

**PENGARUH PERUBAHAN SUHU NITRIDASI
PLASMA LUCUTAN PIJAR DC TERHADAP KEKERASAN
BAJA AISI 4140**



**Disusun sebagai satu syarat menyelesaikan Program Studi Strata II
Pada Program Studi Magister Teknik Mesin Sekolah Pascasarjana
Universitas Muhammadiyah Surakarta**

Oleh

Abdul Azis

NIM. U 100160025

**PROGRAM STUDI MAGISTER TEKNIK MESIN
SEKOLAH PASCASARJANA
UNIVERSITAS MUHAMMADIYAH SURAKARTA**

2018

HALAMAN PERSETUJUAN

**PENGARUH PERUBAHAN SUHU NITRIDASI
PLASMA LUCUTAN PIJAR DC TERHADAP KEKERASAN
BAJA AISI 4140**

PUBLIKASI ILMIAH

Oleh

Abdul Azis
NIM. U 100160025

Telah diperiksa dan disetujui untuk diuji oleh:

Pembimbing I



Tri Widodo Besar Riyadi, M.Sc, Ph.D.

Pembimbing II



Agus Dwi Anggono, M.Eng., Ph.D.

HALAMAN PENGESAHAN

**PENGARUH PERUBAHAN SUHU NITRIDASI
PLASMA LUCUTAN PIJAR DC TERHADAP KEKERASAN
BAJA AISI 4140**
Oleh

Abdul Azis
NIM. U.100.16.0025

Telah dipertahankan di depan Dewan Penguji
Program Studi Magister Teknik Mesin
Universitas Muhammadiyah Surakarta
Pada hari Senin, 22 Oktober 2018
dan dinyatakan telah memenuhi syarat


Dewan Penguji :

1. **Tri Widodo Besar Riyadi, M.Sc., Ph.D.** ()

(Ketua Dewan Penguji)

2. **Agus Dwi Anggono, M.Eng., P.hD** ()

(Anggota I Dewan Penguji)

3. **Dr Supriyono** ()

(Anggota II Dewan Penguji)



Direktur Sekolah Pascasarjana

Prof. Dr. Bambang Sumardjoko

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam naskah publikasi ini tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan orang lain, kecuali secara tertulis diacu dalam naskah dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Apabila kelak terbukti ada ketidakbenaran dalam pernyataan saya di atas, maka akan saya pertanggungjawabkan sepenuhnya.

Surakarta, 22 Oktober 2018



Penulis

Abdul Aziz

NIM. U 100160025

**PENGARUH PERUBAHAN SUHU NITRIDASI
PLASMA LUCUTAN PIJAR DC TERHADAP KEKERASAN
BAJA AISI 4140**

Abstrak

Dalam makalah ini, material baja banyak digunakan pada industri. Menurut David Pye dkk, material baja masih mempunyai kekurangan yaitu rentan terhadap lingkungan yang korosif seperti pada aplikasi industri batu bara sehingga cepat mengalami aus. Maka perlu dilakukan peningkatan sifat mekaniknya. Permasalahan yang akan diteliti dan dibahas pada penelitian ini adalah pengaruh perubahan suhu nitridasi plasma lucutan pijar DC terhadap kekerasan baja AISI 4140. Pengujian yang akan dilakukan adalah pengujian kekerasan bahan, pengujian struktur mikro sesudah proses nitridasi plasma. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh suhu nitridasi dengan variasi 300°C, 350°C, 400°C, 450°C, 500°C pada tekanan 1,6 mbar dan waktu 3 jam terhadap sifat mekanik khususnya nilai kekerasan dari baja AISI 4140 setelah mengalami proses nitridasi dan juga untuk mengetahui pengaruh suhu nitridasi terhadap struktur mikro baja setelah mengalami proses nitridasi. Metode *treatment* material dalam penelitian ini adalah metode pengerasan permukaan melalui *nitriding* yaitu dengan menambahkan nitrogen ke permukaan material. Prinsip kerja proses *nitriding* adalah penambahan nitrogen pada permukaan material sehingga menjadi sangat keras. Nitridasi plasma pada permukaan baja dengan variasi suhu terbukti dapat menghasilkan kekerasan yang meningkat dibandingkan dengan sebelum nitridasi, meningkatnya kekerasan permukaan bahan sebesar 51,5% dari kekerasan material dasar sebesar 97,8 VHN menjadi 189.975 VHN. Tetapi kondisi kekerasan ini diperoleh pada suhu 450 °C. Pengujian terhadap struktur mikro menggunakan SEM/EDX terlihat lapisan tipis di bagian luar permukaan. Namun demikian unsur nitrogen tidak dapat diidentifikasi dengan jelas karena sangat sedikit.

Kata Kunci: Baja AISI 4140, Kekerasan Permukaan, Nitridasi Plasma, Plasma Lucutan Pijar DC, Struktur Mikro.

Abstract

In this paper, steel material is widely used in industry. According to David Pye et al, steel material still has deficiencies, which are susceptible to corrosive environments such as in the coal industry application so that it quickly wears out. So it is necessary to improve the mechanical properties. The problem to be examined and discussed in this study is the effect of the nitriding of DC incandescent plasma temperature changes on the hardness of AISI 4140 steel. The tests to be carried out are the hardness testing of materials, microstructure testing after the plasma nitriding process. The purpose of this study

was to determine the effect of nitriding temperature with variations of 300°C, 350°C, 400°C, 450°C, 500°C at a pressure of 1.6 mbar and 3 hours for mechanical properties especially the hardness of AISI 4140 steel after undergoing nitriding process and also to determine the effect nitriding temperature of the microstructure of steel after undergoing a nitriding process. The material treatment method in this study is the method of surface hardening through nitriding by adding nitrogen to the surface of the material. The working principle of the nitriding process is the addition of nitrogen to the surface of the material so that it becomes very hard. Plasma nitriding on steel surfaces with temperature variations proved to produce increased hardness compared to before nitriding, increasing material surface hardness by 51.5% from the base material hardness of 97.8 VHN to 189,975 VHN. But this condition of violence was obtained at a temperature of 450°C. Testing of microstructure using SEM / EDX shows a thin layer on the outside of the surface. However, the nitrogen element cannot be clearly identified because it is very small.

Keywords: Steel AISI 4140, Surface Hardness, Plasma Nitriding, DC Glow Discharge Plasma, Micro Structure.

