

DOI: doi.org/10.21009/03.1301.FA26

# PENGARUH RAPAT ARUS TINGGI PADA MORFOLOGI LAPISAN KOMPOSIT NI/TIN/ALN DENGAN METODE ELEKTRODEPOSISI ARUS PULSA

Dhea Laila Putri Afifah<sup>a)</sup>, Esmar Budi<sup>b)</sup>, Teguh Budi Prayitno<sup>c)</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Jakarta, Jl. Rawamangun Muka, Jakarta 13220, Indonesia

Email: <sup>a)</sup>afifadh21@gmail.com, <sup>b)</sup>esmarbudi@unj.ac.id, <sup>c)</sup>teguh-budi@unj.ac.id

## Abstrak

Penggunaan arus pulsa untuk elektrodeposisi memiliki keunggulan yaitu terbentuknya ukuran butir yang lebih kecil, porositas, dan homogenitas, sehingga berdampak pada peningkatan sifat material. Pada penelitian ini, komposisi dari larutan elektrolit yang akan digunakan diantaranya NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O 0.17 M, NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O 0.38 M, TiN 6 gr/L, AlN 10gr/L, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 0.49 M, dan Sodium Dodecyl Sulfate (SDS) 0,6 gr/L. Pada elektroda lawan akan digunakan Platina (Pt) dan pada elektroda kerja akan digunakan Tungsten Karbida (WC). Variasi rapat arus pulsa yang akan digunakan yaitu 1 mA/mm<sup>2</sup> dan 1,2 mA/mm<sup>2</sup>. Proses elektrodeposisi akan dilakukan selama 30 menit pada suhu 40°C dan laju pengadukan 600 rpm. Setelah proses elektrodeposisi, dilakukan karakterisasi morfologi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Hasil SEM pada perbesaran 1000x menunjukkan, pada variasi rapat arus pulsa 1 mA/mm<sup>2</sup> ukuran partikel lebih besar, persebaran partikel cukup merata, terdapat retakan dan tidak terlihat adanya aglomerasi pada permukaan substrat, sedangkan pada rapat arus 1,2 mA/mm<sup>2</sup>, partikel terlihat lebih kecil, partikel tersebar merata, tidak ada retakan maupun aglomerasi yang terlihat pada permukaan substrat, sehingga permukaan lapisan terlihat lebih halus. Hasil menunjukkan semakin meningkatnya rapat arus maka morfologi permukaan lapisan akan semakin halus.

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

## Abstract

Pulse current for electrodeposition has the advantage of forming smaller grain sizes, porosity and homogeneity, thus having an impact on improving material properties. In this research, the composition of the electrolyte solution that will be used are NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O 0.17 M, NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O 0.38 M, TiN 6 gr/L, AlN 10gr/L, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 0.49 M, and Sodium Dodecyl Sulfate (SDS) 0.6 gr/L. Platinum (Pt) will be used on the counter electrode and Tungsten Carbide (WC) will be used on the working electrode. Variations in pulse current density that will be used are 1 mA/mm<sup>2</sup> and 1.2 mA/mm<sup>2</sup>. The electrodeposition process will be carried out for 30 minutes at 40°C temperature and stirring rate 600 rpm. After the electrodeposition process, morphological characterization was examined using a Scanning Electron Microscope (SEM). SEM results at 1000x magnification show that at variations in pulse current density of 1 mA/mm<sup>2</sup> the particle size is larger, the distribution of particles is quite even, there are neither cracks nor visible agglomeration on the substrate surface, whereas at a current density of 1.2 mA/mm<sup>2</sup>,

the particles look smaller, the particles are evenly distributed, there are neither visible cracks nor agglomerations on the substrate surface, so the surface looks smoother. The results show that as the current density increases, the layer surface morphology will become smoother.

