

FATIGUE ENDURANCE AND HARDNESS CHARACTERIZATION OF DLC (DIAMOND-LIKE CARBON) COATING ON HQ 805 SUBSTRAT

Viktor Malau¹, Priyo Tri Iswanto², Winda Sanni Slat³ and Didy Suharlan⁴

^{1,2,3,4}Departemen Teknik Mesin dan Industri, Fakultas Teknik, Universitas Gadjah Mada

Jl. Grafika 2 Yogyakarta 55281 Telp 0274 521673

Email: malau@ugm.ac.id

Abstrak

Machinery steel HQ (High Quality) 805 is a group of machinery steels that are widely used as machinery components such as long shafts, crankshafts, gears, rods and pins. HQ 805 steel is a low alloy steel and has chemical composition (wt %) of 0.3673 C, 0.2273 Si, 0.296 S, 0.0093 P, 0.7136 Mn, 1.3080 Ni, 1.4031 Cr, 0.0099 Ti, 0.1585 Mo, 0.2184 Cu, 0.0073 W, 0.0142 Sn, 0.0045 Ca, 0.0127 Zn, 0.0142 Al and 95.48 Fe. Hardness and fatigue endurance of HQ 805 are necessary to be improved so that the lifetime of the components can increase or endure. These properties can be obtained by performing an appropriate surface treatment to HQ 805 material. DLC (Diamond-Like Carbon) is a new type of coating and it has high mechanical properties such as hardness (like diamond) and Young modulus. This DLC coating can be deposited on a substrate by CVD (Chemical Vapor Deposition) or PVD (Physical Vapor Deposition) technique. The objective of this research is to study and characterize the effect of parameters process of DLC coating on hardness, fatigue endurance and microstructure of HQ 805 material.

The surface treatment with DLC coating was selected as a surface coating of HQ 805 in order to obtain the properties as needed. DLC coating was deposited on surface of HQ 805 by CVD plasma discharge technique. DLC coating derived from a mixture of argon gas (Ar) and methane (CH₄) has a ratio of 76 : 24 by volume. Parameters process of DLC coating were variation of pressure and deposition time. Pressure variations used were 1.2, 1.4 and 1.6 mbar with deposition time of 2, 4, and 6 hours. Operating temperature was maintained at 400 °C. The tests have been done on raw material specimens (HQ 805 without coating) and HQ 805 with coating. Surface hardness was characterized by Vickers micro hardness test with indentation load of 10 grams and indentation time of 10 minutes and fatigue endurance was obtained by rotary bending test machine with load variations. Microstructure analysis and composition were performed by SEM (Scanning Electron Microscopy) and EDS (Energy Dispersive X-Rays Spectroscopy) respectively.

The results show that the parameters process of DLC coating such as pressure and time deposition is capable to modify the hardness and fatigue endurance significantly. The deposition pressure of 1.4 mbar results higher hardness compared to its hardness of coating obtained with deposition pressure of 1.2 and 1.6 mbar. The increasing of deposition time gives the increment of hardness. The highest hardness of 665 VHN (Vickers Hardness Number) is produced by a DLC coating with the pressure of 1.4 mbar and deposition time of 4 hours, while the base metal HQ 805 (without coating) has the hardness of 327 VHN.

The surface roughness of specimen tested increases with increasing of deposition time. DLC coating with a deposition pressure of 1.4 mbar gives the smallest surface roughness compared with 1.2 and 1.6 mbar deposition pressure.

HQ 805 substrate (without the DLC layer) has a fatigue endurance of 400 MPa. DLC coating on the substrate can increase or decrease the fatigue endurance depending on pressure and time deposition of coating used. DLC coatings with 1.2 and 1.4 mbar pressure produce the same fatigue endurance of 450 MPa for 2 hours time deposition. DLC coating with the pressure of 1.4 mbar and deposition time of 4 hours results a highest fatigue endurance of 512 MPa, and otherwise fatigue endurance drops dramatically (to 395 MPa) for deposition time of 6 hours. The general conclusion can be stated that the DLC coating on the substrate HQ 805 will provide the best fatigue endurance if the substrate is coated with a pressure of 1.4 mbar and deposition time of 4 hours.

