial C_B}{\partial x}$  seperti ditunjukkan pada gambar 2.13 (b). Untuk menentukan bagaimana konsentrasi B pada tiap titik bervariasi terhadap waktu, maka diilustrasikan dengan mengambil irisan tipis dari material dengan luas A dan tebal  $\delta x$  seperti dapat dilihat pada gambar 2.13 (c).

Jumlah atom interstisial B yang berdifusi ke dalam irisan material sepanjang bidang (1) dalam rentang waktu singkat  $\delta t$  adalah sebesar  $J_1 A \delta t$ .



Gambar 2.13 Kondisi untuk menurunkan Hukum Ficks Kedua (Porter & Easterling, 1992).





Sedangkan jumlah atom yang meninggalkan irisan tipis hanya sebesar  $J_2 A \delta t$ . Karena  $J_1 > J_2$  maka konsentrasi B dalam irisan material akan meningkat sebesar:

$$\delta C_B = \frac{(J_1 - J_2) A \delta t}{A \delta x} \dots \dots \dots (2.6).$$

Karena  $\partial x \ll$  dan dalam rentang waktu yang sangat singkat *limit*  $\delta t \rightarrow 0$ , maka persamaan (2.6) menjadi:

$$\frac{\partial C_B}{\partial t} = \frac{\partial J_B}{\partial x} \dots \dots \dots (2.7).$$

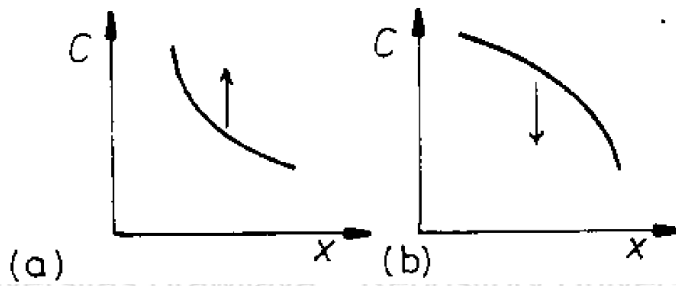
Jika persamaan (2.7) disubstitusikan ke dalam Hukum Ficks Pertama maka akan diperoleh:

$$\frac{\partial C_B}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left( D_B \frac{\partial C_B}{\partial x} \right) \dots \dots \dots (2.8)$$

Persamaan (2.8) ini dikenal sebagai Hukum Ficks Kedua, dan jika variasi DB terhadap konsentrasi dapat diabaikan maka persamaan (2.8) dapat disederhanakan menjadi:

$$\frac{\partial C_B}{\partial t} = D_B \frac{\partial^2 C_B}{\partial x^2} \dots \dots \dots (2.9)$$

Persamaan (2.9) ini memiliki bentuk kurvatur sederhana seperti ditunjukkan pada gambar 2.14.



Gambar 2.14 Bentuk kurvatur dari persamaan 2.9 (a) semua konsentrasi meningkat terhadap waktu  $\partial^2 C / \partial x^2 > 0$  dan semua konsentrasi menurun terhadap waktu  $\partial^2 C / \partial x^2 < 0$  (Porter & Easterling, 1992).

Untuk bahan yang mengandung unsur pembentuk presipitat seperti baja stainless steel yang mengandung Cr maka interaksi antara Cr dengan atom yang didifusikan harus diperhitungkan karena selain menghasilkan presipitat pada temperatur tinggi, juga akan





terjadi interaksi Cr-N ini dalam bentuk ikatan lemah (ikatan fisik) pada temperatur rendah. Sehingga untuk kasus difusi atom N ke dalam baja stainless steel digunakan pendekatan teori yang mempertimbangkan interaksi Cr-N ini yang meliputi trapping dan swelling. Semua teori tersebut dimodifikasikan dari Hukum Ficks Kedua (Galdikas & Moskalioviene, 2013; Moskalioviene, Galdikas, Riviere, & Pichon, 2011; Moskalioviene & Galdikas, 2012).

## 2.9 Kekerasan Bahan dan Mekanisme Pengerasan

Kekerasan bahan didefinisikan sebagai ukuran ketahanan suatu bahan untuk menahan tekanan atau indentasi yang diberikan pada permukaan untuk menghasilkan deformasi dan diukur sesuai skala kekerasan yang digunakan. Umumnya jenis atau tipe indentasi yang digunakan adalah Vickers, Rockwell, Knoop dan Brinell (ASM International, 1994). Dalam penelitian ini, metode yang digunakan untuk mengevaluasi kekerasan bahan adalah Vickers microhardness test.

Zona pengerasan bahan yang digunakan dalam tulisan ini merujuk pada definisi yang diberikan American Society for Metals yaitu: zona pengerasan permukaan ditentukan pada daerah terjadinya peningkatan kekerasan di atas nilai kekerasan baja tanpa perlakuan (spesimen tanpa nitriding atau substrat).

Mekanisme pengerasan (peningkatan kekerasan) bahan dapat diklasifikasikan berdasarkan faktor penyebab timbulnya pengerasan, yaitu: presipitasi, larutan padat (*solid solution*) dan regangan (*strain hardening*). Pengerasan presipitasi (*precipitation hardening*) dihasilkan oleh terbentuknya fasa baru (presipitat) yang memiliki kekerasan lebih tinggi dari substrat, misalnya  $Fe_xN$  dan  $CrN$ . Sedangkan pada pengerasan larutan padat (*solid solution hardening*), peningkatan kekerasan dihasilkan oleh adanya atom asing yang terlarut dan menempati posisi interstisi ataupun substitusi pada atom substrat. Atom-atom asing yang terlarut ini memiliki interaksi secara fisika (membentuk ikatan lemah) dengan atom-atom substrat di sekitarnya tetapi tidak membentuk presipitat dan berperan sebagai penghambat dari slip (pergerakan dislokasi) sehingga deformasi plastis bahan menjadi berkurang yang berarti kekerasan bahan meningkat. Pengerasan regangan (*strain hardening*) ini berkaitan dengan hadirnya atom-atom asing di dalam substrat yang memiliki ukuran berbeda dengan atom induknya sehingga menghasilkan regangan pada daerah sekitarnya. Regangan ini akan berperan juga sebagai penghambat pergerakan dislokasi (Callister, 1997).





### BAB III KERANGKA KONSEP

#### 3.1 Desain dan konsep teoritis

Desain penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah penelitian eksperimental untuk mempelajari dan menganalisa karakteristik plasma nitriding RF-DC densitas tinggi dalam proses nitriding baja stainless.

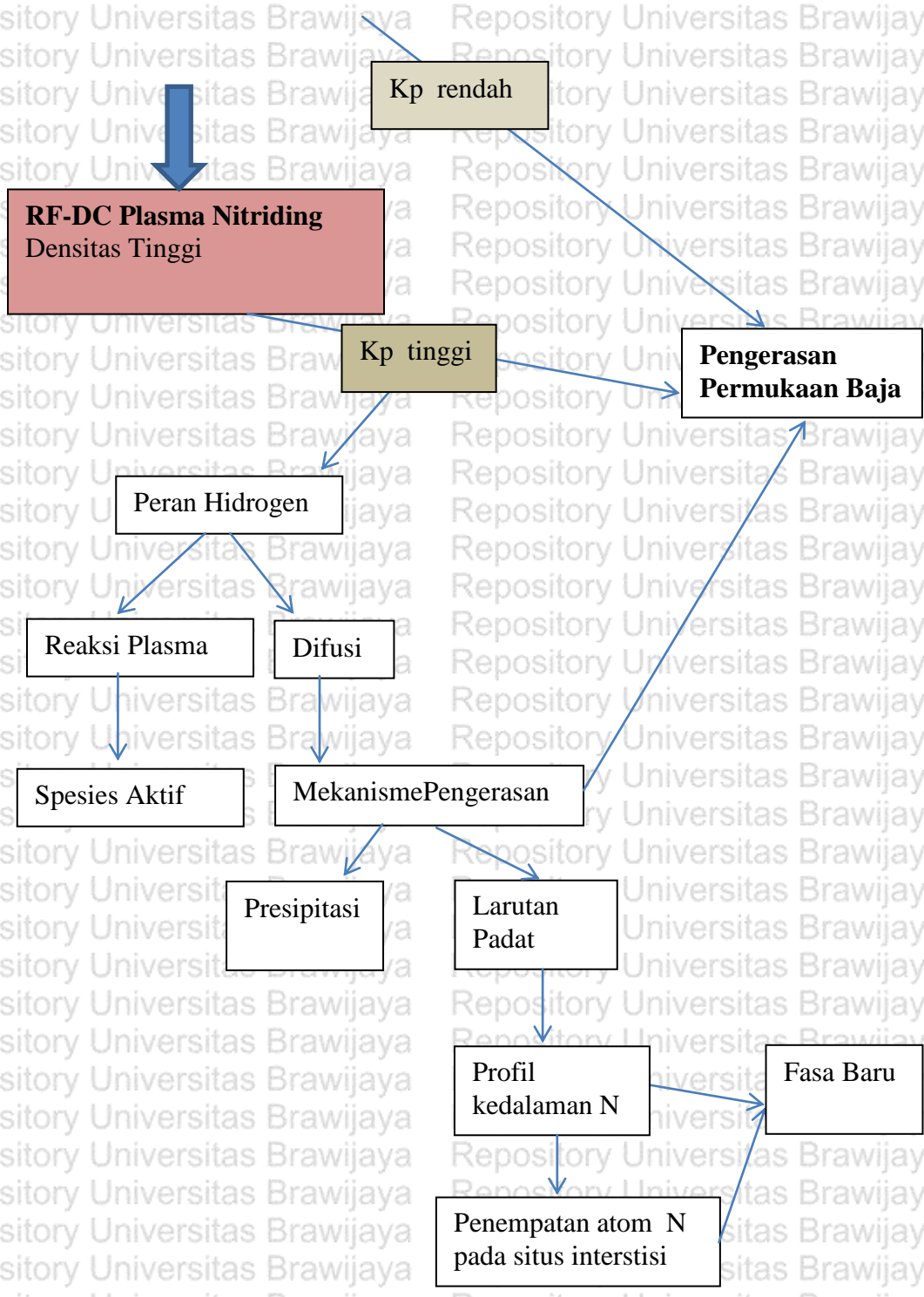
DC Plasma nitriding (DCPN) selama ini telah banyak digunakan di dunia industri untuk meningkatkan kekerasan permukaan paduan Fe. Namun, dari penelitian terdahulu yang dilakukan oleh Granito didapatkan bahwa nitriding rate konstan ( $K_p$ ) dari paduan Fe-18Cr pada DCPN sangat rendah, yaitu sekitar  $0,078 \mu\text{m}^2/\text{s}$  (Granito, 2003). Sebagai salah satu upaya meningkatkan  $K_p$  ini maka dikembangkanlah plasma nitriding RF-DC densitas tinggi.

Dalam proses nitriding, penambahan gas hidrogen ke dalam plasma diketahui memiliki efek positif terhadap hasil nitriding (Fewell et al., 2000; Hovorka & Musil, 2000; S. Kumar et al., 2000) dan intensitas optik spesies aktif di dalam plasma (Hirohata et al., 2001; Kim et al., 2002).

Baja austenitik AISI 316L dan martensitik AISI 420 stainless steel merupakan jenis baja stainless yang saat ini banyak diteliti untuk menggantikan paduan titanium dan paduan tungsten sebagai bahan *modal* dan *dies* dalam proses manufaktur. Untuk memenuhi syarat sebagai bahan tersebut maka baja stainless harus dinitriding untuk meningkatkan kekerasannya. Sehingga dalam upaya mendapatkan proses nitriding yang efisien digunakan plasma nitriding RF-DC densitas tinggi. Penggabungan sumber plasma RF dan DC secara bersamaan diharapkan akan dapat menghasilkan densitas plasma yang tinggi. Hal ini disebabkan kemampuan medan RF membentuk *expanded plasma* digunakan secara bersamaan dengan efek penguatan sputtering dan biasing dari sumber DC (Cebulla et al., 1998; Dinescu et al., 1998).

DC Plasma Nitriding  
Densitas Rendah  
(Granito)





Gambar 3.1 Kerangka Konsep Riset





### 3.2 Hipotesis Penelitian

Dari kerangka konsep di atas dapat ditarik hipotesis:

1. Penggabungan sumber pembangkit plasma RF-DC pada proses nitriding akan meningkatkan *nitriding growth rate* ( $K_p$ ). Hal ini berkaitan langsung dengan densitas plasma.
2. Penambahan hidrogen ke dalam plasma nitrogen akan meningkatkan konsentrasi dan kedalaman difusi atom N ke dalam substrat sehingga mempengaruhi kekerasan dan fasa dari spesimen baja stainless.



## BAB IV METODOLOGI

### 4.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Aizawa Laboratory dan Nano Film & Coat Laboratory LLC SIT Jepang, Laboratorium Pengujian Bahan SIT Jepang, Laboratorium Sentral Universitas Negeri Malang, dan CAMA Tokyo Institute of Technology (TITech) Jepang.

Waktu penelitian adalah mulai bulan Februari 2011 – Juli 2014.

### 4.2 Bahan dan Alat

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah baja austenitik stainless steel AISI 316L dan baja martensitik stainless steel AISI 420, gas nitrogen, gas hidrogen, alkohol, kertas gosok, dan *DI water*.

Sedangkan alat utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah *high dense* RF-DC plasma nitriding, *ultrasonic cleaner*, OES PMA 11 Hamamatsu C8808-01, XRD, SEM dan *Vickers mikrohardness*.

### 4.3 Metode Penelitian

Dalam penelitian ini digunakan 2 jenis baja stainless steel dengan komposisi kimia seperti ditunjukkan dalam Tabel 4.1

Tabel 4.1 Komposisi kimia spesimen baja dalam at%

Spesimen	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	P	S	Fe
AISI 316L	0,021	1,56	0,53	17	13	2,16	0,033	0,03	65,666
AISI 420	0,40	1,3	0,95	13,5	-	-	0,04	0,03	83,18

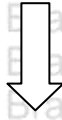
Sedangkan diagram alir proses penelitian ditunjukkan dalam gambar 4.1





Persiapan  
specimen

- Dicuci
- Dikeringkan
- Preheating



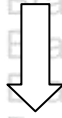
Nitriding

- Pemvakuman
- Pemanasan substrat
- Presputtering
- Nitriding & Diagnosa Plasma



Karakterisasi

- Kekerasan
- Fasa
- Kedalaman difusi
- Mikrostruktur



Analisis Data

Gambar 4.1 Diagram proses penelitian

### 4.3.1 Geometri spesimen

Spesimen yang digunakan dalam penelitian ini berbentuk silinder dengan diameter 2cm dan tebal 0,4 cm.





Gambar 4.2 Geometri spesimen

#### 4.3.2 Pencucian spesimen

Pencucian spesimen menggunakan metode Electro degreasing yang diikuti dengan ultrasonic cleaner. Electro degreasing dilakukan dalam larutan alkali kuat dengan temperatur 50°C selama 2 menit kemudian setelah disemprot dengan *DI (Deionized) Water* spesimen dimasukkan dalam ultrasonic cleaner selama 20 menit. Selanjutnya spesimen dikeringkan setelah dimasukkan dalam larutan alkohol selama 30 detik. Setelah kering spesimen dipreheating selama 10 menit.

#### 4.3.3 Proses Nitriding

Proses nitriding yang digunakan adalah Plasma Nitriding dengan peralatan seperti ditunjukkan dalam gambar 4.3



Gambar 4.3 Reaktor Plasma Nitriding

Keterangan gambar:

1. Chiller atau pendingin





2. Kompresor
3. Tombol dan saklar on/off untuk pompa dan mesin
4. Display pengatur parameter proses secara digital
5. Pompa Rotari dan difusi
6. Chamber
7. Pengatur aliran gas

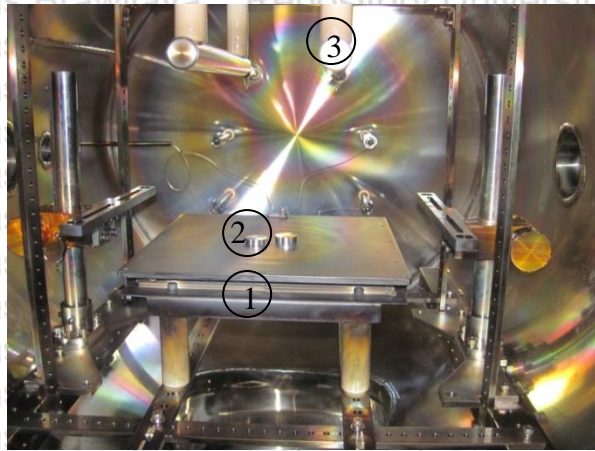
Sedangkan geometri chamber yang digunakan untuk proses nitriding dapat dilihat dalam Tabel 4.2

Tabel 4.2 Geometri chamber

Diameter chamber	60 cm
Jarak substrat-elektrode	13,7 cm
Jarakelektrode-elektrode	7,2 cm
Diameter elektrode	2 cm
Luas holder substrat	20 x 20 cm <sup>2</sup>

Bagian dalam dari chamber yang digunakan selama proses nitriding diperlihatkan pada gambar 4.4.





Gambar 4.4 Bagian dalam chamber

Keterangan gambar

1. Holder substrat
2. Substrat
3. Elektrode

Setelah specimen dimasukkan kedalam chamber kemudian chamber divakum hingga tekanan 0,5 Pa. Kemudian dialiri gas  $N_2$  hingga tekanan 300 Pa dan selanjutnya proses pemanasan (*heating*) untuk mencapai temperatur proses yang diperlukan. Setelah temperatur dicapai divakum kembali untuk mengevakuasi gas hingga tekanan 0,5 Pa.

Berikutnya adalah proses presputtering dengan parameter seperti Tabel 4.3. Presputtering bertujuan untuk membersihkan permukaan specimen dari oksida yang masih menempel sehingga proses difusi atom nitrogen tidak terhambat oleh lapisan oksida.