1. PENDAHULUAN

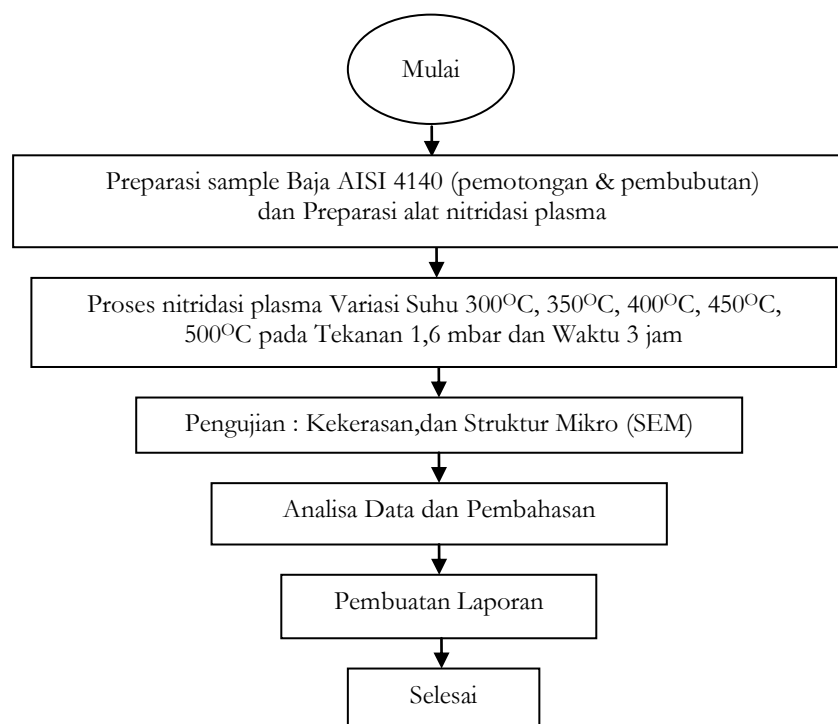
Teknik pengerasan permukaan merupakan suatu proses untuk meningkatkan sifat mekanik dari suatu komponen atau material [7]. Kerusakan suatu material dimulai dari permukaan material yang disebabkan karena korosi atau keausan akibat adanya interaksi dengan komponen lain [8]. Adapun tujuan utama rekayasa material yaitu memperoleh material baru yang mempunyai sifat lebih baik [9] dan [10]. Penggunaan material pada dunia industri perlu mempertimbangkan beberapa faktor yang berhubungan dengan penggunaannya yaitu sifat mekanis bahan [11]. Frank dkk, menyimpulkan baja tahan karat yang lebih dikenal dengan *Stainless Steel* (SS) adalah baja paduan dengan kadar paduan tinggi (*high alloy steel*), dimana terdapat paduan kromium pada sistem paduan besi dan karbon [12]. AISI (*American Iron and Steel Institute*) menetapkan batasan untuk jenis paduan baja ini kedalam *stainless steel* apabila kandungan kromium dalam paduan melebihi 10-13%. Baja tipe AISI 4140 merupakan material baja tahan karat jenis austeniti yang banyak digunakan antara lain dalam bidang industri [13] dan [14]. Material ini sifat ketahanan korosinya sangat baik namun nilai kekerasan rendah dibandingkan baja tahan karat jenis austeniti lainnya, menurut Abhishek Sharma dkk, berikut komposisi kimia AISI 4140 dalam % berat yaitu 0.38-0.43% C; 0.15-0.25% Mo; 0.75-1.00% Mn; 0.035 % P; 0.04 % S; 0.15-0.30% Si dan 0.80-

1.10% Cr [2]. Beberapa contoh aplikasi AISI 4140 seperti *valves, nozzle, spindle, shaft, compressor* dan *turbine wheels* [4]. Untuk meningkatkan sifat-sifat mekanik permukaan material dapat dilakukan dengan teknik perlakuan permukaan (*surface treatment*). Menurut Y.Li dkk dan David Pye dkk, *surface treatment* didefinisikan sebagai usaha meningkatkan kualitas permukaan suatu material sesuai yang diinginkan [15] dan [1]. Dalam bidang rekayasa permukaan bahan, salah satu cara untuk meningkatkan kualitas permukaan dengan menambahkan unsur lain menggunakan teknik plasma lucutan pijar [16]. Metode meningkatkan kekerasan permukaan dapat ditempuh dengan metode nitridasi plasma [3]. Nitridasi plasma merupakan cara pengerasan permukaan dengan mendeposisikan ion nitrogen pada permukaan benda kerja sehingga terbentuk fase nitrida yang keras dipermukaan benda kerja [17]. Menurut Y.Li dkk, proses nitridasi plasma dilakukan pada tekanan rendah dan diberi beda potensial untuk melucutkan atom gas yang mengandung nitrogen sehingga terjadi lucutan pijar yang disebut *glow discharge* [15]. Proses dilakukan pada kondisi vakum dengan diisikan gas nitrogen dan kemudian diberi beda potensial diantara dua elektrodanya yang mengakibatkan terbentuknya ion nitrogen yang menuju ke benda kerja sehingga terjadi proses deposisi dan difusi ion nitrogen ke dalam permukaan benda kerja [18]. Kekurangan material baja diantaranya mengalami korosi dan aus karena lingkungan, dengan demikian maka perlu dilakukan peningkatan kekuatan sifat mekaniknya yaitu kekerasan dan ketahanan ausnya [1]. Beberapa penelitian telah menggunakan proses *surface treatment* untuk meningkatkan ketahanan aus baja tipe AISI 4140 antara lain dengan proses nitridasi plasma yaitu proses menambahkan nitrogen pada permukaan substrat sehingga membentuk lapisan tipis keras dari bahan keramik nitrid [2]. Permasalahan yang akan diteliti dan dibahas pada penelitian ini adalah pengaruh perubahan suhu nitridasi plasma lucutan pijar DC terhadap kekerasan baja tipe AISI 4140. Pengujian yang akan dilakukan adalah pengujian kekerasan bahan, pengujian struktur mikro bahan baja tipe AISI 4140 sesudah proses nitridasi plasma. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh suhu nitridasi dengan variasi 300°C, 350°C, 400°C, 450°C, 500°C pada tekanan 1,6 mbar dan waktu 3 jam terhadap sifat mekanik khususnya nilai kekerasan dari baja tipe AISI 4140 setelah mengalami proses nitridasi dan mengetahui pengaruh suhu nitridasi terhadap struktur mikro baja tipe

AISI 4140 setelah mengalami proses nitridasi. Berdasarkan kajian tinjauan pustaka maka dapat disimpulkan bahwa proses nitridasi telah menunjukkan manfaat (meningkatkan kekerasan) dan pada penelitian ini menggunakan teknik plasma lucutan pijar DC dengan menggunakan bahan baja tipe AISI 4140, variasi penelitian yang meliputi variasi Suhu 300⁰C, 350⁰C, 400⁰C, 450⁰C dan 500⁰C serta tekanan 1,6 mbar dan waktu 3 jam.

2. METODE

Prosedur penelitian dapat dilihat pada diagram alir seperti gambar 2.1 berikut.



Gambar 2.1. Skema Diagram Alir Penelitian.

Metode meningkatkan kekerasan permukaan menggunakan teknik nitridasi plasma lucutan pijar DC, dimana cara pengerasan permukaan logam dengan mendeposisikan plasma nitrogen pada permukaan benda kerja sehingga terbentuk fase nitrida yang keras dipermukaan benda kerja [19] dan [20]. Metode yang dilakukan pada penelitian ini adalah metode eksperimental. Kegiatan yang dilakukan dalam penelitian ini meliputi preparasi substrat pada bahan baja tipe AISI 4140 yang terdiri dari pemotongan (*cutting*), pembungkaihan (*mounting*), pengamplasan (*grinding*), pemolesan (*polishing*), preparasi alat untuk penelitian, metode pembentukan lapisan tipis, pengujian substrat sebagai benda kerja dan

pengambilan data. Pengambilan data dilakukan dengan melakukan karakterisasi pengujian untuk masing-masing substrat, yang meliputi karakterisasi uji kekerasan dan karakterisasi uji mikro struktur. Karakterisasi uji kekerasan substrat terdiri dari penentuan nilai kekerasan permukaan substrat sebelum dan sesudah nitridasi plasma menggunakan microhardness tester, dan karakterisasi uji mikro struktur permukaan substrat dan komposisi unsur dari substrat dilakukan dengan menggunakan peralatan SEM-EDX.

