BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah baja karbon rendah, yaitu campuran besi dan karbon dengan komposisi C kurang dari 0,3%.

Adapun peralatan yang digunakan secara garis besarnya adalah sebagai berikut:

- pompa vakum
- pengukur suhu
- pengukur tekanan
- pengukur laju aliran gas
- tabung lucutan
- reaktor RF
- variac

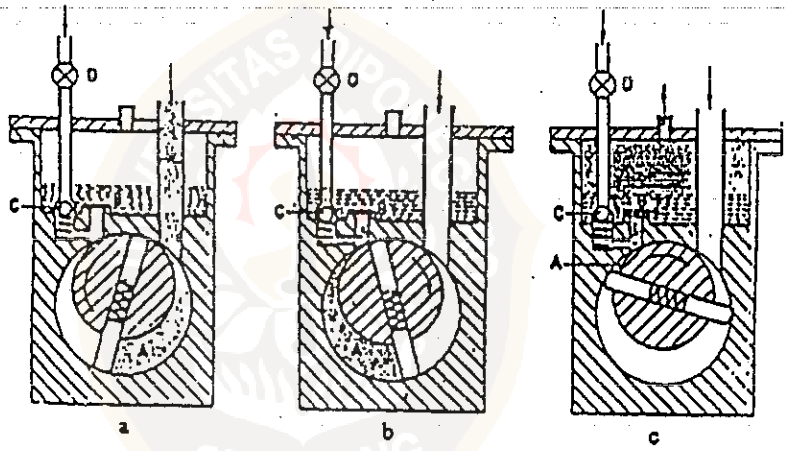
3.2. Diskripsi Alat

1. Pompa Vakum

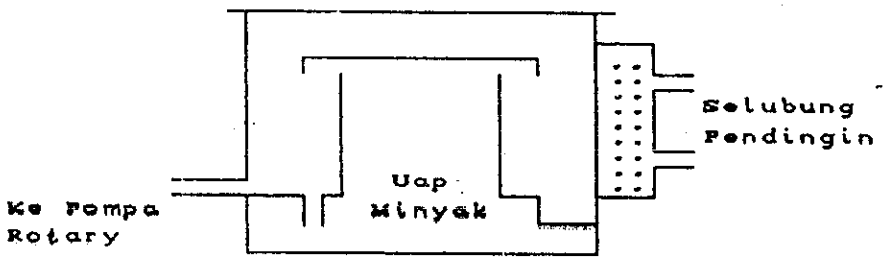
Pompa vakum digunakan untuk memvakumkan tabung reaktor plasma dari gas-gas pengotor sekaligus sebagai penyedia lingkungan hampa untuk proses deposisi plasma. Untuk sistem plasma lucutan pijar ini, ruangan dihampakan dan dijaga tekanannya oleh dua unit pompa yaitu pompa rotari dan pompa difusi. Tingkat kehampaan pompa rotari sekitar 10^{-2} hingga 10^{-3} Torr. Sedangkan untuk pompa difusi dapat mencapai 10^{-6} hingga 10^{-7} Torr.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

Prinsip kerja pompa rotari adalah sebagai berikut. Mula-mula udara dihisap dari ruang yang akan dihampakan oleh tutup sorong. Pegas dari rotor menekan katup sorong ke dinding bejana (stator), sehingga merupakan penyekat antara ruang hampa dan udara yang akan dibuang. Udara yang dihisap akan dikeluarkan melalui saluran keluar yang sempit. Karena tekanan udara yang akan dibuang semakin besar, maka katup saluran pembuang akan terbuka sehingga udara bisa keluar.



Gambar 3.1. Prinsip kerja pompa vakum (Roll, 1977)
a. penghisapan udara (gas)
b. pemampatan udara
c. pengeluaran udara



