

DOI: doi.org/10.21009/03.SNF2019.02.PA.05

# PENGARUH TEMPERATUR TERHADAP PEMBENTUKAN LAPISAN KOMPOSIT Ni- TiN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> DENGAN MENGGUNAKAN METODE ELEKTRODEPOSISI

Leli Kusumawati<sup>a)</sup>, Esmar Budi<sup>b)</sup>, Iwan Sugihartono<sup>c)</sup>

*Program Studi Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri  
Jakarta, Jl. Rawamangun Muka, Jakarta 13220*

Email: <sup>a)</sup>leli\_kusumawati@yahoo.com, <sup>b)</sup>esmarbudi@unj.ac.id, <sup>c)</sup>isugihar@hotmail.com

## Abstrak

Pada peralatan mesin khususnya yang menggunakan operasi kecepatan tinggi, dibutuhkan material yang mempunyai ketahanan terhadap korosi dan aus yang baik serta tingkat kekerasan yang tinggi. Salah satu material yang mempunyai kekerasan tinggi adalah logam. Namun penggunaan logam dapat menimbulkan permasalahan seperti korosi dan aus. Oleh karena itu, untuk meningkatkan sifat ketahanan korosi dan aus pada logam serta meningkatkan sifat mekanik logam yaitu dengan pelapisan komposit. Pembentukan lapisan komposit Ni-TiN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> telah dilakukan untuk mengkaji pengaruh temperatur terhadap morfologi permukaan lapisan komposit Ni-TiN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> yang telah terbentuk. Proses pelapisan dilakukan menggunakan metode elektrodeposisi selama 15 menit dengan arus sebesar 5 mA. Larutan elektrolit yang digunakan terdiri dari NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O 0,17 M, Ni<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O 0,38 M, TiN 6 g/L, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 0,6 g/L, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 40 g/L, *Sodium Dodecyl Sulfate* (SDS) 0,6 g/L. Variasi temperatur yang digunakan yaitu 35°C, 40°C dan 45°C. Elektroda yang digunakan yaitu Pt sebagai elektroda pendukung, AgCl sebagai elektroda pembanding dan Tungsten Karbida (WC) sebagai elektroda kerja. Berdasarkan pengujian karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) pada temperatur 40°C menunjukkan morfologi permukaan lapisan yang lebih baik karena sedikit berpori dan aglomerat yang terbentuk lebih sedikit.

**Kata-kata kunci:** Lapisan komposit Ni-TiN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, Elektrodeposisi, Morfologi permukaan, Temperatur.

## Abstract

In machine tools especially that use high-speed operation, we need materials that have good corrosion and wear resistance and a high level of hardness. One material that has a high hardness is metal. However, the use of metals can cause problems such as corrosion and wear. Therefore, to improve the corrosion and wear resistance properties of metals as well as to improve the mechanical properties of metals using composites coatings. Ni-TiN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> composite layer was successfully electrodeposited to investigate temperature effect on the surface morphology of the formed Ni-TiN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> composite layer. The composite layer used electrodeposition method for 15 minutes with a current of 5 mA. The electrolyte solution used consisted of NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O 0,17 M, Ni<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O 0,38 M, TiN 6 g/L, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 0,6 g/L, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 40 g/L, *Sodium Dodecyl Sulfate* (SDS) 0,6 g/L. The variations of temperature used are 35°C, 40°C and 45°C. The electrode used is Pt as the counter electrode, AgCl as the reference electrode and Tungsten Carbide (WC) as the working electrode. Based on the characterization test using *Scanning Electron Microscopy* (SEM) at a temperature of

40°C, the surface morphology of the layer was better because there were fewer porous and fewer agglomerates formed.

**Keywords:** Ni-TiN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> composite layer, electrodeposition, surface morphology, temperature.

## PENDAHULUAN

Logam merupakan salah satu material yang paling banyak dimanfaatkan dalam kehidupan sehari-hari dibandingkan dengan material lain, karena logam mempunyai kelebihan tersendiri salah satunya sifat kekerasan yang tinggi. Namun penggunaan logam dapat menimbulkan beberapa permasalahan seperti korosi dan aus. Untuk meningkatkan ketahanan logam dari korosi dan aus serta meningkatkan sifat mekanik logam adalah dengan menggunakan salah satu teknik material yang sedang dikembangkan yaitu dengan pelapisan komposit [1]. Pelapisan komposit sangat berguna untuk aplikasi teknik, seperti pada peralatan mesin dengan operasi kecepatan tinggi (pegeboran, pemotongan dan penggilingan) pada temperatur tinggi [2].