Tabel 4.3 Parameter Proses Presputtering

Tekanan (Pa)	50
Tegangan bias DC (V)	500
Waktu (menit)	15
Temperatur ( $^{\circ}C$ )	Sesuai temperatur nitriding (400,450 atau 480)
Laju aliran gas $N_2$ (cc/m)	50





Selanjutnya dilakukan proses nitriding dengan memvariasi temperatur dan waktu proses. Parameter proses nitriding yang digunakan ditunjukkan dalam Tabel 4.4

Tabel 4.4 Parameter proses nitriding

Tekanan (Pa)	70
Temperatur (°C)	400 , 450 dan 480
Waktu (ks)	7,2;14,4 dan 28,8
Tegangan RF (V)	200
Tegangan bias DC (V)	400
Perbandingan N <sub>2</sub> :H <sub>2</sub> (cc/m)	70 : 30

Adapun prosedur dari proses nitriding yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Buka chamber dengan memutar sekrup pada keempat sisi.
2. Masukkan specimen ke atas sampel holder.
3. Tutup kembali chamber.
4. Nyalakan tombol ON pada sistem nitriding.
5. Tutup semua katup masukan gas ke chamber.
6. Nyalakan heater (pemanas) dan set sesuai temperatur yang akan digunakan (400, 450 atau 480 °C).
7. Nyalakan pompa rotari hingga tekanan dasar mencapai 0.5 Pa.
8. Buka katup gas nitrogen dan hidrogen serta set laju aliran gas pada 70 cc/m pada N<sub>2</sub> dan 30 cc/m pada H<sub>2</sub>.
9. Nyalakan tombol sumber tegangan DC dan RF.
10. Tunggu sesuai waktu nitriding yang digunakan (7,2; 14,4 dan 28,8 ks).
11. Tutup katup gas N<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>.
12. Matikan heater.





13. Matikan sumber tegangan DC dan RF.

14. Buka katup pembuangan gas.

15. Nyalakan pompa rotari.

16. Tunggu hingga tekanan dasar 0,5 Pa.

17. Matikan pompa rotari.

18. Buka katup gas  $N_2$  dan set pada laju aliran 900 cc/m.

19. Tunggu hingga temperatur mencapai 50 °C.

20. Tutup katup gas  $N_2$ .

21. Tekan Vent, tunggu hingga tekanan mencapai 44000Pa .

22. Buka chamber dan ambil specimen.

Specimen hasil nitriding ini dibiarkan di udara terbuka hingga dingin sebelum dimasukkan ke dalam penyimpanan specimen.

Selama proses nitriding berlangsung dilakukan monitoring keadaan plasma di dalam chamber.

#### 4.3.4 Karakterisasi Plasma

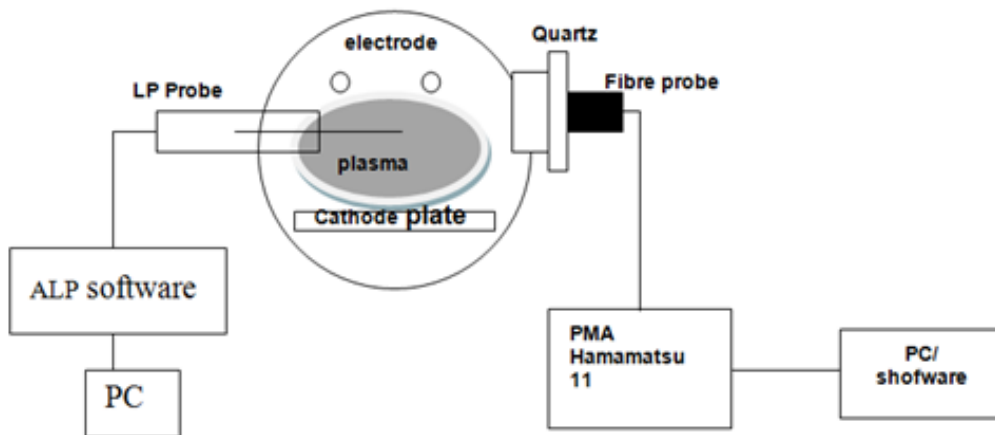
Optical Emission Spectroscopy (OES) dan Langmuir Probe (LP) digunakan untuk memonitor kondisi plasma selama proses nitriding. Hal ini bertujuan untuk mempelajari proses eksternal dari nitriding sehingga diketahui kondisi plasmanya seperti spesies dari gas yang terbentuk dan juga spesies dari atom-atom radikal yang terbentuk. Peralatan OES ditunjukkan dalam gambar 4.5.





Gambar 4.5 Peralatan OES

Alat spectroscopi ini memiliki 3 bagian utama yaitu: Photo detector berupa probe fiber 52pect, spectrometer dan 52pectrum.



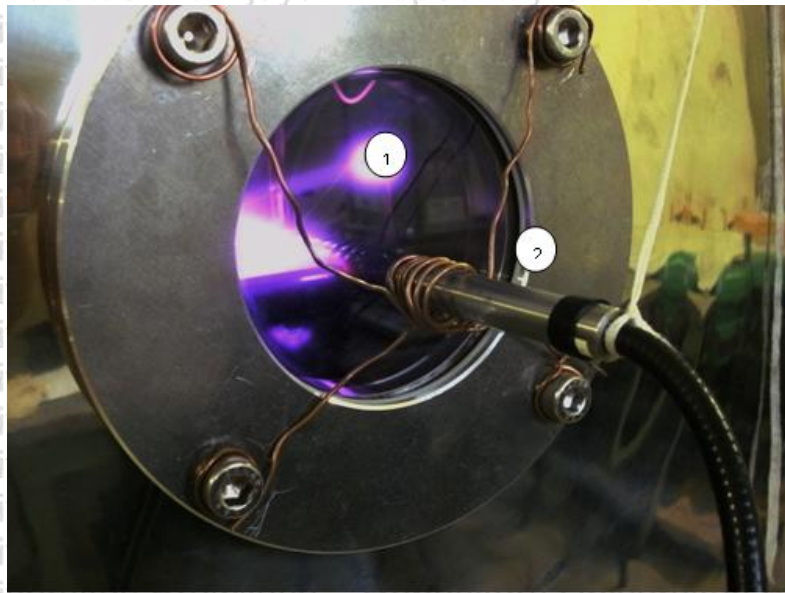
Gambar 4.6 Skema sistem plasma diagnostik menggunakan OES dan LP

Pengukuran OES dilakukan melalui jendela kaca (*quartz window*) dari *chamber* plasma nitriding. Fiber optik ditempelkan pada jendela kaca *chamber* seperti diperlihatkan pada gambar 4.7. Fiber optik akan menangkap pijaran dari plasma yang kemudian akan diteruskan ke perangkat analisis berupa Multi Channel Analyser (PMA) yang akan memilah



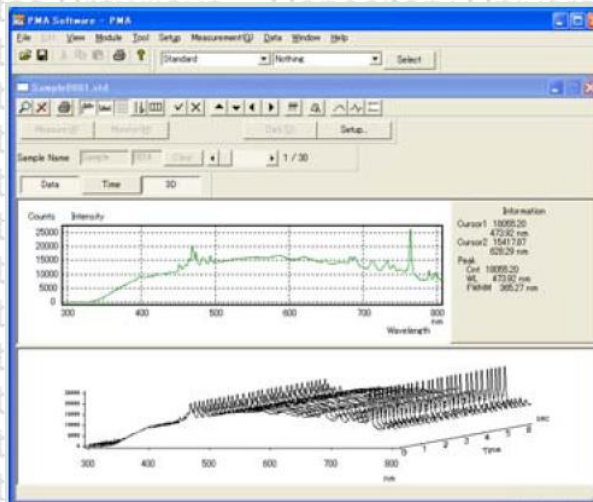


masing-masing cahaya berdasarkan panjang gelombangnya ( $\lambda$ ) dan intensitasnya masing-masing. Kemudian hasil PMA ini akan diteruskan ke PC yang dilengkapi software.



Gambar 4.7 Pengukuran OES : (1) jendela kaca (b) fiber optik

Tampilan spektrum OES pada layar PC ditunjukkan pada gambar 4.8.



Gambar 4.8 Tampilan layar monitor pada OES

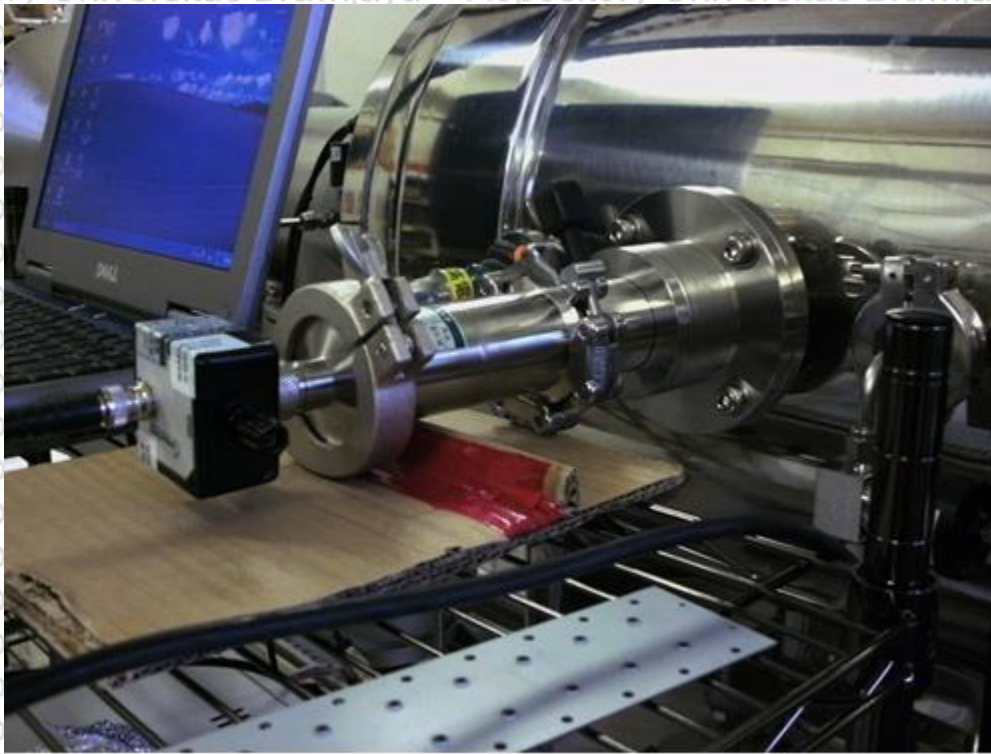
Selanjutnya untuk menganalisa spektrum hasil OES ini digunakan NIST Basic Atomic Spectroscopy.

Sedangkan Langmuir Probe pada dasarnya terdiri atas probe listrik dan ALP software yang dihubungkan dengan PC. Pengukuran Langmuir Probe ditunjukkan pada gambar 4.9.





Hasil pengukuran langmuir probe ini berupa kurva karakteristik antara tegangan probe  $V_p$  dan arus probe  $I_p$ .



Gambar 4.9 Pengukuran Langmuir Probe

#### 4.3.5 Karakterisasi Kekerasan

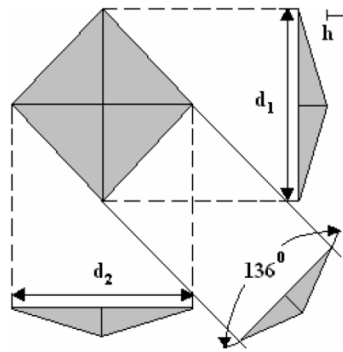
Pengujian mikrohardness dilakukan dengan menggunakan Vickers Microhardness tipe MVK-H1 Akashi. Gambar dari alat Vickers microhardness ditunjukkan pada gambar 4.10.



Gambar 4.10 Gambar alat Vickers microhardness test

Sedangkan indenter yang digunakan adalah jenis piramida intan yang memiliki geometri seperti gambar 4.11.





Gambar 4.11 skema geometri dari indenter vickers

Pada pengukuran ini, terdapat 2 diagonal indenter yaitu diagonal vertikal ( $d_1$ ) dan diagonal horisontal ( $d_2$ ). Kemudian diambil rata-rata diaonal ( $d$ ) menggunakan rumus pada persamaan (4.1).

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad \text{.....(4.1)}$$

Selanjutnya nilai kekerasan (HV) ditentukan dengan menggunakan rumus pada persamaan (4.2) dan (4.3).

$$HV = \frac{2F \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{d^2} \quad \text{.....(4.2)}$$

$$= 1,854 \frac{F}{d^2} \quad \text{.....(4.3)}$$

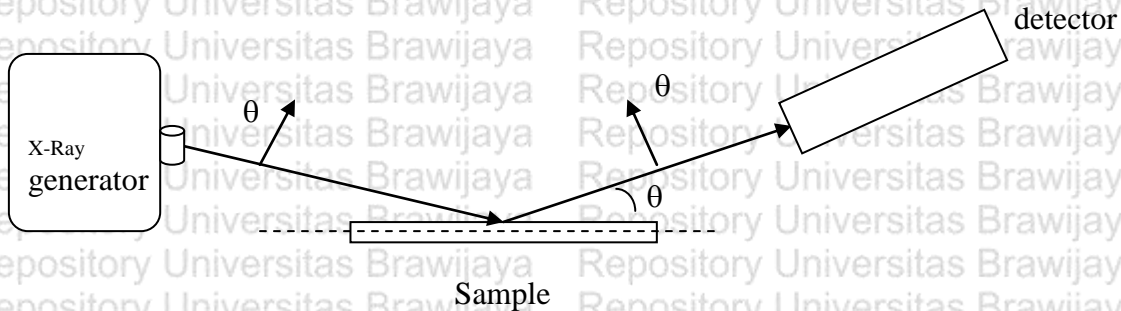
(Callister, 1997).

#### 4.3.6 Karakterisasi XRD

Karakterisasi XRD merupakan teknik karakterisasi non destruktif yang dapat digunakan untuk menganalisa permukaan dan lapisan dekat permukaan suatu material.

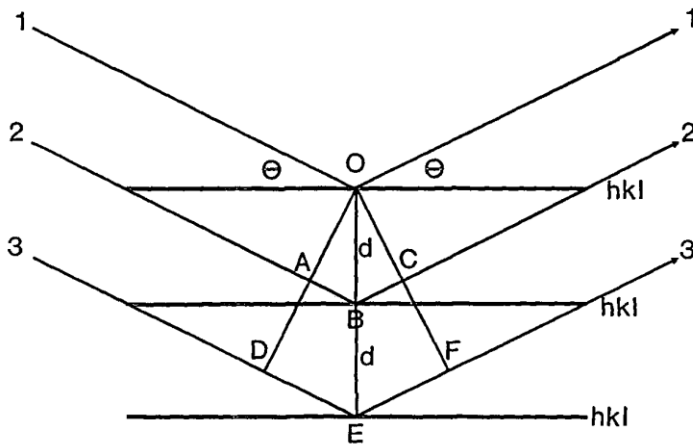
Analisis menggunakan XRD terutama bertujuan untuk mengetahui fasa yang terbentuk pada lapisan specimen dan penentuan struktur kristal setelah proses nitriding. Karakterisasi XRD menggunakan PanAlitycal tipe EXPert Pro dengan kondisi pengukuran adalah tegangan 40 kV, arus 30 mA, bahan target Cu.





Gambar 4.12 Skema pengukuran XRD

Secara prinsip, karakterisasi XRD ini memanfaatkan interaksi antara sinar-X primer dan elektron di dalam atom. Berkas sinar-X yang terhambur secara elastik akan memberikan informasi mengenai distribusi elektron dalam bahan (material) yang diuji. Berkas sinar-X yang terhambur ini akan berinteraksi satu sama lain dan polanya akan membentuk pola difraksi, dimana interaksi yang terjadi akan saling menguatkan bila Hukum Bragg terpenuhi.



Gambar 4.13 skema interaksi antar berkas sinar-X dan syarat terpenuhinya Hukum Bragg

Pola difraksi saling menguatkan akan terjadi apabila jarak optik antara berkas sinar-X yang terhambur oleh 2 bidang kristal yang berhadapan merupakan bilangan bulat kelipatan panjang gelombang  $\lambda$ . Dalam gambar 4.11 berarti  $n\lambda = AB + BC$  dan secara geometri sederhana dinyatakan sebagai kondisi Bragg:

$$n\lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta \dots \dots \dots (4.4)$$





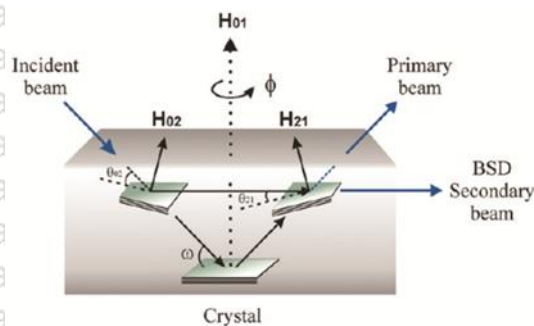
dimana  $\lambda$  adalah panjang gelombang dari sinar-X yang digunakan,  $\theta$  adalah sudut datang yang diukur dari bidang kristal dan  $n = 1, 2, 3, \dots$  karena jarak interplanar bidang ( $d_{hkl}$ ) ini berkaitan langsung dengan konstanta kisi dari fasa yang ada dalam bahan (material), maka XRD merupakan salah satu alat yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi fasa.

Struktur kristal dari spesimen dalam penelitian ini dikarakterisasi menggunakan metode konvensional Bragg-Brentano. Dua jenis diffraktometer telah digunakan dalam penelitian ini, yaitu Phillips diffractometer (di Universitas Negeri Malang) dan Bruker diffractometer (di Tokyo Institute of Technology, Jepang).



Gambar 4.14. Bruker X-ray diffractometer di Tokyo Institute of Technology, Jepang

Lebih lanjut, metode XRD 2 scintilator dengan teknik *X-ray Bragg surface diffraction* (BSD) digunakan untuk menguji adanya ekspansi anisotropik dari kisi kristal spesimen. Gambar 4.14 menunjukkan prinsip kerja teknik Xray BSD.