2.1 Preparasi substrat dan alat nitridasi plasma

Pada penelitian ini, bahan yang digunakan sebagai substrat adalah material baja tipe AISI 4140 kemudian dipotong dengan ukuran diameter 3,4 cm x panjang 19,1 cm. Baja yang telah dipotong kemudian dibubut, yang akan dijadikan bentuk substrat ukuran diameter 1,4 cm dan tebal 0,4 cm. Permukaan substrat tersebut dihaluskan menggunakan kertas ampelas, selanjutnya dipoles menggunakan pasta intan dan digosok dengan kain beludru sampai dihasilkan permukaan yang halus dan mengkilap. Untuk menghilangkan kotoran pada permukaan substrat dilakukan pencucian menggunakan alkohol dan kemudian dimasukkan ke dalam pembersih ultrasonik. Hasil pemolesan sampel sebanyak 30 sampel untuk sampel proses plasma *nitriding*. Tahapan pemolesan menggunakan amplas dengan ukuran Amplas 120, Amplas 600, Amplas 1000, Amplas 2000, dan Amplas 5000 sedang untuk finishing proses menggunakan kain bludru. Selanjutnya substrat sebelum di *treatment* dengan teknik plasma *nitriding* dicuci dengan menggunakan alat *ultrasonic cleaner* dengan tahapan sebagai berikut : substrat icuci dengan diterjen selama 30 menit dan digetarkan dengan menggunakan *ultrasonic cleaner*, kemudian substrat dibilas dengan air bersih dan digetarkan kembali dengan menggunakan *ultrasonic cleaner*, selanjutnya tahap berikutnya dibilas kembali dengan cairan alkohol selama 15 menit.

Kegiatan yang harus dilakukan pada preparasi alat nitridasi plasma antara lain : Proses pembersihan tabung reaktor plasma *nitriding*, Proses penempatan substrat, Proses pevakuman sistem tabung reaktor plasma *nitriding*, Pengaturan parameter proses meliputi dimensi tabung reaktor plasma, laju aliran gas, tingkat kevakuman, sistem pemercepat tegangan tinggi, jarak antar elektroda, temperatur benda kerja dan waktu/lamanya proses.

2.2 Metode pembentukan lapisan tipis

Pembentukan lapisan tipis pada permukaan substrat yaitu dengan metode nitridasi plasma, secara garis besar dapat diuraikan pertama-tama memasukan substrat yang sudah dicuci menggunakan alkohol ke dalam tabung reaktor dan diletakkan di katoda kemudian tutup *head* reaktor. Setelah itu pasang kembali tegangan tinggi pada head reaktor, lalu katup pembocor di *close* dan katup buang dalam posisi *open*. Setelah reaktor plasma dalam keadaan tertutup rapat, maka saklar utama, saklar instrumen dan saklar vakum dihidupkan. Kemudian tabung reaktor di vakumkan menggunakan pompa rotary hingga mencapai tekanan $\pm 2,5 \times 10^{-1}$ mbar untuk membersihkan gas-gas yang tersisa di dalam tabung, lalu mengalirkan gas nitrogen kedalam tabung reaktor dan menghidupkan saklar catu daya. Selanjutnya mengatur tegangan hingga memenuhi nilai parameter yang diinginkan dengan variasi suhu yang dipakai 300°C, 350°C, 400°C, 450°C, 500°C dengan tekanan tetap 1,6 mbar dan melakukan waktu tetap 3 jam. Setelah menentukan waktu dan tekanan tetap maka melakukan variasi untuk suhu 300°C, 350°C, 400°C, 450°C, 500°C. Dengan demikian proses nitridasi plasma berlangsung selama tekanan dan waktu tetap, kemudian aliran gas ditutup dan tegangan diturunkan hingga 0 volt. Selanjutnya ditunggu hingga suhu turun sekitar 60 °C, sehingga katup pembocor bisa dibuka agar tabung reaktor mempunyai tekanan ruangan. Setelah itu substrat bisa diambil dan dipisahkan menurut parameternya. Langkah selanjutnya proses pengujian kekerasan *vickers* dan proses pengujian SEM/EDX, pengujian kekerasan dilakukan di Laboratorium Fisika Partikel PSTA-BATAN Yogyakarta. Untuk mengetahui perubahan kekerasan hasil dari proses nitridasi plasma dan untuk menentukan kekerasan yang optimum dari parameter-parameter proses nitridasi plasma. Hasil ini sebagai perbandingan antara kekerasan baja tipe AISI 4140 sebelum dan sesudah dinitridasi plasma. Pengukuran menggunakan kekerasan *vickers* dengan indentor. Beban yang digunakan 10 gf dengan waktu indentasi 5 detik. Setelah itu pengujian kekerasan dilakukan pada 10 titik yang berbeda pada permukaan substrat baja AISI 4140 sebelum dan sesudah dinitridasi menurut variasi parameter proses nitridasi. Proses selanjutnya substrat juga dianalisis menggunakan analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) yang dilengkapi dengan *Energy Dispersive X-Ray* (EDX)

untuk melihat struktur mikro dan produk-produk pembentuk lapisan tipis pada permukaan substrat serta unsur-unsur kimia yang terdapat dalam substrat.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pengujian untuk masing-masing sample meliputi uji kekerasan dan uji struktur mikro menggunakan *vickers microhardness* [21] dan SEM/EDX [22] setelah melalui proses pembentukan lapisan tipis dengan metode nitridasi plasma.

3.1 Pengujian Kekerasan Mikro Vickers

Proses pengujian kekerasan ini dilakukan pada bahan sebelum dan sesudah nitridasi untuk mengetahui perubahan kekerasan hasil nitridasi, perubahan kekerasan dilakukan dengan mengukur kekerasan untuk berbagai variasi suhu, dengan menggunakan tekanan (kevakuman) tetap dan waktu deposisi (nitridasi) tetap. Kekerasan permukaan material di uji dengan menggunakan metode dengan cara mikro *Vickers* [21]. Pada uji mikro *Vickers* menggunakan 5 titik sampel, beban indentasi sebesar 10 gf, jarak 150 μm dan waktu pembebanan 5 detik. Pengukuran ini dimulai dari sisi terluar dengan jarak 10 mm kemudian jarak antara titik 2 dengan titik-titik berikutnya masing-masing 0,15 mm. Hasil kekerasan untuk semua uji kekerasan dapat dilihat pada Tabel 4.1. Untuk nilai kekerasan sebelum dinitridasi plasma rata-rata adalah 97,08 HVN. Nilai kekerasan setelah dinitridasi dengan variasi suhu 300°C, 350°C, 375°C, 450°C dan 500°C pada tekanan 1,6 mbar serta waktu 3 jam angka kekerasannya mengalami peningkatan yang bervariasi. Pengujian kekerasan dilakukan menggunakan alat uji kekerasan Micro Hardness Tester MMT-X7 Matsuzawa dilaboratorium Pustek Akselator dan Proses Bahan PT. APB BATAN Yogyakarta.

Tabel 4.1. Hasil uji kekerasan permukaan sebelum nitridasi

No sampel uji	D1	D2	Kekerasan VHN
1	14.79	14.8	84.7
2	13.16	13.83	101.9
3	15.31	15.31	79.1
4	12.96	12.96	110.4
5	12.55	13.5	109.3
Rata-rata			97.08

Tabel 4.2. Hasil uji kekerasan permukaan setelah nitridasi dengan suhu 300 °C, tekanan 1,6 mbar dan waktu 3 jam

No sampel uji	D1	D2	Kekerasan VHN
1	12.51	12.51	118.4
2	10.5	10.5	168.1
3	12.76	12.7	114.4
4	12.84	12.84	112.4
5	11.99	12	128.8
Rata-rata			128.42

Tabel 4.3. Hasil uji kekerasan permukaan setelah nitridasi dengan suhu 350 °C, tekanan 1,6 mbar dan waktu 3 jam

No sampel uji	D1	D2	Kekerasan VHN
1	11.98	11.98	129.2
2	10.05	10.05	183,5
3	9.35	9.38	210.7
4	9.88	9.89	189.7
5	10.15	10.16	179.8
Rata-rata			177.35