Pelapisan dapat dilakukan dengan berbagai metode yaitu *Electrodeposition* [3], *Evaporation*[4], *Sputtering*[5], *Arc Ion Plating*[6], *Physical Vapour Deposition* (PVD) [7] dan *Chemical Vapor Deposition* (CVD) [8]. Metode pelapisan elektrodeposisi mempunyai sejumlah keunggulan dibandingkan dengan metode pelapisan lainnya yaitu proses biaya yang rendah, lapisannya lebih merata, daya rekatnya lebih baik, proses pelapisan listriknya tidak membutuhkan tegangan terlalu tinggi, dapat meningkatkan ketahanan korosi dan membuat tampilan strukturnya cerah/mengkilap sehingga menarik serta kualitasnya meningkat [1]. Elektrodeposisi adalah teknik pelapisan dengan menggunakan prinsip elektrolisis [9]. Teknik pelapisan ini digunakan untuk mendeposisikan partikel berukuran mikro atau sub-mikro pada matrik logam atau bukan logam [10]. Lapisan yang dihasilkan dengan menggunakan metode elektrodeposisi dipengaruhi oleh beberapa parameter yaitu temperatur, rapat arus, konsentrasi larutan, laju pengadukan dan keasaman larutan (pH) [11].

Pada metode elektrodeposisi, Nikel merupakan bahan yang sering digunakan sebagai matriks logam karena Nikel memiliki daya hantar listrik dan termal yang baik, keuletan yang baik, kekuatan dan kekerasan sedang [12]. Selain itu Nikel juga mempunyai ketahanan korosi yang baik sehingga pelapisan Nikel dapat menurunkan laju korosi pada logam [13]. Namun sifat Nikel yang lunak khususnya pada suhu tinggi, dapat mengurangi sifat ketahanan aus dan korosi [14]. Untuk mempertahankan sifat ketahanan aus dan korosi nikel khususnya pada suhu tinggi, dapat ditambahkan senyawa keras partikel nitrida ke dalam lapisan Nikel. Beberapa senyawa keras partikel nitrida yang sering digunakan yaitu TiN [2], Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> [15], AlN [16] dan ZrN [17].

TiN (Titanium Nitrida) merupakan material pelapis yang sering diaplikasikan dalam industri alat untuk permesinan dan pengeboran logam. Hal ini dikarenakan TiN memiliki tingkat kekerasan yang tinggi (kekerasan mikro 21 GPa), konduktivitas listrik dan termal yang baik [2], titik lebur tinggi (2927°C) [18], serta ketahanan aus dan korosi yang baik [19]. Oleh karena itu, partikel TiN sering digunakan sebagai partikel penguat dalam pelapisan komposit matriks nikel. Dalam pembuatan lapisan komposit juga sering dikombinasikan dengan bahan penguat, seperti partikel Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.