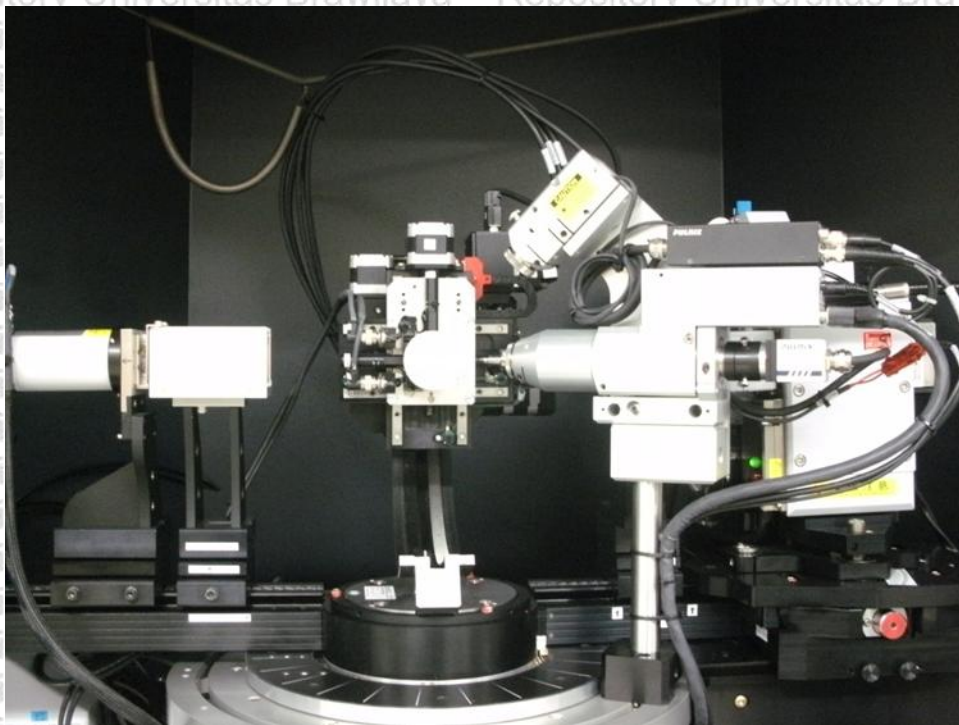
Gambar 4.15 Prinsip dari teknik Xray Bragg surface diffraction (Lang et al., 2010)





Salah satu contoh *X-Ray Multi Dimension* (XRMD) adalah difraksi permukaan Bragg atau *Bragg-surface diffraction* (BSD). Diagram skematik dari hamburan BSD yang terjadi di dalam kristal ditunjukkan pada gambar 4.15. H01 adalah vektor kisi resiprokal dari bidang primer, H02 adalah vektor kisi resiprokal dari bidang sekunder, dan H21 adalah vektor kisi resiprokal dari gabungan kedua bidang. BSD ini memberikan informasi tentang kontaminasi permukaan spesimen dan juga antarmuka permukaan.

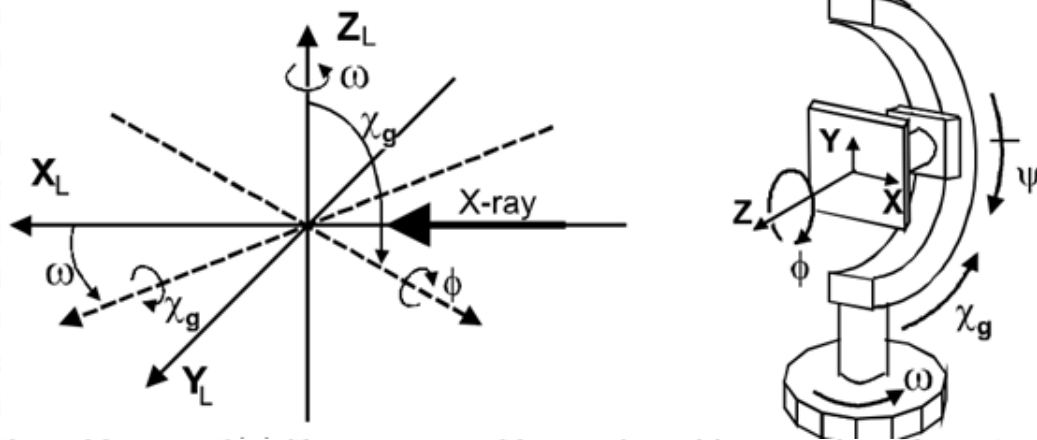
Sedangkan rotasi sudut  $\phi$  dilakukan untuk berbagai sudut  $\omega$  masing-masing akan memberikan informasi pada koherensi kisi dan kualitas kristal. Analisis FWHM dan kemiringan puncak pada sudut  $\phi$  yang dirotasikan akan memberikan informasi mengenai regangan kisi yang terjadi pada permukaan kristal. Alat BSD 2 D scintilator yang digunakan dalam penelitian ini ditunjukkan pada gambar 4.16.



Gambar 4.16 Peralatan X-ray Bragg surface diffraction

Sedang aksis rotasi dan translasi yang digunakan di dalam detektor BSD ini ditunjukkan dalam gambar 4.17. Sudut  $\omega$ ,  $\phi$  dan  $\chi$  yang merupakan sudut rotasi dan translasi dalam analisis BSD.





Gambar 4.17 Aksis rotasi dan translasi dari peralatan 2D BSD defraktometer (He, Preckwinkel, & Smith, 2000)

#### 4.3.7 Auger Electron Spectroscopy (AES)

Pengukuran secara akurat dari konsentrasi dan profil kedalaman dari nitrogen dan unsur lain yang terdapat pada spesimen hasil nitriding sangat penting dilakukan. Hal ini dikarenakan baik struktur maupun properti dari stainless steel ternitriding sangat tergantung pada jumlah (kuantitas) dari atom-atom interstisial dan bentuk dari profil kedalamannya.

AES merupakan salah satu alternatif teknik pengukuran yang dapat digunakan untuk mengukur kuantitas dan profil kedalam unsur dalam sebuah spesimen. Prinsip kerja AES adalah pengukuran waktu etching (etching time) dari masing-masing unsur yang terdapat dalam spesimen. Secara umum, spesimen hasil nitriding dimasukkan ke dalam chamber vakum kemudian dietching menggunakan plasma ion Ar<sup>+</sup>. Sinyal yang dihasilkan dari proses ini selanjutnya dikirim ke detektor dan diolah menggunakan software Multipak. Kemudian hasil spektrum ini dikonversikan ke dalam konsentrasi elemen dan kedalaman difusi berdasarkan data yang digunakan saat proses etching. Dalam penelitian ini digunakan data sebagai berikut:

Etching rate = 10 nm/min

Etching time = 10 min untuk 1 siklus (cycle)

sehingga 1 siklus = 10 x 10 nm = 100 nm

dan 10 siklus = 1 μm.





Total etching time yang digunakan dalam penelitian ini adalah 500 menit atau 8 jam 20 menit.

Pengukuran AES ini dilakukan di Tokyo Institute of Tehcnology (TIT) Jepang.

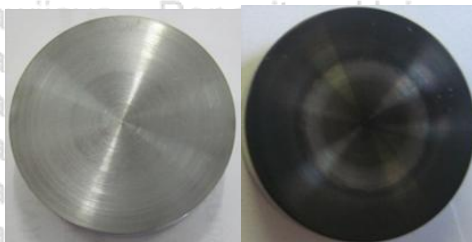




## BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN

### 5.1 Pengaruh Penggabungan Sumber Pembangkit Plasma RF-DC terhadap Proses Nitriding Baja Stainless.

Untuk mengetahui pengaruh penggabungan RF-DC plasma pada sistem nitriding, maka dilakukan proses nitriding pada baja austenitik stainless (Austenitik Stainless Steel-ASS) tipe AISI 316L yang memiliki kandungan Cr 17 at%. Baja ASS telah berhasil dinitriding dengan menggunakan plasma nitriding RF-DC densitas tinggi ini. Penampakan secara visual terdapat perubahan yang nyata dari warna permukaan spesimen sebelum dinitriding dan sesudah dinitriding selama 14,4 ks seperti tampak pada gambar 5.1. Warna spesimen yang semula putih mengkilat berubah menjadi coklat kehitaman. Perubahan ini mengindikasikan bahwa lapisan nitrida telah terbentuk pada permukaan spesimen walaupun proses nitriding dilakukan dalam waktu yang relatif singkat. Hal ini menunjukkan bahwa proses nitriding berlangsung secara efektif pada sistem plasma nitriding RF-DC densitas tinggi yang digunakan pada penelitian ini.



(a) (b)

Gambar 5.1 Spesimen (a) sebelum dinitriding dan (b) setelah dinitriding

Lapisan nitrida yang terbentuk ini merupakan senyawa besi nitrida ( $Fe_xN$ ) yang memiliki sifat keras, sehingga selanjutnya dilakukan pengukuran kekerasan (*hardness*) dari permukaan spesimen hasil nitriding untuk menguji lapisan nitrida.

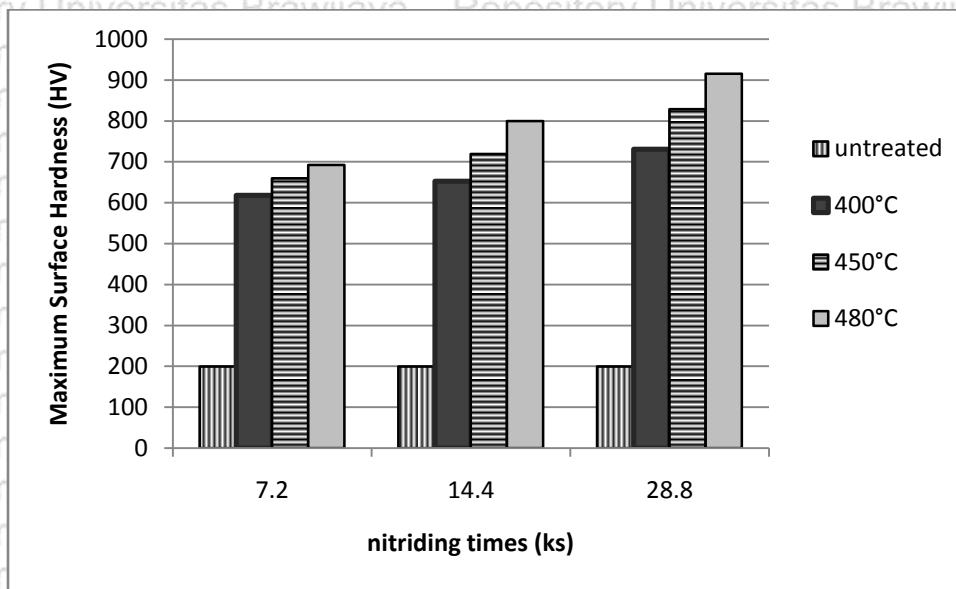
#### 5.1.1 Pengujian Kekerasan Spesimen

Hasil pengukuran kekerasan permukaan spesimen menggunakan Vickers microhardnes ditunjukkan pada gambar 5.2. Terlihat bahwa terjadi peningkatan yang





signifikan dari kekerasan spesimen tanpa nitriding (substrat) yang berada pada kisaran 200 HV menjadi 600 hingga 900 HV.



Gambar 5.2 Kekerasan permukaan dari spesimen AISI 316L tanpa nitriding (substrate) dan spesimen hasil nitriding.

Gambar 5.2 menunjukkan bahwa semakin bertambah temperatur dan waktu nitriding maka semakin meningkat nilai kekerasan permukaan spesimen. Hal ini berkaitan dengan proses yang terjadi pada permukaan substrat saat proses nitriding. Atom-atom N yang menumbuk permukaan substrat akan menempel dan teradsorpsi oleh permukaan substrat. Atom-atom N ini akan saling berinteraksi membentuk kumpulan atom (*cluster*). Selain itu, kumpulan atom ini akan tumbuh (*growth*). Proses tumbuhnya kumpulan atom ini melalui penggabungan (*coalescence*). Semakin lama waktu nitriding kesempatan terbentuknya kumpulan atom dan proses penggabungannya semakin besar. Demikian pula semakin tinggi temperatur substrat pada proses nitriding, maka proses terbentuknya kumpulan atom dan proses penggebungannya akan semakin meningkat. Akibatnya, lapisan nitrida  $Fe_xN$  yang terbentuk pada permukaan substrat akan semakin homogen dan kekerasan permukaan spesimen hasil nitridingpun akan meningkat.

Selain itu, proses pengerasan baja stainless steel melalui plasma nitriding ini juga dipengaruhi oleh masuknya atom N ke dalam matrik baja stainless steel yang selanjutnya akan membentuk presipitat berupa nitrida ataupun menempati posisi intersitisi sebagai



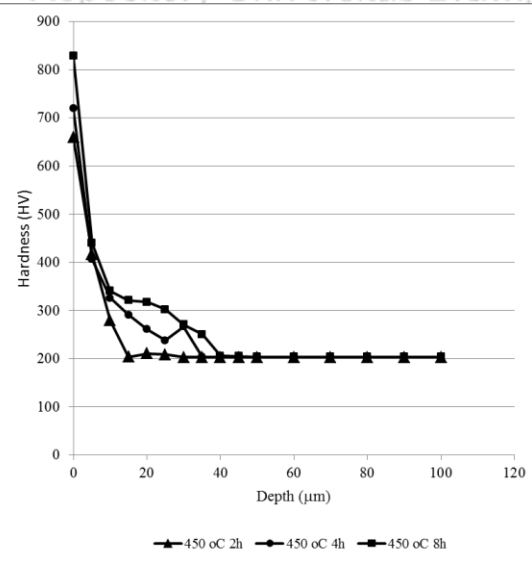
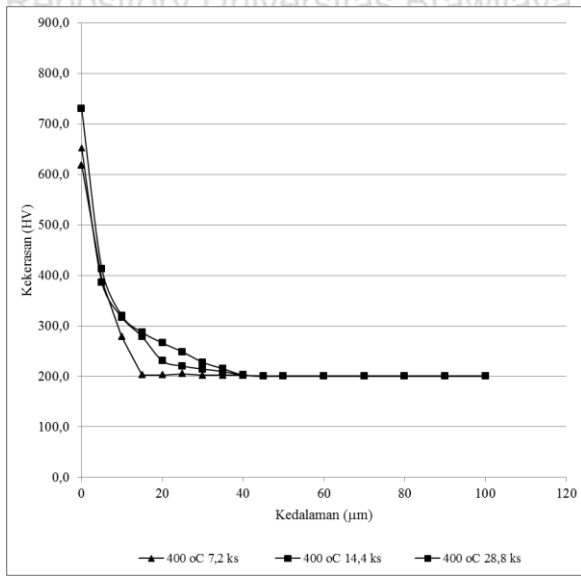
larutan padat (*solid solution*). Hal ini akan mengakibatkan peningkatan kekerasan pada daerah atau zona yang mengalami penambahan N dan disebut sebagai zona pengerasan.

Untuk menginvestigasi zona pengerasan yang terjadi pada spesimen AISI 316L ini, maka dilakukan pengukuran kekerasan pada tampang lintang (*cross section hardness*) seperti tampak pada gambar 5. 3.

Secara umum, profil kekerasan (*hardness profile*) dari spesimen AISI 316L bernilai maksimum pada permukaan kemudian menurun secara perlahan menuju kekerasan matrik asli tanpa nitriding (substrat) sebesar 200 HV. Profil kekerasan ini memberikan gambaran seberapa besar kedalaman zona pengerasan yang terjadi di dalam spesimen. Kedalaman zona pengerasan ditentukan berdasarkan kekerasan spesimen yang sama dengan kekerasan spesimen tanpa nitriding (substrat aslinya) yaitu 200 HV. Gambar 5.3 menunjukkan bahwa kedalaman zona pengerasan meningkat seiring peningkatan temperatur dan waktu nitriding. Pada temperatur 400°C kedalaman zona pengerasan sebesar 15 µm, 30 µm dan 35 µm masing-masing untuk waktu nitriding 7,2 ks, 14,4 ks dan 28,8 ks. Pada temperatur 450°C diperoleh kedalaman zona pengerasan sebesar 15 µm, 35 µm, dan 40 µm. Sedangkan pada temperatur 480°C, kedalaman zona pengerasan spesimen adalah sebesar 40 µm, 60 µm, dan 70 µm.

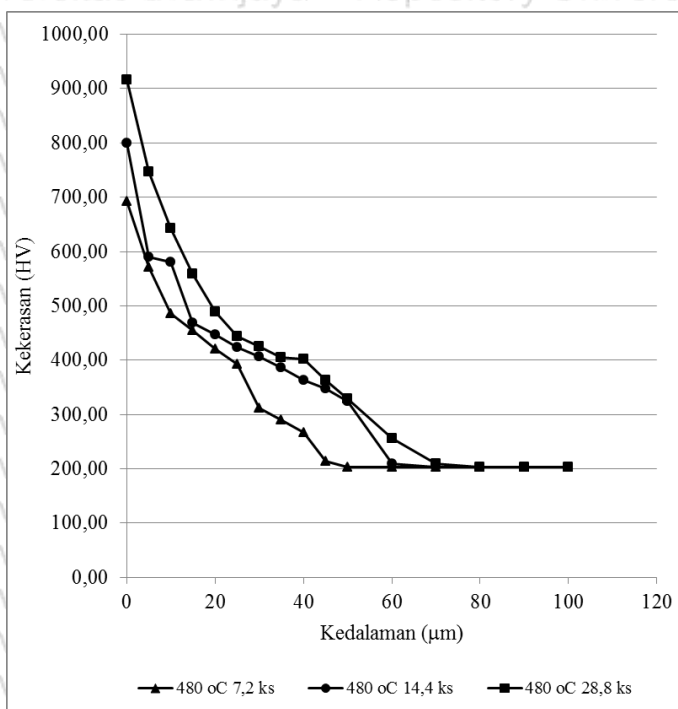
Sedangkan laju pertumbuhan nitriding (*nitriding growth rate*) atau  $K_p$  didefinisikan sebagai pertumbuhan zona pengerasan ini persatuan luas persatuan waktu (sekon). Kedalaman zona pengerasan ini dikuadratkan dan kemiringan kurva kuadrat kedalaman zona pengerasan vs waktu nitriding inilah yang didefinisikan sebagai  $K_p$ . Dalam penelitian ini di dapatkan nilai  $K_p$  0,05 µm<sup>2</sup>/s pada 400 °C, 0,06 µm<sup>2</sup>/s pada 450 °C dan 0,22 µm<sup>2</sup>/s pada 480 °C. Sedangkan  $K_p$  paduan Fe-18Cr yang dinitriding dengan DC plasma pada temperatur 500 °C adalah sebesar 0,078 µm<sup>2</sup>/s (Granito, 2003). Hal ini menunjukkan bahwa  $K_p$  pada temperatur 480°C adalah 3 kali lipat  $K_p$  dibandingkan  $K_p$  DC plasma. Perhitungan  $K_p$  dapat dilihat pada lampiran 3.