**Keywords:** Ni/TiN/AlN composite layer, electrodeposition, surface morphology, pulse current density.

## PENDAHULUAN

Pembuatan lapisan komposit dengan basis nikel atau pengendapan nikel menggunakan prinsip elektrolisis digunakan secara luas oleh industri untuk melindungi macam-macam komponen dari abrasi maupun korosi. Meskipun penggunaan nikel murni sebagai bahan pelapis dapat digunakan untuk meningkatkan ketahanan di lingkungan yang korosif, nikel kurang berhasil melindungi komponen yang rentan aus karena kekuatan serta kekerasan dari nikel sendiri rendah [1]. Untuk meningkatkan nilai kekerasan, ketahanan aus dan ketahanan korosi dari lapisan, nikel dapat dicampur dengan logam yang memiliki karakteristik tahan aus dan kekerasan yang tinggi. Kekerasan lapisan paduan yang lebih tinggi dapat dicapai dengan penambahan elemen paduan [2]. Penambahan elemen paduan ini menaikkan tingkat kekerasan, ketahanan korosi dan ketahanan terhadap keausan karena terjadi perubahan struktur lapisan yang terbentuk di atas substrat.

Elektrodeposisi adalah salah satu proses untuk melindungi permukaan dan estetika. Elektrodeposisi sendiri merupakan metode yang banyak digunakan karena tidak membutuhkan banyak biaya, peralatan yang dibutuhkan sederhana, dapat menghasilkan berbagai macam logam, paduan dan kombinasi antara logam dan paduan [3]. Proses elektrokimia elektrodeposisi yang baik melibatkan reaksi redoks dan aliran arus melalui sel elektrokimia untuk menciptakan lapisan tipis dan homogen pada elektroda substrat. Bahan bervalensi rendah seperti logam atau bervalensi tinggi masing-masing akan diendapkan melalui reduksi atau oksidasi pada substrat [4].

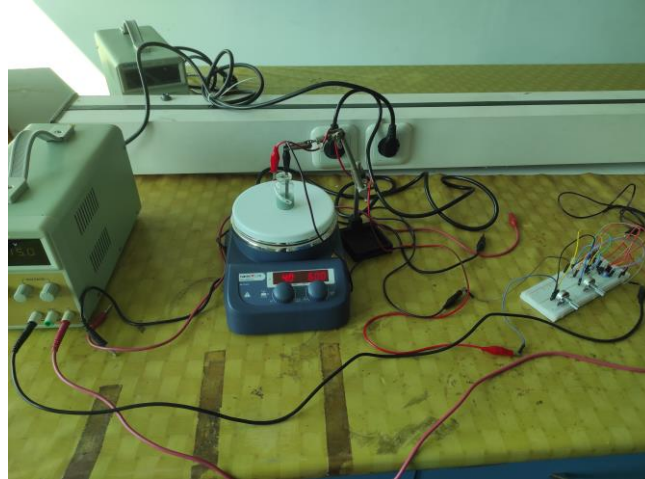
Elektrodeposisi arus pulsa terbukti meningkatkan karakteristik sifat dari material. Dibandingkan dengan elektrodeposisi arus searah, elektrodeposisi arus pulsa memiliki keunggulan yang signifikan dalam mengontrol ukuran butiran endapan, morfologi permukaan, dan orientasi. Ini karena kepadatan arus yang lebih tinggi pada elektrodeposisi arus pulsa menghasilkan laju nukleasi yang lebih tinggi, yang menghasilkan butiran yang lebih halus [5]. Empat parameter krusial yang mempengaruhi pembentukan lapisan pada arus pulsa adalah: (i) rapat arus puncak (IP), (ii) Waktu mati ( $T_{OFF}$ ), (iii) frekuensi pulsa ( $f$ ), dan (iv) Waktu aktif ( $T_{ON}$ ) [6]. Selama arus on, ion terdistribusi lebih merata selama proses pengendapan [7].

Karena memiliki kualitas kimia dan fisika yang baik, nikel dan paduan nikel membuat bahan lebih tahan terhadap korosi. Pada penelitian yang dilakukan oleh Jingyao Zhang, adanya lapisan nikel meningkatkan resistansi bahan pada korosi dari paduan magnesium [8]. Nikel lalu ditambahkan paduan seperti TiN dan AlN. Penambahan paduan ini dikarenakan sifat lunak nikel yang pada suhu tinggi akan mengurangi ketahanan aus dan korosinya [9]. Oleh karena itu, jika lapisan nikel dilapisi dengan senyawa keras partikel nitrida, ketahanan aus dan korosi dapat dipertahankan, terutama selama penggunaan di suhu tinggi. Titanium Nitrida (TiN) dipilih untuk meningkatkan kekerasan dan meningkatkan ketahanan aus [10]. Sedangkan Aluminium Nitrida (AlN) dipilih untuk meningkatkan kekuatan mikro dan makro partikel dan meningkatkan ketahanan korosi [11]. Dalam penelitian ini, tungsten karbida (WC) digunakan sebagai substrat dan dilapisi dengan lapisan komposit Ni-TiN. Metode elektrodeposisi digunakan dengan rapat arus pulsa 1 mA/mm<sup>2</sup> dan 1.2 mA/mm<sup>2</sup>. Selanjutnya, morfologi permukaan dianalisis menggunakan SEM untuk menentukan struktur permukaan dan komposisi lapisan yang terbentuk.