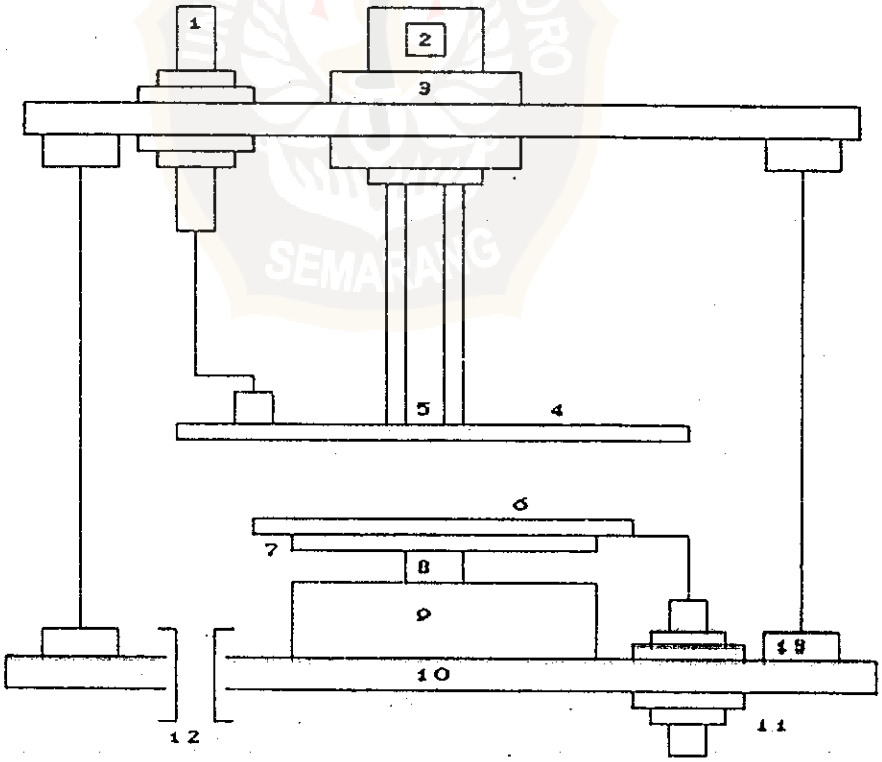
Gambar 3.2. Dasar pompa difusi bertingkat satu (Roll, 1977)

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

2. Tabung Lucutan (reaktor)

Tabung lucutan adalah tempat berlangsungnya proses ionisasi gas, pembentukan plasma dan deposisi plasma pada substrat. Tabung ini terbuat dari gelas dilengkapi dengan *vacuum feed through* yang berfungsi sebagai penghubung beberapa alat ukur yang berada di luar tabung dengan komponen yang ada di dalam tabung seperti terlihat pada gambar (3.3).

Didalam bejana ini terdapat dua buah elektroda yang dipasang paralel. Elektroda atas ditanahkan, sedangkan elektroda bawah merupakan tempat substrat dan dihubungkan dengan sumber RF.



Gambar 3.3. Tabung reaktor plasma lucutan pijar RF (Sujatmoko dkk, 1995)

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

Keterangan :

1. Saluran RF
2. Rotary shaft vacuum seal
3. Blok isolator teflon
4. Elektroda atas
5. Mulut pipa gas
6. Elektroda bawah
7. Pemanas
8. Klem kuningan
9. Tangki elektroda
10. Plat dasar
11. Saluran RF
12. Ke pompa rotari
13. O - ring

3. Sistem Detoksifikasi

Sistem detoksifikasi adalah sistem yang berfungsi menghancurkan gas-gas yang tidak bereaksi pada proses *plasma glow discharge* serta menetralisir sifat tosifitasnya sebelum dibuang ke udara. Sistem ini berupa sebuah tangki yang berisi larutan $KMnO_4$ yang akan bereaksi dengan gas-gas sisa. Selanjutnya hasil reaksi ini dibuang melalui lubang keluaran gas dengan sebuah pompa pembuang gas *(exhaust pump)* yang dihubungkan ke sistem detoksifikasi.

4. Osilator Radio Frekuensi

Osilator RF berfungsi untuk menyuplai daya yang memberikan getaran listrik pada daerah frekuensi radio terhadap partikel-partikel gas nitrogen untuk memicu proses ionisasi dan pembentukan plasma dalam tabung reaktor. Osilator RF dirangkai dengan rangkaian L, C dan komponen lain termasuk transformator untuk menyesuaikan tegangan dari variac. Komponen utama RF adalah sebuah tabung trioda jenis QB 3/300 yang mempunyai daya keluaran 375 Watt pada teganga

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

anoda 3 kV dan arus anoda 176 mA.

5. Alat Pengukur Tekanan

Banyaknya gas yang masuk ke dalamtabung lucutan dapat diatur dengan memutar kran aliran gas yang menuju tabung lucutan. Banyaknya gas yang masuk berkaitan dengan besar tekanan yang terdapat dalam tabung lucutan, dan nilainya dapat dilihat langsung pada alat pengukur tekanan yang dihubungkan dengan pompa vakum. Pengukur kevakuman yang digunakan dalam penelitian ini adalah thermistor/iozation gauge CG-8 buatan Dynavac PTY LTD Australia.