(a)

(b)



(c)

Gambar 5.3 Kekerasan sebagai fungsi kedalaman (*hardness profile*) spesimen AISI 316L pada masing-masing temperatur dengan variasi waktu nitriding.



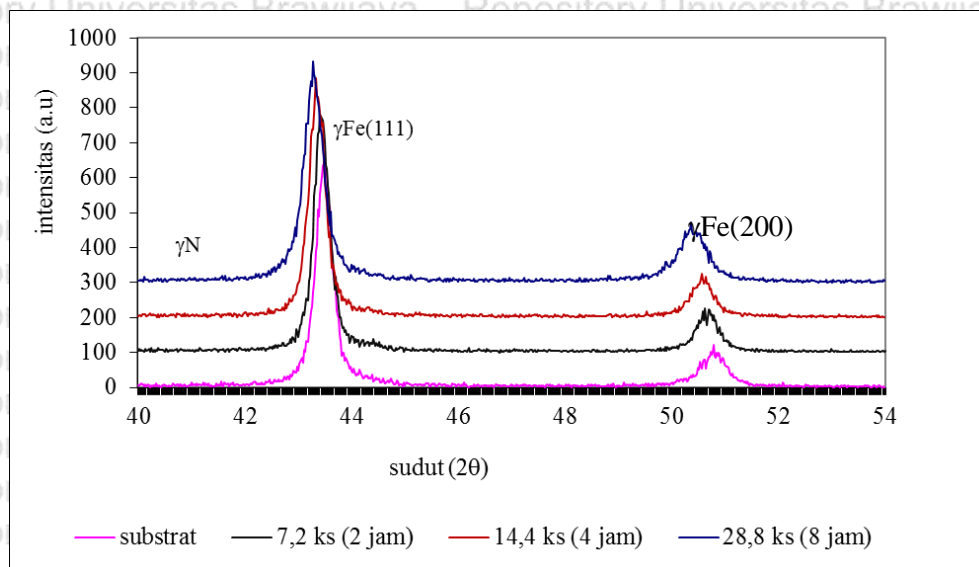


Untuk memahami lebih lanjut mekanisme pengerasan (*hardening mechanism*) yang terjadi pada spesimen hasil nitriding maka dilakukan analisis menggunakan XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk dalam spesimen.

### 5.1.2 Analisis XRD

Difraksi sinar-X (XRD) digunakan untuk menganalisis fasa yang terbentuk di dalam spesimen hasil nitriding. Spesimen AISI 316L yang dinitriding pada temperatur rendah ( $400^{\circ}\text{C}$ ) dengan variasi waktu nitriding dari 7,2 ks (2 jam), 14,4 ks (4 jam) dan 28,8 ks (8 jam) memberikan pola XRD seperti pada gambar 5. 4.

Tampak terjadi pergeseran puncak  $\gamma\text{Fe}(111)$  dan  $\gamma\text{Fe}(200)$  menuju sudut  $2\theta$  yang lebih kecil dengan rata-rata pergeseran sebesar  $0,6^{\circ}$  pada puncak  $\gamma\text{Fe}(111)$  dan  $0,13^{\circ}$  pada puncak  $\gamma\text{Fe}(200)$ . Selain itu, juga terjadi pelebaran puncak sebesar rata-rata  $0,42^{\circ}$  dan  $0,50^{\circ}$  untuk masing-masing puncak  $\gamma\text{Fe}(111)$  dan  $\gamma\text{Fe}(200)$ . Hal ini mengindikasikan terjadinya ekspansi kisi dan regangan internal (*internal strain*) pada kristal AISI 316L. Pergeseran puncak  $\gamma\text{Fe}(111)$  cenderung menuju fasa  $\gamma\text{N}$  yaitu fasa expanded austenit yang diidentifikasi oleh puncak pada sudut  $41^{\circ}$ .



Gambar 5.4 Pola XRD dari spesimen AISI 316L yang dinitriding pada temperatur  $400^{\circ}\text{C}$  dengan variasi waktu nitriding.



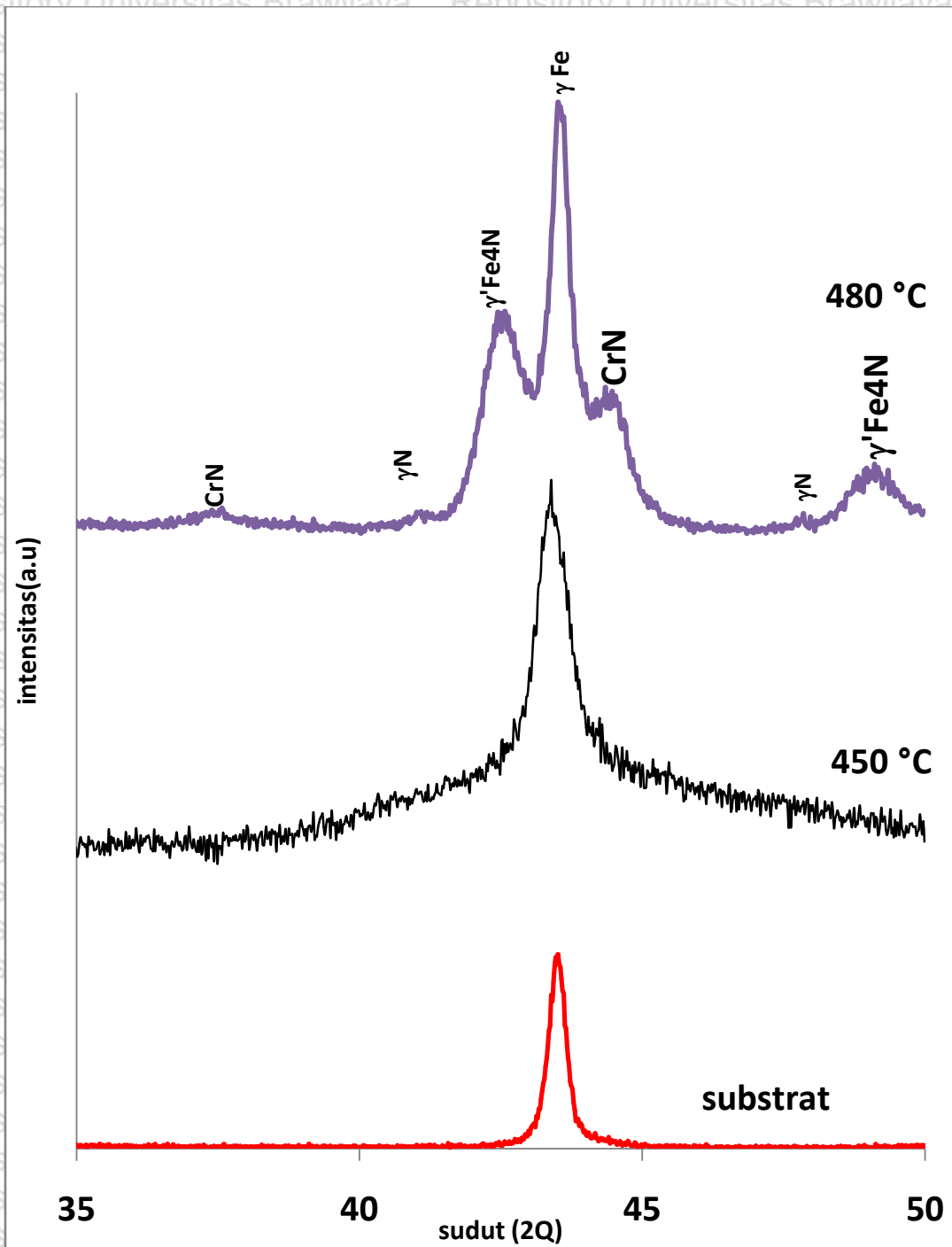


Hal ini mengindikasikan bahwa atom N yang masuk ke dalam matrik AISI 316L membentuk fasa *extraordinary solid solution* dan menempati posisi interstisial pada kisi matrik (Istiroyah, Aizawa, Wardana, & Santjojo, 2013). Istilah *extraordinary solid solution* ini digunakan karena konsentrasi atom N yang masuk ke dalam matrik tidak mencukupi untuk membentuk fasa expanded austenit. Peningkatan waktu nitriding akan meningkatkan pergeseran maupun pelebaran puncak  $\gamma\text{Fe}$ , hal ini mengindikasikan bahwa semakin meningkat waktu nitriding yang diberikan maka akan meningkat pula konsentrasi atom-atom N yang masuk ke dalam matrik sehingga ekspansi dan regangan kisinya juga semakin besar.

Terbentuknya *extraordinary solid solution* mengindikasikan bahwa pengerasan pada spesimen terjadi melalui mekanisme pengerasan larutan padat (*solid solution hardening*). Pada jenis pengerasan ini, atom-atom N yang masuk ke dalam matrik akan menempati posisi interstisial. Selain juga menempati posisi jebakan (trap site) dari Cr yang ada dalam matrik dan membentuk ikatan lemah Cr-N. Atom-atom N ini akan memberikan efek penghambatan terhadap slip (*slip inhibitor*) yaitu penghambatan gerakan dislokasi yang akan menghasilkan deformasi plastis. Efek ini secara otomatis akan meningkatkan kekerasan dari spesimen karena kemampuannya menahan deformasi ketika dilakukan indentasi akan meningkat.

Spesimen yang dinitriding dengan temperatur 450 dan 480°C selama 8 jam menunjukkan pola XRD seperti pada gambar 5.5. Hasil analisis XRD menunjukkan spesimen yang dinitriding pada temperatur 450°C mengalami pergeseran dan pelebaran puncak  $\gamma\text{Fe}(111)$  yang mengindikasikan terjadinya ekspansi dan regangan kisi pada struktur FCC austenit. Pola XRD juga tidak mengindikasikan terbentuknya presipitat (nitrida) baik  $\text{Fe}_3\text{N}$  maupun CrN. Hal ini mengindikasikan bahwa mekanisme hardening pada spesimen yang dinitriding pada temperatur 450°C masih serupa dengan spesimen yang dinitriding pada temperatur 400°C yaitu melalui mekanisme *solid solution hardening*. Sedangkan spesimen yang dinitriding pada temperatur 480°C menunjukkan terbentuknya beberapa presipitat seperti  $\gamma'\text{Fe}_4\text{N}$  dan CrN. Presipitat-presipitat ini yang berfungsi sebagai penghambat gerakan slip (*slip inhibitor*) sehingga memberikan efek peningkatan kekerasan pada spesimen. Mekanisme pengerasan ini disebut dengan *precipitation hardening*.





Gambar 5.5 Pola XRD dari spesimen AISI 316L yang dinitriding pada temperatur 450 dan 480°C selama 8 jam



## 5.2 Pengaruh Penambahan Hidrogen ke dalam Plasma Nitrogen terhadap Species Aktif selama Proses Transport dan Difusi Atom Nitrogen pada Plasma Nitriding RF-DC

### Densitas Tinggi

Untuk mempelajari dan mengetahui peran hidrogen dalam proses transport dan difusi atom nitrogen dilakukan penambahan gas hidrogen ke dalam plasma nitrogen. Gas hidrogen yang ditambahkan sebesar 30% dengan mengatur laju gas masukan. Besarnya gas hidrogen yang ditambahkan ini berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan di laboratorium bahwa komposisi 30% hidrogen ini memberikan hasil kekerasan bahan baja stainless steel yang terbaik.

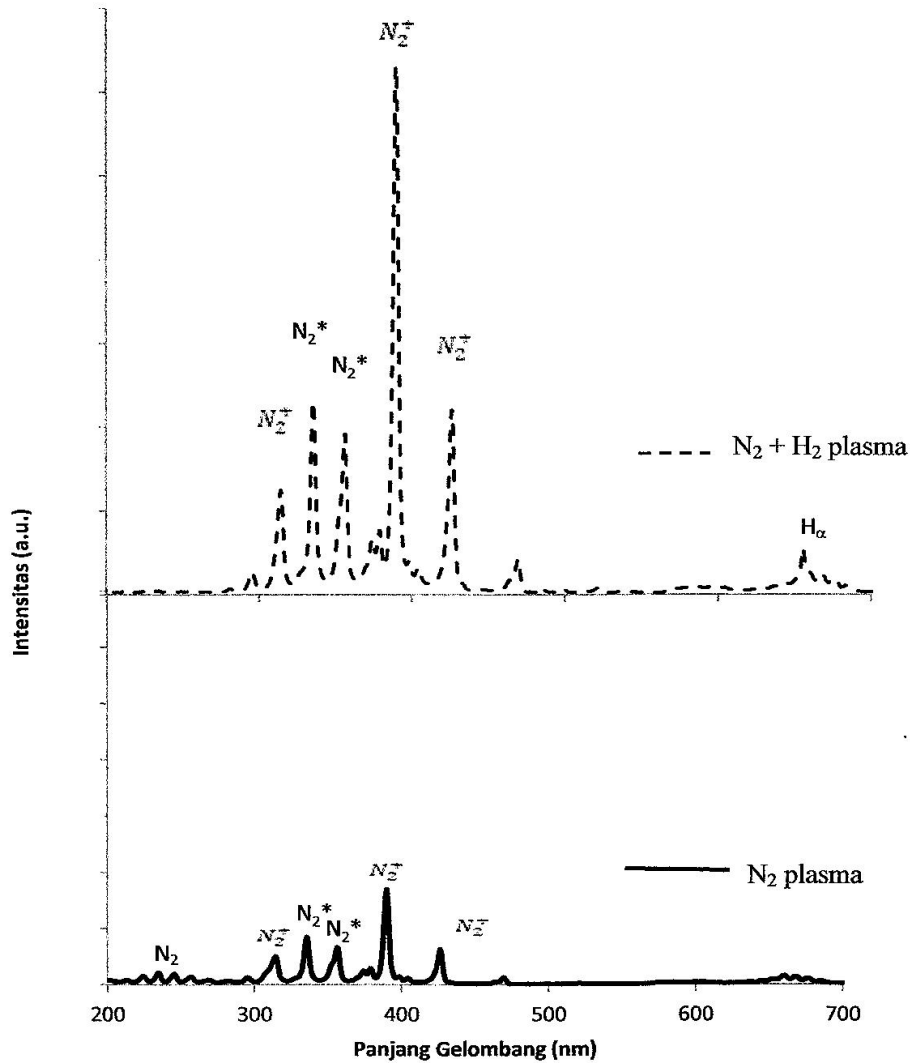
### 5.2.1 Pembentukan Spesies Aktif di dalam RF-DC Plasma Nitriding Densitas Tinggi

OES (Optical Emission Spectroscopy) digunakan untuk mendeteksi spesies aktif yang terbentuk di dalam plasma. Spektrum OES untuk plasma nitrogen ( $N_2$ ) dan plasma campuran gas 70%  $N_2$  + 30%  $H_2$  dapat dilihat pada gambar 5.6.

Ada dua spektral line dominan, yaitu  $N_2^+$  dan  $N_2^*$  yang terkait dengan nitrogen 1NS and 2PS. Nitrogen sistem negatif pertama (First Negative System) yang biasa disebut sebagai 1.NS berkaitan dengan  $N_2^+(X)$  dan terkait dengan transisi tingkat energi  $B^2 \Sigma^+ \rightarrow X^2 \Sigma^+$ . Umumnya sistem ini terdeteksi pada panjang gelombang ( $\lambda$ ) 391 dan 427 nm. Sedangkan nitrogen sistem positif kedua (Second Positive System) yang biasa disebut sebagai 2.PS berkaitan dengan  $N_2^*(B)$  dan terkait dengan transisi tingkat energi  $C^3\Pi_u \rightarrow B^3\Pi_g$ . Sistem ini umumnya terdeteksi pada panjang gelombang ( $\lambda$ ) 337, 358, and 370 nm.

Dari hasil OES ini maka dapat diasumsikan bahwa spesies aktif yang dominan di dalam sistem *plasma nitriding RF-DC densitas tinggi* ini adalah ion  $N_2^+$  ground state ( $N_2^+(X)$ ) dan molekul  $N_2^*$  tereksitasi ( $N_2^*(B)$ ).





Gambar 5. 6 Spektrum OES dari plasma  $N_2$  and  $N_2+H_2$

Pembentukan ion  $N_2^+(X)$  terjadi melalui reaksi ionisasi akibat tumbukan antara elektron dan molekul  $N_2$  ground state atau  $N_2(X)$ . Ketika elektron menumbuk molekul  $N_2(X)$  maka energi kinetiknya elektron akan mengionisasi molekul tersebut pada tingkat energi tereksitasi atau  $N_2^+(B)$  sambil melepaskan 2 buah elektron. Reaksi ini dapat dituliskan sebagai persamaan 5.1.





Selanjutnya, ion  $N_2^+(B)$  akan cenderung mengalami deeksitasi dengan memancarkan foton pada panjang gelombang 391 and 427 nm yang teridentifikasi sebagai spektral  $N_2$  sistem negatif pertama ( $N_2.1NS$ ). Reaksi ini dapat dituliskan sebagai persamaan 5.2.



