

DOI: doi.org/10.21009/03.1201.FA29

KARAKTERISASI MORFOLOGI DAN KOMPOSISI LAPISAN KOMPOSIT NI-TiN-ALN/Si₃N₄ DENGAN METODE ELEKTRODEPOSISI RAPAT ARUS PULSA

Alayya Binta Maulida^{a)}, Esmar Budi^{b)}, Teguh Budi Prayitno^{c)}

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

Email: ^{a)}alayyabintamaulida@gmail.com, ^{b)}esmarbudi@unj.ac.id, ^{c)}teguh-budi@unj.ac.id

Abstrak

Pelapisan logam banyak dilakukan oleh industrialis untuk menyesuaikan morfologi permukaan, kinerja keausan, daya rekat dan kekuatan bahan substrat tanpa mengubah sifat asli substrat. Pembentukan lapisan komposit Ni-TiN-ALN/Si₃N₄ pada Tungsten Karbida (WC) telah dilakukan untuk menganalisis pengaruh rapat arus pulsa sebesar 0,4 mA/mm² terhadap morfologi, komposisi, dan tebal lapisan komposit Ni-TiN-ALN/Si₃N₄. Pelapisan menggunakan metode elektrodeposisi pada suhu 40°C dengan laju pengadukan 600 rpm selama 30 menit. Komposisi yang digunakan adalah NiCl₂.6H₂O 0,17 M, Ni₂SO₄.6H₂O 0,38 M, TiN 6 g/L, ALN 6 g/L, Si₃N₄ 0,6 g/L, H₃BO₃ 0,49 M dan SDS (Sodium Dodecyl Sulfate) 0,6 g/L. Hasil penelitian menunjukkan adanya kandungan unsur logam Ni, Ti, Al, serta Si dengan tebal lapisan komposit yang terbentuk yaitu 1,121 µm. Pemindaian morfologi menunjukkan permukaan yang kasar serta terjadinya aglomerasi pada permukaan substrat.

Kata-kata kunci: lapisan komposit Ni-TiN-ALN/Si₃N₄, elektrodeposisi, rapat arus pulsa, morfologi permukaan.

Abstract

Metal coatings are widely used by industrialists to adjust the surface morphology, wear performance, adhesion and strength of the substrate material without changing the original properties of the substrate. The formation of the Ni-TiN-ALN/Si₃N₄ composite layer on Tungsten Carbide (WC) was carried out to analyze the effect of the pulse current density of 0,4 mA/mm² on the morphology, composition, and thickness of the Ni-TiN-ALN/Si₃N₄ composite layer. The coating was deposited using the electrodeposition technique at 40°C with a stirring rate of 600 rpm for 30 minutes. The compositions used NiCl₂.6H₂O 0,17 M, Ni₂SO₄.6H₂O 0,38 M, TiN 6 g/L, ALN 6 g/L, Si₃N₄ 0,6 g/L, H₃BO₃ 0,49 M and SDS (Sodium Dodecyl Sulfat) 0,6 g/L. The results showed the presence of metal elements Ni, Ti, Al, and Si with the thickness of the composite layer formed was 1.121 µm. Morphological scanning showed a rough surface as well as agglomeration on the surface of the substrate.

Keywords: Ni-TiN-ALN/Si₃N₄ composite layer, electrodeposition, pulse current density, surface morphology.