Tabel 4.4. Hasil uji kekerasan permukaan setelah nitridasi dengan suhu 400 °C, tekanan 1,6 mbar dan waktu 3 jam

No sampel uji	D1	D2	Kekerasan VHN
1	10.32	10.33	173.9
2	10.41	10.42	170.9
3	10.94	10.3	164.4
4	10.49	10.5	168.3
5	10.97	10.98	153.9
Rata – rata			166.28

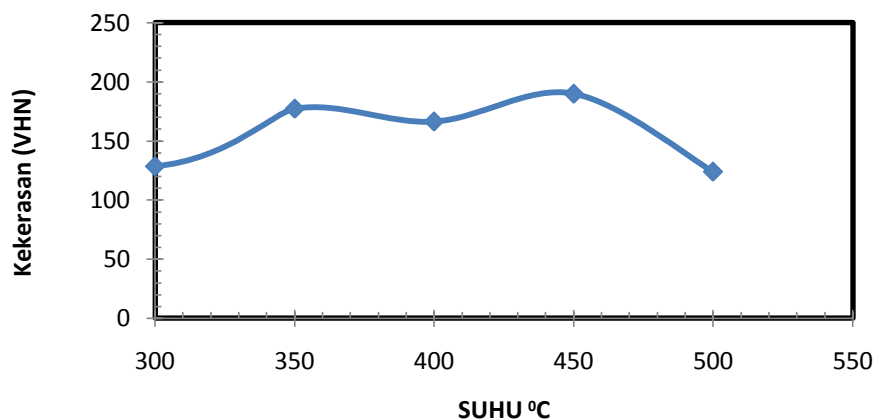
Tabel 4.5. Hasil uji kekerasan permukaan setelah nitridasi dengan suhu 450 °C, tekanan 1,6 mbar dan waktu 3 jam

No sampel uji	D1	D2	Kekerasan VHN
1	9.83	9.83	191.9
2	9.95	9.95	187.3
3	9.94	9.94	190.3
4	9.97	9.98	187.3
5	9.75	9.75	195
Rata – rata			189.975

Tabel 4.6. Hasil uji kekerasan permukaan setelah nitridasi dengan suhu 500 °C, tekanan 1,6 mbar dan waktu 3 jam

No sampel uji	D1	D2	Kekerasan VHN
1	11.75	11.76	134.2
2	12.08	12.08	126.9
3	12.43	12.43	120.2
4	12.69	12.7	115
5	12.2	12.2	124.5
Rata – rata			124.16

Berdasarkan data Tabel 4.1-4.6, untuk memudahkan pembacaan trend nilai kekerasannya maka dibuat grafik hubungan antara nilai kekerasan pada substrat baja tipe AISI 4140 terhadap perubahan suhu dan disajikan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7. Hubungan nilai kekerasan terhadap perubahan suhu

Pada Gambar 4.7 dapat dilihat bahwa pada temperatur 350°C tekanan 1.6 mbar waktu 3 jam kekerasan meningkat dari 128,42 VHN menjadi 177,5 VHN tetapi pada suhu 400 °C kekerasannya cenderung menurun, kemudian terjadi peningkatan kekerasan lagi pada temperatur 450°C dari 166,28 VHN menjadi 189.975 VHN. Kekerasan material meningkat pada temperatur 350 °C dan menurun lagi pada suhu 400 °C, tetapi kemudian naik lagi pada suhu 450 °C dan menurun lagi pada suhu 500 °C. Dari kondisi kekerasan pada masing-masing temperatur dapat dilihat bahwa hasil kekerasan terbesar diperoleh dari suhu 450°C, hal ini mungkin disebabkan karena pada temperatur rendah jumlah ion nitrogen yang masuk kepermukaan lebih sedikit dari pada temperatur tinggi [23] dan [24]. Menurut Ebradini dkk., dan Mirjani dkk., semakin tinggi temperatur makin banyak atom nitrogen dan makin tinggi rapat plasma sehingga makin banyak ion nitrogen yang terbentuk dan terdeposisi pada permukaan, dengan semakin banyak ion nitrogen yang terdeposisi pada permukaan maka semakin banyak atom nitrogen yang berdifusi dan membentuk lapisan nitrida besi (FeN) yang memiliki sifat keras [5] & [25].

Peningkatan kekerasan pada penelitian ini tidak terlalu signifikan hal ini kemungkinan besar disebabkan pada pemilihan suhu yang terlalu rendah [26]. Hal ini sesuai dengan pendapat Suprpto dkk. yang menyatakan pada suhu rendah yang dominan hanyalah terbentuknya pasangan kekosongan dan sisipan atom-atom Fe dan ion-ion nitrogen akibat tumbukan dengan ion-ion nitrogen [18]. Dari tabel 4.2-4.6 maupun Gambar 4.3 terlihat bahwa pada suhu 400 °C terlihat menurun, hal ini karena tumbukan dari ion-ion nitrogen yang terjadi pada suhu

rendah tercipta kekosongan dan sisipan sehingga terbentuk pasangan pada atom Fe dan ion nitrogen [27].

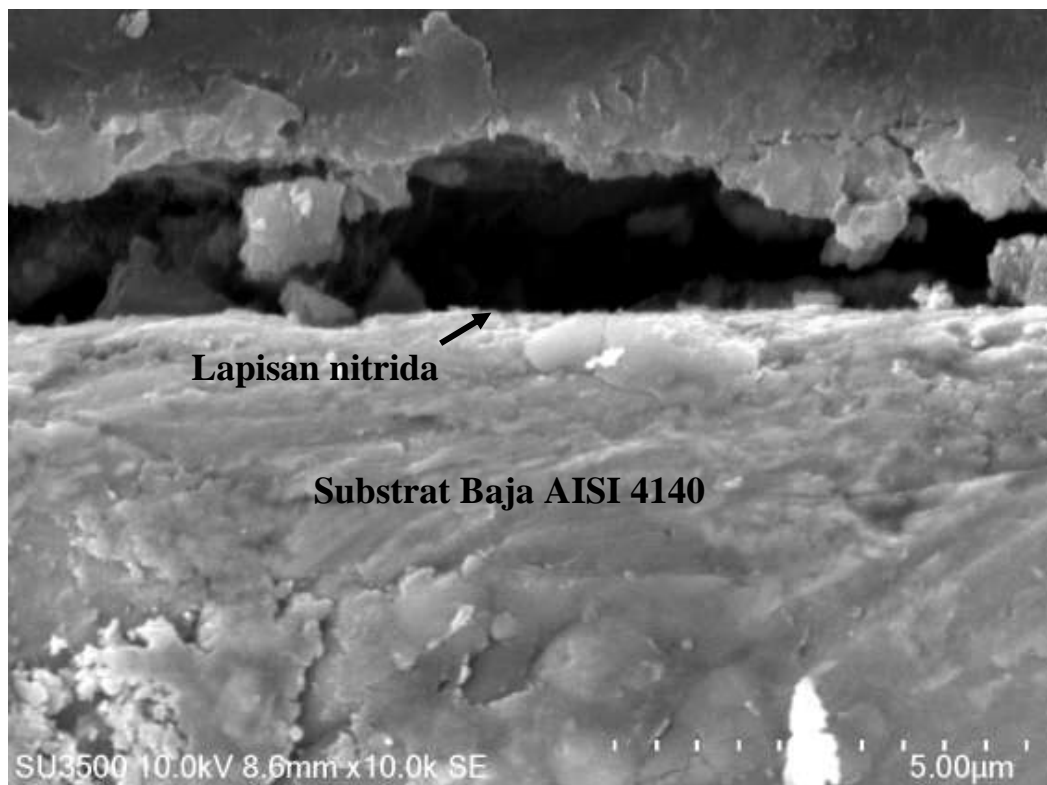
Kemudian kenaikan kekerasan terlihat tajam pada suhu 450 °C. Hal ini disebabkan pada suhu tersebut tidak hanya tercipta pasangan kekosongan dan sisipan tetapi juga terbentuk fasa kedua dari sistem Fe-N [28]. Ini tentunya akan memberi kontribusi yang cukup besar terhadap sifat permukaan bahan, di atas suhu 450 °C ternyata justru kekerasannya menurun, hal ini karena material tersebut sudah jenuh sehingga dengan kenaikan suhu yang lebih lanjut justru tidak ada artinya tapi justru akan menurunkan kekerasannya.

