

## Modifikasi Lapisan Permukaan *Stainless Steel* 316L dengan Metode *Plasma Sputtering* untuk Peningkatan Karakteristik *Microhardness*

Haerul Ahmadi<sup>1\*</sup>, Tjipto Sujitno<sup>2</sup>, Amalia Cipta Trikusuma<sup>3</sup>, Bangun Pribadi<sup>3</sup>, dan Risse Entikaria Rachmanita.<sup>4</sup>

<sup>1)</sup> Jurusan Fisika, Universitas Negeri Gorontalo, Gorontalo 96211 Indonesia.

<sup>2)</sup> Pusat Riset Teknologi Akselerator, Badan Riset dan Inovasi Nasional, Yogyakarta 6101 Indonesia.

<sup>3)</sup> Politeknik Teknologi Nuklir Indonesia, Badan Riset dan Inovasi Nasional, Yogyakarta 6101 Indonesia

<sup>4)</sup> Jurusan Teknik, Politeknik Negeri Jember, Jember 68101 Indonesia

\* Correspondence e-mail : haerulahmadi@ung.ac.id

**Abstract :** Stainless Steel 316L is an alloy steel commonly used for biomaterial applications because it has good corrosion resistance and a relatively lower cost compared to other medical metals. However, stainless steel 316L is still susceptible to corrosion when used for a long period of time. This is caused stainless steel 316L interacts with chemical compounds in the human body for too long that causing corrosion. In addition stainless steel 316L has low mechanical character. In this research, the surface properties of the material have been improved by surface treatment of stainless steel 316L material using the plasma sputtering method. Plasma sputtering is used to make a thin layer of tungsten nitride (WN) on the surface of stainless steel 316L. The sputtering process is do by varying the sputtering time, namely 30 minutes, 60 minutes, 90 minutes, and 120 minutes. From the results of vickers hardness test, the highest hardness value was obtained in 120 minutes with a hardness value of 432.03 HVN or an increase of 2.7 times that of raw material.

**Keywords:** Plasma sputtering, stainless steel 316L, hardness testing

**Abstrak:** Stainless Steel 316L merupakan baja paduan yang biasa digunakan untuk aplikasi biomaterial karena memiliki ketahanan korosi yang baik dan biaya yang relatif lebih rendah dibandingkan dengan logam medis lainnya. Namun, *Stainless Steel* 316L masih rentan terhadap korosi bila digunakan dalam jangka waktu lama. Hal ini disebabkan *Stainless Steel* 316L terlalu lama berinteraksi dengan senyawa kimia dalam tubuh manusia sehingga menyebabkan korosi. Selain itu *Stainless Steel* 316L memiliki karakter mekanis yang rendah. Pada penelitian ini, sifat permukaan material telah diperbaiki dengan perlakuan permukaan material *Stainless Steel* 316L menggunakan metode plasma sputtering. Sputtering plasma digunakan untuk membuat lapisan tipis tungsten nitride (WN) pada permukaan *Stainless Steel* 316L. Proses sputtering dilakukan dengan variasi waktu sputtering yaitu 30 menit, 60 menit, 90 menit, dan 120 menit. Dari hasil uji kekerasan vickers diperoleh nilai kekerasan tertinggi pada waktu 120 menit dengan nilai kekerasan 432,03 HVN atau meningkat 2,7 kali lipat dari raw material.

**Kata Kunci:** Sputtering plasma, *Stainless Steel* 316L, pengujian kekerasan

### 1. Pendahuluan

*Stainless Steel* 316L merupakan salah satu jenis *austenitic Stainless Steel* yang mempunyai sifat tidak mudah terkorosi karena terdapat kandungan kromium yang memadai untuk membentuk suatu lapisan pasif kromium oksida yang akan mencegah terjadinya korosi [1][2].

*Stainless Steel* 316L ini banyak digunakan dalam berbagai bidang, seperti pada peralatan industri kimia dan petrokimia, industri tekstil, industri makanan dan minuman, industri pengolahan kertas, industri pipa air, industri farmasi, dan dalam dunia medis [3].

