

DOI: doi.org/10.21009/03.1201.FA31

# FABRIKASI LAPISAN KOMPOSIT NI-TIN PADA TUNGSTEN KARBIDA DENGAN METODE ELEKTRODEPOSISI RAPAT ARUS PULSA

Ajis Maulana<sup>a)</sup>, Esmar Budi<sup>b)</sup>, Teguh Budi Prayitno<sup>c)</sup>

Program Studi Fisika, FMIPA Universitas Negeri Jakarta, Jl. Rawamangun Muka No. 01, Rawamangun Muka, Jakarta Timur 13220 Indonesia

Email: <sup>a)</sup>maulanaziz2q1@gmail.com, <sup>b)</sup>esmarbudi@unj.ac.id, <sup>c)</sup>teguh-budi@unj.ac.id

## Abstrak

Lapisan Ni-TiN dapat meningkatkan kekerasan, menghalangi difusi ke substrat, dan mencegah oksidasi saat suhu tinggi. Ni dan TiN dipilih karena dapat meningkatkan sifat tangguh dan kekuatan deformasi pada substrat. Tungsten karbida dilapisi untuk menyesuaikan permukaan, keausan, daya rekat, dan kekuatan substrat tanpa mengubah sifat asli. Pembentukan lapisan komposit Ni-TiN dilakukan pada tungsten karbida untuk menganalisis pengaruh rapat arus pulsa  $0,4 \text{ mA/mm}^2$  terhadap morfologi dan komposisi lapisan komposit Ni-TiN. Elektrodeposisi pulsa menggunakan rangkaian *astable multivibrator* dengan IC 555 sebagai *pulse generator* dan melalui osiloskop akan terbaca *output* berupa gelombang arus kotak dengan panjang gelombang tertentu. Proses elektrodeposisi dilakukan selama 30 menit pada suhu  $40^\circ\text{C}$  dengan laju pengadukan 600 rpm. Pemindaian morfologi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dengan skala  $20 \mu\text{m}$  menunjukkan permukaan yang kasar, sebaran atom-atom tidak merata serta adanya retakan pada permukaan substrat. Hasil pemindaian *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDS) menunjukkan keberhasilan lapisan yang terbentuk dengan adanya kandungan unsur logam Ni dan TiN.

**Kata-kata kunci:** Tungsten Karbida, Pelapisan, Elektrodeposisi, SEM.

## Abstract

The Ni-TiN coating can increase hardness, inhibit diffusion to the substrate, and prevent oxidation at high temperatures. Ni and TiN were chosen because they can increase the toughness and deformation strength of the substrate. Tungsten carbide is coated to match the surface, wear, adhesion and strength of the substrate without changing the original properties. The formation of the Ni-TiN composite layer was carried out on tungsten carbide to analyze the effect of the pulse current density of  $0.4 \text{ mA/mm}^2$  on the morphology and composition of the Ni-TiN composite layer. The pulse electroplating uses an *astable multivibrator* circuit with IC 555 as a pulse generator and through an oscilloscope the output will be read in the form of a square current wave with a certain wavelength. The electroplating process was performed at  $40^\circ\text{C}$  for 30 minutes with a stirring speed of 600 rpm. Morphological examination using a Scanning Electron Microscope (SEM) with a scale of  $20 \mu\text{m}$  revealed a rough substrate surface with an inhomogeneous distribution of atoms and cracks on the surface. The results of Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS) scans indicated the successful formation of the coating in the presence of the metallic elements Ni and TiN.

**Keywords:** Tungsten Carbide, Coating, Electrodeposition, SEM.

## PENDAHULUAN

Material komposit pada dunia industri manufaktur mulai banyak dikembangkan. Komposit banyak digunakan untuk merekayasa material menjadi sesuatu yang baru. Salah satu material komposit yang paling sering digunakan oleh dunia industri yaitu material komposit dengan metode pelapisan, hal ini bertujuan untuk meningkatkan kekuatan material dan ketahanan aus. Metode pelapisan adalah salah satu cara yang paling banyak digunakan untuk memodifikasi morfologi permukaan, kinerja keausan, daya rekat dan ketahanan lelah substrat tanpa mengubah sifat asli substrat [1]. Hasil produksi pelapisan komposit dengan cara elektrodeposisi logam menjadi pilihan karena menawarkan banyak keuntungan dibandingkan proses pembuatan lainnya [2]. Pengendapan listrik dari lapisan logam pada substrat telah terbukti meningkatkan sifat mekanik material dengan berkontribusi pada kekuatan material [3]. Pembentukan lapisan dapat diperoleh dengan elektrodeposisi [4].