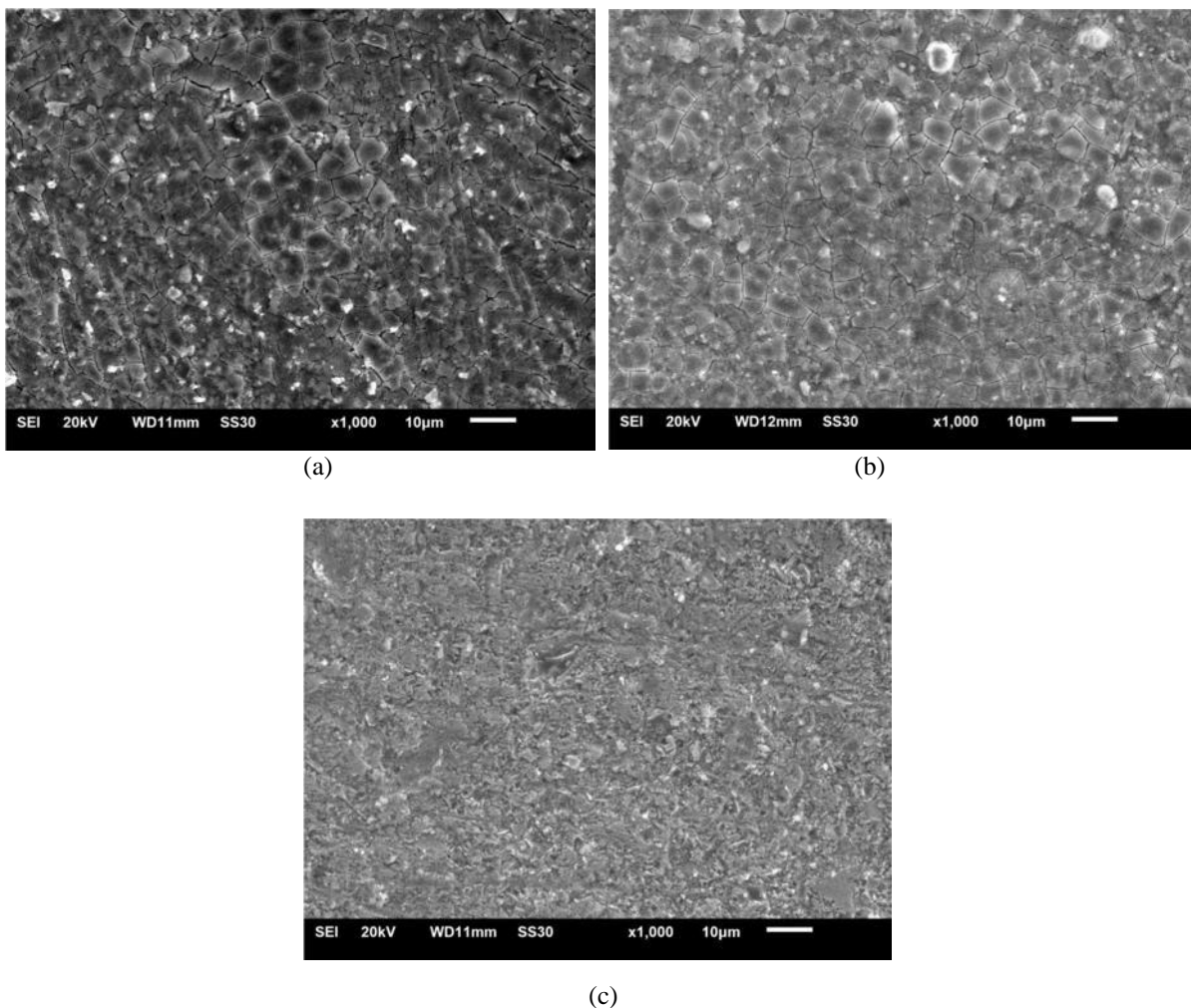
Silikon Nitrida (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) merupakan partikel keramik keras yang memiliki sifat mekanik dan termal yang baik, meliputi kekuatan, ketangguhan, ketahanan panas, ketahanan korosi dan kekerasan yang tinggi [20]. Selain itu, Silikon Nitrida (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) juga memiliki ketahanan aus yang baik [21].

Berdasarkan pemaparan di atas, penelitian ini dilakukan dengan variasi temperatur sebesar 35°C, 40°C dan 45°C pada lapisan Ni-TiN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> di atas permukaan substrat Tungsten Karbida dengan metode elektrodeposisi. Pada penelitian ini pengujian morfologi permukaan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui pengaruh temperatur terhadap morfologi permukaan lapisan Ni-TiN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.

## METODE

Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah elektrodeposisi. Sebelum melakukan proses elektrodeposisi, substrat Tungsten Karbida (WC) diampelas terlebih dahulu menggunakan kertas amplas dari 400<sup>#</sup> sampai 1500<sup>#</sup>. Substrat yang sudah diampelas dibersihkan menggunakan sabun, kemudian di bilas dengan alkohol dan aquades menggunakan *ultrasonic cleaner* lalu dikeringkan. Larutan elektrolit yang digunakan terdiri dari  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  0,17 M,  $\text{Ni}_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  0,38 M, TiN 6 g/L,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  0,6 g/L,  $\text{H}_3\text{BO}_3$  40 g/L, *Sodium Dodecyl Sulfate* (SDS) 0,6 g/L. Seluruh bahan dicampur dengan aquades sebanyak 5 ml kemudian diaduk selama 24 jam. Pelapisan dilakukan selama 15 menit menggunakan arus sebesar 5 mA. Pada saat proses elektrodeposisi, variasi temperatur yang digunakan yaitu 35°C, 40°C dan 45°C. Sistem elektroda yang digunakan terdiri dari Platina (Pt) sebagai elektroda pendukung, AgCl sebagai elektroda pembanding dan Tungsten Karbida (WC) sebagai elektroda kerja. Morfologi permukaan lapisan dikarakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) JEOL-JED 2300 (tegangan 20 kV) dengan perbesaran 1000x.