Dalam bidang kesehatan, *Stainless Steel* 316L dimanfaatkan sebagai biomaterial [4]. Biomaterial merupakan material yang digunakan untuk perangkat medis dan dapat berinteraksi dengan sistem biologis tubuh manusia [5]. Contoh aplikasi biomaterial dengan *Stainless Steel* 316L yaitu sebagai bahan implan gigi, pergantian tulang pinggul, pergantian sendi, dan perbaikan patah tulang [6] [7]. *Stainless Steel* 316L digunakan sebagai biomaterial karena mempunyai ketahanan korosi yang baik dan biaya yang lebih rendah apabila dibandingkan dengan logam medis lain [7]. Akan tetapi, material ini masih memiliki beberapa kekurangan diantaranya mempunyai sifat mekanik yang rendah dan masih dapat terjadi korosi jika digunakan dalam jangka waktu yang panjang [4] [8]. Oleh karena itu diperlukan upaya untuk meningkatkan sifat permukaan *Stainless Steel* 316L salah satunya dengan perlakuan permukaan (*surface treatment*). *Surface treatment* adalah suatu proses perlakuan yang diterapkan untuk merubah sifat permukaan suatu material [9].

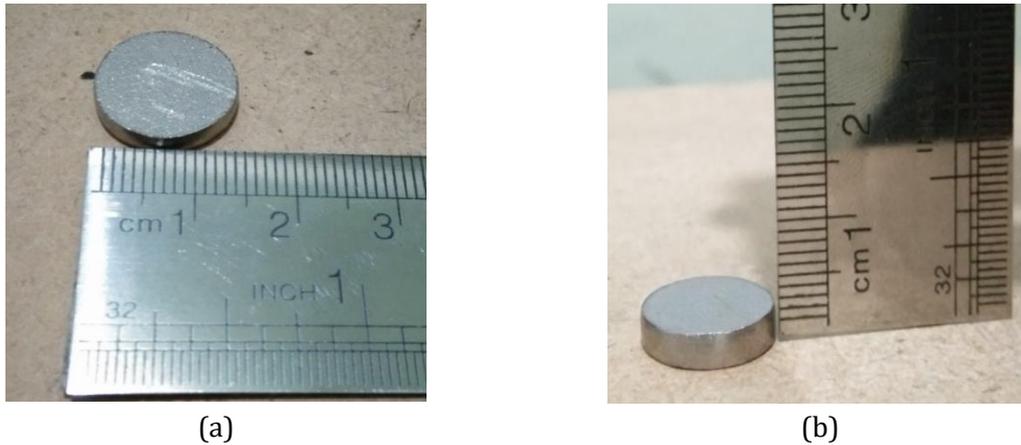
*Sputtering* merupakan salah satu jenis perlakuan permukaan yang dapat digunakan untuk meningkatkan sifat permukaan suatu material dengan cara menumbuhkan lapisan tipis pada permukaan bahan untuk mengubah atau memperbaiki sifat permukaannya [10]. Pada tahun 2019, Wiwien dkk melakukan penelitian dengan menggunakan metode DC *sputtering* untuk membuat lapisan TiN pada *Stainless Steel* 316L. Hasil dari penelitian tersebut membuktikan bahwa proses penumbuhan lapisan tipis dengan metode DC *sputtering* dapat meningkatkan ketahanan aus dan kekerasan material tersebut [11].

Proses *sputtering* terjadi ketika ion-ion argon energi tinggi yang terbentuk dalam plasma bergerak ke arah target dan menembak permukaan target, sehingga atom-atom pada permukaan target akan terhambur keluar. Kemudian atom-atom tersebut akan terdeposisi pada permukaan substrat dan menghasilkan lapisan tipis [10]. Sifat dan struktur hasil lapisan tipis dengan metode *sputtering* dipengaruhi oleh beberapa parameter seperti tekanan gas, waktu, tegangan, arus, dan suhu substrat [12].

Metode *sputtering* ini mempunyai beberapa keunggulan yaitu lebih cepat dan bersih karena dilakukan di ruang vakum, dapat menghasilkan lapisan tipis dari bahan yang memiliki titik leleh tinggi, dan mempunyai daya lekat yang lebih kuat (Sujitno, 2003). Salah satu lapisan yang dapat ditumbuhkan dengan metode *sputtering* adalah *tungsten nitride* (WN). *Tungsten nitride* digunakan karena mempunyai sifat kekerasan yang baik, stabilitas kimia yang baik, dapat meningkatkan ketahanan korosi, kekerasan, kekuatan dan ketahanan aus [14] [15]. Dengan penumbuhan lapisan WN pada permukaan *Stainless Steel* 316L menggunakan teknik plasma *sputtering* diharapkan dapat mengatasi permasalahan kerentanan terhadap berbagai jenis korosi dan dapat meningkatkan sifat permukaan dari material tersebut.

