

DOI: doi.org/10.21009/03.1101.FA14

# ANALISIS MORFOLOGI DAN KOMPOSISI LAPISAN KOMPOSIT NI-ALN DENGAN METODE ELEKTRODEPOSISI MENGGUNAKAN SCANNING ELECTRON MICROSCOPY-ENERGY DISPERSIVE SPECTROSCOPY (SEM-EDS)

Grace Natalia<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, Jalan Rawamangun Muka, Jakarta 13320, Indonesia*

Email: <sup>a)</sup>gracenatalia1112@gmail.com, <sup>b)</sup>esmarbudi@unj.ac.id, <sup>c)</sup>isugihar@hotmail.com

## Abstrak

Dalam tulisan ini, telah dilakukan pembentukan lapisan komposit Ni-AlN untuk mengkaji pengaruh variasi rapat arus terhadap morfologi permukaan dan komposisi lapisan. Proses pelapisan dilakukan dengan metode elektrodeposisi. Lapisan komposit Ni-AlN terbentuk pada substrat Tungsten Karbida (WC) dengan komposisi larutan elektrolit yang terdiri dari 0.17 M NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O, 0.38 M NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O, 0.49 M H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, 0.6 g/l *Sodium Dodecyl Sulfate* dan partikel serbuk penguat AlN sebesar 10 g/l. Elektrodeposisi pada substrat dilakukan selama 30 menit dan variasi rapat arus yang digunakan sebesar 0.4 mA/mm<sup>2</sup>, 0.6 mA/mm<sup>2</sup>, dan 0.8 mA/mm<sup>2</sup>. Lapisan komposit Ni-AlN dikarakterisasi dengan menggunakan SEM-EDS (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy*). Hasil menunjukkan bahwa morfologi permukaan dan komposisi lapisan komposit Ni-AlN dipengaruhi oleh rapat arus yang digunakan.

**Kata-kata kunci:** Elektrodeposisi, Rapat Arus, Lapisan Komposit Ni-AlN, Morfologi, Komposisi

## Abstract

In this paper, the coating process of the Ni-AlN composite coating has been carried out to study the effect of various current density on the surface morphology and composition of the coating. The coating process was conducted by the electrodeposition method. The Ni-AlN composite coating was formed on Tungsten Carbide substrate with the electrolyte solution consisting of 0.17 M NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O, 0.38 M NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O, 0.49 M H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, 0.6 g/l *Sodium Dodecyl Sulfate* and 10 g/l AlN reinforcing powder particles. The coating were electrodeposited on the substrate for 30 minutes and various electrodeposition current densities of 0.4 mA/mm<sup>2</sup>, 0.6 mA/mm<sup>2</sup>, and 0.8 mA/mm<sup>2</sup>. The Ni-AlN composite coating was characterized by using SEM-EDS (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy*). The results showed that the surface morphology and composition of the Ni-AlN composite coating were influenced by the current density used.

**Keywords:** Electrodeposition, Current Density, Ni-AlN Composite Coating, Morphology, Composition

## PENDAHULUAN

Elektrodeposisi merupakan sebuah teknik yang dapat digunakan untuk membuat lapisan komposit dengan berdasarkan elektrokimia [1]. Pelapisan dengan teknik ini umumnya dilakukan karena relatif mudah dioperasikan dan lebih terkontrol [2]. Selain mudah dioperasikan, pelapisan dengan teknik ini tak luput dari beberapa parameter penting yang akan menentukan kualitas dari lapisan komposit seperti rapat arus, konsentrasi partikel, suhu, pH, laju pengadukan, tingkat pH, dan sebagainya [3].

