

DOI: doi.org/10.21009/03.1301.FA28

## ANALISIS PEMBENTUKAN DAN KARAKTERISASI LAPISAN KOMPOSIT Ni-TiN-AlN DENGAN METODE ELEKTRODEPOSISI TERHADAP VARIASI RAPAT ARUS PULSA

Syamsinar<sup>a)</sup>, Esmar Budi<sup>b)</sup>, Teguh Budiprayitno<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>syamsinarna@gmail.com, <sup>b)</sup>esmarbudi@unj.ac.id, <sup>c)</sup>teguh-budi@unj.ac.id

### Abstrak

Dalam tulisan ini, dilakukan pembentukan lapisan komposit Ni-TiN-AlN untuk mengkaji pengaruh variasi rapat arus pulsa terhadap morfologi permukaan dan komposisi lapisan. Proses pelapisan dilakukan dengan metode elektrodeposisi. Lapisan komposit Ni-TiN-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 (SDS), partikel serbuk penguat TiN sebesar 6 gr/l dan serbuk AlN sebesar 10 g/l. Elektrodeposisi pada substrat dilakukan selama 30 menit dan variasi rapat arus yang digunakan sebesar 0.15 mA/mm<sup>2</sup>, 0.25 mA/mm<sup>2</sup>, dan 0.35 mA/mm<sup>2</sup>. Lapisan komposit Ni-TiN-AlN dikarakterisasi dengan menggunakan SEM-EDS (Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy), Difraksi Sinar-X (XRD), dan Uji Keras (Vickers). Hasil menunjukkan bahwa morfologi permukaan dan komposisi lapisan komposit Ni-TiN-AlN dipengaruhi oleh rapat arus yang digunakan.

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

### Abstract

In this paper, the formation of a Ni-TiN-AlN composite coating layer is carried out to study the effect of variations in pulse current density on surface morphology and coating composition. The coating process is carried out using the electrodeposition method. The Ni-TiN-AlN composite layer was formed on a Tungsten Carbide (WC) substrate with an electrolyte solution composition 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 (SDS), particles TiN strengthening powder of 6 gr/l and AlN powder of 10 g/l. Electrodeposition on the substrate was carried out for 30 minutes and variations in current density used were 0.15 mA/mm<sup>2</sup>, 0.25 mA/mm<sup>2</sup>, and 0.35 mA/mm<sup>2</sup>. The Ni-TiN-AlN composite layer was characterized using SEM-EDS (Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy), X-Ray Diffraction (XRD), and Hardness Test (Vickers). The results show that the surface morphology and composition of the Ni-TiN-AlN composite layer are influenced by the current density used.

**Key words:** Electrodeposition, Current Density, Ni-TiN-AlN Composite Coating, Morphology, Composition.

## PENDAHULUAN

Pelapisan komposit dapat dilakukan melalui proses elektrodeposisi yang merupakan sebuah teknik yang dapat digunakan untuk membuat lapisan komposit berdasarkan elektrokimia[1]. Teknik pelapisan ini digunakan untuk mendeposisikan partikel berukuran mikro atau sub-mikro pada matrik logam atau bukan logam, dimana lapisan yang dihasilkan dapat dipengaruhi oleh beberapa parameter seperti temperatur, rapat arus, konsentrasi larutan, laju pengadukan, kesamaan larutan (pH) dan sebagainya[2][3]. Pada umumnya pelapisan dengan teknik ini banyak digunakan karena selain hemat biaya, juga mudah dioperasikan dan mudah terkontrol[4].

Metode elektrodeposisi ini memanfaatkan arus pulsa karena telah terbukti efektif dalam menciptakan tingkat kemurnian yang tinggi serta porositas yang rendah dalam struktur nano dari logam maupun pelapis nanokomposit [5]. Penggunaan elektrodeposisi pulsa memungkinkan elektrolisis dengan kerapatan arus yang sangat tinggi dalam periode waktu singkat, sehingga dapat meningkatkan laju deposisi secara signifikan [6].

Pada proses elektrodeposisi kali ini digunakan material nikel sebagai matriks karena mempunyai kemampuan dalam berdeformasi tanpa harus menjadi patah dan anti korosi. Namun, sifat lunak yang dimiliki oleh nikel dapat berpotensi mengurangi sifat ketahanan aus dan korosinya [7]. Oleh karena itu, dengan adanya penambahan senyawa Titanium Nitrida dan Aluminium Nitrida, maka dapat meningkatkan sifat-sifat khusus dibandingkan dengan logam nikel murni dan dapat meningkatkan sifat serta karakteristik pelapis nikel terutama dalam nilai kekerasan, ketahanan aus dan kehalusan morfologi permukaan pelapis dengan ukuran kristal kecil [8].

Karakterisasi morfologi dan komposisi telah banyak dilakukan dengan menggunakan Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS) [9]. Karakterisasi morfologi dengan SEM adalah metode analisis yang digunakan untuk mengidentifikasi ukuran, tekstur, dan susunan partikel yang membentuk permukaan lapisan. Teknik ini digunakan untuk mengamati morfologi permukaan pada skala mikro dan nano. Sedangkan, karakterisasi EDS adalah teknik analisis yang memberikan informasi tentang komposisi unsur yang terkandung dalam suatu material [10].