3.2 Uji struktur mikro

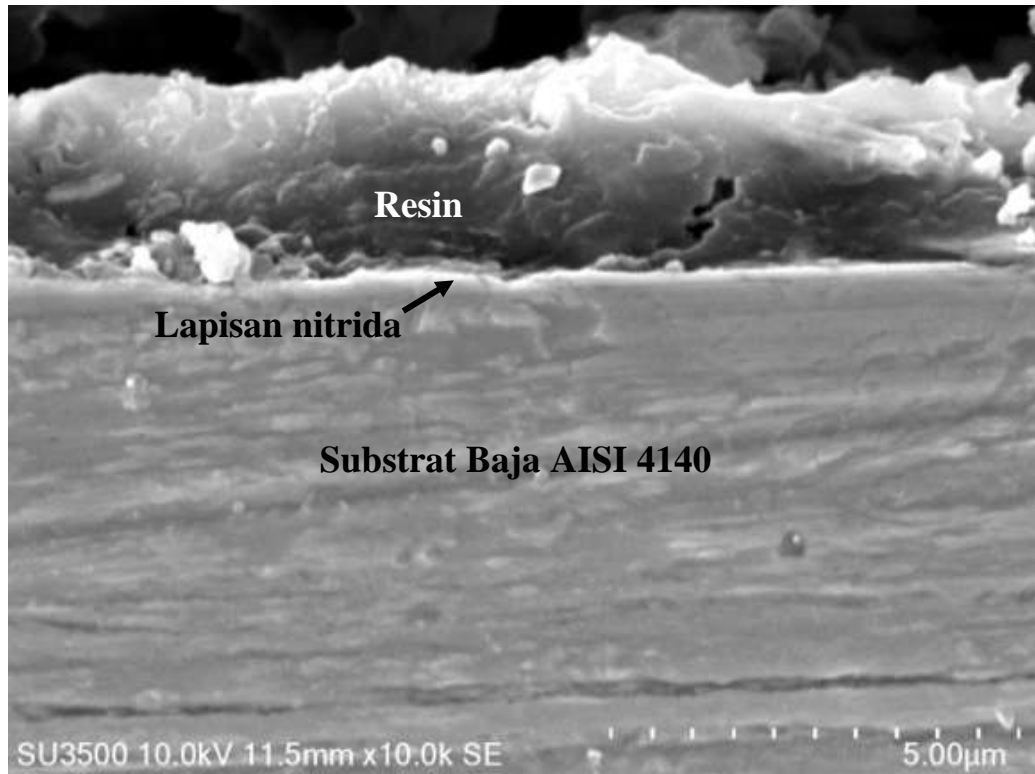
Untuk mengetahui mekanisme perubahan nilai kekerasan yang terjadi pada baja AISI 4140 setelah mengalami proses nitridasi seperti pada Tabel 4.2-4.6 maka dilakukan pengujian struktur mikro menggunakan uji SEM/EDX [22]. Pengujian struktur mikro ini bertujuan terutama untuk mengetahui kedalaman difusi nitrogen yang dideposisikan dan perubahan struktur akibat terbentuknya nitrida hasil reaksi nitrogen dengan logam induk (substrat baja). Struktur mikro setelah dinitridasi diamati pada penampang melintangnya. Untuk pengamatan struktur mikro penampang melintangnya dilakukan 2 pengamatan, yaitu pada suhu terendah dan suhu tertinggi. Pengamatan pertama untuk mengamati penampang melintang bahan setelah dinitridasi pada temperatur 300 °C dan pengamatan yang kedua untuk mengamati penampang melintang bahan setelah dinitridasi pada temperatur 500 °C. Hasil pengujian mikrograf SEM dari tampang-lintang substrat baja tipe AISI 4140 setelah dinitridasi ion pada suhu 300 °C dan 500 °C, tekanan gas nitrogen dan waktu nitridasi masing-masing pada 1,6 mbar dan 3 jam ditampilkan pada Gambar 4.8.

Berdasarkan hasil gambar SEM untuk sampel baja AISI 4140 yang telah mengalami proses nitridasi pada suhu 300 °C dan 500 °C, maka dapat dilihat bahwa lapisan tipis terbentuk pada substrat baja tipe AISI 4140. Pada lapisan dengan suhu nitridasi 300 °C lapisan tidak terlihat dengan jelas, sedangkan pada produk nitridasi dengan suhu 500 °C lapisan nitrida dapat terlihat dengan jelas. Mekanisme pembentukan lapisan tipis ini terjadi karena atom-atom besi yang terpercik keluar dari permukaan substrat akibat tumbukan ion-ion nitrogen bereaksi dengan nitrogen dalam fase gas untuk membentuk Fe-N yang tidak

stabil, selanjutnya terkondensasi pada permukaan substrat, melepaskan nitrogen dan membentuk nitrida besi yang lebih stabil seperti struktur fase ϵ -Fe₂₋₃N dan γ' -Fe₄N. pada penelitian Wu dkk (2016), Dalam proses nitridasi ion tersebut terbentuk dua jenis lapisan nitrida, yaitu lapisan senyawa (compound layer) yang berwarna putih yang mempunyai struktur fase γ' -Fe₄N atau fase ϵ -Fe₂₋₃N, dan daerah difusi (diffusion zone) di bawah lapisan senyawa [28], seperti ditunjukkan pada Gambar 4.8. Lapisan senyawa tersebut mempunyai sifat sangat keras sehingga tahan terhadap keausan.



(a)

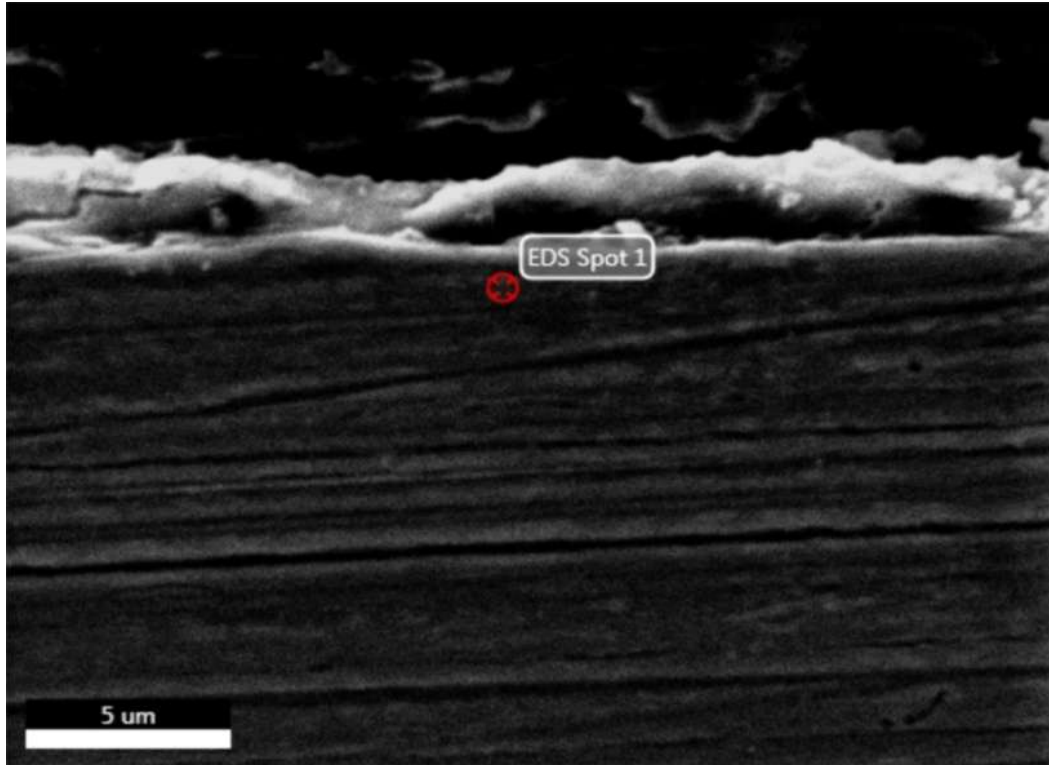


(b)