6. Alat Pengukur Suhu Substrat

Suhu substrat yang diletakkan pada katoda dapat diamati nilainya dengan menggunakan alat pengukur suhu. Pengukur suhu yang digunakan adalah digital thermometer 2168 multitype buatan John Fluke MFG. Co. USA.

Untuk menentukan suhu substrat digunakan variac yang besarnya tegangan disesuaikan dengan keluaran suhu yang diinginkan. Kelemahan dari sistem ini adalah suhu keluaran tidak stabil karena tidak dilengkapi dengan skalar otomatis yang dapat mati/hidup pada suhu yang diinginkan. Sehingga penentuan suhu substrat tidak tepat persis dengan yang diinginkan, tetapi dengan toleransi yang dapat diterima (kurang dari 1%)

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

7. Pengukur Aliran Gas

Pengukur aliran gas digunakan untuk mengukur laju gas nitrogen yang masuk ke dalam tabung reaktor, menggunakan flowmeter model 7449 T buatan Matheson USA.

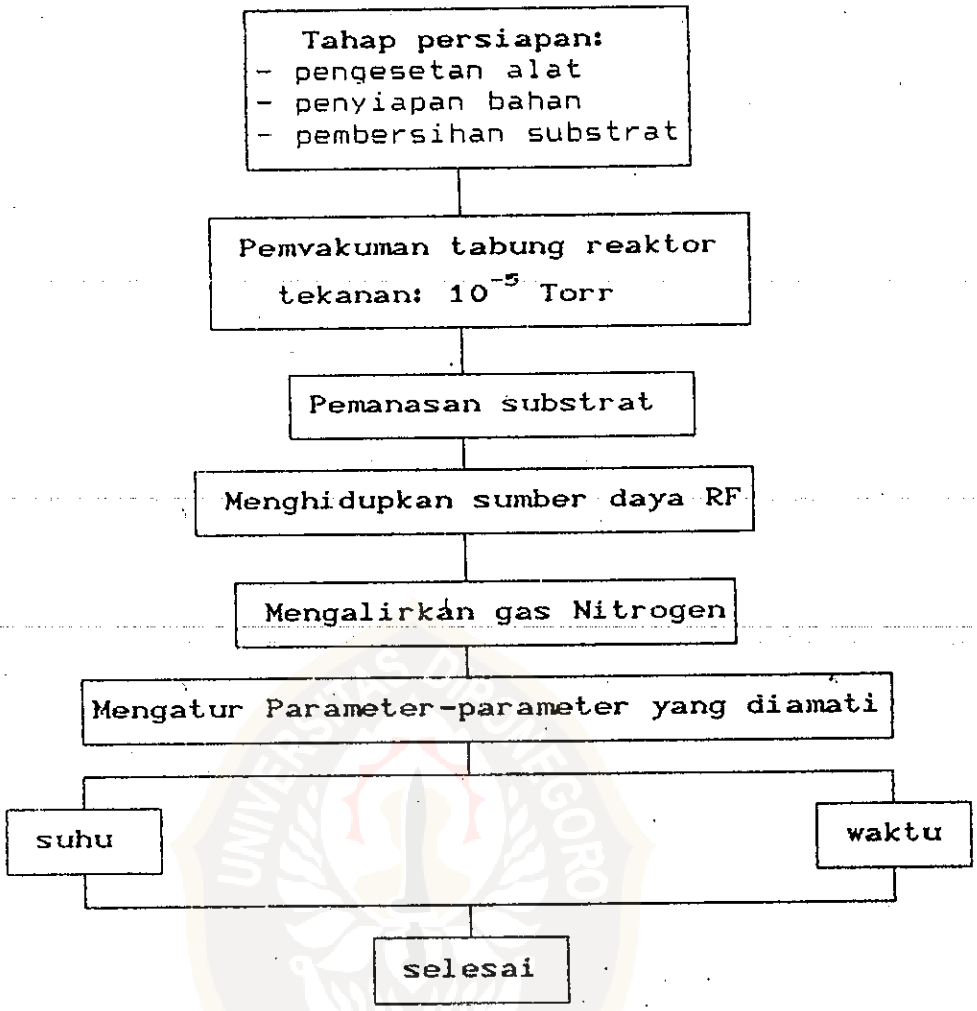
8. Variac

Variac dipergunakan untuk mengambil tegangan listrik dari jaringan PLN dan mensuplaikannya ke dalam osilator RF maupun elemen pemanas pada katoda. Tegangan keluaran variac dapat diatur sesuai dengan yang diinginkan. Untuk osilator RF dipasang pada tegangan 220 Volt. Sedangkan untuk pemanas tegangan disesuaikan dengan suhu keluaran yang diinginkan.