## METODOLOGI

Metode eksperimen dipilih dalam penelitian ini. Lapisan komposit Ni/TiN/AlN akan dibentuk di substrat Tungsten Karbida dengan menggunakan teknik elektrodeposisi. Plat Tungsten diamplas

terlebih dahulu dengan tingkat abrasif 400, 600, 800 dan 1000 mesh secara berurutan dari yang paling kasar ke yang paling halus. Setelah pengamplasan, substrat dibersihkan menggunakan ultrasonic cleaner dengan aquades dan alohol 96% selama 10 menit. Larutan elektrolit dengan komposisi  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  0.17 M,  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  0.38 M, TiN 6 gr/L, AlN 10gr/L,  $\text{H}_3\text{BO}_3$  0.49 M, dan Sodium Dodecyl Sulfate (SDS) 0,6 gr/L, dicampur dalam satu botol lalu dilakukan pengadukan dengan magnetic stirrer selama 1 jam.

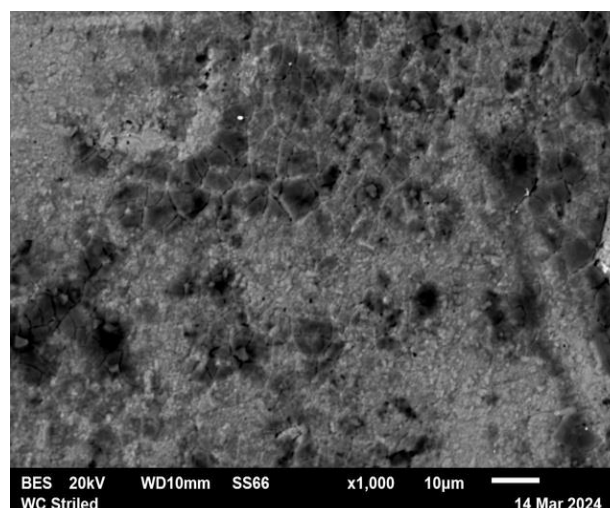


**GAMBAR 1.** Rangkaian proses elektrodeposisi dari kiri ke kanan, power supply, magnetic stirrer dan pulsed generator

Proses elektrodeposisi dilakukan selama 30 menit pada arus  $1 \text{ mA/mm}^2$  dan  $1.2 \text{ mA/mm}^2$ . Batang Tungsten Karbida (WC) digunakan sebagai elektroda kerja, sedangkan batang Platinum (Pt) digunakan sebagai elektroda lawan.

### HASIL DAN PEMBAHASAN

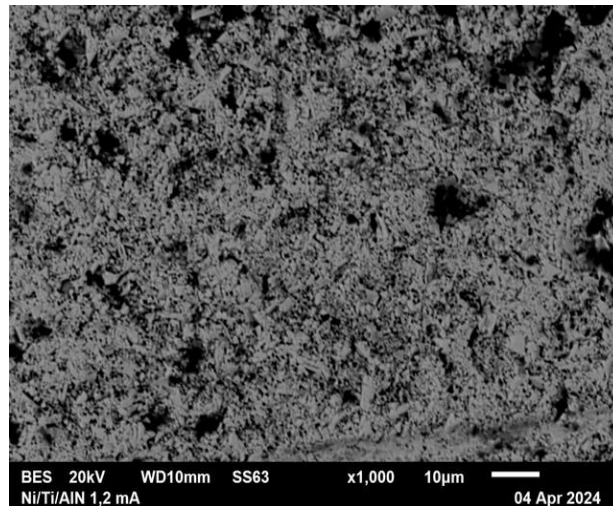
Morfologi permukaan lapisan komposit Ni/TiN/AlN pada plat Tungsten Karbida (WC) dengan teknik elektrodeposisi rapat arus pulsa sebesar  $1 \text{ mA/mm}^2$  dengan temperatur  $40^\circ\text{C}$  pada substrat Tungsten Karbida dengan perbesaran 1000x dan skala  $10 \mu\text{m}$  ditunjukkan pada GAMBAR 2.



