

PROSEDUR PENGUKURAN KEKERASAN YANG BENAR PADA NANOKOMPOSIT nc-TiN/a-Si₃N₄

Keba Moto

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Indonesia, Depok, 16424 Jawa Barat

E-mail:kebamoto@fisika.ui.ac.id

Abstrak

Kekerasan nanokomposit nc-TiN/a-Si₃N₄ yang diperoleh dengan dengan dua metode pengukuran yaitu pengukuran kedalaman indentor dan pengukuran luas bekas indentasi yang diperbesar dengan SEM (*Scanning Electron Microscope*) memberikan hasil yang sama. Nilai kekerasan yang diperoleh tidak dipengaruhi oleh biaksial dan residual kompresif stress. Pengukuran biaksial stress pada substrat menghasilkan nilai yang sangat kecil dan perlakuan termal menunjukkan kekerasan yang tetap dengan ukuran butir yang tetap. Kekerasan yang diperoleh diyakini sebagai nilai kekerasan yang intrinsik yang tergantung pada sifat mikrostrukturnya.

Abstract

Hardness of nc-TiN/a-Si₃N₄ nanocomposites which was determined by using two methods of measurements i. e. depth sensing method and remaining plastic indentation area that were magnified by using SEM (*Scanning Electron Microscope*) lie in the good agreement. The hardness value is not influenced by the biaxial and residual compressive stress. The measurement of the biaxial stress on the substrate shows a very small value of biaxial stress as well as the constant hardness and crystallite size against annealing temperature. Therefore, the reported hardness value here is the intrinsic value that depend on its microstructure properties.

Keywords: Nanokomposit, hardness, nanokomposit

Pendahuluan

Kekerasan material didefinisikan sebagai besarnya perlawanan suatu material terhadap gaya deformasi dari luar[1]. Secara teoritis, kekerasan didefinisikan pula sebagai resistansi suatu material melawan gaya tekan yang isostatik. Dengan defenisi ini maka kekerasan berbanding lurus dengan *modulus bulk*-nya, B yang didefinisikan sebagai [2-3]:

$$B = -\left(\frac{d(V/V_0)}{dP}\right)^{-1} = V_{mole} \frac{\delta^2 U_C}{\delta V^2}$$

Namun demikian, dalam praktek, pengukuran kekerasan ini sangat teknis sehingga menyebabkan banyak data kekerasan dari material yang sama dilaporkan secara berbeda-beda dari literatur ke literatur. Sebagai contoh, kekerasan TiN dilaporkan sangat bervariasi tergantung metode pembuatannya dari yang paling rendah 2-3 Gpa [4], sampai suatu harga yang sesuai dengan TiN stoikometri antara 20 GPa [5-6] dan 25 GPa [7]. Untuk macam-macam teknik PVD (*Physical Vapour*

Deposition) dilaporkan suatu nilai yang tidak realistis yaitu 35 GPa untuk plasma CVD (*Chemical Vapour Deposition*) [8] dan 70 – 80 GPa untuk teknik *reactive sputtering* [9-10]. Nilai kekerasan yang sangat rendah berkenaan dengan kesoikometri yang rendah atau morfologi yang jelek dan kandungan klor yang tinggi. Sebaliknya nilai kekerasan yang tinggi 25 GPa berkenaan dengan stress kompresif yang tinggi atau artefak dalam pengukuran.

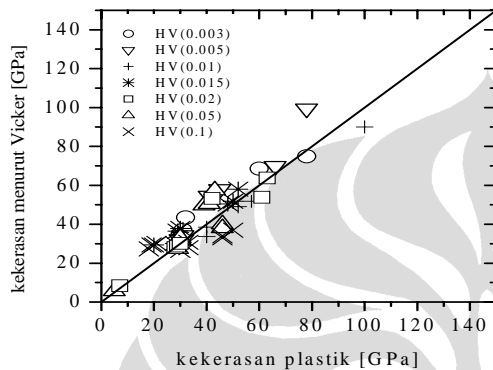
Berdasarkan kenyataan ini maka dalam paper ini akan ditunjukkan bagaimana melakukan serangkaian pengukuran/analisis untuk mengkaji apakah nilai kekerasan suatu material yang diperoleh adalah betul-betul berasal dari kontribusi mikrostruktur yaitu sifat intrinsik dari material tersebut dan bukan karena kontribusi *residual stress*, *biaxial stress* dan kesalahan pengukuran lainnya.