Kata kunci: DLC coating, fatigue endurance, hardness, roughness

Pendahuluan

Bahan merupakan salah satu komponen penting dalam perancangan guna menghasilkan suatu produk berkualitas. Untuk dapat menghasilkan suatu produk bermutu, sifat material yang akan digunakan perlu dipertimbangkan agar peralatan yang dihasilkan dapat digunakan dengan baik. Pada penggunaannya, peralatan yang dihasilkan sering menghadapi permasalahan karena pemilihan material tidak tepat. Material yang menjadi komponen dasar suatu peralatan atau konstruksi mesin belum memenuhi standar fungsi peralatan tersebut. Berbagai persyaratan dari pemilihan material yang digunakan seperti: kekuatan fatik, ketangguhan, kekerasan, ketahanan aus dan ketahanan korosi diharapkan dapat terpenuhi dengan memperbaiki sifat dasar yang dimiliki material.

Dengan perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi khususnya teknik rekayasa material, maka salah satu cara untuk meningkatkan sifat fisis dan mekanis material adalah merekayasa sifat material dan paduannya dengan proses perlakuan permukaan (*surface treatment*) berupa pemberian lapisan tipis (*thin film*) untuk mendapatkan sifat-sifat tertentu dari permukaan suatu bahan. Salah satu baja permesinan (*machinery steel*) adalah HQ 805. Aplikasi utama dari HQ 805 adalah sebagai komponen mesin, poros, roda gigi, rods and pins yang membutuhkan sifat kekuatan fatik, kekerasan dan ketahanan korosi yang baik.

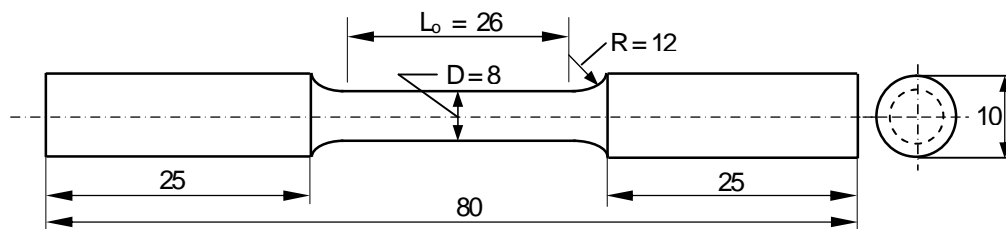
Lapisan tipis menawarkan beberapa manfaat seperti: peningkatan kekerasan dan kekuatan fatik, tahan aus, tahan korosi dari suatu permukaan. Salah satu lapisan tipis dari bahan keras, tahan aus, dan tahan korosi adalah DLC (*Diamond-Like Carbon*). Salah satu metode yang dapat digunakan untuk pelapisan DLC adalah plasma *chemical vapour deposition* (plasma CVD). Lapisan DLC dengan metode CVD ini dapat diperoleh dengan menggunakan gas berupa CH_4 , C_2H_2 , C_2H_4 atau benzena C_6H_6 (Anhar, 2014). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh lapisan tipis DLC pada permukaan material HQ 805 terhadap kekerasan dan kekuatan fatik dengan parameter proses berupa variasi tekanan dan lama pelapisan.

Purnama, dkk (2013) melakukan penelitian tentang pembuatan bahan target karbon untuk deposisi lapisan tipis DLC. Karbon (C) yang digunakan adalah arang tempurung kelapa hasil proses karbonisasi dengan metode simple heating pada suhu $600\text{ }^\circ\text{C}$ dengan laju pemanasan $5,42\text{ }^\circ\text{C}/\text{menit}$. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa penambahan komposisi PVAc (Polyvinyl Acetate) dapat meningkatkan nilai kuat tekan bahan target karbon. Lapisan tunggal DLC atau lapisan kombinasi dengan DLC dapat meningkatkan corrosion fatigue strength (Uematsu, dkk., 2011; Okada, dkk., 2010; Du, dkk., 2014) dan modulus elastis (Kakiuchi, dkk., 2011) dari magnesium paduan, menurunkan dan menaikkan kekerasan (Fujimoto, dkk., 2011; Vaghri, dkk., 2011), menaikkan ketahanan aus dan kekuatan fatik dari baja tahan karat (Morita, dkk., 2012).

Bahan, Alat dan Metode Penelitian

Bahan penelitian berupa baja HQ 805 yang dipotong dan dibuat menjadi spesimen uji fatik, uji kekerasan dan uji struktur mikro. Pengujian dilakukan terhadap spesimen yang belum dilapisi (*raw material*) dan spesimen yang telah dilapisi DLC. Alat-alat yang digunakan terdiri dari dapur plasma (untuk melapisi permukaan spesimen uji) mesin uji fatik rotary bending (untuk mengetahui kekuatan fatik, life-cycles), alat uji mikro Vickers (untuk mengetahui kekerasan), alat uji kekasaran permukaan, alat pengamatan struktur mikro berupa SEM-EDS.