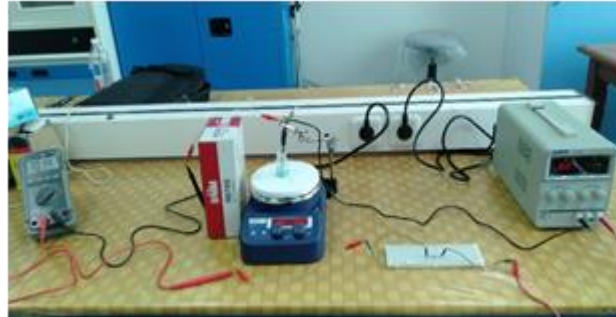
Lapisan komposit berbasis nikel yang terbentuk melalui elektrodeposisi telah banyak dilakukan karena menghasilkan sifat kombinasi yang unik seperti ketahanan aus, ketahanan korosi, dan ketebalan pelapisan yang seragam [4]. Logam nikel (Ni) beserta paduannya telah banyak diaplikasikan sebagai matriks logam dalam lapisan komposit karena dapat melindungi suatu material dari ancaman aus dan korosi [5]. Namun, sifat lunak yang dimiliki oleh nikel dapat berpotensi mengurangi sifat ketahanan aus dan korosinya. Oleh karena itu, dengan adanya penambahan senyawa aluminium nitrida, maka dapat meningkatkan sifat-sifat khusus dibandingkan dengan logam nikel murni [6]. Aluminium nitrida (AlN) merupakan bahan keramik yang sering digunakan dalam bahan dielektrik, optoelektrik, filter keramik dan banyak aplikasi lainnya. Partikel AlN yang ditambahkan ke pelapis berbasis nikel telah terbukti dapat meningkatkan sifat mekaniknya, seperti ketahanan aus, kekerasan mikro, dan ketahanan korosi [7].

Karakterisasi morfologi dan komposisi dari lapisan komposit Ni-AlN telah banyak dilakukan dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS) [8,9]. Karakterisasi morfologi dengan SEM merupakan teknik analisis yang dilakukan untuk mengetahui tekstur, ukuran, dan susunan partikel penyusun yang berada di permukaan lapisan. Teknik analisis ini digunakan untuk mengamati morfologi permukaan dalam skala mikro maupun nano pada suatu sampel. Sedangkan, karakterisasi EDS merupakan teknik analisis yang dilakukan untuk mengetahui informasi mengenai komposisi unsur yang terdapat pada suatu material [10].

Pada penelitian ini, telah dilakukan pembentukan lapisan komposit Ni-AlN dengan teknik elektrodeposisi pada variasi rapat arus sebesar 0.4 mA/mm<sup>2</sup>, 0.6 mA/mm<sup>2</sup>, dan 0.8 mA/mm<sup>2</sup>. Morfologi dan komposisi dari lapisan komposit Ni-AlN kemudian dianalisis dengan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS).

## METODOLOGI

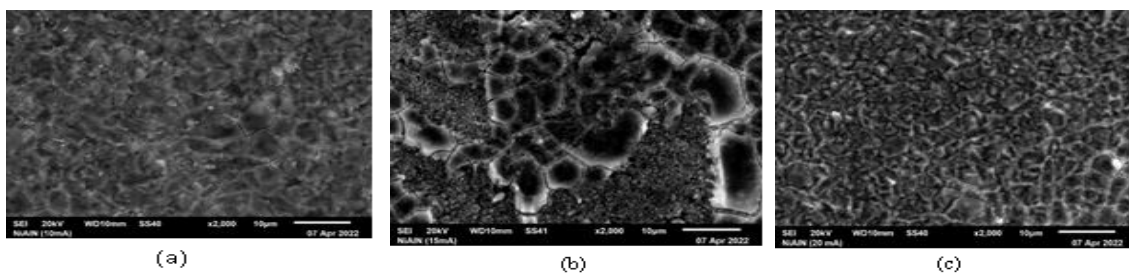
Penelitian ini dilakukan dengan metode eksperimen. Lapisan komposit Ni-AlN dibentuk dengan teknik elektrodeposisi pada plat Tungsten Karbida (WC) sebagai substrat. Sebelum dilakukan elektrodeposisi, permukaan plat substrat diampelas terlebih dahulu dengan amplas berukuran 3000 Mesh. Plat substrat tungsten karbida (WC) dicuci menggunakan sabun untuk menghilangkan kotoran. Kemudian plat substrat diultrasonikasi dengan *aquades* dan alkohol 96% selama 10 menit. Larutan elektrolit yang digunakan pada proses elektrodeposisi terdiri dari 10 g/l AlN, 0.17 M NiCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O, 0.38 M NiSO<sub>4</sub>·6H<sub>2</sub>O, 0.49 M H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, dan 0.6 g/l *Sodium Dodecyl Sulfate*. Bahan-bahan tersebut dicampur ke dalam botol larutan yang berisi 5 ml *aquabides* dan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 3 jam. Pelapisan dengan elektrodeposisi dilakukan pada variasi rapat arus 0.4 mA/mm<sup>2</sup>, 0.6 mA/mm<sup>2</sup>, dan 0.8 mA/mm<sup>2</sup> selama 30 menit. Pada eksperimen ini digunakan 2 buah elektroda yaitu plat tungsten karbida (WC) sebagai katoda dan Platina (Pt) sebagai anoda. Morfologi permukaan lapisan komposit Ni-AlN yang terbentuk kemudian dikarakterisasi dengan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS) JSM-6510 Series dengan perbesaran 2000x.