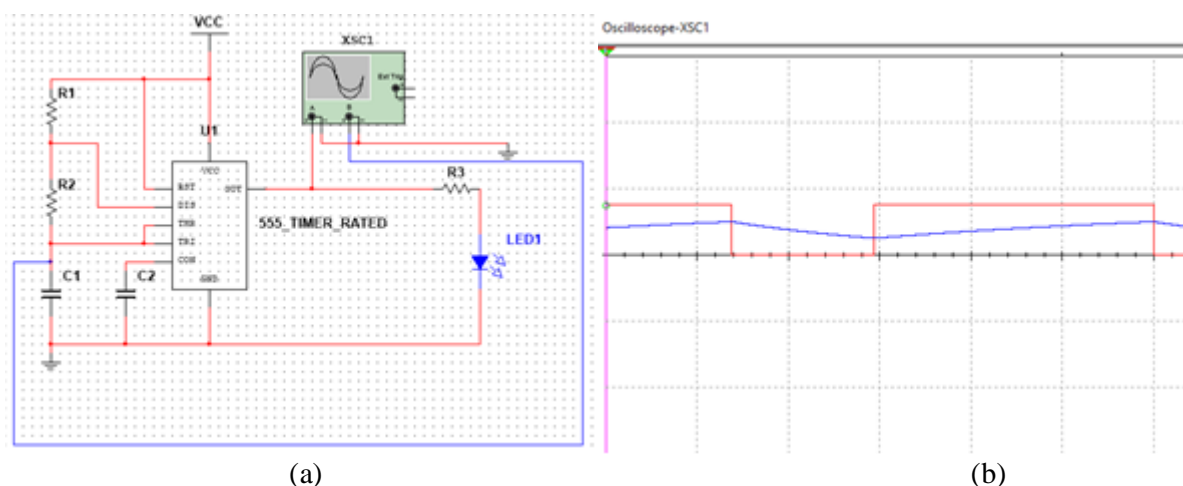
PENDAHULUAN

Produksi pelapis komposit dengan elektrodeposisi memiliki keunggulan proses sintesis dengan metode yang mudah dan hemat biaya untuk pelapisan paduan [1-3]. Berbagai parameter harus dioptimasi dalam elektrodeposisi untuk mencapai kualitas material yang baik di antaranya adalah kerapatan arus katoda. Kerapatan arus pengendapan mempengaruhi ketebalan logam yang tumbuh dalam proses elektrodeposisi [4-5]. Elektrodeposisi arus pulsa menunjukkan keunggulan yang nyata dibandingkan elektrodeposisi arus searah dalam kontrol ukuran butiran endapan, morfologi permukaan, dan orientasi yang lebih baik. Hal ini disebabkan kepadatan arus yang lebih tinggi pada elektrodeposisi arus pulsa menghasilkan peningkatan laju nukleasi yang mengarah pada pembentukan butir yang lebih halus [6]. Rapat arus pulsa dihasilkan melalui metode paling sederhana dan hemat ruang menggunakan rangkaian *astable* multivibrator menggunakan IC 555. IC 555 adalah IC dengan 8 pin yang menyediakan tugas pengaturan waktu di sirkuit elektronik [7-8]. IC 555 merupakan pengontrol yang sangat stabil dengan struktur output hingga 200mA. *Astable* merupakan keadaan tidak stabil yang menghasilkan bentuk gelombang persegi panjang [9]. Pada studi ini, Tungsten Karbida (WC) sebagai substrat yang akan dilapisi dengan lapisan komposit Ni-TiN-AlN/Si₃N₄ menggunakan metode elektrodeposisi dengan besar rapat arus pulsa 0,4 mA/mm². Lapisan komposit dianalisis menggunakan uji SEM-EDS untuk mengetahui struktur permukaan serta komposisi dari lapisan yang terbentuk.

METODOLOGI

Penelitian ini menggunakan substrat Tungsten Karbida (WC) sebagai elektroda kerja (katoda) dengan luas permukaan uji yaitu 25 mm² dan Platina (Pt) sebagai elektroda pembanding (anoda). Komposisi yang digunakan adalah 0,17 M NiCl₂(6H₂O), 0,38 M Ni₂SO₄(6H₂O), 6 g/L TiN, 6 g/L AlN, 0,6 g/L Si₃N₄, 0,49 M H₃BO₃ dan 0,6 g/L SDS (Sodium Dodesil Sulfat). Proses elektrodeposisi dilakukan dengan rapat arus pulsa sebesar 0,4 mA/mm².

Dengan simulasi multisim, rangkaian *astable* multivibrator menggunakan IC 555 dibentuk dan dianalisis gelombang output melalui osiloskop. GAMBAR 1(a) menunjukkan rangkaian dasar untuk multivibrator astabil yang tidak memerlukan input pemicu eksternal. Pin TRI (*trigger*) merupakan input yang terhubung ke pin THR (*threshold*) melalui salah satu ujung kapasitor C1. GAMBAR 1(b) merupakan output dari pin OUT pada 555 timer. Bentuk gelombang yang dihasilkan pada osiloskop menunjukkan gelombang persegi panjang ketika tegangan melintasi kapasitor. Kapasitor mengisi nilai pada saat pulsa output ON, dan tegangan dilepaskan saat pulsa output OFF [10].