Lapisan DLC diperoleh dari gas methane (CH_4) yang dialirkan kedalam dapur plasma bersamaan dengan gas argon (Ar) dengan perbandingan $\text{CH}_4 : \text{Ar} = 24 : 76$ (% volume). Parameter proses pelapisan berupa variasi tekanan ($p = 1,2; 1,4; 1,6$ mbar) dan lama pelapisan ($t = 2, 4, 6$ jam) pada suhu pelapisan $400\text{ }^\circ\text{C}$ (konstan). Pengujian fatik dilakukan dengan menggunakan *rotary bending machine* dan spesimen dibuat sesuai standard ASTM E-466 seperti diperlihatkan oleh Gambar 1. Pengujian dilakukan dengan memberikan beban awal pada tegangan σ_1 sekitar 2/3 dari kekuatan tarik masing-masing spesimen. Pada tingkat tegangan σ_1 ini, pengujian dilaksanakan sampai diperoleh jumlah siklus kegagalan N_1 . Selanjutnya untuk tegangan σ_2, σ_3 dan seterusnya dilakukan pengujian terhadap spesimen kedua, ketiga dan seterusnya sampai dihasilkan jumlah siklus kegagalan N_2, N_3 dst.



Gambar 1. Bentuk dan ukuran spesimen uji fatik sesuai standard ASTM E-466

Hasil dan Pembahasan

Tabel 1 menunjukkan hasil uji komposisi kimia baja HQ 805.

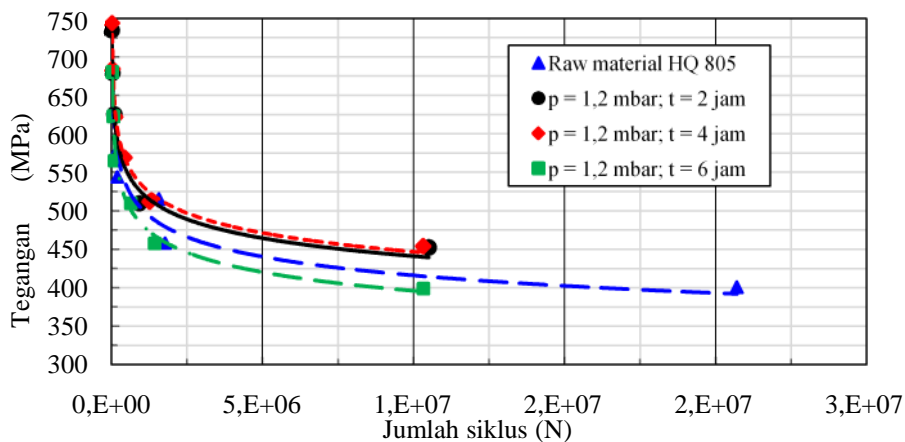
Tabel 1. Hasil uji komposisi kimia baja HQ 805

Unsur	C	Si	S	P	Mn	Ni	Cr	Ti
% berat	0.3673	0.2237	0.0296	0.0092	0.7136	1.3080	1.4031	0.0099
Unsur	Mo	Cu	W	Sn	Ca	Zn	Al	Fe
% berat	0.1585	0.2184	0.0073	0.0142	0.0045	0.0127	0.0142	95.48