**GAMBAR 2.** Morfologi SEM Lapisan Komposit Ni/TiN/AlN yang terbentuk pada substrat Tungsten Karbida di rapat arus  $1 \text{ mA/mm}^2$  pada Perbesaran 1000x

Pengujian SEM bertujuan untuk mendapatkan informasi mengenai struktur permukaan, baik itu dari batas butir, pori, dan tekstur lapisan dari segi mikroskopik, pada perbesaran 1000x menunjukkan, pada variasi rapat arus pulsa 1 mA/mm<sup>2</sup> ukuran partikel lebih besar, persebaran partikel cukup merata, terdapat retakan dan tidak terlihat adanya aglomerasi pada permukaan substrat.

Morfologi permukaan lapisan komposit Ni/TiN/AlN pada plat Tungsten Karbida (WC) dengan teknik elektrodeposisi rapat arus pulsa sebesar 1,2 mA/mm<sup>2</sup> dengan temperatur 40°C pada substrat Tungsten Karbida dengan perbesaran 1000x dan skala 10 μm ditunjukkan pada GAMBAR 3.



**GAMBAR 3.** Morfologi SEM Lapisan Komposit Ni/TiN/AlN yang terbentuk pada substrat Tungsten Karbida di rapat arus 1,2 mA/mm<sup>2</sup> pada Perbesaran 1000x

Pada rapat arus 1,2 mA/mm<sup>2</sup>, partikel terlihat lebih kecil dengan sebaran lebih merata, tidak ada retakan maupun aglomerasi yang terlihat pada permukaan substrat, permukaan substrat lebih tertutup oleh deposit yang tersebar merata sehingga permukaan lapisan terlihat lebih halus.

Terbentuknya lapisan yang lebih halus pada rapat arus tinggi dikarenakan seiring dengan adanya peningkatan rapat arus, terjadi perubahan pada lapisan yang terbentuk pada permukaan substrat. Perubahan ini ditandai dengan berkurangnya ukuran partikel yang terbentuk di permukaan pada rapat arus 1,2 mA/mm<sup>2</sup>. Persebaran partikel lebih merata, ditandai dengan minimnya penumpukan partikel yang hanya di satu area dan lebih sedikit area yang terlihat kosong.

Hasil yang diperoleh pada penelitian ini sejalan dengan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya oleh Pin-Qiang et al [12]. Hal ini dikarenakan peningkatan rapat arus mengakibatkan meningkatkannya laju nukleasi. Laju nukleasi yang lebih tinggi menyebabkan perubahan pada ukuran butir yang terdeposit menjadi lebih kecil [13]. Partikel yang terbentuk pada rapat arus rendah, menghasilkan ukuran butir yang lebih besar, sehingga lebih banyak permukaan yang terbentuk tidak teratur.

### SIMPULAN

Pembentukan lapisan Ni/TiN/AlN dengan metode elektrodeposisi dengan menggunakan variasi pada rapat arus pulsa sebesar 1 mA/mm<sup>2</sup> dan 1,2 mA/mm<sup>2</sup> menghasilkan perbedaan morfologi permukaan yang terbentuk pada substrat plat Tungsten Karbida. Kenaikan rapat arus pada proses elektrodeposisi mengakibatkan meningkatnya laju nukleasi, sehingga partikel yang menempel terlihat lebih kecil dengan persebaran merata, ditandai dengan deposit yang lebih tersebar tanpa adanya penumpukan pada salah satu area.

**UCAPAN TERIMAKASIH**

Ucapan terima kasih ditujukan kepada semua pihak yang telah membantu dalam penelitian ini, yaitu Dr. Esmar Budi, M.T dan Dr. Teguh Budi Prayitno selaku pembimbing dari Program Studi Fisika Universitas Negeri Jakarta, fasilitas pendukung Laboratorium Fisika Material, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Jakarta, serta teman-teman Fisika Murni UNJ 2017 dan 2020.