GAMBAR 1. *Astable* Multivibrator menggunakan IC 555 Timer (a) Rangkaian Multisim (b) Gelombang Output pada Osiloskop Multisim

Proses elektrodeposisi lapisan komposit Ni-TiN-AlN/Si₃N₄ menggunakan rapat arus pulsa disajikan dalam GAMBAR 2. Selama proses elektrodeposisi, larutan diaduk di atas *magnetic stirrer*

menggunakan *magnetic bar* dengan suhu konstan 40°C selama 30 menit untuk menyebarkan partikel nitrida. Karakterisasi morfologi permukaan lapisan komposit Ni-TiN-AlN/Si₃N₄ dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan menganalisis komposisi lapisan menggunakan *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS).



GAMBAR 2. Proses Elektrodeposisi Lapisan Komposit Ni-TiN-AlN/Si₃N₄ pada Substrat Tungsten Karbida

HASIL DAN PEMBAHASAN

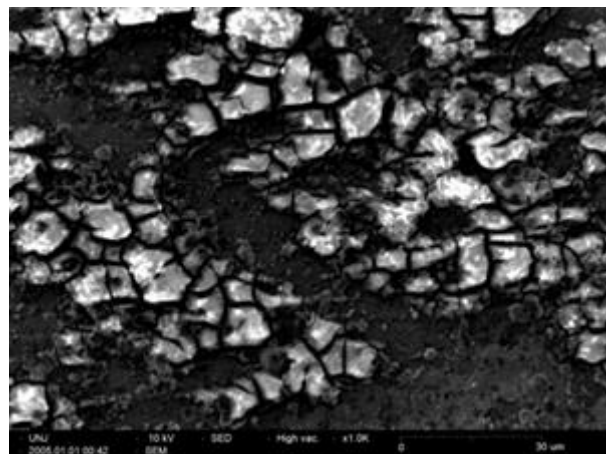
Didapatkan selisih massa elektrodeposisi 0.0044 gr dengan luas permukaan substrat Tungsten Karbida 0,25 cm² Ketebalan lapisan komposit dihitung dengan menggunakan persamaan [11]:

$$\text{Ketebalan} = \frac{\text{Massa Deposit (gr)} \times 10^4}{\text{Luas (cm}^2\text{)} \times \text{Densitas} \left(\frac{\text{gr}}{\text{cm}^3}\right)} \tag{1}$$

$$\text{Ketebalan} = \frac{\text{Massa Deposit (gr)} \times 10^4}{\text{Luas (cm}^2\text{)} \times \text{Densitas} \left(\frac{\text{gr}}{\text{cm}^3}\right)} \tag{2}$$

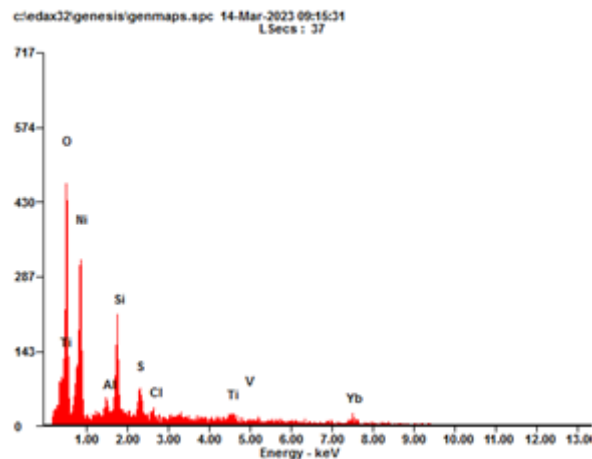
$$= \frac{0,0044 \times 10^4}{0,25 \text{ (cm}^2\text{)} \times 15,7 \left(\frac{\text{gr}}{\text{cm}^3}\right)} \tag{3}$$

$$\text{Ketebalan} = 1,121 \text{ } \mu\text{m} \tag{4}$$



GAMBAR 3. Morfologi SEM Lapisan Komposit Ni-TiN-AlN/Si₃N₄ pada Substrat Tungsten Karbida dengan Perbesaran 1000x