Elektrodeposisi merupakan teknik yang sangat efektif untuk melapisi nanopartikel pada bahan konduktif dengan keunggulan proses sintetik. Proses pengendapan dengan metode elektrodeposisi menggunakan prinsip elektrokimia dimana ion dapat diendapkan untuk menghasilkan potensial elektroda [5]. Komponen elektrodeposisi terdiri dari larutan *elektroplating* yang mengandung partikel berukuran mikron atau submikron yang terdispersi dalam matriks logam [6].

Elektrodeposisi ini menggunakan arus pulsa karena telah berhasil digunakan untuk menghasilkan kemurnian tinggi dan porositas rendah pada struktur nano paduan logam dan pelapis nanokomposit [7]. Elektrodeposisi pulsa memungkinkan elektrolisis dengan kerapatan arus yang sangat tinggi dalam waktu singkat sehingga mencapai laju deposisi yang sangat tinggi [8]. Menurut Sivasakthi & Sangaranarayanan (2019), mendapatkan hasil pengendapan arus pulsa lebih tinggi dibandingkan dengan arus DC. Ukuran partikel lebih kecil dan kekerasan mikro lapisan nanokomposit dengan arus pulsa lebih tinggi dibandingkan dengan arus DC [9].

Material logam yang digunakan sebagai matriks dalam proses elektrodeposisi adalah nikel [10]. Nikel mempunyai kemampuan dalam berdeformasi tanpa harus menjadi patah dan anti korosi. Nikel umumnya digunakan dalam bahan rekayasa untuk bertindak sebagai matriks logam. Lapisan tipis matriks logam komposit mengandung partikel penguat yang tersebar dan biasanya menunjukkan berbagai sifat khusus seperti pengerasan, ketahanan suhu tinggi, ketahanan gesekan, dan ketahanan korosi [11]. Kombinasi nikel sebagai matriks logam dari lapisan komposit dan partikel keras seperti Titanium Nitrida (TiN) dipilih untuk meningkatkan kekerasan dan meningkatkan ketahanan aus. Penambahan partikel penguat seperti nitrida pada nikel dapat meningkatkan sifat dan karakteristik pelapis nikel terutama dalam nilai kekerasan, ketahanan aus dan kehalusan morfologi permukaan pelapis dengan ukuran kristal kecil [12] dan *biocompatible*. Dalam penelitian ini, Tungsten Karbida (WC) sebagai substrat yang akan dilapisi dengan lapisan komposit Ni-TiN menggunakan metode elektrodeposisi dengan rapat arus pulsa  $0,4 \text{ mA/mm}^2$ . Morfologi permukaan kemudian dianalisis menggunakan SEM-EDS untuk mengetahui struktur permukaan serta komposisi dari lapisan yang terbentuk.

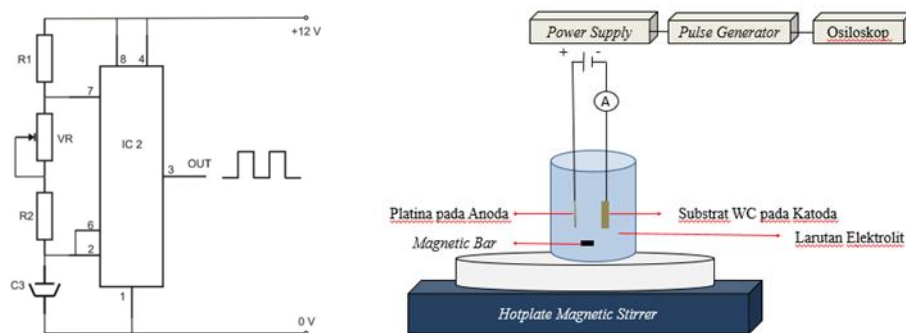
## METODOLOGI

Metode penelitian yang digunakan yaitu metode eksperimen. Metode eksperimen dilakukan untuk membentuk lapisan tipis komposit Ni-TiN dan mengidentifikasi hasil dari pelapisan dengan menganalisis pengaruh rapat arus  $0,4 \text{ mA/mm}^2$  yang dilakukan selama proses elektrodeposisi berlangsung terhadap morfologi dan komposisi lapisan komposit yang telah terbentuk pada substrat Tungsten Karbida (WC).