Sedangkan spesies tereksitasi  $N_2^*(B)$  terbentuk melalui proses eksitasi dan deeksitasi molekul  $N_2(X)$  ketika bertumbukan dengan elektron yang berenergi kinetik lebih rendah. Proses deeksitasi ini memancarkan foton pada panjang gelombang 337, 358, and 370 nm yang teridentifikasi sebagai  $N_2$  sistem positif kedua ( $N_2.2PS$ ). Kedua jenis reaksi ini dapat dituliskan sebagai persamaan 5.3 dan 5.4.



Kedua proses di atas dapat digambarkan sebagai transisi tingkat energi dari molekul  $N_2$  seperti pada gambar 5.2.

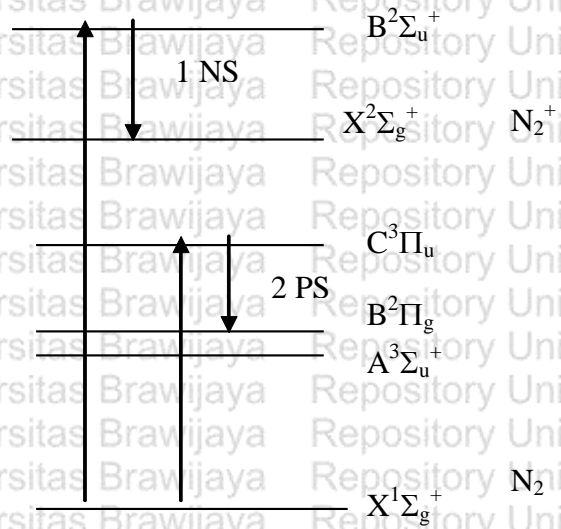


Figure 5.7 Mekanisme pembentukan ion  $N_2^+(X)$  dan molekul tereksitasi  $N_2^*(B)$

Proses selanjutnya adalah pembentukan atom N sebagai species aktif yang berdifusi ke dalam matrik spesimen. Proses ini dapat dijelaskan dengan menggunakan prediksi reaksi yang terjadi pada kedua spesies aktif  $N_2^+(X)$  and  $N_2^*(B)$  di dalam plasma.



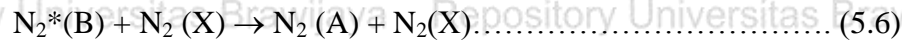


Reaksi di dalam plasma dapat diprediksi berdasarkan persamaan Boltzmann (Guerra, Sá, & Loureiro, 2004). Salah satu reaksi yang mungkin terjadi adalah reaksi disosiasi-rekombinasi ion  $N_2^+(X)$  ketika bertumbukan dengan elektron pada permukaan spesimen.

Reaksi ini akan menghasilkan 2 buah atom N, seperti yang digambarkan dalam persamaan 5.5.



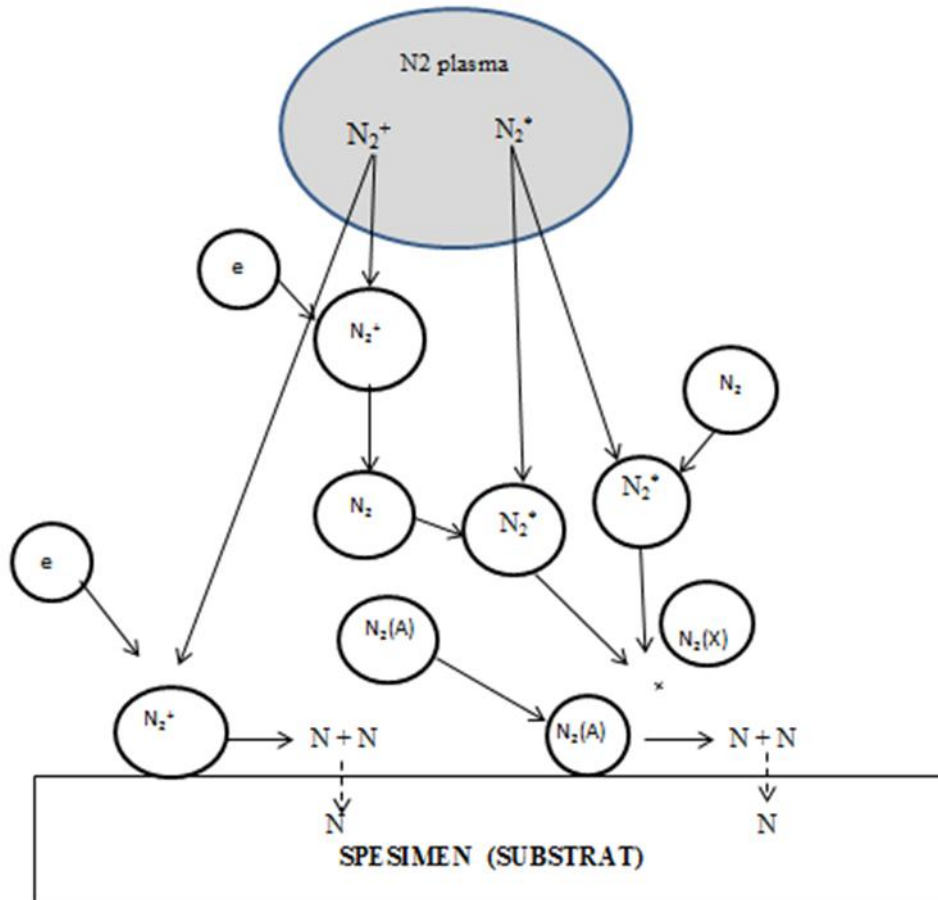
Sedangkan molekul tereksitasi  $N_2^*(B)$  memiliki peluang untuk menghasilkan molekul metastabil  $N_2(A)$  akibat tumbukan dengan molekul  $N_2(X)$ . Reaksi ini dapat dituliskan sebagai persamaan 5.6.



Berikutnya, ketika 2 buah molekul metastabil  $N_2(A)$  bertumbukan, maka energi akan dilepaskan dan menghasilkan molekul  $N_2$  ground state atau  $N_2(X)$  and 2 buah atom N. Reaksi ini diperlihatkan dalam persamaan 5.7.



Atom-atom N yang terbentuk pada permukaan spesimen ini akan teradsorpsi dan berdifusi ke dalam matrik baja AISI 420. Dari uraian reaksi yang terjadi di dalam plasma di atas, maka secara sederhana pembentukan spesies aktif dalam *plasma nitriding RF-DC densitas tinggi* dan mekanisme difusi nitrogen ke dalam matrik spesimen dapat dilihat pada gambar 5.8.



Gambar 5.8 Pembentukan spesies aktif dalam *plasma nitriding RF-DC densitas tinggi* dan mekanisme difusi nitrogen ke dalam matriks spesimen (substrat).

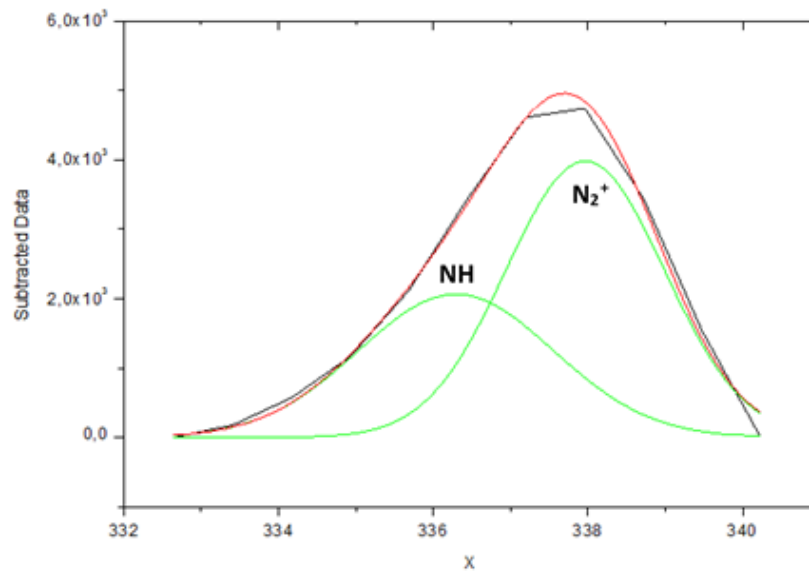
### 5.2.2 Pengaruh Penambahan Hidrogen ke dalam Plasma Nitrogen

Hasil spektrum OES seperti tampak pada gambar 5.6 dapat dilihat bahwa penambahan 30%  $H_2$  telah meningkatkan secara signifikan intensitas optik dari puncak spektral species-species aktif  $N_2^+(X)$ ,  $N_2^*(B)$  tetapi intensitas optik dari puncak spektral molekular  $N_2$  netral menjadi menurun. Hal ini mengindikasikan bahwa penambahan 30%  $H_2$  telah meningkatkan proses ionisasi dan eksitasi di dalam plasma. Selain itu, spektral line untuk  $H\alpha$  juga terobservasi pada panjang gelombang 656nm yang mengindikasikan transisi tingkat energi atom dari  $H(3d^2 D_j \rightarrow 2p^2 P_o)$ . Puncak radikal  $NH$  pada panjang gelombang 336 nm tidak teramati secara langsung menggunakan sistem OES yang digunakan. Namun, analisis deconvolusi pada puncak asimetris di 337 nm didapatkan bahwa terdapat puncak di





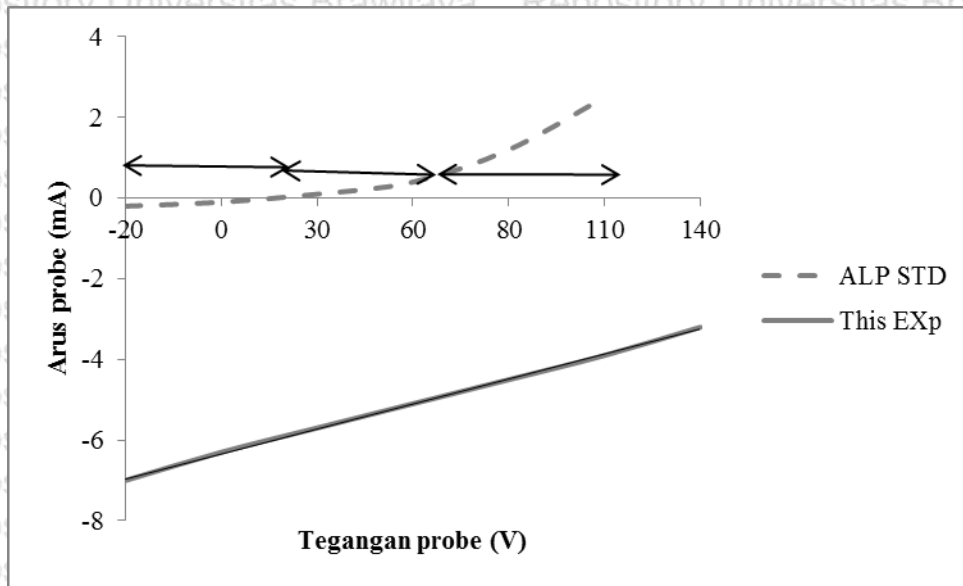
336 nm yang merupakan sidik jari (*finger print*) dari radikal NH. (Istiroyah, Wardana, & Santjojo, 2014).



Gambar 5.9 Analisis spektrum pada panjang gelombang 330-340nm

Analisis deconvulsi dilakukan pada panjang gelombang 334-340 nm. Hal ini dilakukan karena puncak pada 337 nm bersifat asimetris dan diduga merupakan superposisi dari puncak-puncak. Metode deconvulsi ini bertujuan untuk memisahkan puncak-puncak yang bersuperposisi menjadi puncak-puncak pembentuknya. Dari hasil analisis deconvulsi yang dilakukan telah didapatkan bahwa puncak 337 nm ini merupakan superposisi dari puncak radikal NH di 336 nm dan puncak  $N_2^+$  di 338 nm. Hal ini mengindikasikan bahwa radikal NH telah terbentuk di dalam plasma campuran gas 70%  $N_2$ : 30%  $H_2$ . Sehingga di dalam plasma tersebut terdapat 3 spesies aktif yaitu  $N_2^+(X)$ ,  $N_2^*(B)$  dan radikal NH.

Peningkatan intensitas puncak  $N_2^+$  pada 391 nm mencapai 4 kali lipat yang mengindikasikan terjadinya peningkatan ionisasi yang drastis di dalam plasma. Untuk mengetahui densitas atau rapat ion di dalam plasma digunakan analisis Langmuir Probe. Hasil analisis langmuir probe (ALP) ini ditunjukkan pada gambar 5.10.



Gambar 5.10 Karakteristik Arus-Tegangan (I-V) probe dari Analisis Langmuir Probe (ALP)

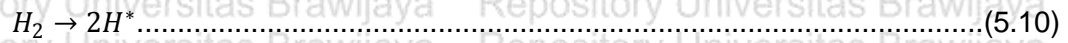
Berdasarkan hasil analisis data menggunakan software *Analysis of Langmuir Probe* (APL), didapatkan bahwa kondisi plasma yang digunakan berada pada kondisi ion saturation (*ion saturation condition*) yaitu kondisi dimana probe memiliki tegangan bias yang sangat negatif, sehingga elektron bergerak menjauhi probe dan ion bergerak menuju probe. Pada keadaan ini probe akan diselimuti oleh ion. Hal ini dapat dilihat dari grafik probe current vs probe voltage yang berada pada nilai dibawah 0 (nol) yaitu berada pada range -0.002 hingga -0.004. Kondisi ini menunjukkan bahwa plasma system memiliki nilai densitas ion yang sangat tinggi. Akibat dari tingginya densitas ion dari system ini membuat probe tidak bisa mengukur nilai dari ion density, *electron density*, *plasma potential*, *floating potential* dan *electron temperature*. Hal tersebut ditunjukkan pada *table value & error* yang tidak bisa mencatat nilai dari plasma parameter.

Selanjutnya untuk memahami peningkatan ionisasi yang drastis akibat penambahan 30 at% hidrogen ke dalam plasma nitrogen ini dilakukan pendekatan teori. Pendekatan teori untuk memprediksikan reaksi yang terjadi di dalam plasma ini didasarkan pada Persamaan Transport Boltzmann. Berdasarkan teori tersebut peningkatan ionisasi yang drastis ini dipicu oleh fakta bahwa energi disosiasi, ionisasi dan eksitasi  $H_2$  lebih rendah dibandingkan dengan  $N_2$  (Hirohata, Tsuchiya, & Hino, 2001). Selain itu, hidrogen juga lebih reaktif dibandingkan dengan nitrogen, sehingga kehadiran hidrogen di dalam plasma akan mengganggu kestabilan



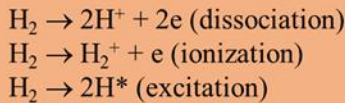
ikatan elektron dalam molekul N<sub>2</sub>. Akibat gangguan hidrogen ini maka molekul N<sub>2</sub> menjadi lebih mudah bereaksi.

Hidrogen di dalam plasma akan mengalami reaksi disosiasi, ionisasi dan eksitasi, seperti digambarkan pada persamaan 5.8, 5.9 dan 5.10.

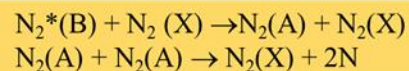
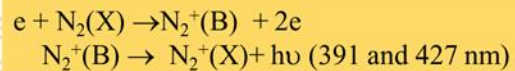
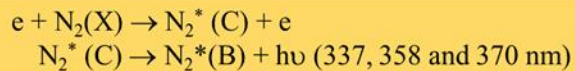


Elektron-elektron yang dihasilkan dari reaksi hidrogen tersebut selanjutnya akan bereaksi dengan molekul N<sub>2</sub> atau N<sub>2</sub>(X) menghasilkan molekul N<sub>2</sub> tereksitasi N<sub>2</sub><sup>\*</sup>(B) dan ion N<sub>2</sub><sup>+</sup>(X). Sedangkan molekul H<sub>2</sub> dan ion H<sub>2</sub><sup>+</sup> akan mengalami reaksi ion-molekular dengan N<sub>2</sub>(X) dan N<sub>2</sub><sup>+</sup>(X) membentuk ion N<sub>2</sub>H<sup>+</sup>. Secara sederhana reaksi hidrogen ini dapat digambarkan sebagai model reaksi seperti pada gambar 5.11.