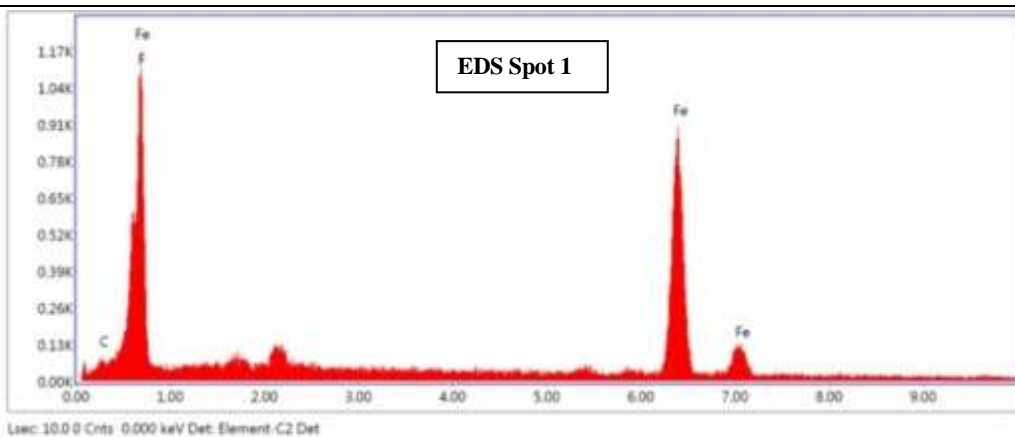
Gambar 4.8. Mikrograf SEM dari tampang-lintang cuplikan baja AISI 4140 setelah dinitridasi plasma pada tekanan gas nitrogen 1,6 mbar dan waktu nitridasi 3 jam, dengan variasi suhu: (a) 300 °C dan (b) 500 °C

Untuk mengetahui kandungan unsur nitrogen pada permukaan baja setelah proses nitridasi plasma maka pada penelitian ini juga dilakukan pengamatan komposisi unsur menggunakan teknik SEM-EDX. Pada Gambar 4.9 ditampilkan mikrograf SEM-EDX substrat baja tipe AISI 4140 hasil nitridasi plasma untuk variasi suhu nitridasi 300, 400 dan 500 °C pada tekanan gas nitrogen dan waktu nitridasi masing-masing adalah 1,6 mbar dan 3 jam. Berdasarkan Gambar 4.9 tersebut dapat diketahui bahwa besarnya kandungan nitrogen yang seharusnya dapat terdepositkan pada permukaan substrat baja tipe AISI 4140 ternyata tidak dapat diidentifikasi. Hal ini dapat disebabkan oleh pengambilan titik uji yang kurang tepat pada partikel keramik nitrid [10]. Pada Gambar 4.9 (a) uji EDX diambil pada bagian substrat sehingga menghasilkan unsur besi Fe dengan campuran logam F dan karbon. Pada Gambar 4.9 (b) lokasi uji EDX diarahkan pada bagian resin. Dari hasil komposisi unturnya dapat dilihat bahwa lapisan terdiri dari campuran Mg, Si dan Ca. Adapun kandungan unsur lain yang lebih banyak yaitu karbon dan

oksigen. Pada Gambar 4.9 (c) uji EDX diambil pada bagian substrat agak ke dalam dari jarak permukaan. Hasil komposisi kimia menunjukkan bahwa unsur terkandung adalah unsur besi Fe dengan campuran logam F dan karbon.



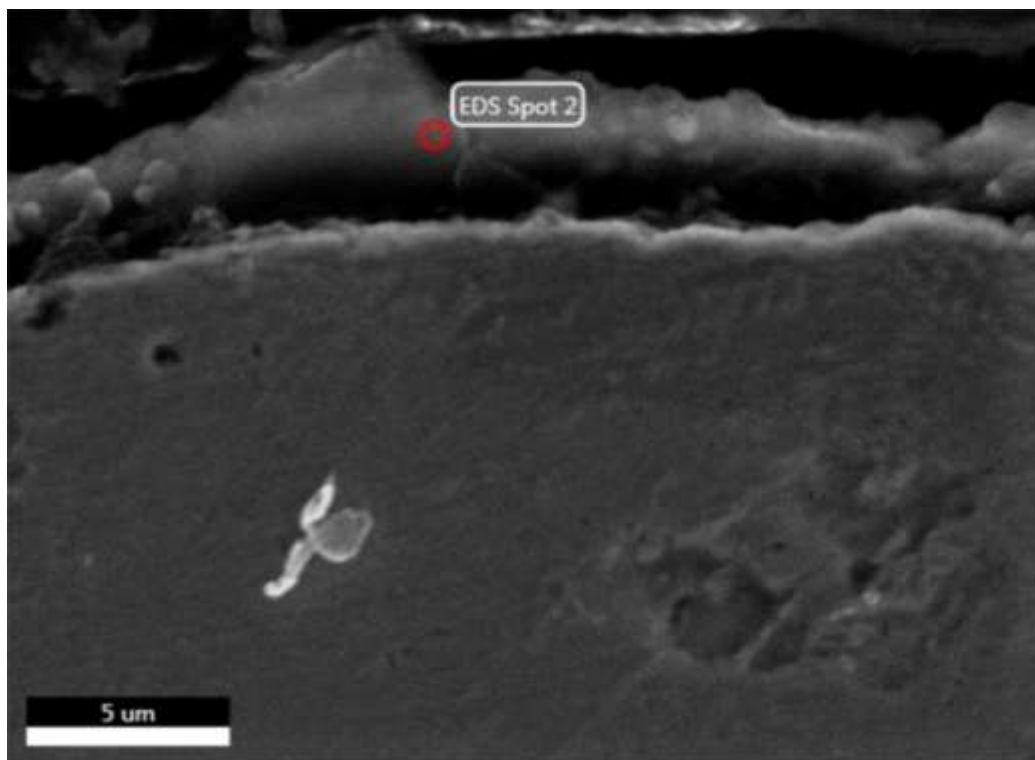
kV : 15 Mag : 5005 Take off : 39,7 Live Time(s) : 10 Amp Time (μs): 1,92 Resolution (eV) : 131