GAMBAR 3 menunjukkan morfologi permukaan lapisan komposit Ni-TiN-AlN/Si₃N₄ elektrodeposisi dengan temperatur 40°C pada substrat Tungsten Karbida dengan perbesaran 1000x dan skala 20 μm . Hasil pemindaian SEM menunjukkan morfologi permukaan lapisan yang kasar serta terjadinya aglomerasi pada permukaan lapisan [12]. Dibandingkan dengan hasil kajian sebelumnya proses elektrodeposisi lapisan komposit Ni-AlN-TiN/Si₃N₄ dengan temperatur 40°C pada substrat Tungsten Karbida dengan rapat arus searah 5 mA [13]. Lapisan Ni-TiN-AlN/Si₃N₄ menggunakan elektrodeposisi rapat arus pulsa menghasilkan morfologi dengan tingkat aglomerasi yang lebih tinggi. Rangkaian *astable* menyebabkan arus yang mengalir pada rangkaian tidak konstan sehingga menyebabkan aglomerasi. Aglomerat ini disebabkan karena penumpukkan zat penguat atau unsur Ti, Al, dan Si lapisan permukaan. Aglomerat bisa timbul pada morfologi permukaan lapisan dikarenakan energi partikel yang semakin tinggi akan menyebabkan laju elektrodeposisi semakin tinggi juga dan dibantu dengan rapat arus sehingga banyak bahan pelapis khususnya penguat yang menempel pada substrat [14].



GAMBAR 4. Analisis EDS Lapisan Komposit Ni-TiN-AlN/Si₃N₄ pada Substrat Tungsten Karbida

Analisis EDS kandungan unsur dalam lapisan komposit Ni-TiN-AlN/Si₃N₄ disajikan pada GAMBAR 4 dan dirangkum pada TABEL 1. Hasil pemindaian EDS menunjukkan bahwa unsur Ni, Ti, Al, dan Si terdeteksi pada lapisan. Kandungan unsur nikel yang dominan menunjukkan perannya sebagai matrik komposit. Logam kandungan unsur komposit meningkat seiring dengan peningkatan temperatur elektrodeposisi yang memfasilitasi transfer muatan dan ion dalam elektrolit [15]. Sementara itu unsur N tidak terdeteksi pada lapisan yang terbentuk. Hal ini disebabkan karena N merupakan unsur yang ringan sehingga sulit terdeteksi oleh EDS [16]. Oksigen yang terdeteksi cukup banyak karena sifatnya yang reaktif pada semua bahan logam [17].

TABEL 1. Kandungan Lapisan Komposit Ni-TiN-AlN/Si₃N₄ Pada Substrat Tungsten Karbida

Unsur	Komposisi Massa Unsur (wt%)	Komposisi Atom Unsur (at%)
Ni	45,01	22,71
Ti	05,36	03,32
Al	02,07	02,27
Si	04,68	04,32
O	29,28	54,21
S	04,68	04,32
Cl	01,04	00,87
V	01,97	01,15

SIMPULAN

Pembentukan lapisan Ni-TiN-AlN/Si₃N₄ menggunakan metode elektrodeposisi dengan rapat arus pulsa sebesar 0,4 mA/mm² menghasilkan morfologi menunjukkan permukaan yang kasar dan terjadi aglomerasi pada permukaan substrat. Hasil penelitian menunjukkan keberhasilan elektrodeposisi

ditandai dengan kandungan unsur logam Ni, Ti, Al, serta Si dan tebal lapisan komposit yang terbentuk sebesar 1,121 μm .

UCAPAN TERIMAKASIH

Terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam kegiatan penelitian ini, yaitu Dr. Esmar Budi, M.T. dan Dr. Teguh Budi Prayitno, M.Si. selaku pembimbing dari Program Studi Fisika UNJ, serta teman-teman rekan penelitian.