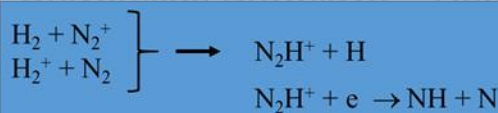
**Hydrogen Reactions:**



**Nitrogen Reactions:**



**Hydrogen Nitrogen Reactions:**

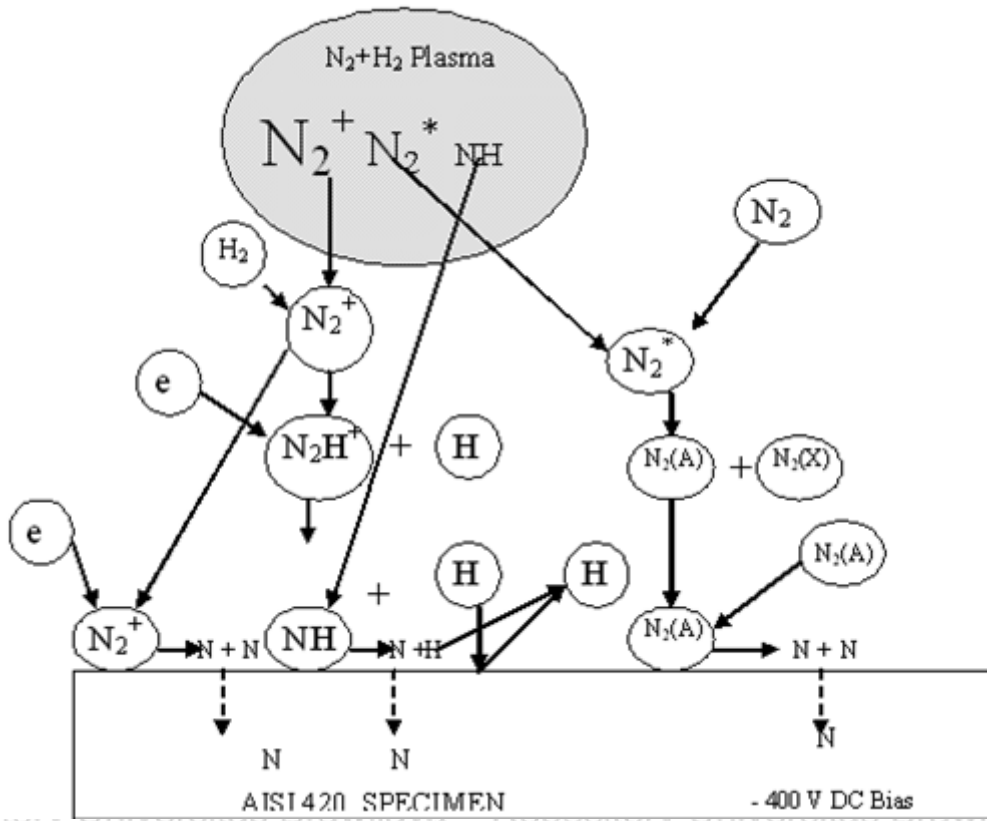


Gambar 5.11 Model reaksi dalam plasma campuran hidrogen dan nitrogen

Selanjutnya reaksi pembentukan atom N dari ion N<sub>2</sub><sup>+</sup> dan molekul tereksitasi N<sub>2</sub><sup>\*</sup>(B) sama dengan reaksi pembentukan atom n pada sub judul 5.1 di atas. Sedangkan radikal NH akan mengalami dekomposisi menjadi N dan H akibat tumbukan dengan permukaan spesimen. Dari uraian reaksi yang terjadi dalam plasma dengan penambahan 30% H<sub>2</sub> di atas, maka secara sederhana pembentukan spesies aktif dalam *plasma nitriding RF-DC densitas*



tinggi dan mekanisme difusi nitrogen ke dalam matrik spesimen dengan plasma 30% H<sub>2</sub> : 70% N<sub>2</sub> dapat dilihat pada gambar 5.12.



Gambar 5.12 Pembentukan spesies aktif dalam *plasma nitriding RF-DC densitas tinggi* dengan atmosfer plasma campuran gas hidrogen + nitrogen dan mekanisme difusi nitrogen ke dalam matrik spesimen (substrat).

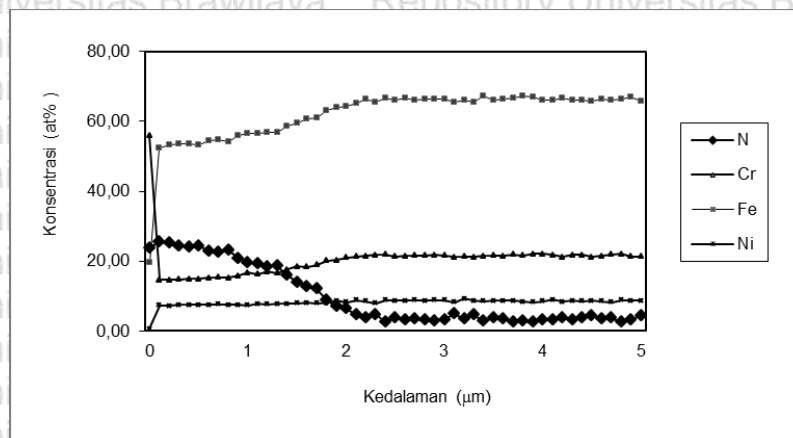
Berdasarkan parameter nitriding yang digunakan, yaitu pada tekanan medium 70 Pa dan penambahan hidrogen yang cukup banyak, 30% H<sub>2</sub>, maka dapat diprediksi bahwa ion N<sub>2</sub><sup>+</sup> dan ion N<sub>2</sub>H<sup>+</sup> yang menjadi chanel utama pembentukan atom N yang berperan dalam proses difusi nitrogen ke dalam matrik. Hal ini disebabkan karena pada tekanan medium jarak antar partikel menjadi berkurang sehingga peluang terjadinya tumbukan antara molekul N<sub>2</sub> dengan elektron menjadi tinggi, sedangkan pada penambahan H<sub>2</sub> dengan konsentrasi cukup tinggi (> 10%) akan menimbulkan efek quenching pada molekul N<sub>2</sub><sup>\*</sup>(B) sehingga menjadi kurang aktif dalam pembentukan molekul metastabil N<sub>2</sub>(A) yang juga merupakan chanel terbentuknya atom N (Tatarova, Dias, Gordiets, & Ferreira, 2005).



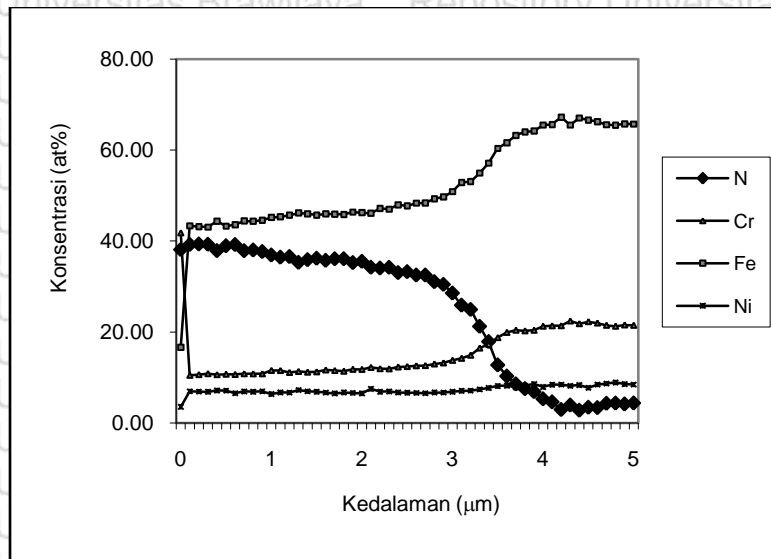


Meskipun species aktif atom N yang memiliki garis spektral pada panjang gelombang 580 nm tidak diamati secara langsung dalam sistem OES yang digunakan, keberadaannya dapat di deteksi dengan mengukur kandungan nitrogen menggunakan AES. Pengukuran AES mengindikasikan baik konsentrasi maupun kedalaman difusi atom N secara signifikan pada spesimen yang dinitriding menggunakan plasma campuran  $N_2+H_2$ . Fenomena ini menunjukkan bahwa penambahan 30% hidrogen telah meningkatkan efektivitas difusi atom nitrogen ke dalam spesimen. Hal ini disebabkan oleh karena hidrogen tidak hanya meningkatkan intensitas species aktif dalam plasma tetapi juga bekerja sebagai pembersih (etching agent) untuk mengaktifkan dan menghilangkan oksida pada permukaan spesimen akibat sifat hidrogen yang reaktif bereaksi mengikat oksigen pada lapisan oksida (Figuroa & Alvarez, 2006). Efek ini menyebabkan difusi atom nitrogen ke dalam matrik spesimen menjadi lebih efektif. Gambar 5.13, 5.14 dan 5.15 menunjukkan hasil karakterisasi AES yang menggambarkan hubungan konsentrasi dan kedalaman difusi atom-atom N, Cr, Fe dan Ni di dalam matriks spesimen hasil nitriding baik pada plasma nitrogen maupun plasma campuran nitrogen-hidrogen..

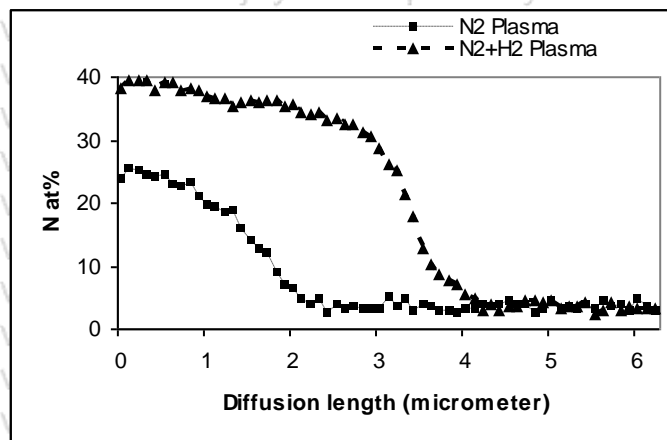
Atom N ini berdifusi ke dalam matrik spesimen dan menempati posisi interstisial site sebagai *solid solution* yang terdistribusi secara homogen sehingga menghasilkan efek penghambat slip. Penghambatan slip pada matrik spesimen ini akan meningkatkan kekerasan (hardness) dari material. Peningkatan yang signifikan dari mikrohardness hingga 1200 HV telah teramati pada spesimen yang dinitriding dengan plasma  $N_2+H_2$ .



Gambar 5.13 Analisis AES spesimen yang dinitriding dengan plasma nitrogen



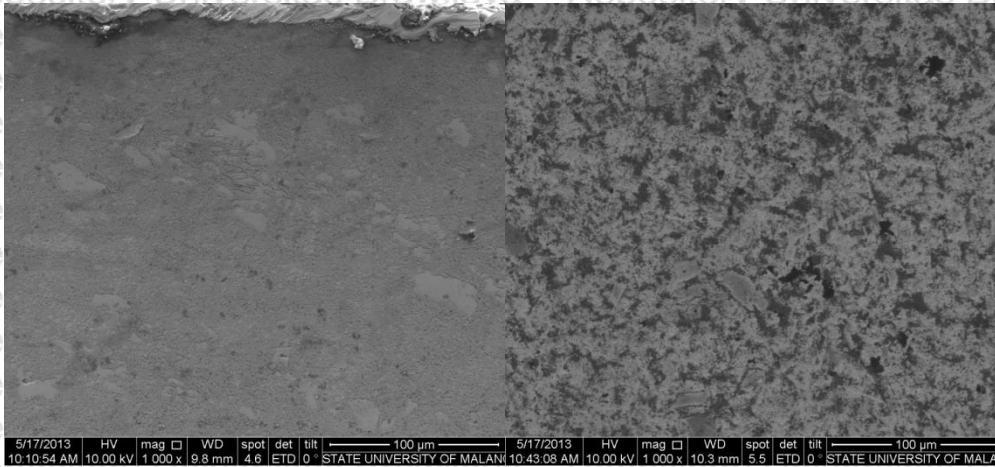
Gambar 5.14 Analisis AES spesimen yang dinitriding dengan plasma campuran nitrogen-hidrogen



Gambar 5.15 Profil konsentrasi nitrogen dalam spesimen yang dinitriding dengan plasma nitrogen dan plasma campuran nitrogen-hidrogen

Selanjutnya karakterisasi spesimen dengan menggunakan SEM (gambar 5.16.) mengindikasikan bahwa penambahan hidrogen ke dalam plasma nitrogen menghasilkan permukaan hasil nitriding yang lebih homogen. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan hidrogen dapat meningkatkan efektivitas proses nitriding karena hidrogen berfungsi sebagai agen deoksidasi pada permukaan spesimen.





(a)

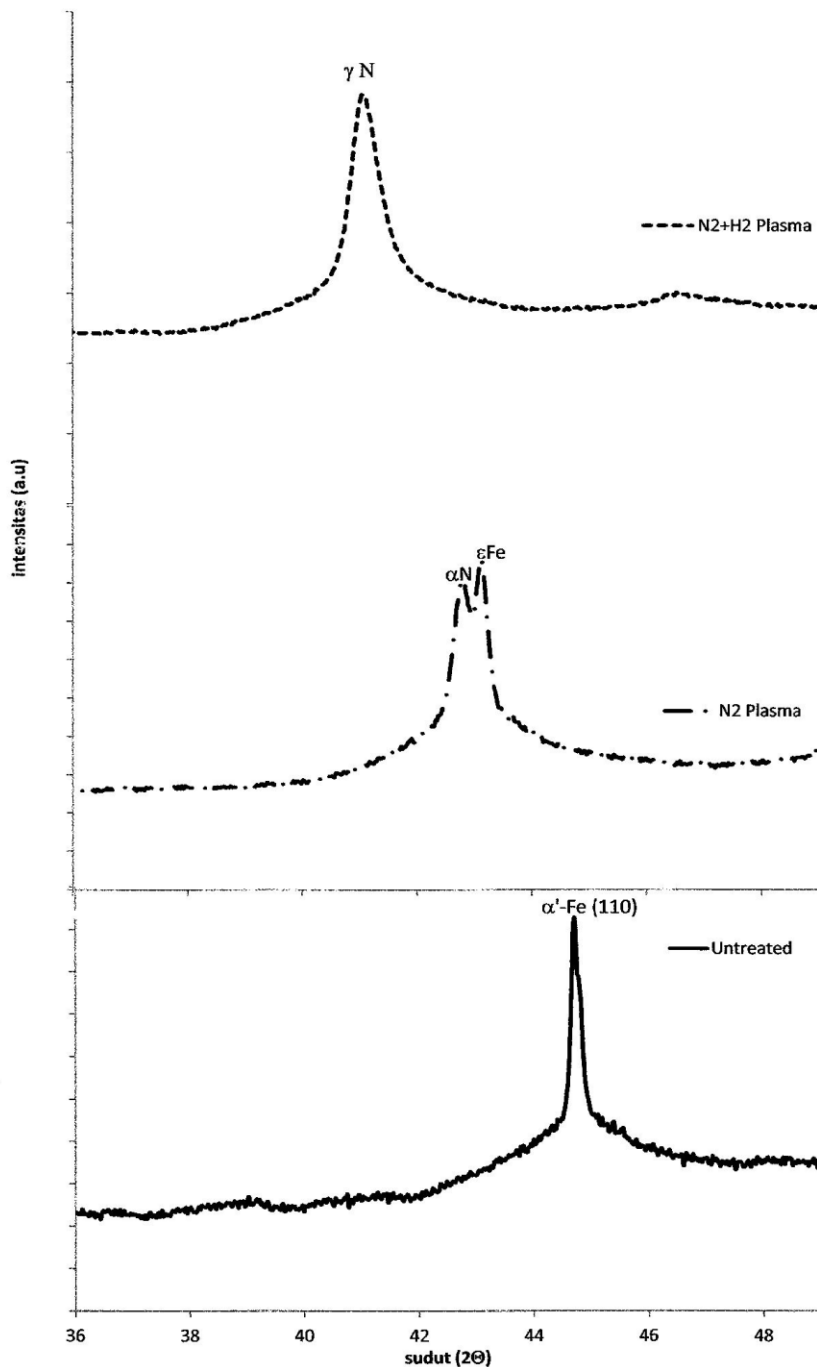
(b)

Gambar 5.16 Hasil SEM dari spesimen yang dinitriding dengan (a) plasma  $N_2$  (b) Plasma  $N_2+H_2$ .

### 5.2.3 Mekanisme Pengerasan Baja Martensitik Stainless Steel (MSS) Hasil Nitriding pada Temperatur Substrat Rendah

Proses nitriding untuk baja martensitik stainless steel AISI 420 dilakukan pada temperatur rendah ( $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) dengan menggunakan plasma nitrogen dan plasma campuran nitrogen + hidrogen. Pola XRD dari substrat tanpa dinitriding dan spesimen yang dinitriding selama 2 jam ditunjukkan pada gambar 5.17. Tampak bahwa puncak dari fasa martensit ( $\alpha'$  Fe) teridentifikasi pada sudut  $44,7^{\circ}$ . Spesimen hasil nitriding menggunakan plasma nitrogen menunjukkan adanya puncak doublet (*doublet peaks*) pada sudut  $42,8^{\circ}$  dan  $43^{\circ}$  yang mengindikasikan fasa expanded martensite dan fasa metastabil (*extraordinary solid state*).

Fasa expanded martensit ( $\alpha'N$ ) merupakan fasa yang terbentuk ketika atom-atom N masuk ke dalam matrik  $\alpha'$  dan menempati posisi interstitial site sehingga terjadi ekspansi kisi dari kristal matrik  $\alpha'$ . Fasa  $\alpha'N$  terbentuk ketika kondisi supersaturasi N interstitial terpenuhi yaitu sekitar 20-30 at.% (Mandl, Scholze, Neumann, & Rauschenbach, 2003).



Gambar 5.17 Pola XRD spesimen AISI 420 martensitik stainless steel yang dinitriding dengan plasma nitrogen dan plasma campuran nitrogen-hidrogen

Sedangkan fasa expanded yang terbentuk pada specimen hasil nitriding menggunakan plasma campuran nitrogen+hidrogen mengalami pergeseran puncak yang besar hingga berada pada sudut  $41^\circ$  (bergeser hampir  $4^\circ$  dari  $44,7^\circ$  menjadi  $41^\circ$ ) dan mengindikasikan terbentuknya fasa expanded austenit ( $\gamma N$ ). Hal ini dapat terjadi ketika



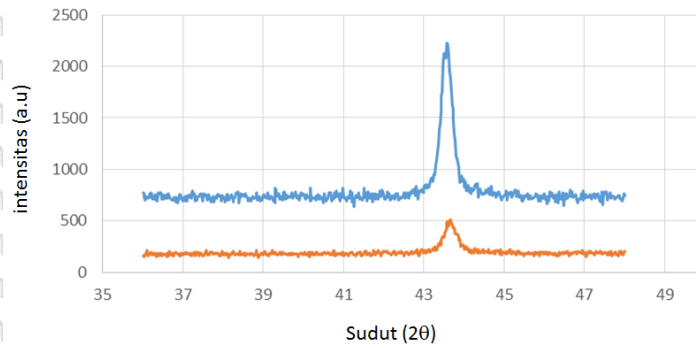


konsentrasi atom N yang masuk ke dalam matrik sangat tinggi (di atas 30 at%) sehingga regangan internal (*internal strain*) yang terjadi cukup besar.