3.3. Cara Kerja

Untuk memperoleh lapisan tipis nitrida pada permukaan cuplikan baja karbon, maka dilakukan tata urutan kerja sebagai berikut:

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)



Gambar 3.4. Bagan alur pembuatan lapisan nitrida pada baja karbon rendah

3.3.1. Persiapan

Sebelum dinitridasi, bahan harus dibersihkan terlebih dahulu. Pertama-tama cuplikan baja karbon rendah dipoles permukaannya dengan menggunakan kertas abrasif secara bertahap. Tahap awal menggunakan kertas abrasif dengan nomor kecil, kemudian meningkat ke nomor yang paling besar (paling halus). Terakhir, pemolesan dilakukan dengan kain. Setelah

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

tahapan-tahapan tersebut dilakukan, diperoleh cuplikan yang permukaannya cukup halus. Selanjutnya cuplikan dicuci dengan alkohol untuk menghilangkan sisa-sisa lemak yang masih menempel. Cuplikan (substrat) siap dinitridasi.

3.3.2. Pembuatan Lapisan Tipis

1. Pemvakuman Tabung Reaktor

Sesudah dibersihkan cuplikan/substrat selanjutnya dimasukkan ke dalam tabung reaktor dan diletakkan pada katoda. Setelah itu tabung reaktor divakumkan dengan menggunakan pompa rotari hingga mencapai tekanan 10^{-5} Torr untuk membersihkan gas-gas yang berada di dalam tabung serta untuk menyediakan lingkungan hampa bagi proses deposisi. Untuk mempercepat pemvakuman dapat dikopel ,dengan pompa difusi.

2. Pemanasan Substrat

Pemanasan substrat dapat dilakukan bersamaan dengan proses pemvakuman. Tingkat pemanasan dapat diatur dengan variac, hingga tercapai suhu yang dikehendaki. Untuk mengetahui suhu yang telah dicapai, digunakan termokopel yang dihubungkan ke termometer digit.

3. Menghidupkan Sumber Daya RF

Sumber daya RF dihidupkan setelah tekanan mencapai 10^{-5}

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

Torr. Sumber daya RF ini berfungsi untuk memicu terjadinya proses ionisasi gas nitrogen, pada saat gas nitrogen masuk ke dalam reaktor. Yang perlu diingat adalah bahwa sebelum sumber daya RF dihidupkan, termometer digit harus dimatikan terlebih dahulu untuk menghindari kerusakan akibat adanya pengaruh gelombang RF.

4. Mengalirkan Gas

Gas nitrogen dialirkan secara berlahan-lahan ke dalam tabung reaktor hingga pada tekanan yang dikehendaki. Selanjutnya tekanan dalam tabung reaktor dapat diatur dengan laju pemompaan.

5. Pembentukan Plasma

Setelah gas nitrogen masuk ke dalam tabung reaktor, gelombang radio frekuensi akan mengionisasi gas tersebut. Pada keadaan parameter-parameter yang sudah ditentukan, maka timbullah plasma.

6. Proses Deposisi Lapisan Tipis

Akibat adanya beda potebnsial yang cukup besar antara kedua elektroda, maka plasma spesies yang terbentuk akan tertarik ke katoda, membentuk lapisan tipis nitrida pada permukaan substrat yang terletak pada katoda.