Dalam penelitian ini substrat yang digunakan adalah tungsten karbida. Tungsten karbida akan dibersihkan dengan mengamplas bagian permukaan substrat sampai sisi-sisinya halus, setelah diamplas dicuci terlebih dahulu untuk menghilangkan kotoran pada substrat menggunakan sabun dan dibilas dengan aquades serta disterilkan menggunakan alkohol 95% dengan *ultrasonic cleaner* selama 10 menit. Komposisi bahan larutan elektrolit yang digunakan yaitu: 0,03 gram Titanium Nitrida (TiN), 0,202011 gram  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 0,499434 gram  $\text{Ni}_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 0,151361 gram Asam Borat ( $\text{H}_3\text{BO}_4$ ), dan 0,003 gram *Sodium Dodecyl Sulfate* (SDS). Semua bahan elektrolit ditambahkan

aquades sebanyak 5ml kemudian diaduk menggunakan alat *magnetic strrier* selama 24 jam hingga larutan tercampur secara merata (homogen). Substrat tungsten karbida bertindak sebagai elektroda kerja dan platina sebagai elektroda pembanding. Proses elektrodeposisi dilakukan pada rapat arus  $0,4 \text{ mA/mm}^2$  dengan waktu pelapisan selama 30 menit. Tungsten Karbida yang terlapis oleh lapisan komposit Ni-TiN, selanjutnya dilakukan karakterisasi morfologi permukaan lapisan dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*).

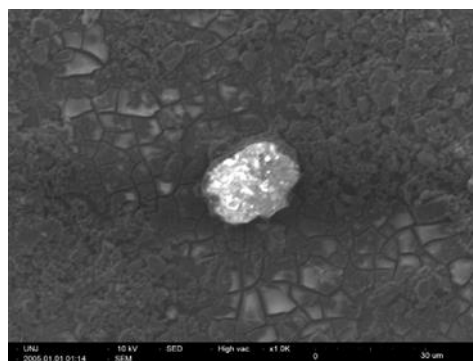
Elektrodeposisi pulsa mengacu pada pengendapan di mana kerapatan arus berubah dengan cepat antara dua nilai yang berbeda. Hal ini dicapai dengan rangkaian pulsa pada amplitudo, durasi, dan polaritas yang sama, serta dipisahkan oleh periode arus nol. Setiap pulsa terdiri dari waktu aktif (yaitu tegangan dan arus yang diberikan) dan waktu mati (yaitu potensi rangkaian terbuka dan arus nol). Selama arus nol, ion logam dalam larutan berdifusi ke dalam lapisan anoda. Saat diaktifkan, ion logam lebih merata selama pengendapan berlangsung [13]. Arus searah (DC) diubah menjadi arus pulsa dengan menggunakan *pulse generator* dan melalui osiloskop akan terbaca gelombang arus berupa kotak dengan panjang gelombang tertentu [14]. Pada bagian rangkaian *oscillator* ini menggunakan IC-555 sebagai pembangkit pulsa (*pulse generator*) dengan operasi rangkaian *astable*. Rangkaian berbentuk *astable* akan menghasilkan sinyal kotak yang terus berdetak dengan *duty cycle* tertentu selama catu tegangan tidak dilepaskan [15]. Skema rangkaian osilator dengan IC-555 ditunjukkan pada GAMBAR 1.



GAMBAR 1. Skema rangkaian alat pada proses elektrodeposisi [15]

## HASIL DAN PEMBAHASAN

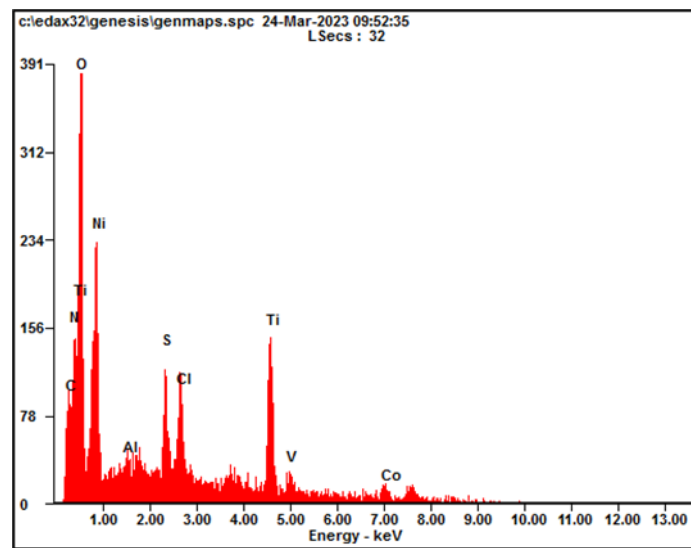
Penelitian ini menggunakan substrat tungsten karbida sebagai elektroda kerja (katoda) dan platina sebagai elektroda pembanding (anoda). Proses elektrodeposisi dilakukan menggunakan rapat arus sebesar  $0,4 \text{ mA/mm}^2$ . Pelapisan dilakukan selama 30 menit. Kemudian dilakukan karakterisasi morfologi permukaan lapisan komposit Ni-TiN dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*) dan mengkarakterisasi komposisi lapisannya juga menggunakan EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*). Morfologi permukaan lapisan komposit Ni-TiN pada substrat Tungsten Karbida dapat dilihat pada GAMBAR 2 berikut.