Eksperimental

Lapisan tipis nc-TiN/a-Si₃N₄ dibuat dengan teknik plasma CVD dengan parameter deposisi, laju aliran gas

dan jalannya percobaan dapat diacu pada publikasi terdahulu [11-12].

Pengukuran kekerasan dilakukan dengan *indentometer Fischerscope 100*, serta dengan bantuan SEM untuk perhitungan kekerasan berdasarkan bekas indentasi. Untuk proses anil dilakukan dalam atmosfer *gas forming* dan ukuran butir kristal TiN ditentukan dengan bantuan XRD [12].



Gbr.1: Perbandingan hasil pengukuran kekerasan Vickers metode klasik (bekas indentasi) dengan metode kedalaman indenter yang diperoleh dari komputer.

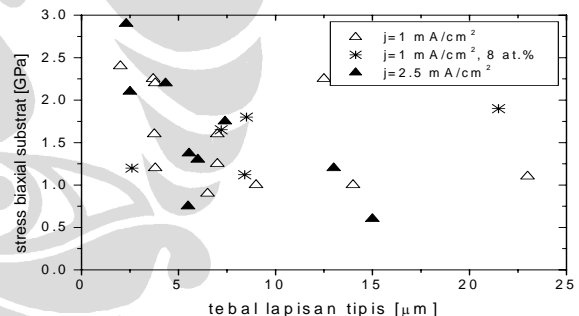
Hasil dan Pembahasan

Kekerasan nanokomposit $nc\text{-TiN/a-Si}_3\text{N}_4$ ini telah menyamai dan bahkan melampaui intan [11-14]. Gambar 1 menyatakan perbandingan antara nilai kekerasan yang diukur dengan *Fischerscope 100* (metode kedalaman indenter) dengan metode klasik yaitu dari luas bekas indentasi yang diperbesar dengan bantuan SEM. Tampak bahwa hasil dari kedua pengukuran ini sangat mirip dengan perbedaan yang sangat kecil sekali sehingga dapat diabaikan. Perbedaan ini muncul karena adanya fenomena *pile-up* dan *sink in* pada sudut-sudut bekas indentasi sehingga mengurangi atau menaikkan nilai kekerasan yang dihitung berdasarkan bekas indentasi tersebut. Keesuaian nilai kekerasan ini juga disebabkan oleh adanya fenomena di mana hanya kedalaman bekas indentasi yang mengalami pemulihan akibat elastisitas bahan ketika indenter diangkat, tetapi tetap mempertahankan luas permukaan bekas indentasi. Fenomena ini sudah diamati oleh Tuck et al. [15] untuk beberapa jenis bahan. Adapun bekas indentasi telah banyak ditunjukkan pada publikasi-publikasi kami terdahulu antara lain [11]. Dari pengukuran diagonal maka luas dapat dihitung yang selanjutnya kekerasan dapat dihitung pula.

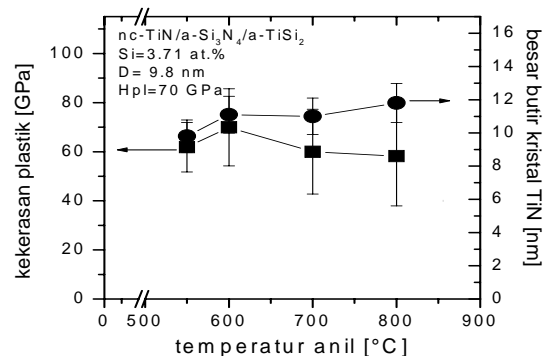
Gambar 2 menunjukkan bahwa stress biaksial pada substrat akibat ketebalan lapisan tipis yang diukur dari ketebalan yang berbeda-beda sangat kecil sekali (<3 GPa) sehingga pengaruhnya terhadap nilai kekerasan

yang kenyataannya tinggi sekali (40 sampai 80 GPa) dapat diabaikan. Pengukuran *biaxial stress* ini diukur dari kelengkungan substrat baja setelah dideposisikan lapisan tipis dengan ketebalan tertentu di atasnya. Jika biaksial stress ini sangat tinggi maka kelengkungan substrat baja ini dapat diamati (bahkan) dengan mata telanjang. Kenyataan ini sangat berbeda dengan lapisan tipis ZrN/Ni yang dideposisikan dengan teknik *reactive sputtering* [16]. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa kekerasan yang tinggi dari nanokomposit ini tidak dipengaruhi oleh *biaxial stress* dari substrat.