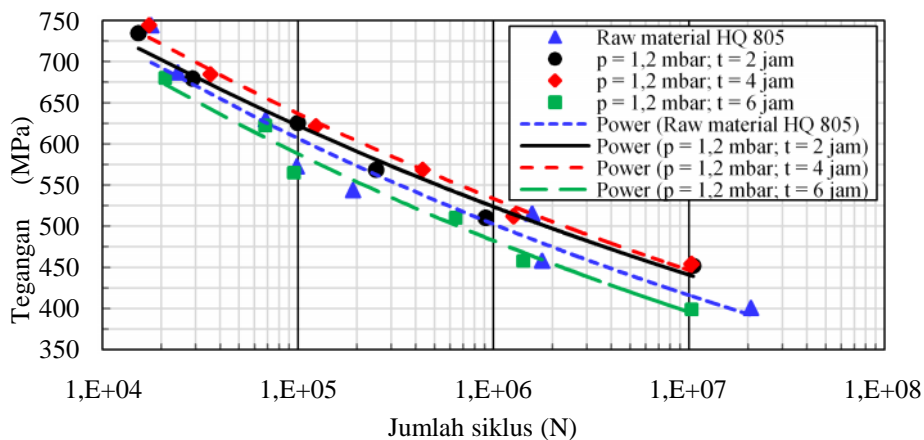
Hasil Uji Fatik

Hasil uji fatik dari *raw material* dan spesimen yang diberi lapisan DLC pada tekanan $p = 1,2$ mbar dengan variasi lama pelapisan DLC ($t = 2, 4, 6$ jam) diperlihatkan pada Gambar 2 dan 3. Gambar ini menunjukkan bahwa lapisan DLC dengan lama pelapisan 2 dan 4 jam menghasilkan tegangan lebih tinggi dibandingkan dengan *raw material* HQ 805, sedangkan lapisan dengan lama pelapisan 6 jam memberikan tegangan lebih rendah dari material HQ 805. Hasil ini menunjukkan bahwa lapisan DLC dengan lama pelapisan 2 dan 4 jam menghasilkan tegangan fatik (*endurance limit*) lebih tinggi dari *raw material* HQ 805, sementara lapisan DLC dengan lama pelapisan 6 jam mempunyai tegangan fatik lebih rendah. Lapisan DLC dengan $t = 6$ jam mempunyai lapisan lebih tebal yang memungkinkan lapisan tersebut memiliki porositas lebih besar sehingga tegangan fatiknya menjadi lebih rendah.

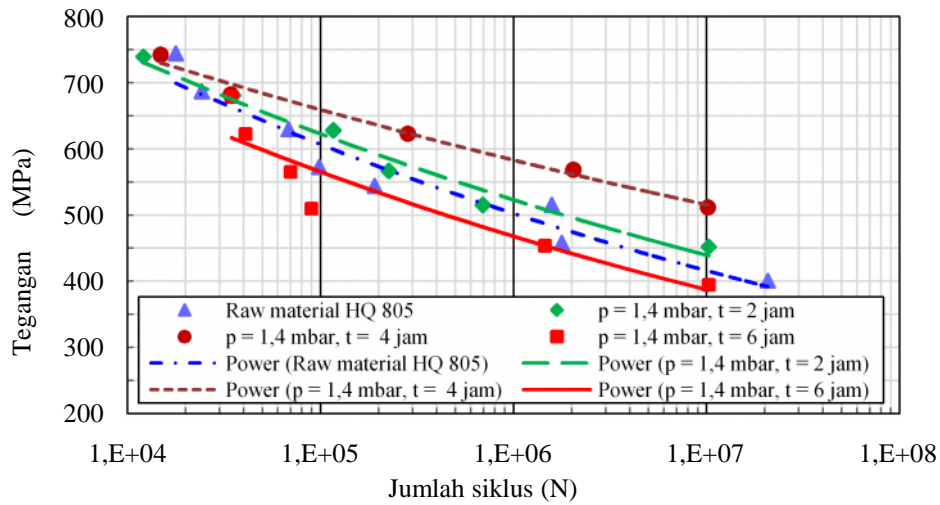
Gambar 4 dan 5 secara berurutan memperlihatkan hubungan antara tegangan yang diberikan dan jumlah siklus dari uji fatik lapisan DLC dengan tekanan pelapisan $p = 1,4; 1,6$ mbar untuk lama pelapisan $t = 2, 4$ dan 6 jam. Lapisan DLC dengan tekanan $p = 1,4$ mbar dan $t = 6$ jam menghasilkan tegangan fatik lebih rendah dibandingkan dengan *raw material* HQ 805. Hasil ini mempunyai kesamaan terhadap hasil lapisan DLC dengan $p = 1,2$ mbar dan $t = 6$ jam pada Gambar 2 dan 3 di atas.



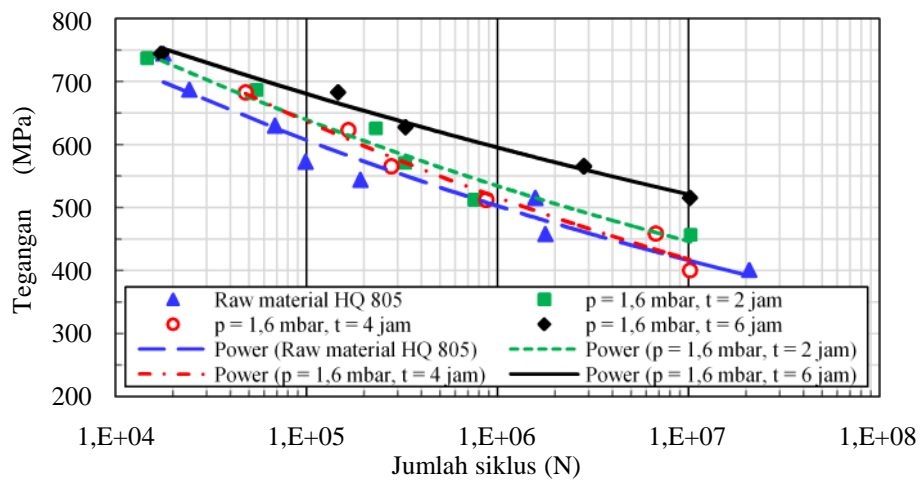
Gambar 2. Hasil uji fatik *raw material* dan spesimen DLC pada tekanan 1,2 mbar dengan variasi lama pelapisan (skala linier)