GAMBAR 2. Morfologi lapisan komposit Ni-TiN dengan rapat arus  $0,4 \text{ mA/mm}^2$  pada perbesaran 1000x

GAMBAR 2 menunjukkan morfologi permukaan lapisan komposit Ni-TiN elektrodeposisi dengan temperatur 40°C pada substrat Tungsten Karbida dengan perbesaran 1000x dan skala 20 µm. Hasil SEM menunjukkan permukaan lapisan kasar, terjadi aglomerasi, dan terlihat adanya retakan pada permukaan lapisan komposit sehingga lapisan terlihat tidak merata. Rangkaian *astable* membuat arus yang mengalir pada rangkaian tidak stabil sehingga menyebabkan aglomerasi pada lapisan. Warna putih mengkilap ditengah pada GAMBAR (2) merupakan aglomerasi unsur TiN, hal ini terjadi karena penumpukan zat penguat atau unsur TiN pada permukaannya. Aglomerasi pada morfologi permukaan lapisan sampel terjadi karena meningkatnya energi partikel yang akan menyebabkan tingginya laju elektrodeposisi pada proses pelapisan dan dengan bantuan rapat arus sehingga banyak bahan pelapis yang menempel pada substrat yaitu TiN, unsur TiN ini akan menghambat laju pertumbuhan nikel [16]. Retakan pada morfologi lapisan disebabkan oleh temperatur yang tidak konstan ketika proses elektrodeposisi berlangsung. Hal ini menyebabkan ketidakstabilan atom-atom dalam menerima panas sehingga terbentuklah retakan (*crack*) pada lapisan. Reaksi oksidasi batas butir akan terus mempercepat rambatan retakan yang terjadi pada lapisan [17].

Selanjutnya Analisis EDS pada komposisi lapisan komposit Ni-TiN dengan rapat arus 0,4 mA/mm<sup>2</sup> dapat dilihat pada GAMBAR 3 berikut:



GAMBAR 3. Komposisi EDS lapisan komposit Ni-TiN pada rapat arus 0,4 mA/mm<sup>2</sup> dengan perbesaran 1000x

Hasil analisis EDS ditunjukkan pada GAMBAR (3) dan dirangkum pada TABEL 1. Hasil EDS menunjukkan bahwa unsur Ni, Ti dan N terdeteksi pada lapisan. Kandungan nikel yang dominan menunjukkan perannya sebagai matrik komposit. Oksigen ditemukan cukup banyak karena mempunyai sifat reaktif pada semua bahan logam. Dalam proses elektrodeposisi, oksigen bereaksi dengan logam dan berperan dalam pembentukan retakan pada lapisan [18].

TABEL 1. Kandungan Lapisan Komposit Ni-TiN pada Substrat Tungsten Karbida

Unsur	Komposisi Massa Unsur (wt%)	Komposisi Massa Atom (at%)
Ni	24.60	10.45
Ti	24.50	12.76
N	07.69	25.81
O	29.59	46.14
S	03.81	02.96
Cl	05.23	02.96

### SIMPULAN

Pembentukan lapisan komposit Ni-TiN pada metode elektrodeposisi dengan rapat arus pulsa 0,4 mA/mm<sup>2</sup> menghasilkan morfologi permukaan yang kasar, persebaran atom-atom tidak merata dan

terdapat retakan pada permukaan substrat. Selain itu, morfologi yang terjadi pada lapisan komposit Ni-TiN terdapat aglomerasi di permukaan, hal ini menandakan terjadinya penumpukan unsur TiN di area permukaan lapisan. Selanjutnya komposisi EDS pada lapisan komposit Ni-TiN, untuk unsur Ni, Ti dan N terdeteksi di karakterisasi EDS. Hal tersebut sesuai dengan yang direncanakan

### UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terima kasih ditujukan kepada semua pihak yang telah membantu dalam penelitian ini, yaitu Bapak Esmar Budi dan Bapak Teguh Budi Prayitno selaku pembimbing dari Program Studi Fisika UNJ, serta teman-teman Fisika Murni UNJ 2019.