## 2. Metodologi

Material yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Stainless Steel* 316L berbentuk *disc* dengan diameter 14 mm dan tebal 3 mm.



**Gambar 1** Bentuk dan ukuran sampel (a) Tampak atas, (b) Tampak Samping

Preparasi awal yaitu sampel dihaluskan menggunakan kertas *abrasive* dengan tingkat kekasaran 400, 800, 1000, 2000, dan 3000 *mesh* dengan alat *grinding* hingga permukaan sampel menjadi rata. Selanjutnya lakukan proses *polishing* dengan menggunakan autosol untuk menghilangkan goresan dan membuat permukaan sampel menjadi lebih halus dan mengkilap. Sampel yang telah di *polish* kemudian dicuci menggunakan cairan sabun terlebih dahulu dan dilanjutkan dengan alkohol masing-masing selama 10 menit dalam alat *ultrasonic cleaner* untuk memastikan sampel benar-benar bersih dari sisa kotoran yang menempel. Selanjutnya sampel dikeringkan dan siap untuk diproses *sputtering*.

Proses *sputtering* dilakukan menggunakan mesin plasma *sputtering* dengan variasi waktu 30 menit, 60 menit, 90 menit, dan 120 menit. Untuk parameter lain di dalam penelitian ini dibuat tetap dengan tegangan 4 kV, arus 10 mA, tekanan  $2,2 \times 10^{-2}$  Torr, dan perbandingan gas argon dan nitrogen 70 : 30. Sehingga dapat diketahui waktu *sputtering* optimum. Uji kekerasan dengan Vickers microhardness menggunakan indentor dengan bentuk bujur sangkar. Jejak hasil indentasi yang dihasilkan digunakan untuk mengetahui nilai kekerasan pada permukaan sampel. Beban yang digunakan dalam uji kekerasan Vickers microhardness adalah 25gf dengan waktu indentasi selama 10 detik. Setelah pembebanan selesai, hasil indentasi diukur menggunakan garis pengukur pada bagian diagonal vertikal dan horizontal.

### 3. Hasil dan Pembahasan

Proses plasma *sputtering* pada sampel *Stainless Steel* 316L dengan variasi waktu *sputtering*. Proses *sputtering* dilakukan dengan menggunakan target *wolfram* (*tungsten*) sehingga terbentuk lapisan WN pada permukaan *Stainless Steel* 316L. Lapisan *tungsten nitride* (WN) dapat terbentuk pada permukaan *Stainless Steel* 316L ketika ion-ion argon energi tinggi menumbuk permukaan target *wolfram* sehingga atom-atom pada permukaan target terlepas dari ikatannya. Atom-atom *wolfram* yang terlepas kemudian akan bereaksi dengan gas reaktif yaitu nitrogen sehingga membentuk lapisan WN pada permukaan *Stainless Steel* 316L.

Pada saat proses pendeposisian, substrat *Stainless Steel* 316L diletakkan pada anoda dan target *wolfram* (*tungsten*) pada katoda. Proses pendeposisian dimulai dengan melakukan penghampaan udara pada tabung reaktor *sputtering* hingga mencapai tekanan  $5 \times 10^{-5}$  Torr. Bersamaan dengan proses penghampaan, sistem pendingin dihidupkan dan sistem gas diatur dengan perbandingan gas argon dan nitrogen 70:30. Ketika telah mencapai tekanan vakum dilanjutkan dengan menaikkan tegangan mencapai 4 kV dan arus 10 mA serta mengalirkan gas

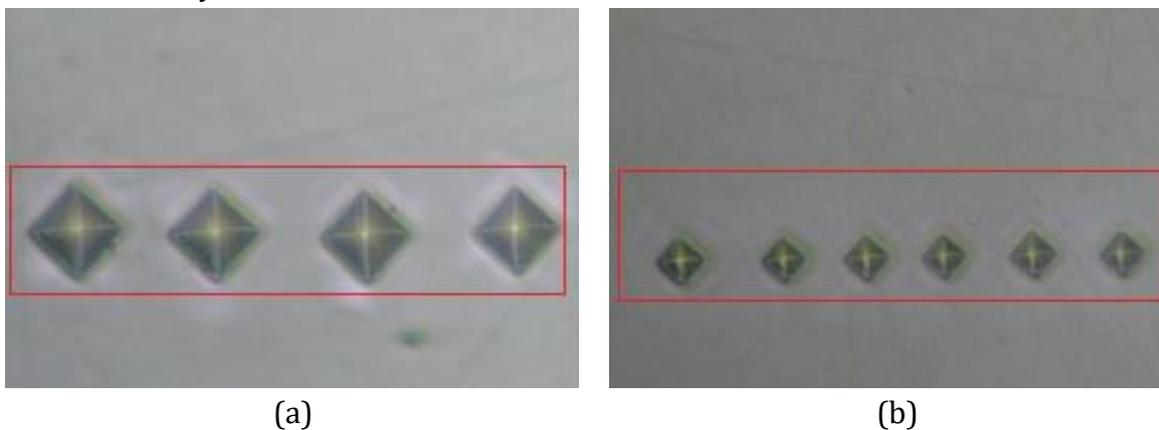
argon dan nitrogen ke dalam tabung reaktor *sputtering*. Laju aliran gas diatur dengan menggunakan *flow meter control* sehingga tabung reaktor *sputtering* mencapai tekanan operasi.