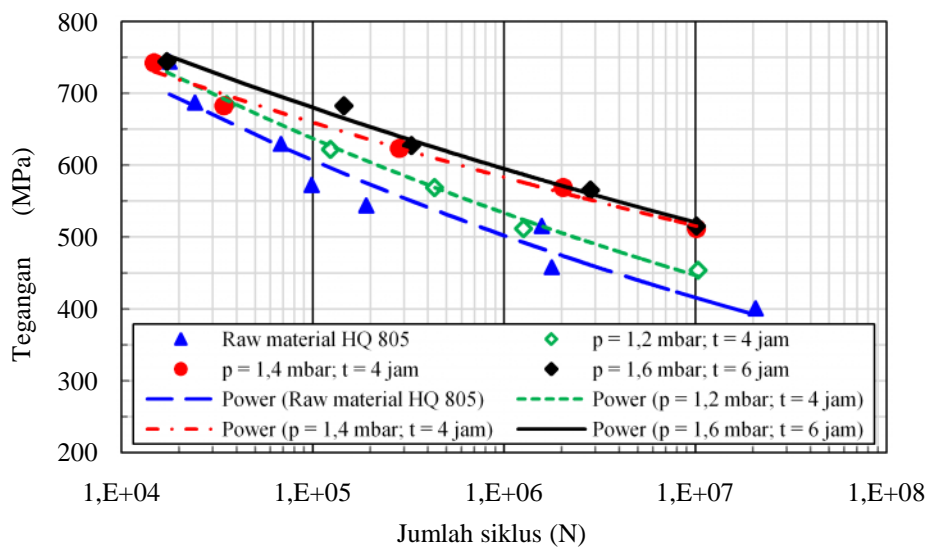
Gambar 3. Hasil uji fatik *raw material* dan spesimen DLC pada tekanan 1,2 mbar dengan variasi lama pelapisan (skala logaritmik)



Gambar 4. Hasil uji fatik *raw material* dan spesimen DLC pada tekanan 1,4 mbar dengan variasi lama pelapisan



Gambar 5. Hasil uji fatik *raw material* dan spesimen DLC pada tekanan 1,6 mbar dengan variasi lama pelapisan

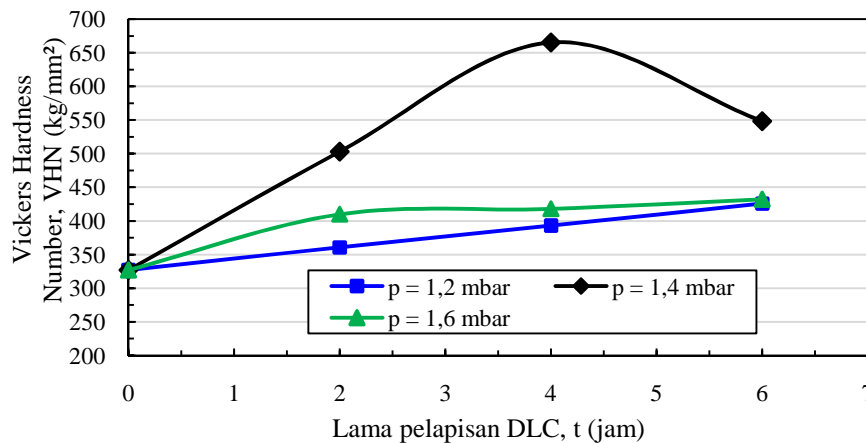


Gambar 6. Perbandingan hasil uji fatik *raw material* dan spesimen DLC pada tekanan 1,2; 1,4; 1,6 mbar yang memberikan hasil optimum

Gambar 6 menginformasikan hasil optimum (terbaik) dari lapisan DLC untuk tekanan dan lama pelapisan tertentu. Lapisan dengan tekanan $p = 1,6$ mbar menghasilkan tegangan fatik lebih tinggi dari lapisan dengan tekanan $= 1,2$ dan $1,4$ mbar maupun dari *raw material* HQ 805.