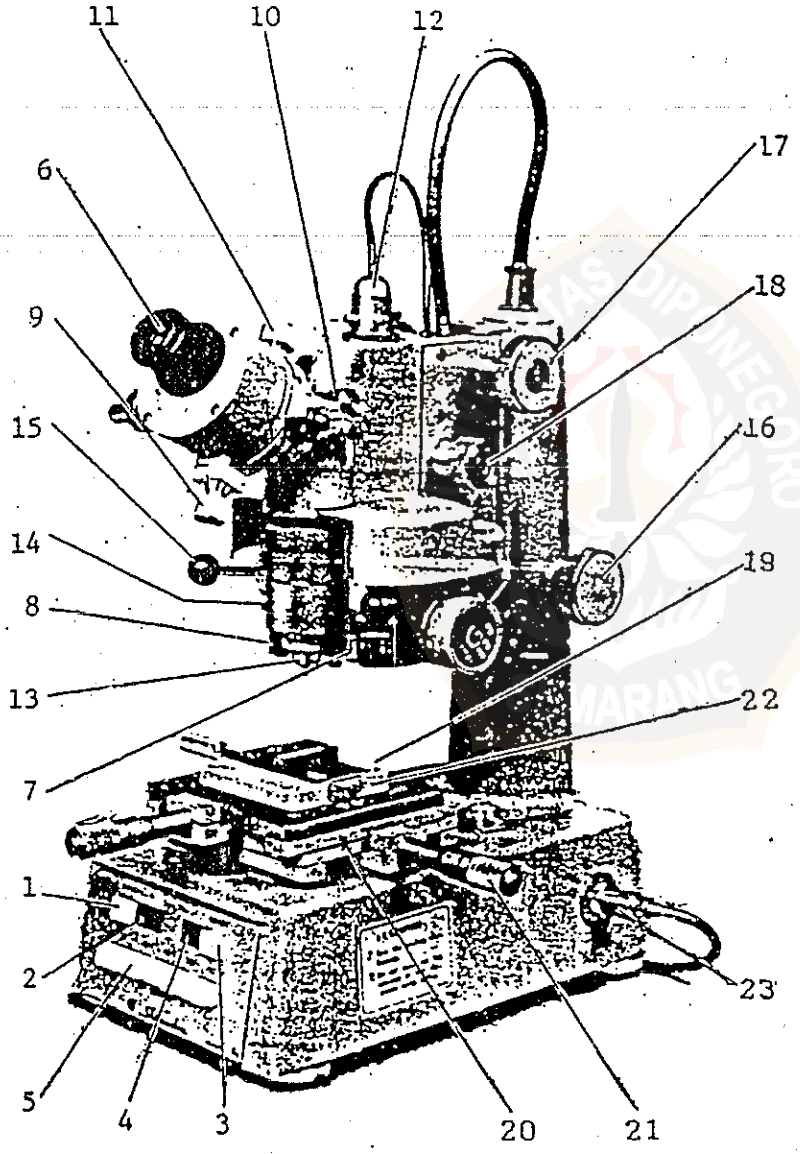
7. Pengambilan Substrat

Setelah proses berlangsung selama waktu tertentu, maka aliran gas, sumber daya RF dan pemanas substrat dimatikan.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

Selanjutnya ditunggu sampai substrat dingin baru kemudian diambil untuk dikarakterisasi.

3.3.3. Uji Kekerasan Mikro



Keterangan gambar:

1. Tombol power utama (on/off)
2. Tombol lampu pengamatan
3. Tombol penggerak indentor
4. Lampu indikator untuk pengesetan lama (waktu) pembebanan
5. Tombol pengesetan waktu (lama) pembebanan
6. Lensa pengamatan (okuler)
7. Lensa obyektif (10 x)
8. Lensa obyektif (40 x)
9. Pengatur gerak garis saat pengukuran panjang diagonal ke arah vertikal
10. Pengatur gerak garis untuk panjang diagonal ke arah horisontal
11. Putaran penjepit mikroskop
12. Lampu untuk pengamatan
13. Indentor intan
14. Beban untuk indentor
15. Knop pemutar pada lensa obyektif dan indentor
16. Pengatur naik-turun badan gagang
17. Pengatur kasar naik-turun indentor dan lensa obyektif
18. Pengatur halus naik-turun indentor dan lensa obyektif
19. Knop pengatur intensitas lampu
20. Pijakan tempat cuplikan
21. Penggeser kiri-kanan cuplikan
22. Penjepit cuplikan
23. Kabel listrik ke PLN

Gambar 3.5. Peralatan Uji Kekerasan Mikro

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

Mekanisme pengujian:

1. Memilih beban (*load*) sesuai dengan bahan yang akan diuji. Untuk baja karbon digunakan beban 10 gf.
2. Meletakkan sampel yang akan diuji di bawah lensa obyektif mikroskop, kemudian mengatur jarak antara sampel dengan lensa obyektif mikroskop untuk memperoleh bayangan obyek yang jelas. Kemudian dicari titik yang paling bagus dengan menggeser meja sampel.
3. Memindah posisi lensa ke posisi indentor kemudian menekan tombol indentor sehingga ujung intan menekan titik uji.
4. Setelah beberapa waktu tertentu, indentor akan naik dan penekanan selesai dilakukan. Selanjutnya posisi indentor diganti dengan lensa mikroskop untuk melihat bekas penekanan.
5. Mengukur lebar diagonal jejak penekanan dengan cara mengatur garis pembatas kiri dan kanan, seperti terlihat pada gambar (3.8).
6. Setelah pembatas tepat pada ujung-ujung diagonal jejak, maka lebar diagonal dan tingkat kekerasan dapat dibaca langsung dari unit penampil digital.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)