## HASIL DAN PEMBAHASAN



**GAMBAR 1.** Hasil SEM Morfologi Lapisan Ni-TiN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> dengan variasi temperatur (a) 35°C, (b) 40°C dan (c) 45°C

Gambar 1 menunjukkan morfologi permukaan substrat Tungsten Karbida sudah terlapisi dengan lapisan Ni-TiN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Morfologi permukaan lapisan yang dihasilkan relatif berpori. Adanya pori disebabkan lapisan di atas permukaan substrat tidak merata dengan sempurna. Saat temperatur 35°C, permukaan lapisan cenderung berpori dan terdapat aglomerat berukuran kecil hampir di seluruh permukaan. Saat temperatur 40°C, morfologi permukaan lapisan sedikit berpori dan aglomerat yang terbentuk lebih sedikit dibandingkan pada saat temperatur 35°C. Namun saat temperatur 45°C, morfologi lapisan yang terbentuk permukaannya kasar dan aglomerat tersebar hampir di seluruh permukaan lapisan.

Berdasarkan dari ketiga hasil karakterisasi morfologi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), morfologi lapisan Ni-TiN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> dengan temperatur 40°C memiliki morfologi lapisan yang lebih baik, karena sedikit berpori dan aglomerat yang terbentuk lebih sedikit. Hal ini dikarenakan saat peningkatan temperatur dari 35°C hingga 40°C gerakan molekul dalam larutan semakin cepat dan kekentalan larutan menurun sehingga meningkatkan stabilitas dan dispersi partikel pada larutan sehingga membuat ukuran butir menjadi lebih halus [3]. Namun saat temperatur 45°C, banyaknya atom hidrogen yang dihasilkan selama elektrodeposisi menyebabkan absorpsi partikel pada permukaan katoda terhambat sehingga ukuran butir menjadi kasar [22].

### SIMPULAN

Lapisan komposit Ni-TiN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> berhasil dibentuk di atas substrat Tungsten Karbida (WC) dengan menggunakan metode elektrodeposisi. Morfologi permukaan lapisan komposit Ni-TiN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> pada temperatur 40°C memiliki morfologi lapisan yang lebih baik karena sedikit berpori dan aglomerat yang terbentuk sedikit.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Laboratorium Fisika Material, Program Studi Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Jakarta.

### REFERENSI

- [1] E. B. and I. S. Muarief, "Sintesis Lapisan Tipis Komposit Ni-TiAlN Menggunakan Teknik Elektrodeposisi pada Berbagai Substrat," *Pros. Semin. Nas. Fis.*, vol. IV, 2015, pp. 81–84.
- [2] Veprek and S. Reiprich, "A Concept for The Design of Novel Superhard Coatings," vol. 268, 1995, pp. 64–71.
- [3] Z. H. U. Xu-bei, C. A. I. Chao, Z. Guo-qu, Z. Zhao, and L. I. Jin-feng, "Electrodeposition and corrosion behavior of nanostructured Ni-TiN composite films," *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 21, no. 10, 2011, pp. 2216–2224.
- [4] H. Ichimura, F. M. Rodriguez, and A. Rodrigo, "The composite and film hardness of TiN coatings prepared by cathodic arc evaporation," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 127, 2000, pp. 138–143.
- [5] J. C. Oliveira, A. Manaia, J. P. Dias, A. Cavaleiro, D. Teer, and S. Taylor, "Structure and mechanical properties of Ti – Al films deposited by magnetron sputtering," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 200, 2005, pp. 395–398.
- [6] M. Irie, H. Ohara, A. Nakayama, N. Kitagawa, and T. Nomura, "Deposition of Ni-TiN nano-composite films by cathodic arc ion-plating," *Nucl. Instruments Methods*, vol. 121, no. 96, 1997, pp. 133–136.
- [7] I. V Blinkov, A. O. Volkhonsky, D. S. Belov, V. I. Blinkov, E. A. Skryleva, and N. V Shvyndina, "Nanostructuring and Property Modification of Arc PVD TiN Coatings by Nickel," *Inorg. Mater.*, vol. 51, no. 2, 2015, pp. 122–123.