**Gambar 2.** (a) *Raw Material* sebelum *Sputtering* (b) Sampel pasca *Sputtering* 30 menit

Agar diperoleh kekerasan optimum dari *Stainless Steel 316L* maka proses *sputtering* dilakukan dengan variasi waktu 30 menit, 60 menit, 90 menit, dan 120 menit sementara untuk parameter lain dibuat tetap. Perbedaan lama proses *sputtering* ini akan mempengaruhi ketebalan lapisan yang dihasilkan, karena semakin lama proses deposisi maka akan semakin banyak atom-atom target yang menempel pada permukaan substrat [16].

Pengujian kekerasan dilakukan untuk mengetahui nilai kekerasan pada sampel sebelum dan setelah dilakukan proses *sputtering* dengan variasi waktu 30 menit, 60 menit, 90 menit, dan 120 menit. Pengujian dilakukan dengan menekan indenter pada permukaan sampel dan menghasilkan jejak indentasi yang kemudian dapat digunakan untuk mengetahui nilai kekerasan dari sampel tersebut. Beban yang digunakan adalah 25 gf dengan waktu indentasi 10 detik. Pada setiap sampel dilakukan pengujian sebanyak tujuh titik indentasi untuk mengetahui rata-rata nilai kekerasannya.



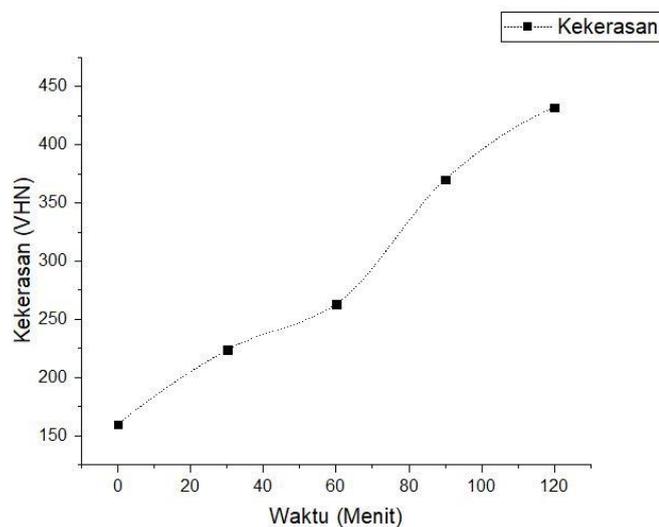
**Gambar 3.** Hasil indentasi pada permukaan sampel (a) *raw material* (b) *Treatment* 120 menit

Pada Gambar 3 diketahui bahwa gambar (a) memiliki jejak indentasi yang lebih besar dari gambar (b) yang artinya kekerasan permukaan sampel yang tidak di *sputtering* lebih rendah dibandingkan dengan sampel yang di *sputtering* dengan waktu 120 menit. Ukuran indentasi pada gambar (b) lebih kecil karena pada permukaan sampel telah terbentuk lapisan WN hasil proses

*sputtering*, sehingga hasil indentasi lebih kecil dan nilai kekerasan pada permukaan menjadi lebih tinggi. Setelah dilakukan pengujian kekerasan terhadap semua sampel maka dihasilkan grafik rata-rata nilai kekerasan pada permukaan sampel yang ditunjukkan pada Gambar 4.

Gambar 4 menunjukkan nilai kekerasan dari *Stainless Steel* 316L yang telah di *sputtering* dengan variasi waktu, terlihat bahwa dengan meningkatnya waktu *sputtering* maka nilai kekerasan akan semakin meningkat dan mencapai kekerasan tertinggi pada proses *sputtering* selama 120 menit. Dimana nilai kekerasan mencapai 432,03 HVN atau meningkat 2,7 kali dari sampel yang tidak di *sputtering*. Peningkatan kekerasan pada sampel setelah di *sputtering* dapat terjadi karena adanya pelepasan atom-atom target *wolfram* ketika ditembaki oleh ion-ion argon energi tinggi.