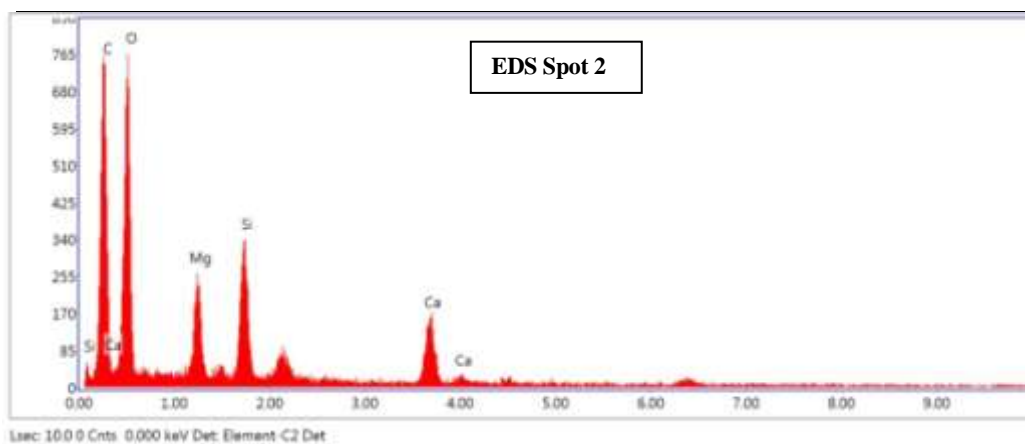
eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	R	A	F
C K	5.43	20.85	101.05	3.06	0.0188	1.3283	0.8477	0.2603	1.0000
F K	0.67	1.64	53.98	0.90	0.0056	1.1817	0.8838	0.7006	1.0000
FeK	93.89	77.51	1207.42	3.59	0.9401	0.9763	1.0065	1.0010	1.0245

(a)



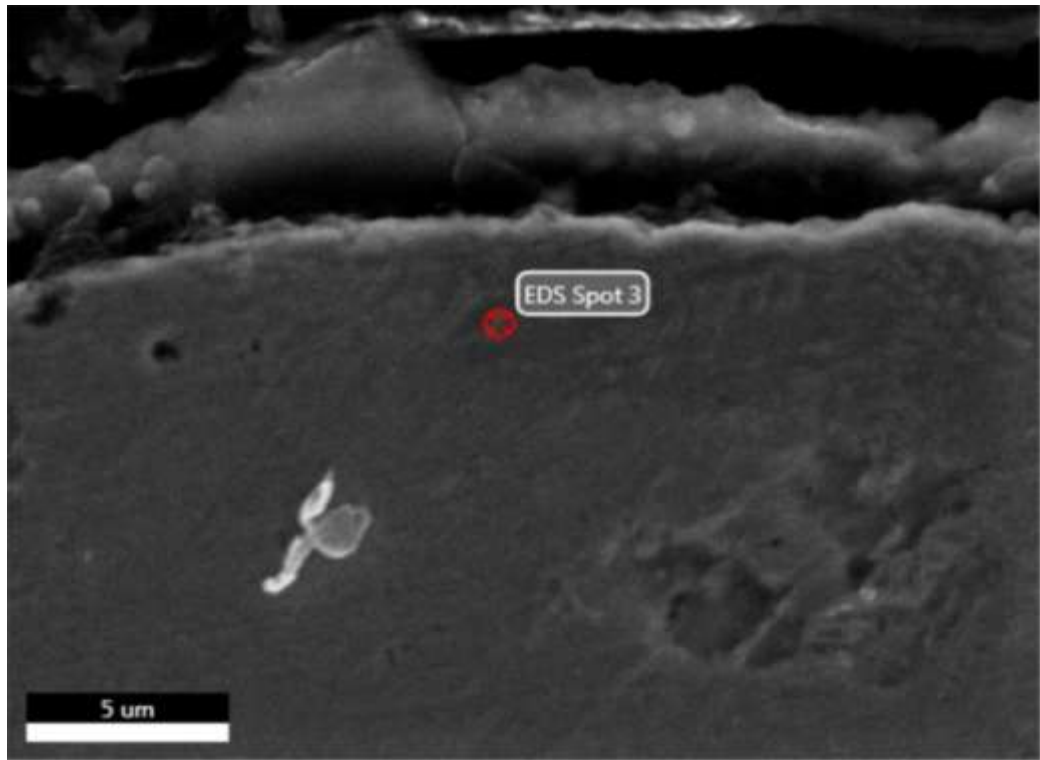
kV : 15 Mag : 5009 Take off : 34,9 Live Time(s) : 10 Amp Time (μs): 1,92 Resolution (eV) : 131



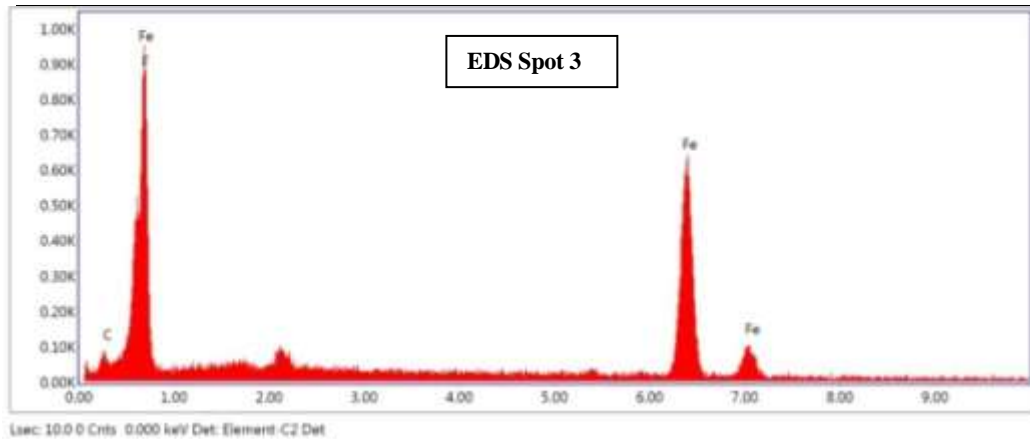
eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	R	A	F
C K	38.42	49.39	534.42	8.76	0.1618	1.0518	0.9755	0.4003	1.0000
O K	42.72	41.23	544.80	0.37	0.1074	1.0008	0.9951	0.2512	1.0000
MgK	4.23	2.69	143.83	9.38	0.0261	0.9171	1.0247	0.6694	1.0051
SiK	6.36	3.50	242.23	6.30	0.0494	0.8998	1.0363	0.8566	1.0076
CaK	8.27	3.19	150.39	8.72	0.0717	0.8427	1.0616	1.0056	1.0222

(b)



kV : 15 Mag : 5009 Take off : 34,9 Live Time(s) : 10 Amp Time (μs) : 1,92 Resolution (eV) : 131



eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	R	A	F
C K	7.59	27.39	98.20	13.14	0.0252	1.3181	0.8514	0.2518	1.0000
FK	0.61	1.38	33.36	28.10	0.0047	1.1725	0.8874	0.6631	1.0000
FeK	91.80	71.22	878.37	3.89	0.9119	0.9679	1.0088	1.0015	1.0247

(c)

Gambar 4.9. Mikrograf SEM-EDX cuplikan baja tahan karat AISI 4140 hasil nitridasi plasma untuk variasi suhu nitridasi, pada tekanan gas nitrogen 1,6 mbar dan waktu nitridasi 3 jam, (a) suhu 350 °C, (b) suhu 400 °C dan (c) suhu 450 °C.

4 PENUTUP

4.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan tentang pengaruh perubahan suhu nitridasi plasma lucutan pijar DC terhadap kekerasan baja AISI 4140 maka dapat disimpulkan bahwa :

1. Nitridasi plasma pada permukaan baja tipe AISI 4140 dengan variasi suhu 300°C, 350°C, 400°C, 450°C, 500°C pada tekanan 1,6 mbar dan waktu 3 jam terbukti dapat menghasilkan kekerasan yg meningkat dibandingkan dengan sebelum nitridasi, meningkatnya kekerasan permukaan bahan sebesar 51,5% dari kekerasan material dasar sebesar 97,8 VHN menjadi 189.975VHN. Tetapi kondisi kekerasan ini diperoleh pada suhu 450 °C.
2. Pengujian terhadap struktur mikro menghasilkan bahwa lapisan tipis terlihat di bagian luar permukaan. Namun demikian unsur nitrogen tidak dapat diidentifikasi dengan jelas karena sangat sedikit.