**REFERENSI**

- [1] F. Doğan, M. Uysal, E. Duru, H. Akbulut, and S. Aslan, "Pulsed electrodeposition of Ni-B/TiN composites: effect of current density on the structure, mechanical, tribological, and corrosion properties," *J. Asian Ceram. Soc.*, vol. 8, no. 4, pp. 1271–1284, Oct. 2020, doi: 10.1080/21870764.2020.1840704.
- [2] V. D. Jović, U. Č. Lačnjevac, and B. M. Jović, "Electrodeposition and Characterization of Alloys and Composite Materials," 2014, pp. 1–84. doi: 10.1007/978-1-4939-0289-7\_1.
- [3] N. P. Wasekar, N. Hebalkar, A. Jyothirmayi, B. Lavakumar, M. Ramakrishna, and G. Sundararajan, "Influence of pulse parameters on the mechanical properties and electrochemical corrosion behavior of electrodeposited Ni-W alloy coatings with high tungsten content," *Corros. Sci.*, vol. 165, p. 108409, Apr. 2020, doi: 10.1016/j.corsci.2019.108409.
- [4] P. C. Okoye, S. O. Azi, T. F. Qahtan, T. O. Owolabi, and T. A. Saleh, "Synthesis, properties, and applications of doped and undoped CuO and Cu<sub>2</sub>O nanomaterials," *Mater. Today Chem.*, vol. 30, p. 101513, Jun. 2023, doi: 10.1016/j.mtchem.2023.101513.
- [5] M. Dehestani, S. Sharafi, and G. R. Khayati, "The effect of pulse current density on the microstructure, magnetic, mechanical, and corrosion properties of high-entropy alloy coating Fe-Co-Ni-Mo-W, achieved through electro co-deposition," *Intermetallics*, vol. 147, p. 107610, Aug. 2022, doi: 10.1016/j.intermet.2022.107610.
- [6] P. Sivasakthi and M. V. Sangaranarayanan, "Influence of pulse and direct current on electrodeposition of Ni Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite for micro hardness, wear resistance and corrosion resistance applications," *Compos. Commun.*, vol. 13, pp. 134–142, Jun. 2019, doi: 10.1016/j.coco.2019.04.008.
- [7] M. Ghaemi, "Effects of direct and pulse current on electrodeposition of manganese dioxide," *J. Power Sources*, vol. 111, no. 2, pp. 248–254, Sep. 2002, doi: 10.1016/S0378-7753(02)00309-9.
- [8] J. Zhang *et al.*, "The Effect of Electroplating Nickel on the Mechanical Properties of Brittle Mg-Based Bulk Metallic Glasses," *Coatings*, vol. 13, no. 9, p. 1598, Sep. 2023, doi: 10.3390/coatings13091598.
- [9] J. G. Portillo, J. F. Hernández-Paz, M. Gomez-Mares, I. Olivas-Armendariz, and C. A. Rodriguez González, "Synthesis of nanostructured Nickel compounds on conductive metallic substrates," *Mater. Lett.*, vol. 257, p. 126676, Dec. 2019, doi: 10.1016/j.matlet.2019.126676.
- [10] Esmar Budi, Bagus Ksatriotomo, Alief Restu, and Agus Setyo Budi, "KOMPOSISI DAN MORFOLOGI PERMUKAAN LAPISAN KOMPOSIT Ni-TiAlN ELEKTRODEPOSISI," *Pros. Bid. Fis. Semirata*, pp. 348–353, 2015.
- [11] Z. Yang, S. Yi, Y. Wang, S. Zhao, and W. Shi, "Study on Characteristics and Microstructure of Ni-AlN Thin Coatings Prepared via Different Electrodeposition Techniques," *Int. J. Electrochem. Sci.*, vol. 17, no. 2, p. 220226, Feb. 2022, doi: 10.20964/2022.02.34.
- [12] İ. H. Karahan and R. Özdemir, "A Comparison for Grain Size Calculation of Cu-Zn Alloys with Genetic Programming and Neural Networks," *Acta Phys. Pol. A*, vol. 128, no. 2B, p. B-427-B-432, Aug. 2015, doi: 10.12693/APhysPolA.128.B-427.
- [13] A. M. Rashidi and A. Amadeh, "The effect of current density on the grain size of electrodeposited nanocrystalline nickel coatings," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 202, no. 16,

pp. 3772–3776, May 2008, doi: 10.1016/j.surfcoat.2008.01.018.