Hal ini terjadi ketika permukaan target *wolfram* (W) ditembaki dengan ion-ion argon energi tinggi sehingga atom-atom pada permukaan target akan terlepas dari ikatannya. Kemudian atom-atom yang terlepas akan bertemu dengan ion-ion nitrogen dan membentuk senyawa WN yang akan terdeposisi pada permukaan *Stainless Steel* 316L. Dengan bertambahnya waktu *sputtering* maka akan semakin banyak atom yang terlepas dan menempel pada permukaan *Stainless Steel* 316L. Semakin banyak atom yang menempel maka akan semakin besar pertumbuhan lapisan sehingga semakin luas permukaan sampel yang terlapis dan lapisan yang terbentuk akan semakin tebal. Oleh sebab itu, atom-atom yang melapisi permukaan sampel akan semakin rapat dan ukuran butir berkurang sehingga kerapatan pada batas butir akan semakin meningkat. Tingkat kerapatan ini yang meningkatkan sifat kekerasan dari lapisan yang terbentuk pada permukaan *Stainless Steel* 316L [8] [17].



**Gambar 2.** Grafik Hubungan Waktu *Sputtering* terhadap Nilai Kekerasan

Akan tetapi akan ada saatnya nilai kekerasan mencapai pada titik optimum dan kemudian nilai kekerasan akan kembali turun. Hal ini disebabkan karena jika proses lebih lama, maka akan menyebabkan terbentuknya lapisan baru yang belum sempurna dibandingkan dengan lapisan sebelumnya sehingga menyebabkan penurunan sifat lapisan yang terbentuk pada permukaan sampel dan nilai kekerasan akan menurun [8].

#### 4. Kesimpulan

Penelitian yang telah dilakukan terhadap material *Stainless Steel* 316L yang di *sputtering* dengan wolfram (tungsten) berhasil dibuat lapisan tungsten nitride (WN) dengan metode plasma *sputtering* pada permukaan *Stainless Steel* 316L. Proses pembentukan lapisan tungsten nitride

(WN) dengan plasma sputtering dapat meningkatkan nilai kekerasan *Stainless Steel* 316L. Semakin lama waktu proses sputtering maka semakin tinggi nilai kekerasan pada permukaannya. Nilai kekerasan tertinggi di dapatkan pada waktu sputtering selama 120 menit dengan nilai kekerasan 432,03 HVN atau meningkat 2,7 kali dari sampel yang tidak di sputtering.

## 5. Ucapan Terima Kasih

Terima kasih penulis mengucapkan kepada Pusat Sains dan Teknologi Akselerator Badan Tenaga Nuklir Nasional yang telah memberikan kontribusi maksimal dalam penggunaan peralatan Plasma Sputtering sehingga penelitian ini dapat terselesaikan.