4.2 Saran

1. Perlu diadakan penelitian lebih lanjut dengan media korosif guna mengetahui ketahanan terhadap laju korosi bahan.
2. Perlu diadakan penelitian lebih lanjut dengan menambah pengujian ketahanan aus guna mengetahui ketahanan terhadap keausan bahan.
3. Perlu diadakan penelitian lebih lanjut menggunakan baja tahan karat tipe *austenite* jenis lain, sehingga dapat diketahui kontribusi kekerasan masing-masing material.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] D. Pye, *Practical NITRIDING and Ferritic Nitrocarburizing*. Library of Congress Cataloging-in-Publication Data, 2003.
- [2] A. Sharma and K. C. Swami, "Journal of Materials Science & Surface Engineering A Study of Plasma Nitriding Process on the AISI 4140 Steel," vol. 1, no. 3, pp. 81–83, 2014.
- [3] M. S. Shah, M. Saleem, R. Ahmad, M. Zakauallah, A. Qayyum, and G. Murtaza, "Langmuir probe characterization of nitrogen plasma for surface nitriding of AISI-4140 steel," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 199, no. 1, pp. 363–368, 2008.
- [4] Z. Xu, Frank F, and Xiong, *Plasma Surface Metallurgy*. 2017.
- [5] M. Ebrahimi, M. H. Sohi, A. H. Raouf, and F. Mahboubi, "Effect of plasma nitriding temperature on the corrosion behavior of AISI 4140 steel before and after oxidation," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 205, no. SUPPL. 2, pp. S261–S266, 2010.
- [6] W. Liu, M. J. Bevan, C. S. Olsen, and J. Swenberg, "NH₃ Containing Plasma Nitridation Of A Layer On a Substrate," US 9,054,048 B2, 2015.
- [7] S. Lu, X. Zhao, S. Wang, J. Li, W. Wei, and J. Hu, "Performance enhancement by plasma nitriding at low gas pressure for 304 austenitic stainless steel," *Vacuum*, vol. 145, no. Supplement C, pp. 334–339, 2017.
- [8] X. Zhang *et al.*, "Effect of the filament discharge current on the microstructure and performance of plasma-enhanced magnetron sputtered TiN coatings," *J. Alloys Compd.*, vol. 725, pp. 877–883, 2017.
- [9] S. Wang, W. Cai, J. Li, W. Wei, and J. Hu, "A novel rapid D.C. plasma nitriding at low gas pressure for 304 austenitic stainless steel," *Mater. Lett.*, vol. 105, pp. 47–49, 2013.
- [10] A. P. A. Manfridini, C. Godoy, J. C. Avelar-Batista Wilson, and M. V. Auad, "Surface hardening of IF steel by plasma nitriding: Effect of a shot peening pre-treatment," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 260, pp. 168–178, 2014.

- [11] H. Liu, J. C. Li, F. Sun, and J. Hu, "Characterization and effect of pre-oxidation on D.C. plasma nitriding for AISI 4140 steel," *Vacuum*, vol. 109, pp. 170–174, 2014.
- [12] N. E. D. Frank, "Mechanical Behavior of Materials," in *International Edition, Fourth Edi.*, Marcia J. Horton, Ed. International Edition: Angshuman Chakraborty, 2013.
- [13] H. Kovacı, A. F. Yetim, Ö. Baran, and A. Çelik, "Fatigue crack growth analysis of plasma nitrided AISI 4140 low-alloy steel: Part 1-constant amplitude loading," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 672, pp. 257–264, 2016.
- [14] H. Kovacı, A. F. Yetim, Ö. Baran, and A. Çelik, "Fatigue crack growth analysis of plasma nitrided AISI 4140 low-alloy steel: Part 1-constant amplitude loading," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 672, pp. 257–264, 2016.
- [15] Y. Li, L. Wang, D. Zhang, and L. Shen, "Improvement of corrosion resistance of nitrided low alloy steel by plasma post-oxidation," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 256, no. 13, pp. 4149–4152, 2010.
- [16] Y. Li, L. Wang, D. Zhang, and L. Shen, "The effect of surface nano crystallization on plasma nitriding behaviour of AISI 4140 steel," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 257, no. 3, pp. 979–984, 2010.
- [17] R. F. Santos, E. R. Silva, W. F. Sales, and A. A. Raslan, "Analysis of the surface integrity when nitriding AISI 4140 steel by the sink electrical discharge machining (EDM) process," *Procedia CIRP*, vol. 45, pp. 303–306, 2016.
- [18] Suprpto, Sudjatmoko, and T. Sujitno, "Pengaruh nitridasi plasma terhadap kekerasan aisi 304 dan baja karbon rendah," *J. Iptek Nukl. Ganendra Vol. 13 No. 2 Juli 2010 93-100*, vol. 13, no. 2, pp. 93–100, 2010.
- [19] C. Nova, V. Malau, T. Sujitno, J. Grafika, N. Yogyakarta, and T. Fax, "Pengaruh Tekanan dan Lama Plasma Nitriding Terhadap Kekerasan dan Laju Korosi Baja Tahan Karat AISI 410," *Simp. Nas. RAPI XI FT UMS – 2012*, pp. 85–92, 2012.
- [20] H. Alfia, M. Emy, and S. Tjipto, "Simulasi Kurva Paschen Pada Plasma

Enhance Chemically Vapour Deposition (CVD) Untuk Aplikasi Deposisi Diamond-Like Carbon (DLC) Coating,” *Pros. Pertem. dan Present. Ilm. Teknol. Akselerator dan Apl.*, vol. 15, no. Cvd, 2013.

- [21] E. Broitman, “Indentation Hardness Measurements at Macro-, Micro-, and Nanoscale: A Critical Overview,” *Tribol. Lett.*, vol. 65, no. 1, 2017.
- [22] J. Goldstein *et al.*, *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, Third edit., vol. 53, no. 9. 2013.
- [23] C. Chahine, *Copolymerisation plasma: etude des mecanismes de croissance et de la structuration des couches minces copolymeres*, no. Imm. Institut des Molécules et Matériaux du Mans (IMMM), UMR 6283, 2013.
- [24] I. Braceras *et al.*, “Plasma nitriding of the inner surface of stainless steel tubes,” *Surf. Coatings Technol.*, p. #pagerange#, 2018.
- [25] M. Mirjani, J. Mazrooei, N. Karimzadeh, and F. Ashra, “Surface & Coatings Technology Investigation of the effects of time and temperature of oxidation on corrosion behavior of plasma nitrided AISI 4140 steel,” *Surf. Coat. Technol.*, vol. 206, pp. 4389–4393, 2012.
- [26] M. Fattah and F. Mahboubi, “Comparison of ferritic and austenitic plasma nitriding and nitrocarburizing behavior of AISI 4140 low alloy steel,” *Mater. Des.*, vol. 31, no. 8, pp. 3915–3921, 2010.
- [27] E. Sili and J. Pascal Cambronne, “A New Empirical Expression of the Breakdown Voltage for Combined Variations of the Temperature and Pressure,” *World Acad. Sci. Eng. Technol.*, vol. 6, no. 4, pp. 1–6, 2012.
- [28] J. Wu, H. Liu, J. Li, X. Yang, and J. Hu, “Comparative study of plasma oxynitriding and plasma nitriding for AISI 4140 steel,” *J. Alloys Compd.*, vol. 680, pp. 642–645, 2016.