### REFERENSI

- [1] G. Zangari, "Electrodeposition of alloys and compounds in the era of microelectronics and energy conversion technology," *Coatings*, vol. 5, no. 2, pp. 195-218, 2015.
- [2] A. Karimzadeh, M. Aliofkhaezraei, 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.
- [3] Z. Fu *et al.*, "Effect of Strain Rate on Mechanical Properties of Cu/Ni Multilayered Composites Processed by Electrodeposition," *In Heterostructured Materials Jenny Stanford Publishing*, pp. 679-694, 2021.
- [4] C. Georgopoulou, "On the modelling of multidisciplinary electrochemical systems with application on the electrochemical conversion of CO<sub>2</sub> to formate/formic acid," *Computers and Chemical Engineering*, vol. 93, pp. 160-170, 2016.
- [5] B. Vanrenterghem, "Cutting the Gordian Knot of Electrodeposition Via Controlled Cathodic Corrosion Enabling the Production of Supported Metal Nanoparticles Below 5 nm," *Applied Catalysis B: Environmental*, vol. 226, pp. 396-402, 2018.
- [6] V. B. Singh, P. Pandey, "Electrodeposition of Ni Composites and Nanocomposites from Aqueous Organic Solution," *Journal of New Materials for Electrochemical Systems*, vol. 8, no. 4, pp. 299-303, 2005.
- [7] A. Zoikis-Karathanasis, E. A. Pavlatou, N. Spyrellis, "Pulse Electrodeposition of Ni-P Matrix Composite Coatings Reinforced by SiC Particles," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 494, no. 1-2, pp. 396-403, 2010.
- [8] S. A. Lajevardi, T. Shahrabi, "Effects of Pulse Electrodeposition Parameters on the Properties of Ni-TiO<sub>2</sub> Nanocomposite Coatings," *Applied Surface Science*, vol. 256, no. 22, pp. 6775-6781, 2010.
- [9] P. Sivasakthi, M. V. Sangaranarayanan, "Influence of Pulse and Direct Current on Electrodeposition of NiGd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanocomposite for Micro Hardness," *Wear Resistance and Corrosion Resistance Applications, Composites*, 2019.
- [10] A. S. Skrypnyk, A. A. Matvienko, "The Study of Nickel Product Morphology Developed During the Gaseous Reduction of Nickel Oxide," *Materials Today: Proceedings*, vol. 4, no. 11, pp. 11425-11429, 2017.
- [11] J. G. Portillo, "Synthesis of Nanostructured Nickel Compounds on Conductive Metallic Substrates," *Materials Letters*, vol. 257, p. 126676, 2019.
- [12] B. Esmar *et al.*, "Komposisi dan Morfologi Permukaan Lapisan Komposit Ni-TiAlN Elektrodeposisi Prosiding Bidang Fisika, pp. 348-353, 2015
- [13] M. Ghaemi, L. Binder, "Effects of Direct and Pulse Current on Electrodeposition of Manganese Dioxide," *Journal of Power Sources*, vol. 111, no. 2, pp. 248-254, 2002.

- [14] D. Melciu, N. Maidee, "Pulse-Electroplating: Process Parameters and Their Influence on the Formed Microstructure," (*Master's thesis*), 2015.
- [15] Triono, Wahyu, "Generator Ozon sebagai Media untuk Sterilisasi Air," *Tugas Akhir*, 2017.
- [16] N. Parhizkar *et al.*, "Electrochemical Deposition of Ni-TiN Nanocomposite Coatings and the Effect of Sodium Dodecyl Sulphate Surfactant on the Coating Properties," *Bulletin of Materials Science*, vol. 39, no. 4, pp. 1021-1027, 2016.
- [17] B. Li *et al.*, "Ultrasonic-Assisted Electrodeposition of Ni-Cu/TiN Composite Coating from Sulphate-Citrate Bath: Structural and electrochemical properties," *Ultrasonics Sonochemistry*, vol. 58, p. 104680, 2019.
- [18] M. F. Gazulla *et al.*, "Nitrogen Determination by SEM-EDS and Elemental Analysis," *X-Ray Spectrometry*, vol. 42, no. 5, pp. 394-401, 2013.