## Daftar Pustaka

- [1] P. Atanda, A. Fatudimu, and O. Oluwole, "Sensitisation Study of Normalized 316L Stainless Steel," *J. Miner. Mater. Charact. Eng.*, vol. 09, no. 01, pp. 13–23, 2010, doi: 10.4236/jmmce.2010.91002.
- [2] S. Sumarji, "Studi Perbandingan Ketahanan Korosi Stainless Steel Tipe SS 304 dan SS 201 Menggunakan Metode U-Bend Test Secara Siklik dengan Variasi Suhu dan PH," 2011.
- [3] I. Hafizi, W. Widjijono, and M. H. N. E. Soesatyo, "Penentuan konsentrasi stainless steel 316L dan kobalt kromium remanium GM-800 pada uji GPMT," *Maj. Kedokt. Gigi Indones.*, vol. 2, no. 3, p. 121, Dec. 2016, doi: 10.22146/majkedgiind.11386.
- [4] L. Susita R.M., B. Siswanto, I. Aziz, and A. A. H, "PENGARUH DOSIS ION NITROGEN PADA KETAHANAN KOROSI, STRUKTUR MIKRO DAN STRUKTUR FASE BIOMATERIAL STAINLESS STEEL AUSTENITIK 316L," *GANENDRA Maj. IPTEK Nukl.*, vol. 19, no. 1, pp. 47–54, Jan. 2016, doi: 10.17146/gnd.2016.19.1.2777.
- [5] D. Bombač, M. Brojan, P. Fajfar, F. Kosel, and R. Turk, "Review of materials in medical applications," *RMZ-Mater. Geovironment*, vol. 54, pp. 471–499, Dec. 2007.
- [6] B. D. Ratner, Ed., *Biomaterials science: an introduction to materials in medicine*. San Diego: Academic Press, 1996.
- [7] S.-H. Chang, J.-S. Liou, B.-Y. Huang, W.-J. Chan, and Y.-T. Tsao, "Surface characteristics of the 316L stainless steel modified by ethylene vinyl acetate/chitosan composite films," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 320, pp. 635–639, Jun. 2017, doi: 10.1016/j.surfcoat.2016.10.031.
- [8] T. Sujitno, W. Andriyanti, V. Hr, and D. Priyantoro, "PELAPISAN TIN PADA BIOMATERIAL BERBASIS LOGAM TIPE SS 316 MENGGUNAKAN TEKNIK D-C SPUTTERING," p. 6, 2017.
- [9] A. S. H. Makhlof, *Handbook of smart coatings for materials protection*. Woodhead Publishing, 2014. Accessed: Jan. 14, 2020. [Online]. Available: <http://gen.lib.rus.ec/book/index.php?md5=7ad5b18ba5b6925eb833eeb68fa3f08d>
- [10] Wirjoadi, B. Siswanto, and Sudjatmoko, "Analisi Sifat Mikro Lapisan Tipis TiN Pada Substrat Al Hasil Plasma Sputtering," *Buku I Prosiding PPI-PDIPTN Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan-BATAN*, Jul. 14, 2009.
- [11] W. Andriyanti, B. Arsyad, R. Ravendianto, T. Sujitno, S. Suprpto, and D. Priantoro, "THE EFFECT OF RATIO OF GAS MIXTURE FOR MECHANICAL PROPERTIES AND CRYSTAL STRUCTURES ON 316L STAINLESS STEEL BIOMATERIAL USING DC SPUTTERING TECHNIQUE," *J. Sains Materi Indones.*, vol. 21, no. 1, Art. no. 1, Oct. 2019, doi: 10.17146/jsmi.2019.21.1.5657.
- [12] S. Sayono and A. Santoso, "PENGARUH TEKANAN DAN WAKTU DEPOSISI SPUTTERING TERHADAP SENSITIVITAS SENSOR GAS SnO<sub>2</sub> PENGARUH TEKANAN DAN WAKTU DEPOSISI SPUTTERING TERHADAP SENSITIVITAS SENSOR GAS SnO<sub>2</sub>," *GANENDRA Maj. IPTEK Nukl.*, vol. 7, no. 2, Art. no. 2, Jul. 2004, doi: 10.17146/gnd.2004.7.2.195.
- [13] B. A. Sujitno, "Aplikasi Plasma dan Teknologi Sputtering untuk Surface Treatment," *Workshop Sputtering Untuk Rekayasa Permukaan Bahan*, PTAPB BATAN, Yogyakarta, 2003.

- [14] M. Wen, Q. N. Meng, W. X. Yu, W. T. Zheng, S. X. Mao, and M. J. Hua, "Growth, stress and hardness of reactively sputtered tungsten nitride thin films," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 205, no. 7, pp. 1953–1961, Dec. 2010, doi: 10.1016/j.surfcoat.2010.08.082.
- [15] T. Endramawan, V. Malau, and T. Sujitno, "Pengaruh Variasi Waktu Pelapisan WN Menggunakan Teknik DC Reaktif Magnetron Sputtering Terhadap Sifat Mekanis dan Laju Korosi Pada Baja AISI 410," p. 6, 2012.
- [16] S. Sayono and T. Sujitno, "DEPOSISI LAPISAN TIPIS ZnO:Al PADA SUBSTRAT ALUMINA UNTUK BAHAN SENSOR GAS," *GANENDRA Maj. IPTEK Nukl.*, vol. 10, no. 2, Art. no. 2, Jul. 2007, doi: 10.17146/gnd.2007.10.2.165.
- [17] H. N. Shah, V. Chawla, R. Jayaganthan, and D. Kaur, "Microstructural characterizations and hardness evaluation of d.c. reactive magnetron sputtered CrN thin films on stainless steel substrate," *Bull. Mater. Sci.*, vol. 33, no. 2, pp. 103–110, Apr. 2010, doi: 10.1007/s12034-010-0014-z.