REFERENSI

- [1] A. Karimzadeh, M. Aliofkhazraei, F. C. Walsh, "A Review of Electrodeposited Ni-Co Alloy and Composite Coatings: Microstructure, properties and applications," *Surface and Coatings Technology*, vol. 372, pp. 463-498, 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.04.079>.
- [2] B. Vanrenterghem *et al.*, "Cutting the Gordian Knot of Electrodeposition via Controlled Cathodic Corrosion Enabling the Production of Supported Metal Nanoparticles below 5 nm," vol. 226, pp. 396-402, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2017.12.080>.
- [3] V. Torabinejad *et al.*, "Electrodeposition of Ni-Fe Alloys, Composites, and Nano Coatings—a Review," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 691, pp. 841-859, 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.08.329>.
- [4] Ghosh, Swatilekha, "Electroless Copper Deposition: A Critical Review," *Thin Solid Films*, vol. 669, pp. 641-658, 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2018.11.016>.
- [5] A. M. A. Mohamed, T. G. Golden, "Electrodeposition of Composite Materials," *BoD- Books on Demand*, 2016, [Online]. Available: <https://books.google.com/books?hl=id&lr=&id=QmQDwAAQBAJ&oi=fnd&pg=PA187&dq=Cooke>
- [6] F. Xia *et al.*, "Effect of Pulse Current Density on Microstructure and Wear Property of Ni-TiN Nanocoatings Deposited via Pulse Electrodeposition," *Applied Surface Science*, vol. 538, p. 148139, 2021, doi: <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2020.148139>.
- [7] H. Goyal, "Understanding of IC555 Timer and IC 555 Timer Tester," *International Journal of Inventive Engineering and Sciences (IJIES)*, vol. 3, no. 2, pp. 4-6, 2015, Available: <https://citeseerx.ist.psu.edu/document?repid=rep1&type=pdf&doi=b438103b61b34005d357a6783933fe48eb4af64b>.
- [8] N. F. Kasri, M. A. M. Piah, "A Compact and Reliable Pulse Generator using Dual 555-Timer IC to Produce PWM Method," *IEEE Conference on Energy Conversion (CENCON)*, 2017, doi: <https://doi.org/10.1109/cencon.2017.8262466>.
- [9] M. M. Abrar, "Design and Implementation of Astable Multivibrator using 555 Timer," *IOSR Journal of Electrical and Electronics Engineering*, vol. 12, no. 1, pp. 22-29, 2017, doi: <https://doi.org/10.9790/1676-1201022229>.
- [10] R. Arulmurugan, S. B. Pagare, "A Virtual Laboratory for 555 Timer Circuit Investigation Approach," *Journal of Controller and Converters*, vol. 5, no. 3, pp. 21-27, 2020, Accessed: Jun. 13, 2023. [Online]. Available: <https://www.mendeley.com/catalogue/968e90b1-b242-3a5d-abc3-ef8136fa49c7>
- [11] P. Sivasakthi, M. V. Sangaranarayanan, "Influence of Pulse and Direct Current on Electrodeposition of Ni Gd₂O₃ Nanocomposite for Micro Hardness," *Wear Resistance and Corrosion Resistance Applications*, vol. 13, pp. 134-142, 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.coco.2019.04.008>.
- [12] A. W. Andiani, E. Budi, I. Sugihartono, "Pembentukan Lapisan Komposit Ni-TiAlN/Si₃N₄ menggunakan Metode Elektrodeposisi dengan Variasi Temperatur," *Prosiding Seminar*

Nasional Fisika (E-JOURNAL), vol. 8, pp. SNF2019-145, 2019, doi: <https://doi.org/10.21009/03.SNF2019.02.PA.20>.

- [13] E. Budi *et al.*, “Preliminary Study on High-Temperature Oxidation of Ni-AlN-TiN/Si₃N₄ Electrodeposition Composite Coatings,” *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 2019, no. 1, p. 012067, 2021, doi: <https://doi.org/10.1088/1742-6596/2019/1/012067>.
- [14] Nafise Parhizkar *et al.*, “Electrochemical Deposition of Ni–TiN Nanocomposite Coatings and the Effect of Sodium Dodecyl Sulphate Surfactant on the Coating Properties,” vol. 39, no. 4, pp. 1021-1027, 2016, doi: <https://doi.org/10.1007/s12034-016-1238-3>.
- [15] Esmar Budi *et al.*, “Effect of Elevated Temperature on Composition and Morphology of Ni-TiN/Si₃N₄ Composite Coatings,” *AIP Conference Proceedings*, vol. 2320, no. 1, 2021, doi: <https://doi.org/10.1063/5.0037553>.
- [16] P. Wang *et al.*, “Novel Nitride Materials Synthesized at High Pressure,” *Crystals*, vol. 11, no. 6, p. 614, May 2021, doi: <https://doi.org/10.3390/cryst11060614>.
- [17] D. Tonelli, E. Scavetta, I. Gualandi, “Electrochemical Deposition of Nanomaterials for Electrochemical Sensing,” *Sensors*, vol. 19, no. 5, p. 1186, 2019, doi: <https://doi.org/10.3390/s19051186>.