**GAMBAR 1.** Rangkaian saat elektrodeposisi

### HASIL DAN PEMBAHASAN

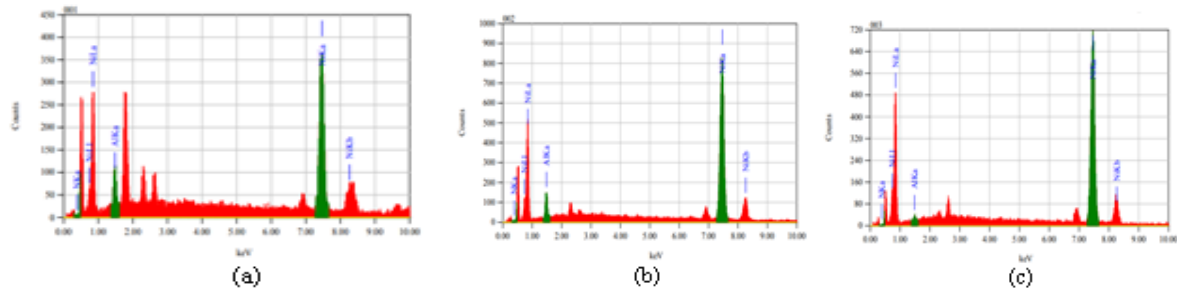
Pembentukan lapisan komposit Ni-AlN pada plat substrat Tungsten Karbida (WC) memiliki permukaan yang berbeda yang ditunjukkan pada GAMBAR 2 berikut.



**GAMBAR 2.** Analisis SEM morfologi permukaan lapisan komposit Ni-AlN dengan rapat arus (a)  $0.4 \text{ mA/mm}^2$  (b)  $0.6 \text{ mA/mm}^2$  (c)  $0.8 \text{ mA/mm}^2$

Pengujian sampel dengan SEM ditujukan untuk mengetahui informasi mengenai struktur permukaan, baik dari batas butir, pori, dan tekstur lapisan dari segi mikroskopik [11]. Gambar 2 di atas menunjukkan hasil SEM lapisan komposit Ni-AlN yang terbentuk pada substrat Tungsten Karbida (WC) dengan variasi rapat arus  $0.4 \text{ mA/mm}^2$ ,  $0.6 \text{ mA/mm}^2$ , dan  $0.8 \text{ mA/mm}^2$ . Informasi yang dapat diperoleh dari kondisi morfologi saat variasi rapat arus  $0.4 \text{ mA/mm}^2$  ditunjukkan dengan adanya retakan kecil di seluruh lapisan permukaan serta permukaan lapisan yang tampak halus. Hal ini disebabkan oleh penghalusan butir karena deposisi bersama partikel AlN dari lapisan komposit nikel yang bertindak sebagai lokasi nukleasi yang menghambat pertumbuhan butir [12]. Saat rapat arus meningkat dari  $0.4 \text{ mA/mm}^2$  ke  $0.6 \text{ mA/mm}^2$ , morfologi permukaan lapisan komposit terdapat retakan besar, berpori, dan muncul aglomerasi. Ketika rapat arus mencapai  $0.8 \text{ mA/mm}^2$ , terlihat bahwa retakan mulai berkurang, tetapi permukaan lapisan menjadi tampak kasar dan berpori yang ditandai dengan aglomerasi (butir-butir gumpalan) [2].