- [8] Aminah, "Penggunaan Ethylene Diamine Tetra Acetic Acid (EDTA) Dalam Lapisan Elektroplating Campuran Zn-Ni-Fe Pada Substrat Cu," 2011.
- [9] W. Agustin, P. Ambardi, and D. H. Prajitno, "Elektrodeposisi Lapisan Komposit Cu-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Dalam Larutan CuSO<sub>4</sub> Yang Didoping Partikel Nano Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>," *Mater. Sci.*, vol. 14, no. 4, 2013, pp. 272–276.
- [10] E. Budi, B. Ksatriotomo, A. Restu, A. L. Permatasari, I. Sugihartono, and A. S. Budi, "Analisis Korosi Pada Lapisan Tipis Komposit Nikel-Nitrida Hasil Elektrodeposisi," *J. Fis. dan Apl.*, vol. 16, no. 1, 2015, pp. 39–41.
- [11] M. Jiang, C. Ma, F. Xia, and Y. Zhang, "Application of artificial neural networks to predict the hardness of Ni–TiN nanocoatings fabricated by pulse electrodeposition," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 286, 2016, pp. 191–196.
- [12] Sutomo Senen and Rahmat, "Pengaruh arus dan waktu pada pelapisan nikel dengan elektroplating untuk bentuk plat," vol. 6, no. 2, 2010, pp. 11–20.
- [13] R. R. Saputra, S. Oediyani, Y. Lestari, and E. Mabururi, "Pengaruh Rapat Arus dan Waktu Pelapisan Nikel Pada AISI 410 dengan Metode Pulse Electrodeposition Terhadap Struktur Mikro dan Laju Korosi," *Mater. Metal.*, vol. 2, 2017, pp. 77–82.
- [14] E. Budi, B. Ksatriotomo, A. Restu et al. "Komposisi Dan Morfologi Permukaan Lapisan Komposit Ni-TiAlN Elektrodeposisi," *Pros. Bid. Fis.*, 2015, pp. 348–353.
- [15] M. A. Khazrayie and A. R. S. Aghdam, "Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/Ni nanocomposite formed by electroplating: Effect of average size of nanoparticulates," *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.)*, vol. 20, no. 6, 2010, pp. 1017–1023.
- [16] A. A. Aal, M. Bahgat, and M. Radwan, "Nanostructured Ni-AlN composite coatings," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 201, no. 6, 2006, pp. 2910–2918.
- [17] A. Erdemir, O. Levent Eryilmaz, M. Urgan, K. Kazmanli, N. Mehta, and B. Prorok, *Tribology of Nanostructured and Composite Coatings*. 2006.
- [18] M. A. M. Ibrahim, F. Kooli, and S. N. Alamri, "Electrodeposition and Characterization of Nickel-TiN Microcomposite Coatings," *Int. J. Electrochem. Sci.*, vol. 8, no. 11, 2013, pp. 12308–12320.
- [19] C. W. Kim and K. H. Kim, "Anti-oxidation Properties of TiAlN Film Prepared by Plasma-Assisted Chemical Vapor Deposition and Roles of Al," *Thin Solid Films*, vol. 307, 1997, pp. 113–119.
- [20] M. Matsuoka, J. Tatami, T. Wakihara, K. Komeya, and T. Meguro, "Improvement of strength of carbon nanotube-dispersed Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>ceramics by bead milling and adding lower-temperature sintering aids," *J. Asian Ceram. Soc.*, vol. 2, no. 3, 2014, pp. 199–203.
- [21] P. Sharma, S. Sharma, and D. Khanduja, "Production and some properties of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> reinforced aluminium alloy composites," *J. Asian Ceram. Soc.*, vol. 3, no. 3, 2015, pp. 352–359.
- [22] X. Qiao, H. Li, W. Zhao, and D. Li, "Effect of Deposition Temperature on Electrodeposition of Zinc-Nickel Alloy Coatings," *Electrochimica Acta*, 2013, pp. 771–777.