Hasil Uji Kekerasan Mikro Vickers

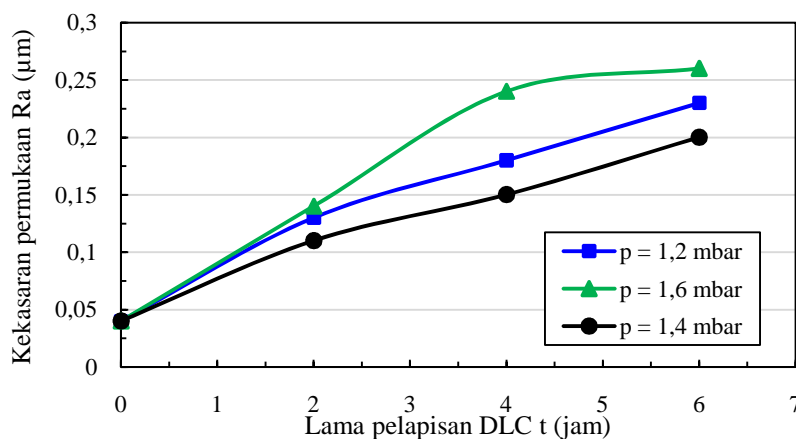
Gambar 7 merepresentasikan peningkatan kekerasan permukaan HQ 805 setelah dilakukan pelapisan DLC dengan variasi tekanan ($p = 1,2; 1,4; 1,6$ mbar) dan lama pelapisan ($t = 0, 2, 4, 6$ jam). Peningkatan kekerasan ini terjadi akibat adanya tambahan unsur karbon (C) yang terdifusi secara intertisi ke dalam substrat, dimana kenaikan karbon C dalam baja akan meningkatkan kekerasan baja tersebut. Kekerasan tertinggi (optimum) sekitar 665 VHN dihasilkan oleh lapisan DLC dengan tekanan $p = 1,4$ mbar dan lama pelapisan $t = 4$ jam. Lapisan DLC dengan tekanan pelapisan $p = 1,4$ mbar menghasilkan kekerasan tertinggi karena permukaannya lebih halus. Hal ini dibuktikan dengan kekasaran R_a lebih kecil seperti terlihat pada Gambar 8, serta pengamatan SEM seperti ditunjukkan pada Gambar 5-19.



Gambar 7. Pengaruh tekanan dan lama pelapisan terhadap kekerasan permukaan lapisan DLC

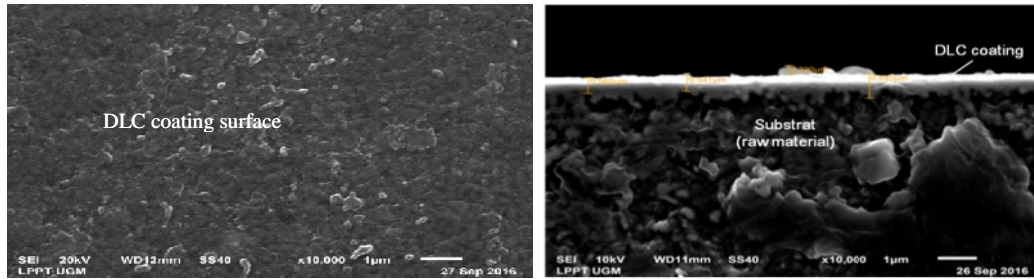
Hasil Uji Kekasaran Permukaan

Hasil uji kekasaran permukaan sebagai fungsi variasi tekanan dan lama pelapisan ditunjukkan pada Gambar 8. Kekasaran permukaan (R_a) meningkat seiring dengan naiknya lama pelapisan. Lapisan DLC dengan tekanan pelapisan sebesar $1,4$ mbar menghasilkan kekasaran permukaan paling rendah dibandingkan dengan tekanan lainnya. Bila Gambar 7 dan 8 dibandingkan maka ditemukan bahwa kekerasan (VHN) tertinggi dihasilkan oleh lapisan DLC dengan kekasaran permukaan (R_a) terendah.

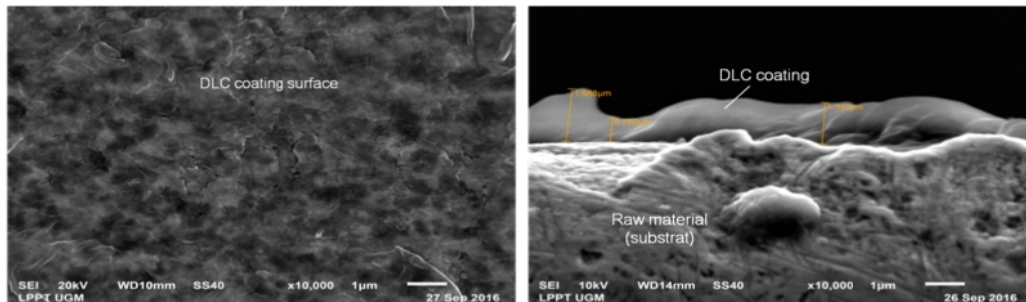


Gambar 8. Pengaruh tekanan dan lama pelapisan terhadap kekasaran permukaan lapisan DLC