Gambar 3 menunjukkan bahwa baik kekerasan maupun ukuran butir kristal TiN tidak mengalami perubahan terhadap kenaikan temperatur anil. Hal ini disebabkan karena sangat rendahnya *residual stress* dalam lapisan tipis nanokomposit tersebut. Andaikata *residual stress* di dalamnya relatif tinggi maka setelah sampel ini dianil, *stress* tersebut akan mengalami proses relaksasi yang dapat diamati dari pertumbuhan kristal (rekristalisasi) dan akibatnya kekerasan akan berkurang akibat proses anil. Karena kenyataannya efek demikian tidak diamati dalam nanokomposit ini maka jelaslah bahwa nilai pengukuran kekerasan yang diperoleh dalam penelitian ini berasal dari sifat mikrostruktur dari nanokomposit ini. Penjelasan untuk ini telah banyak dipublikasikan dalam paper-paper kami terdahulu antara lain [11-14].



Gbr. 2: Pengukuran biaksial stress terhadap variasi ketebalan lapisan tipis.



Gbr. 3: Pengukuran kekerasan plastik dan ukuran butir kristal TiN terhadap kenaikan temperatur anil.

Kesimpulan

Dari pembahasan di atas dapat disimpulkan bahwa kekerasan yang diukur dan dilaporkan dalam penelitian ini adalah kekerasan intrinsik dari nanokomposit nc-TiN/a-Si₃N₄. Hasil pengukuran ini tidak dipengaruhi oleh *biaxial stress* dan juga *residual stress* dalam nanokomposit tersebut. Hal ini didukung oleh hasil pengukuran yang menunjukkan bahwa *biaxial stress* sangat kecil dan perlakuan termal tidak menampakkan fenomena rekristalisasi dalam nanokomposit tersebut.

Daftar Acuan

- [1] Ch.-M. Sung, M. Sung, *Materials Chemistry and Physics* 43 (1996) 1.
- [2] R.W. Hertzberg, *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials*, 3rd. ed., Wiley, New York, 1989.
- [3] M.L. Cohen, *Phys. Rev. B* 32 (1985) 1988.
- [4] H. Randhawa, P.C. Johnson, R. Cunningham, *J. Vac. Sci. Technol. A* 6 (1988) 2136.
- [5] T. Arai, H. Fujita, K. Oguri, *Thin Solid Films* 165 (1988) 139.
- [6] S. Seal, H. Underwood, M. Uda, H. Osawa, A. Kanai, T.L. Barr, E. Benko, A. Krauss, R.C.C. Perera, *J. Vac. Sci. Technol. A* 16 (1998) 1901.
- [7] W.D. Sproul, R. Rothstein, *Thin Solid Films* 126 (1985) 257.
- [8] J. Laimer, H. Störi, P. Rödhammer, *J. Vac. Sci. Technol. A* 7 (1989) 2952.
- [9] J. Musil, S. Kadlec, J. Vyskocil, V. Valvoda, *Thin Solid Films* 167 (1988) 107.
- [10] V. Valvoda, R. Cerny, R. Kuzel, J. Musil, V. Poulek, *Thin Solid Films* 158 (1988) 107.
- [11] S. Veprek, A. Niederhofer, K. Moto, T. Bolom, H.-D. Männling, P. Nesladek, G. Dollinger, A. Bergmaier, *Surf. Coat. Technol.* 133/134 (2000) 152.
- [12] K. Moto, Ph.D. Thesis, Technical University Munich, Germany, 2001.
- [13] S. Veprek, A. Niederhofer, K. Moto, P. Nesladek, P. Holubar, *Proceedings of Asian Industrial Technology Congress*, Hongkong, 1999.
- [14] S. Veprek, A.S. Argon, *Surf. Coat. Technol.* (to be published).
- [15] J.R. Tuck, A.M. Korsunsky, S.J. Bull, R.I. Davidson, *Surf. Sci. Technol.* 137 (2001) 217.
- [16] P. Karvancova, H.D. Männling, Ch. Eggs, S. Veprek, *Programme Book ICMTF*, San Diego, 2001 (Abstract No.800).