Seiring dengan meningkatnya rapat arus, morfologi lapisan permukaan komposit yang relatif halus berubah menjadi tampak kasar. Hasil analisis ini sesuai dengan penelitian terdahulu yang telah dilakukan [9,13,14]. Perubahan ini ditandai dengan berkurangnya retakan ketika rapat arus mencapai  $0.8 \text{ mA/mm}^2$  serta terdapat aglomerasi pada lapisan. Aglomerasi ini timbul karena pengendapan atau penggumpalan saat peningkatan rapat arus sehingga membentuk morfologi permukaan yang kasar. Selain itu, ada partikel nitrida yang mampu menggumpal dalam larutan elektrolit akibat energi permukaan partikel yang besar. Di sisi lain, hal tersebut juga menunjukkan peran distribusi partikel Al. Sehingga morfologi lapisan komposit pada rapat arus  $0.4 \text{ mA/mm}^2$  tampak lebih kompak dibandingkan lapisan pada rapat arus  $0.8 \text{ mA/mm}^2$  [6,15].



**GAMBAR 2.** Analisis EDS pada komposisi lapisan komposit Ni-AlN dengan variasi rapat arus (a) 0.4 mA/mm<sup>2</sup> (b) 0.6 mA/mm<sup>2</sup> (c) 0.8 mA/mm<sup>2</sup>

Pengaruh variasi rapat arus terhadap komposisi pada lapisan komposit Ni-AlN ditunjukkan pada GAMBAR 3. Berdasarkan hasil analisis EDS tersebut, komposisi partikel Al terbesar terjadi pada saat rapat arus 0.4 mA/mm<sup>2</sup>, kemudian komposisi unsur berkurang hingga rapat arus sebesar 0.8 mA/mm<sup>2</sup>. Saat rapat arus 0.4 mA/mm<sup>2</sup>, persentase komposisi unsur Al mencapai 10.13 at. %. Namun, saat rapat arus 0.6 mA/mm<sup>2</sup> hingga 0.8 mA/mm<sup>2</sup> masing-masing hanya 8.66 at. % dan 1.79 at. %. Unsur-unsur yang terdeteksi pada hasil EDS mengindikasikan bahwa partikel Al telah terdeposit dan tersebar secara homogen ke dalam matriks Ni. Penggabungan partikel ke dalam matriks juga bergantung terhadap kondisi elektrodeposisi. Terjadinya penurunan komposisi unsur dari partikel Al di dalam komposit selama peningkatan rapat arus disebabkan karena menyisipnya partikel ke dalam lapisan komposit [16]. Hal ini dapat dikaitkan dengan tiga mekanisme seperti *mechanical interlocking*, elektroforesis, dan adsorpsi partikel ke permukaan katoda oleh gaya tarik Van der Waals [17]. Selama proses *mechanical interlocking*, partikel yang melekat pada ion nikel bergerak menuju katoda karena peristiwa elektroforesis. Setelah semua partikel sampai pada permukaan katoda, maka terjadi adsorpsi yang menyebabkan tereduksinya ion nikel. Oleh karena itu, terjadilah enkapsulasi atau pengendapan partikel ke dalam matriks nikel [14].

## SIMPULAN

Morfologi dan komposisi lapisan komposit Ni-AlN yang terbentuk melalui elektrodeposisi bergantung kepada parameter rapat arus. Ketika rapat arus rendah, morfologi yang dihasilkan tampak halus namun disertai keberadaan retakan-retakan kecil di seluruh permukaan lapisan komposit. Sementara saat kondisi rapat arus tinggi, morfologi yang terbentuk tampak kasar disertai dengan munculnya aglomerasi. Hal ini disebabkan karena meningkatnya rapat arus elektrodeposisi dapat mengakibatkan penurunan komposisi partikel Al di dalam matriks nikel.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Dr. Esmar Budi, M.T dan Dr. Iwan Sugihartono, M.Si yang telah membimbing dan memberi arahan dalam penelitian ini, serta fasilitas pendukung dari Laboratorium Fisika Material, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Jakarta. Semoga jurnal penelitian ini dapat berguna dan bermanfaat bagi pembaca. Mohon maaf apabila terdapat kekurangan dan kesalahan dalam penulisan jurnal ini.