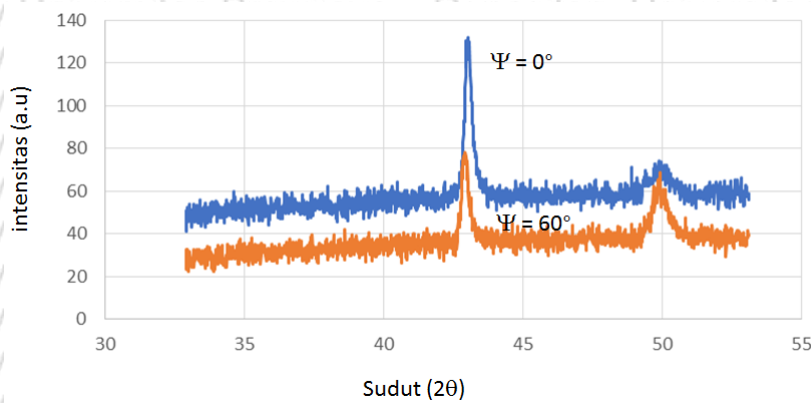
Hasil pengujian AES memberikan profil difusi atom N seperti pada gambar 5.14. Tampak bahwa konsentrasi atom N rata-rata 37% at hingga kedalaman 3  $\mu\text{m}$  dari permukaan spesimen, bahkan pada permukaan spesimen konsentrasi N mencapai 40 at%.

Tingginya konsentrasi atom N yang masuk ke dalam matrik ini akan mengakibatkan timbulnya regangan internal yang besar dan diprediksi bahwa regangan internal ini bersifat anisotropik seperti yang telah dilaporkan oleh Manova (Manova et al., 2006). Internal strain yang besar sehingga menghasilkan ekspansi kisi yang besar juga dan bersifat anisotropik memicu terjadinya transformasi fasa dari fasa martensit ( $\alpha'$ ) menjadi fasa expanded austenit ( $\gamma\text{N}$ ). Berikut ini hasil analisis teknik Bragg Surface Diffraction (BSD) menggunakan 2D scintilator detektor untuk menganalisis adanya anisotropik *internal strain* pada permukaan spesimen.

Analisis hasil BSD 2D scintilator detektor mengindikasikan adanya anisotropik internal strain pada spesimen AISI 420 hasil nitriding dengan plasma campuran nitrogen+hidrogen seperti terlihat pada gambar 5.18. Gambar 5.18(a) menunjukkan hasil analisis pada spesimen tanpa perlakuan nitriding. Tampak bahwa tidak ada perubahan atau pergeseran pada puncak  $\alpha'$ Fe baik ketika difraksi dilakukan pada sudut  $\phi$   $0^\circ$  maupun  $60^\circ$ . Rotasi sudut  $\phi$  ini bertujuan untuk mengubah posisi sumbu spesimen sehingga apabila di dalam kisi kristal terdapat ekspansi yang hanya terjadi pada arah tertentu akan dapat terdeteksi dengan mengubah atau merotasikan sudut  $\phi$  ini. Hasil analisis pada spesimen tanpa perlakuan nitriding menunjukkan bahwa rotasi yang dilakukan pada sudut  $\phi$   $60^\circ$  memberikan pola difraksi yang sama tanpa pergeseran puncak  $\alpha'$ Fe, hal ini menunjukkan bahwa dalam spesimen ini tidak terdapat anisotropik *internal strain*.



(a)



(b)

Gambar 5.18 Hasil analisis BSD 2D scintilator detektor (a) substrat (b) spesimen hasil nitriding dengan plasma campuran nitrogen+hidrogen

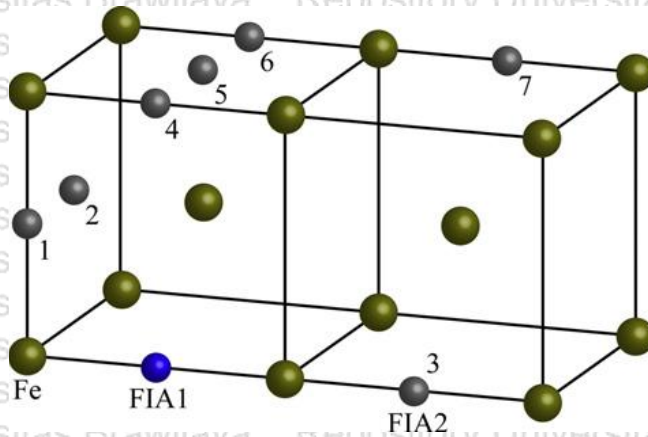
Sedangkan hasil analisis BSD pada spesimen hasil nitriding dengan plasma campuran nitrogen+hidrogen menunjukkan adanya pergeseran puncak ketika sudut  $\phi$  dirotasikan  $60^\circ$ . Hal ini menunjukkan adanya anisotropik internal strain pada spesimen hasil nitriding. Selanjutnya untuk memahami bagaimana terjadinya anisotropik internal strain di dalam spesimen, maka digunakan kalkulasi menggunakan First principles untuk memprediksikan okupasi (penempatan) atom N pada posisi interstisi di dalam kisi matrik. Model ini dikembangkan oleh You dkk (You, Yan, & Chen, 2013).

Untuk memprediksi urutan penempatan atom N pada interstisial site kisi induk (baja martensite) digunakan hasil penelitian yang dilakukan oleh You dkk. Dalam model yang dikembangkan oleh You dkk ini digunakan superkisi BCC sebagai kisi induk martensit. Kemudian beberapa posisi interstisial dari atom asing digunakan untuk menghitung energi





ikat (*binding energy*) dan interaksi ikatan (*binding interaction*) antara atom asing interstisial (FIA – *foreign interstitial atom*). Gambar 5.21 dan tabel 5.1 menunjukkan posisi FIA di dalam super kisi BCC dan nilai energi ikatnya.



Gambar 5.19 Posisi FIA di dalam superkisi BCC (You et al., 2013)

Table 5.1 Energi ikat dari interaksi 2 FIA

Posisi FIA 2	Energi Ikat $-E_b$ (eV)	Jarak $-d$ ( $a_0$ )
1	-0,29	$\sqrt{2} = 0,707$
2	-0,58	$\sqrt{3}/2 = 0,866$
3	-3,88	1
4	-0,33	1
5	-0,29	$\sqrt{5}/2 = 1,118$
6	-0,36	$\sqrt{2} = 1,44$
7	-0,18	$\sqrt{3} = 1,72$

Hasil penelitian You dkk dalam bentuk model superkisi BCC (gambar 5.20) dan interstisial site yang terdapat di dalamnya serta tabel energi ikat antara 2 atom interstisi (FIA) yaitu tabel 5.1, digunakan untuk memprediksi kemungkinan urutan penempatan atom N pada posisi interstisial site. Karena atom interstisialnya adalah N, maka FIA 1-FIA2 : N-N, energi ikat bernilai negatif ( - ) yang berarti interaksinya bersifat repulsive, maka interaksi N-N





akan stabil jika energi ikatnya minimum dan jaraknya maksimum. Oleh karena itu, dari tabel 5.1 dapat diprediksikan prioritas okupasi (penempatan) N akan mengikuti urutan:

7 5 6 4 1

Dari prediksi ini, maka didapatkan bahwa ada 6 atom N interstisial yang mengisi posisi interstisi pada kisi super BCC, sehingga jika dihitung kerapatan atomnya akan didapatkan sebesar 37,5 at%. Hasil prediksi ini sejalan dengan hasil analisis AES pada gambar 5.15 di halaman 61 yang menunjukkan rata-rata konsentrasi atom N pada spesimen hasil nitriding dengan plasma campuran  $N_2+H_2$  adalah sebesar 37 at%.

Hasil prediksi okupasi atom N juga jelasterlihat bahwa dari 6 atom N interstisi ini 5 diantaranya menempati bidang lateral (horisontal) dan hanya 1 atom yang menempati bidang vertikal. Fenomena ini akan menghasilkan regangan kisi yang bersifat anisotropik yaitu regangan dominan pada arah lateral. Regangan anisotropik yang cukup besar pada kisi matrik martensit ini akan memicu transformasi fasa seperti yang terdeteksi pada hasil XRD sebagai pergeseran puncak  $\alpha'$ Fe menjadi puncak  $\gamma$ N Fe. Hal ini juga dipertegas dengan hasil pengukuran kekerasan dari spesimen hasil nitriding yang mengalami kenaikan signifikan dari 200 HV (subtrat tanpa perlakuan) menjadi 1200 HV. Fasa  $\gamma$ NFe merupakan fasa expanded austenit dengan interstisi atom N yang mencapai supersaturasi (konsentrasi yang cukup tinggi) sehingga efek slip inhibitor dari atom N interstisi ini menyebabkan nilai kekerasannya menjadi tinggi.

Hasil nitriding baja AISI 420 menggunakan glow discharge plasma nitriding yang dilakukan Alphonso dkk menunjukkan peningkatan kekerasan permukaan yang sangat tinggi hingga mencapai 1300HV. Namun dari hasil XRD didapatkan bahwa kekerasan ini dikontribusi fasa  $\gamma'$ Fe<sub>4</sub>N dan CrN. Fasa  $\gamma'$ Fe<sub>4</sub>N bersifat keras namun getas sehingga memicu timbulnya retak, demikian juga dengan CrN akan memicu timbulnya deplesi Cr pada batas butir dalam matrik baja AISI 420 sehingga memicu korosi batas butir. Konsentrasi nitrogen pada permukaan specimen hingga kedalaman 4 micron hanya mencapai 10 at% (Alphonsa, Chainani, Raole, Ganguli, & John, 2002). Sedangkan nitriding baja AISI 420 menggunakan ionic nitriding yang dilakukan oleh Sousa dkk diperoleh kekerasan permukaan mencapai kisaran 1100 HV hingga 1150 HV dengan fasa yang dominan adalah  $\epsilon$ Fe<sub>3</sub>N dan  $\alpha$ N. Namun





pada penelitian ini tidak diukur konsentrasi atom N yang ada pada permukaan specimen maupun yang masuk ke dalam matrik specimen (De Sousa et al., 2008).



## BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN

### 6.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Penggabungan sumber pembangkit plasma RF-DC pada sistem plasma nitriding telah menghasilkan plasma densitas tinggi sehingga proses nitriding berjalan lebih efektif. Baja austenitik stainless steel (ASS) telah berhasil dinitriding dengan sistem plasma nitriding RD-DC densitas tinggi dengan hasil *nitriding growth rate* ( $K_p$ ) sebesar  $0,22 \mu\text{m/s}^2$ . Nilai  $K_p$  ini 3 kali nilai  $K_p$  baja paduan Fe-17Cr yang dinitriding dengan DC plasma nitriding. Efek penggabungan sumber plasma RF yang digunakan secara bersamaan dengan plasma DC menghasilkan expanded plasma dengan densitas spesies aktif yang tinggi di dalam plasma. Hal ini mengakibatkan proses difusi nitrogen ke dalam substrat baja menjadi lebih efektif.

Mekanisme hardening pada baja austenitik stainless steel AISI 316L tergantung pada pada temperatur nitriding. Pada temperatur rendah ( $400^\circ\text{C}$ ) mekanisme hardeningnya solid solution hardening, sedangkan pada temperatur tinggi ( $480^\circ\text{C}$ ) bahwa mekanisme hardening adalah precipitation hardening.

2. Penambahan hidrogen ke dalam plasma nitrogen menghasilkan peningkatan yang drastis pada intensitas optik dari spesies aktif ion  $\text{N}_2^+$  ground state ( $\text{N}_2^+(\text{X})$ ). Hal ini disebabkan hidrogen meningkatkan proses ionisasi di dalam plasma. Selain itu, penambahan hidrogen juga menghasilkan peningkatan kedalaman difusi atom nitrogen ke dalam matriks spesimen. Jadi, hidrogen juga memiliki peran sebagai agen aktivasi dan pada permukaan spesimen karena sifat deoksidasinya yang kuat akibatnya atom-atom N menjadi lebih mudah masuk ke dalam matriks spesimen.

Hasil nitriding baja martensitik stainless steel AISI 420 pada temperatur rendah ( $400^\circ\text{C}$ ) menunjukkan karakteristik penyisipan atom N menghasilkan fasa expanded martensit ( $\alpha\text{N}$ ) dan fasa metastabil extraordinary solid state pada nitriding menggunakan plasma nitrogen. Sedangkan proses nitriding menggunakan plasma campuran nitrogen+hidrogen mengindikasikan terjadinya transformasi fasa dari martensit ( $\alpha'$ ) menjadi expanded





austenit ( $\gamma$ N). Hal ini diprediksi karena konsentrasi atom N yang masuk ke dalam matrik sangat tinggi (di atas 30%) dan cenderung menempati posisi interstisi pada arah bidang tertentu sehingga menghasilkan internal anisotropik strain yang cukup tinggi dan memicu terjadinya transformasi fasa. Sedangkan mekanisme hardeningnya adalah solid solution hardening yang diakibatkan oleh efek slip inhibitor dari atom-atom N yang menempati posisi interstisi, mirip dengan mekanisme hardening pada baja austenitik stainless steel yang dinitriding dengan temperatur rendah.

Hasil nitriding secara keseluruhan, baik baja austenitik AISI 316L dan baja martensitik AISI 420, maka dapat disimpulkan bahwa plasma nitriding RF-DC densitas tinggi dapat digunakan untuk memberikan rekayasa permukaan (*surface engineering*) sehingga bahan tersebut dapat memenuhi salah syarat sebagai bahan *molds* dan *dies* yaitu memiliki kekerasan yang tinggi.

## 6.2 Saran

Sebagai tindak lanjut dan penyempurnaan hasil penelitian agar benar-benar dapat diaplikasikan pada dunia industri, maka karakterisasi yang lebih mendalam seperti *X-ray Photoelectron Spectroscopy* (XPS) pada spesimen hasil nitriding juga perlu dilakukan untuk mengetahui lebih detail tipe ikatan N yang terbentuk apakah membentuk presipitat seperti CrN, FeN ataukah terjadi ikatan lemah Cr-N ataukah benar-benar N hanya menyisip sebagai solid solution. Selain itu, untuk diagnostik plasma diperlukan spektroskopi yang memiliki resolusi yang lebih tinggi agar spesies aktif yang memiliki intensitas rendah dan life time pendek seperti radikal NH,  $N^*$ ,  $N^+$ ,  $H_2^+$  dan  $H_2^*$  dapat terdeteksi.





## DAFTAR PUSTAKA

- Ahmadi, P., & Czerwicz, T. (2008). Some Consideration on Double Layer structure in plasma assisted nitriding of austenitic stainless steel. *IUST International Journal of Engineering Science*, 19, 51–59.
- Aizawa, T., Sugita, Y. (2011). Development of RF-DCplasma system for nitriding of aluminium alloys. In *ICMCT*.
- Alphonsa, I., Chainani, A., Raole, P. M., Ganguli, B., & John, P. I. (2002). A study of martensitic stainless steel AISI 420 modified using plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 150, 263–268.
- Askeland, R. D., & Fulay, P. P. (2009). *Essentials Of Materials Science And Engineering* (2 nd). SI Publisher.
- ASM Book, C. of gas carburising and carbonitriding. (1977). *Carburizing and carbonitriding* (1 st).
- ASM International, A. (1994). *ASM Speciality Book, Stainless Steels* (2 nd). New York: ASM International.
- ASM International, Stainless Steel for Design Engineers*. (2008). American Technical Publishers Ltd.
- ASM Speciality Book Stainless Steels*. (1994). ASM International.
- Bell, T. (1990). Surface engineering: past, present and future. *Surface Engineering*, 6(1), 31–40.
- Bell, T. (1992). Surface engineering: its current and future impact on tribology. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 25, 297.
- Bogaerts, A., Neyts, E., Gijbels, R., & Van Der Mullen, J. (2002). Gas discharge plasmas and their applications. *Spectrochimica Acta Part B*, 57, 609–658.
- Brokman, A. (1981). A study of the mechanisms of ion nitriding by the application of a magnetic field. *Journal of Applied Physics*, 52(1), 468. <http://doi.org/10.1063/1.329809>
- Callister, W. D. (1997). *Materials Science and Engineering: An Introduction* (4 th). New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Cebulla, R., Wendt, R., & Ellmer, K. (1998). Al-doped zinc oxide films deposited by simultaneous rf and dc excitation of a magnetron plasma: Relationships between plasma parameters and structural and electrical film properties. *Journal of Applied Physics*, 83(2), 1087. <http://doi.org/10.1063/1.366798>
- Chen, F. F. (2003). Lecture Notes on Langmuir Probe Diagnostics. *IEEE-ICOPS Meeting*, 1–40. <http://doi.org/10.1002/ctpp.201100051>
- Choi, W., Lee, J., Kim, W. B., Min, B. K., Kang, S. N., & Lee, S. J. (2004). Design and fabrication of tungsten carbide mould with micro patterns imprinted by micro lithography. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 14(11), 1519–1525. [http://doi.org/Pii S0960-1317\(04\)78654-4](http://doi.org/Pii S0960-1317(04)78654-4) [rDoi 10.1088/0960-1317/14/11/012](http://doi.org/10.1088/0960-1317/14/11/012)
- Choi, Y.-H., Kim, J.-H., Paek, K.-H., Ju, W.-T., & Hwang, Y. S. (2005). Characteristics of atmospheric pressure N<sub>2</sub> cold plasma torch using 60-Hz AC power and its application to





polymer surface modification. *Surface and Coatings Technology*, 193(1-3), 319–324. <http://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2004.08.145>

Conde, L. (2011). *An introduction to Langmuir probe diagnostics of plasmas*. Madrid.

Czerwiec, T., Michel, H., & Bergmann, E. (1998). Low-pressure, high-density plasma nitriding: mechanisms, technology and results. *Surface and Coatings Technology*, 108/109, 182–190.