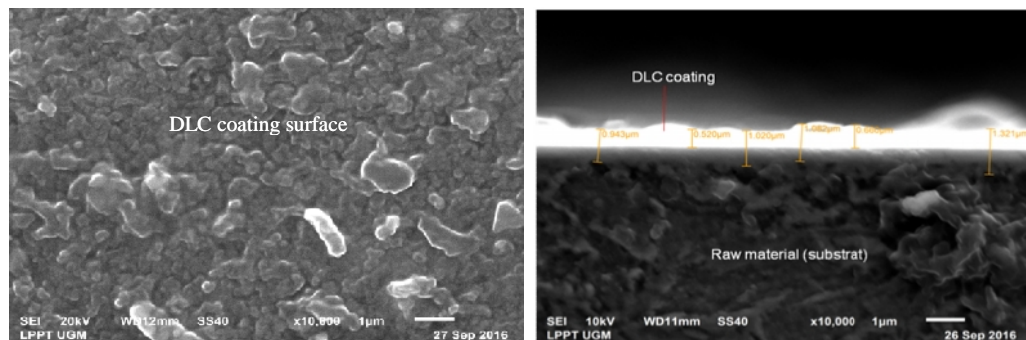
Hasil pengamatan SEM dari lapisan DLC untuk tekanan $p = 1,2; 1,4; 1,6$ mbar dengan lama pelapisan $t = 4$ jam secara berurutan diperlihatkan pada Gambar 9, 10, 11.



Gambar 9. Hasil pengamatan SEM dari lapisan DLC untuk $p = 1,2$ mbar dan lama pelapisan $t = 4$ jam



Gambar 10. Hasil pengamatan SEM dari lapisan DLC untuk $p = 1,4$ mbar dan lama pelapisan $t = 4$ jam



Gambar 11. Hasil pengamatan SEM dari lapisan DLC untuk $p = 1,6$ mbar dan lama pelapisan $t = 4$ jam

Hasil pengamatan SEM di atas menginformasikan bahwa lapisan DLC dengan tekanan $p = 1,2; 1,6$ mbar menghasilkan / menampilkan butiran-butiran agak bulat, sementara lapisan DLC dengan tekanan $p = 1,4$ mbar memiliki permukaan lebih halus (dengan kekesaran permukaan R_a lebih kecil, seperti terlihat pada Gambar 8).

Hasil pengamatan komposisi kimia dari *raw material* HQ 805 dengan EDS ditunjukkan pada Gambar 12.



Unsur	Mass [%]	Atomic [%]
C	10,73	35,76
Si	0,4	0,58
Cr	1,82	1,40
Mn	0,45	0,33
Fe	85,10	61,01
Ni	1,15	0,79
Mo	0,34	0,14
Total	100	100

Gambar 12. Hasil pengamatan EDS dari *raw material* HQ 805

Tabel 2 memperlihatkan komposisi kimia dengan alat EDS dari lapisan DLC dengan tekanan pelapisan $p = 1,2; 1,4$ dan $1,6$ mbar dan lama pelapisan $t = 4$ jam.

Tabel 2. Hasil uji komposisi kimia dengan EDS dari lapisan DLC pada tekanan $p = 1,2; 1,4; 1,6$ mbar dengan lama pelapisan 4 jam

a. $p = 1,2$ mbar & $t = 4$ jam			b. $p = 1,4$ mbar & $t = 4$ jam		
Unsur	Mass [%]	Atomic [%]	Unsur	Mass [%]	Atomic [%]
C	31,51	63,66	C	17,62	49,84
O	6,91	10,48	Cr	1,43	0,93
Cr	1,29	0,60	Mn	0,69	0,43
Mn	0,41	0,18	Fe	79,22	49,19
Fe	53,59	23,29	Ni	1,04	0,60
Ni	0,79	0,33	Total	100	100
Zr	5,51	1,47			
Total	100	100			

c. $p = 1,6$ mbar & $t = 4$ jam		
Unsur	Mass [%]	Atomic [%]
C	30,17	61,12
O	8,90	13,53
Cr	1,10	0,51
Mn	0,46	0,21
Fe	50,89	22,17
Ni	0,59	0,24
Zr	7,70	2,05
Si	0,19	0,17
Total	100	100

Hasil uji EDS ini memperlihatkan bahwa kandungan karbon (C) pada permukaan mengalami kenaikan. Kenaikan unsur karbon ini menyebabkan kekerasan meningkat (Gambar 7).

Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang dicapai dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. *Raw material* HQ 805 mempunyai **kekuatan fatik** sekitar 425 MPa. Tekanan dan lama proses pelapisan DLC mempengaruhi ketahanan fatik material HQ 805. Kekuatan fatik lapisan DLC lebih tinggi dari kekuatan fatik raw material HQ 805 terjadi pada kondisi $p = 1,2; 1,4$ mbar dengan $t = 4$ jam, dan pada kondisi $p = 1,6$ mbar dengan $t = 6$ jam. Kekuatan fatik tertinggi dicapai pada kondisi adalah $p = 1,6$ mbar dengan $t = 6$ jam.
2. Lama pelapisan DLC dapat meningkatkan **kekerasan** permukaan material. Nilai kekerasan permukaan lapisan DLC menunjukkan penurunan setelah nilai kekerasan optimum permukaan DLC dicapai. Kekerasan tertinggi (optimum) sekitar 665 VHN dihasilkan oleh lapisan DLC dengan tekanan $p = 1,4$ mbar dan lama pelapisan $t = 4$ jam.
3. Proses pelapisan DLC menambah unsur karbon (C) secara signifikan pada permukaan bahan HQ 805 yang memodifikasi sifat-sifat permukaan tersebut.

Ucapan Terimakasih

Penelitian ini dibiayai oleh Direktorat Riset dan Pengabdian Masyarakat, Direktorat Jenderal Penguatan Riset dan Pengembangan, Kementerian Riset, Teknologi dan Pendidikan Tinggi dengan kontrak No. 015 / SP2H / LT / DRPM / II / 2016 tertanggal 17 Februari 2016. Kami mengucapkan banyak terimakasih kepada Bapak Pimpinan Kementerian Riset, Teknologi dan Pendidikan Tinggi yang telah membiayai penelitian ini sehingga penelitian ini dapat terlaksana dengan baik.

Daftar Pustaka

- Anhar, W., 2014, *Optimasi parameter proses pelapisan Diamond-Like Carbon terhadap kekerasan, keausan dan korosi pada baja AISI 410*, Thesis Pascasarjana UGM.
- Du, D., Liu, D., Ye, Z., Zhang, X., Li, B., Zhou, Z., Yu, L., 2014, Fretting wear and fretting fatigue behaviors of diamond-like carbon and graphite-like carbon films deposited on Ti-6Al-4V alloy, *Applied Surface Science* 313, pp. 462–469.

- Fujimoto, S., Ohtake, N., Takai, O., 2011, "Mechanical properties of silicon-doped diamond-like carbon films prepared by pulse-plasma chemical vapor deposition", *Surface and coatings Technology*, Vol. 206, pp. 1011-1015.
- Kakiuchi, T., Uematsu, Y., Teratani, T., Harada, Y., 2011, "Effect of Film Elastic Modulus on Fatigue Behaviour of DLC Coated Wrought Magnesium Alloy AZ61", *Procedia Engineering 10*, pp. 1087–1090.
- Morita, T., Hirano, Y., Asakura, K., Kumakiri, T., Ikenaga, M., Kagaya, C., 2012 "Effects of plasma carburizing and DLC coating on friction-wear characteristics, mechanical properties and fatigue strength of stainless steel", *Materials Science & Engineering A 558* pp. 349–355.
- Okada, H., Uematsu, Y., Tokaji, K., 2010, "Fatigue behaviour in AZ80A magnesium alloy with DLC/thermally splayed WC-12Co hybrid coating", *Procedia Engineering 2*, pp. 283-290.
- Purnama, E., Santjojo, D. H., Masruroh, 2013, "Studi Pengaruh Penambahan PVAc (Polyvinyl Acetate) dan Ukuran Butir Terhadap Kuat Tekan Bahan Target Karbon untuk Deposisi Lapisan Tipis Diamond-Like Carbon (DLC)", *Physics Student Journal* Vol. 1 No. 1.
- Uematsu, Y., Kakiuchi, T., Teratani, T., Harada, Y., Tokaji, K., 2011, "Improvement of corrosion fatigue strength of magnesium alloy by multilayer diamond-like carbon coatings", *Surface & Coatings Technology 205*, pp. 2778–2784.
- Vaghri, E., Khalaj, Z., Ghoranneviss. M., Borghei, M., 2011, "Characterization of Diamond-Like Carbon Films Synthesized by DC Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition", *Journal Fusion Energy*, 30:447–452.