## REFERENSI

- [1] E. Budi *et al.*, "Crystal Structure and Corrosion of Electrodeposited Ni-TiAlN Composite Coatings," *Journal of Technology and Social Science (JTSS)*, vol. 1, pp. 54-61, 2017.
- [2] Z. Yang *et al.*, "Study on Characteristics and Microstructure of Ni-AlN Thin Coatings Prepared via Different Electrodeposition Techniques," *International Journal of Electrochemical Science*, vol. 17, pp. 1-12, 2022.

- [3] D. K. Rahman, E. Budi, H. Nasbey, "Kajian Pengaruh Variasi Temperatur Terhadap Struktur Kristal Berbagai Lapisan Komposit Nikel," in *Prosiding Seminar Nasional Fisika*, 2020.
- [4] C. Ma *et al.*, "Ultrasonic-assisted electrodeposition of Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposites at various ultrasonic powers," *Ceramics International*, pp. 1-9, 2019.
- [5] C. Raghavendra *et al.*, "A review on Ni based nano composite coatings," in *Materials Today: Proceedings*, vol. 39, pp. 6-16, 2020.
- [6] E. Budi *et al.*, "Komposisi Dan Morfologi Permukaan Lapisan Komposit Ni-TiAlN Elektrodeposisi," in *Prosiding Bidang Fisika*, Semirata 2015 Bidang MIPA BKS-PTN Barat, 2015
- [7] W. Li, Y. Zhu, F. Xia, "Microstructure and erosion characteristics of Ni-AlN thin films prepared by electrodeposition," *Science and Engineering of Composite Materials*, vol. 23, no. 4, pp. 395-400, 2016.
- [8] M. Alizadeh, A. Cheshmpish, "Electrodeposition of Ni-Mo/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nano-composite coatings at various deposition current densities," *Applied Surface Science*, vol. 466, pp. 433-440, 2019.
- [9] H. Maharana, B. Bishoyi, A. Basu, "Current density dependent microstructure and texture evolution and texture evolution related effects on properties of electrodeposited Ni-Al coating," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 787, pp. 483-494, 2019.
- [10] F. Hidayanti, A. A. Harnovan, "Application Of Scanning Electron Microscopy: A Review," *International Journal of Applied Science and Engineering Review*, vol. 1, no. 6, pp. 91-102, 2020.
- [11] A. Sujatno *et al.*, "Studi scanning electron microscopy (SEM) untuk karakterisasi proses oksidasi paduan zirkonium," *Jurnal Forum Nuklir (JFN)*, vol. 9, no. 2, pp. 44-50, 2015.
- [12] C. Ma *et al.*, "Jet pulse electrodeposition and characterization of Ni-AlN nanocoatings in presence of ultrasound," *Ceramics International*, vol. 44, no. 5, pp. 5163-5170, 2018.
- [13] G. Yasim *et al.*, "Exploring the Nickel-Graphene Nanocomposite Coatings for Superior Corrosion Resistance: Manipulating the Effect of Deposition Current Density on its Morphology, Mechanical Properties, and Erosion-Corrosion," *Advance Engineering Materials*, vol. 20, no. 7, 2018.
- [14] R. Mousavi, F. Deflorian, M. E. Bahrololoom, "Morphology, Hardness, and Wear Properties of Ni-Base Composite Coating Containing Al Particle," *Coatings*, vol. 10, no. 4, p. 346, 2020.
- [15] E. Budi *et al.*, "Structure and mechanical properties of electrodeposited Ni-AlN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> composite coating," *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 1317, no. 1, 2019.
- [16] K. Ali *et al.*, "Synthesis and Performance Evaluation of Pulse Electrodeposited Ni-AlN Nanocomposite Coatings," *Hindawi Scanning*, 2018.
- [17] A. B. Radwan, R. Shakoor, "Aluminum nitride (AlN) reinforced electrodeposited Ni-B nanocomposite coatings," *Ceramics International*, vol. 46, no. 7, p. 9863-9871, 2020.