De Sousa, R. R. M., De Araújo, F. O., Ribeiro, K. J. B., Dumelow, T., Da Costa, J. A. P., & Alves, C. (2008). Ionic nitriding in cathodic cage of AISI 420 martensitic stainless steel. *Surface Engineering*, 24, 52–56. <http://doi.org/10.1179/174329408X271589>

Dinescu, G., Aldea, E., Musa, G., van de Sanden, M. C., de Graaf, A., Ghica, C., ... Andrei, A. (1998). Characterization of carbon nitride thin films deposited by a combined RF and DC plasma beam. *Thin Solid Films*, 325(1-2), 123–129. [http://doi.org/10.1016/S0040-6090\(98\)00509-4](http://doi.org/10.1016/S0040-6090(98)00509-4)

Edenhofer, B. (1974). Physical and Metallurgical Aspects of Ionnitriding. *Heat Treatment of Metals*, Vol. 1, 23–28, 1, 23.

Fewell, M., Priest, J., Baldwin, M., Collins, G., & Short, K. (2000). Nitriding at low temperature. *Surface and Coatings Technology*, 131, 284. [http://doi.org/10.1016/S0257-8972\(00\)00793-3](http://doi.org/10.1016/S0257-8972(00)00793-3)

Figuroa, C. A., & Alvarez, F. (2006). On the hydrogen etching mechanism in plasma nitriding of metals. *Applied Surface Science*, 253, 1806–1809. <http://doi.org/10.1016/j.apsusc.2006.03.015>

Figuroa, C. A., Czerwiec, T., Driemeier, C., Baumvol, I. J. R., & Weber, S. (2007). Nitrogen diffusion enhancement in a ferrous alloy by deuterium isotopic effect. *Journal of Applied Physics*. <http://doi.org/10.1063/1.2737956>

Frolov, V., Matveev, I., Ivanov, D., & Zverev, S. (2011). Experimental Investigations of the Hybrid Plasma Torch With Reverse Vortex Stabilization. *Journal of Physics*, 56(July 2010), 36–40. Retrieved from [http://www.ifin.ro/rjp/2011\\_56\\_Suppl/0036\\_0040.pdf](http://www.ifin.ro/rjp/2011_56_Suppl/0036_0040.pdf)

Galdikas, A., & Moskalioviene, T. (2013). Swelling effect on stress induced and concentration dependent diffusion of nitrogen in plasma nitrided austenitic stainless steel. *Computational Materials Science*, 72, 140–145. <http://doi.org/10.1016/j.commatsci.2013.02.007>

Granito, N. (2003). *Surface material design and control in steels for automotive parts by plasma nitriding technique*. The University of Tokyo.

Guerra, V., Sá, P. A., & Loureiro, J. (2004). Kinetic modeling of low-pressure nitrogen discharges and post-discharges. *Eur. Phys. J. D*, 28, 125–152.

Hancock, G. (1995). Diagnostics of active species in plasmas. *Surface and Coatings Technology*, 74-75, 10–14. [http://doi.org/10.1016/0257-8972\(95\)08343-X](http://doi.org/10.1016/0257-8972(95)08343-X)

Harrison, G. R., Lord, R. C., & Loofbourow, J. R. (1948). *Practical spectroscopy* (2nd ed.). New York: Prentice Hall.

He, B. B., Preckwinkel, U., & Smith, K. L. (2000). FUNDAMENTALS OF TWO-





DIMENSIONAL X-RAY DIFFRACTION (XRD 2 ). *Advances in X-Ray Analysis*, 43, 273.

Henrion, G., Hugon, R., Fabry, M., & Scherentz, V. (1997). Reactivity of a DC-pulsed plasma: plasma diagnostics and nitrided sample analysis. *Surface and Coatings Technology*, 97, 729–733.

Hirohata, Y., Tsuchiya, N., & Hino, T. (2001). Effect of mixing of hydrogen into nitrogen plasma. *Applied Surface Science*, 169-170, 612–616.

Hovorka, D., & Musil, J. (2000). Microwave Plasma Nitriding of a Low-Alloy Steel. *J. Vac. Sci. Technol. A*, 18, 2715. <http://doi.org/10.1116/1.1308587>

Hudis, M. (1973). Study of ion-nitriding. *Journal of Applied Physics*, 44(4), 1489. <http://doi.org/10.1063/1.1662398>

IAEA, Industrial Applications and Chemistry Section. (2000). *Surface modification of materials by ion implantations for industrial and medical applications*. Viena, Austria.

Impedans, L. (2011). *ALP System™ Langmuir Probe Installation & User Guide*. Dublin-Ireland: Impedans Ltd.

Istiroyah, Aizawa, T., Wardana, I. N. ., & Santjojo, D. J. (2013). Nitriding Behaviour of AISI 316L in High Density Plasma Nitriding. In *Basic Science Advances in Energy, Health and Environment* (pp. P39–1 – 39–4). Malang.

Istiroyah, Wardana, I. N. G., & Santjojo, D. J. (2014). Comparison of AISI 316L Plasma Nitriding Behavior in Low and Medium Temperature. *Applied Mechanics and Materials*, 493, 755–760. <http://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.493.755>

Iter, E. (1999). Measurement of Plasma Parameter. *Nuclear Fusion*, 39(12), 2541–2575.

Jacobs, M. H. (1993). Surface engineering of materials. *Materials and Design*, 14(1), 33–37.

Kim, Y. M., & Han, J. G. (2003). Spectroscopic study for pulsed DC plasma nitriding of narrow deep holes. *Surface and Coatings Technology*, 171(1-3), 205–210. [http://doi.org/10.1016/S0257-8972\(03\)00272-X](http://doi.org/10.1016/S0257-8972(03)00272-X)

Kim, Y. M., Kim, J. U., & Han, J. G. (2002). Investigation on the pulsed DC plasma nitriding with optical emission spectroscopy. *Surface and Coatings Technology*, 151(152), 227–232.

Kumar, R., Alphonsa, J., Prakash, R., Boob, K. S., Ghanshyam, J., Rayjada, P. a., ... Mukherjee, S. (2011). Plasma nitriding of AISI 52100 ball bearing steel and effect of heat treatment on nitrided layer. *Bulletin of Materials Science*. <http://doi.org/10.1007/s12034-011-0065-9>

Kumar, S., Baldwin, M. J., Fewell, M. P., Haydon, S. C., Short, K. T., Collins, G. A., & Tendys, J. (2000). The effect of hydrogen on the growth of the nitrided layer in r . f . - plasma-nitrided austenitic stainless steel AISI 316. *Surface and Coatings Technology*. [http://doi.org/10.1016/S0257-8972\(99\)00393-X](http://doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00393-X)

Kuwahara, H., Matsuoka, H., Takada, J., Kikuchi, S., Tomii, Y., & Tamura, I. (1991). Plasma nitriding of Fe-18Cr-9Ni in the range of 723?823 K. *Oxidation of Metals*, 36(1-2), 143–156. <http://doi.org/10.1007/BF00938459>





- Lin, C.-H., Duh, J.-G., & Yau, B.-S. (2006). Processing of chromium tungsten nitride hard coatings for glass molding. *Surface and Coatings Technology*, 201(3-4), 1316–1322. <http://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2006.01.064>
- Lister, G. (1994). Plasma modelling for surface processing. *Vacuum*, 45(5), 525–534. [http://doi.org/10.1016/0042-207X\(94\)90246-1](http://doi.org/10.1016/0042-207X(94)90246-1)
- Ma, K.-J., Chien, H.-H., Chuan, W. H., Chao, C.-L., & Hwang, K. C. (2008). Design of Protective Coatings for Glass Lens Molding. *Key Engineering Materials*, 364-366, 655–661. <http://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.364-366.655>
- Mandl, S., Scholze, F., Neumann, H., & Rauschenbach, B. (2003). Nitrogen diffusivity in expanded austenite. *Surface and Coatings Technology*, 174(175), 1191–1195. [http://doi.org/10.1016/S0257-8972\(03\)00454-7](http://doi.org/10.1016/S0257-8972(03)00454-7)
- Manova, D., Thorwarth, G., Mändl, S., Neumann, H., Stritzker, B., & Rauschenbach, B. (2006). Variable lattice expansion in martensitic stainless steel after nitrogen ion implantation. *Physic Research B: Nuclear Instruments and Methods*, 242, 285–288. <http://doi.org/10.1016/j.nimb.2005.08.059>
- Meletis, E. I. (1993). Low-pressure ion nitriding of AISI 304 austenitic stainless steel with an intensified glow discharge. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 11(1), 25. <http://doi.org/10.1116/1.578712>
- Menthe, E., & Rie, K. T. (1999). Plasma nitriding and plasma nitrocarburizing of electroplated hard chromium to increase the wear and the corrosion properties. *Surface and Coatings Technology*. [http://doi.org/10.1016/S0257-8972\(98\)00793-2](http://doi.org/10.1016/S0257-8972(98)00793-2)
- Modest, M. F. (2013). *Radiative Properties of Molecular Gases in Radiative Heat Transfer* (3th ed.). London: Academic Press.
- Moskalioviene, T., & Galdikas, A. (2012). Stress induced and concentration dependent diffusion of nitrogen in plasma nitrided austenitic stainless steel. *VAC*, 86, 1552–1557. <http://doi.org/10.1016/j.vacuum.2012.03.026>
- Moskalioviene, T., Galdikas, A., Riviere, J. P., & Pichon, L. (2011). Modeling of nitrogen penetration in polycrystalline AISI 316L austenitic stainless steel during plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*. <http://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.11.060>
- Olesik, J. W. (1992). *ICP-OES in Encyclopedia of materials characterization* (1st ed.). London: Butterworth-Heinemann.
- Oliviera, A. ., Riofano, R. ., Castelitti, L. ., Tremiliosi, G. ., & Bento, C. A. . (2003). EFFECT OF THE TEMPERATURE OF PLASMA NITRIDING IN AISI 316L AUSTENITIC STAINLESS STEEL. *Revista Brasileira de Aplicacoes de Vacuo*, 22, 63–66.
- Pinedo, C. E., & Monteiro, W. a. (2004). On the kinetics of plasma nitriding a martensitic stainless steel type AISI 420. *Surface and Coatings Technology*, 179(2-3), 119–123. [http://doi.org/10.1016/S0257-8972\(03\)00853-3](http://doi.org/10.1016/S0257-8972(03)00853-3)
- Porter, D. ., & Easterling, K. . (1992). *Phase Transformation in Metals* (2 nd). London: Chapman & Hall.





Priest, J. M., Baldwin, M. J., & Fewell, M. P. (2001). The action of hydrogen in low-pressure r.f.-plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 145.

Reece Roth, J. (1997). *Industrial plasma engineering II* (1 st). IOP Publishing.

Renevier, N., Czerwiec, T., Collignon, P., & Michel, H. (1998). Diagnostic of arc discharges for plasma nitriding by optical emission spectroscopy. *Surface & Coatings Technology*. [http://doi.org/10.1016/S0257-8972\(97\)00398-8](http://doi.org/10.1016/S0257-8972(97)00398-8)

Ricard, a. (1999). The production of active plasma species for surface treatments. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 30(16), 2261–2269. <http://doi.org/10.1088/0022-3727/30/16/002>

Ricard, A., Gaboriau, F., & Canal, C. (2008). Optical spectroscopy to control a plasma reactor for surface treatments. *Surface & Coatings Technology*, 202, 5220–5224. <http://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2008.06.070>

Ricard, A., Oseguera-Pena, J. E., Falk, L., Michel, H., & Gantois, D. M. (1990). Active Species in Microwave Postdischarge For Steel-Surface Nitriding. *IEEE TRANSACTIONS ON PLASMA SCIENCE*, 18(6).

Rie, K., & Broszeit, E. (1995). Plasma diffusion treatment and duplex treatment—recent development and new applications. *Surface and Coatings Technology*. Retrieved from <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0257897295025138>

Sharma, M. K., Saikia, B. K., & Bujarbarua, S. (2008). Optical emission spectroscopy of DC pulsed plasmas used for steel nitriding. *Surface & Coatings Technology*, 203, 229–233. <http://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2008.08.036>

Sharma, M., Saikia, B., & Bujarbarua, S. (2008). Optical emission spectroscopy of DC pulsed plasmas used for steel nitriding. *Surf. Coat. Technol.*, 203, 229–233.

Sun, Y., & Bell, T. (1997). A numerical model of plasma nitriding of low alloy steels. *Materials Science and Engineering A*, 224(1-2), 33–47.

Suraj, K. S., Bharathi, P., Prahlad, V., & Mukherjee, S. (2007). Near cathode optical emission spectroscopy in  $N_2-H_2$  glow discharge plasma. <http://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2007.05.063>

Tatarova, E., Dias, F. M., Gordiets, B., & Ferreira, C. M. (2005). Molecular dissociation in  $N_2-H_2$  microwave discharges. *Plasma Sources Sci. Technol.*, 14, 19–31. <http://doi.org/10.1088/0963-0252/14/1/003>

Tibbet, G. G. (1974). Role of nitrogen atoms in “ion-nitriding.” *J. Appl. Phys.*, 45, 5072–5073.

Tibbetts, G. G. (1974). Role of nitrogen atoms in “ion-nitriding”. *Journal of Applied Physics*, 45(11), 5072. <http://doi.org/10.1063/1.1663186>

Valencia, R., López-Callejas, R., Muñoz-Castro, A., Barocio, S. R., Chávez A, E., & Godoy-Cabrera, O. (2004). Nitriding of AISI 304 Stainless Steel by PIII in DC and RF Toroidal Discharges. *Brazilian Journal of Physics*, 34(4B).

Walkowicz, J. (2003). On the mechanisms of diode plasma nitriding in  $N-H$  mixtures under DC-pulsed substrate biasing. *Surface and Coatings Technology*, 174(175), 1211–1219.





<http://doi.org/10.1016/S0257-8972Z03.00656-X>

Xi, Y.-T., Liu, D.-X., & Han, D. (2008). Improvement of corrosion and wear resistances of AISI 420 martensitic stainless steel using plasma nitriding at low temperature. *Surface & Coatings Technology*, 202, 2578–2583. <http://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2007.09.036>

You, Y., Yan, M. F., & Chen, H. T. (2013). Interactions of carbon-nitrogen and carbon-nitrogen-vacancy in  $\alpha$ -Fe from first-principles calculations. *Computational Materials Science*, 67, 222–228. <http://doi.org/10.1016/j.commatsci.2012.08.045>









## LAMPIRAN 2

### PERHITUNGAN NILAI NITRIDING RATE CONSTANT ( $K_p$ ).

Nitriding rate constant ditentukan berdasarkan persamaan Wagner's:

$$E^2 = K_p t$$

dimana E adalah ketebalan lapisan nitriding,  $K_p$  adalah nitriding growth rate atau nitriding rate constant dan t adalah waktu nitriding.

Secara eksperimen, nilai E diestimasi dari kurva hardness profile, yang didefinisikan sebagai zona pengerasan (*hardening zone*). Hardening zone didefinisikan sebagai daerah yang memiliki kekerasan lebih tinggi dari substrat, sehingga nilai E diukur mulai dari permukaan spesimen hasil nitriding hingga kedalaman yang memiliki kekerasan mendekati nilai kekerasan substrat. Kemudian nilai E ini dikuadratkan dan diplot sebagai  $E^2$  vs t. Kemiringan (slope) kurva tersebut merupakan  $K_p$ .



**LAMPIRAN 3****DAFTAR PUBLIKASI PADA JURNAL INTERNASIONAL TERAKREDITASI:**

1. Istiroyah, I.N.G Wardana, D.J Santjojo, Comparison of AISI 316L Plasma Nitriding Behavior at Low and Medium Temperature, *Applied Mechanics and Materials*, Vol. 493 (2014) pp. 755-760.
2. Istiroyah, I.N.G Wardana, D.J Santjojo, Effect of Hydrogen Addition on the Characteristics of Nitrided Martensitic Stainless Steel AISI 420, *Applied Mechanics and Materials*, Vol. 836 (2015) pp. 214-218.
3. Istiroyah, T. Aizawa, I.N.G Wardana, D.J Santjojo, Influence of Hydrogen Addition in High Dense RF-DC Nitrogen Plasma on the Active Species Formation and its Role in Nitriding Process of AISI 420 SS, submitted to **Journal of Engineering Science and Technology (JESTEC)**.

**LAMPIRAN 4****DAFTAR PUBLIKASI PADA PROSIDING KONFERENSI INTERNASIONAL:**

1. Istiroyah, T. Aizawa, I.N.G Wardana, D.J Santjojo, High Density Plasma Nitriding Behavior of Austenitic Stainless Steel type AISI 316L, 7<sup>th</sup> SEATUC SYMPOSIUM 2013, ITB Bandung.
2. Istiroyah, T. Aizawa, I.N.G Wardana, D.J. Santjojo, Nitriding Behavior of AISI 316L in High Density Plasma Nitriding, 3<sup>rd</sup> Annual Basic Science International Conference 2013, UB Malang
3. Istiroyah, T. Aizawa, I.N.G Wardana, D.J. Santjojo, Comparison of Nitrided Austenite and Nitrided Martensite Stainless Steel Produced with RF-DC High Dense Plasma Nitriding, 8<sup>th</sup> SEATUC SYMPOSIUM 2014, UTM Malaysia.
4. D.J. Santjojo, Istiroyah, T. Aizawa, Dynamic of Nitrogen and Hydrogen Species in a High Rate Plasma Nitriding of Martensitic Stainless Steel, 9<sup>th</sup> SEATUC SYMPOSIUM 2015, Surineree University Thailand.
5. T. Aizawa, Istiroyah, Y. Sugita, Selective pattern-hardening of AISI SUS 420/SUS 430 Molds for Micro-Texturing, 4<sup>th</sup> Asian Symposium on Material and Processing (ASMP) 2015, Lombok Indonesia.
6. D.J. Santjojo, T. Aizawa, Istiroyah, High Rate Plasma Nitriding of Martensite Stainless Steel for Surface Treatment, 4<sup>th</sup> Asian Symposium on Material and Processing (ASMP) 2015, Lombok Indonesia.