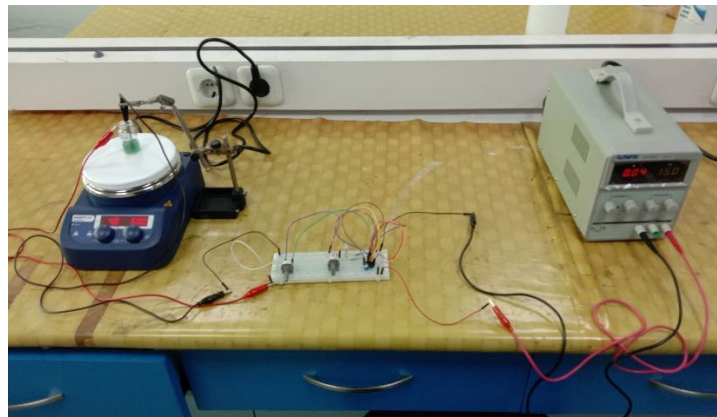
Dalam penelitian ini, Tungsten Karbida (WC) sebagai substrat yang akan dilapisi dengan lapisan komposit Ni-TiN-AlN dengan rapat arus pulsa  $0,25 \text{ mA/mm}^2$  menggunakan metode elektrodeposisi. Morfologi permukaan kemudian akan dianalisis menggunakan SEM-EDS untuk mengetahui struktur permukaan serta komposisi dari lapisan yang terbentuk.

## METODOLOGI

Penelitian ini menggunakan substrat Tungsten Karbida (WC) sebagai elektroda kerja (katoda) dengan luas permukaan uji yaitu  $40 \text{ mm}^2$  dan Platina (Pt) sebagai elektroda pembanding (anoda). Sebelum dilakukan elektrodeposisi, permukaan plat substrat diampelas terlebih dahulu dengan ampelas berukuran 3000 Mesh. Plat substrat tungsten karbida (WC) dicuci menggunakan sabun untuk menghilangkan kotoran. Kemudian plat substrat diultrasonikasi dengan aquades dan 2empera 96% selama 10 menit. Larutan elektrolit yang digunakan pada proses elektrodeposisi terdiri dari  $0.17 \text{ M NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $0.38 \text{ M NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $0.49 \text{ M H}_3\text{BO}_3$ ,  $0.6 \text{ g/l Sodium Dodecyl Sulfate (SDS)}$ , partikel serbuk penguat TiN sebesar  $6 \text{ gr/l}$  dan serbuk AlN sebesar  $10 \text{ g/l}$ . Bahan-bahan tersebut dicampur ke dalam botol larutan yang berisi  $5 \text{ ml}$

aquabides dan diaduk dengan menggunakan magnetic stirrer selama 1 jam. Proses elektrodeposisi dilakukan dengan rapat arus pulsa sebesar  $0,25 \text{ mA/mm}^2$  selama 30 menit. Morfologi permukaan lapisan komposit Ni-TiN-AlN yang terbentuk kemudian dikarakterisasi dengan Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS) dengan perbesaran 5000x.

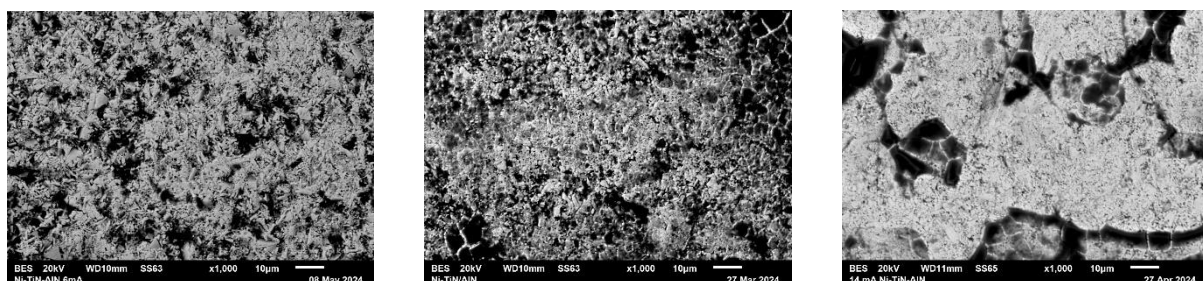
Proses elektrodeposisi lapisan komposit Ni-TiN-AlN yang menggunakan rapat arus pulsa dapat dilihat pada gambar 1. Selama proses elektrodeposisi, larutan diaduk di atas magnetic stirrer menggunakan magnetic bar dengan suhu konstan  $40^\circ\text{C}$  selama 30 menit untuk menyebarkan partikel nitrida. Karakterisasi morfologi permukaan lapisan komposit Ni-TiN-AlN dengan menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM) dan menganalisis komposisi lapisan menggunakan Energy Dispersive Spectroscopy (EDS).



**.GAMBAR 1.** Proses elektrodeposisi Lapisan Komposit Ni-TiN-AlN pada Tungsten Karbida (WC).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

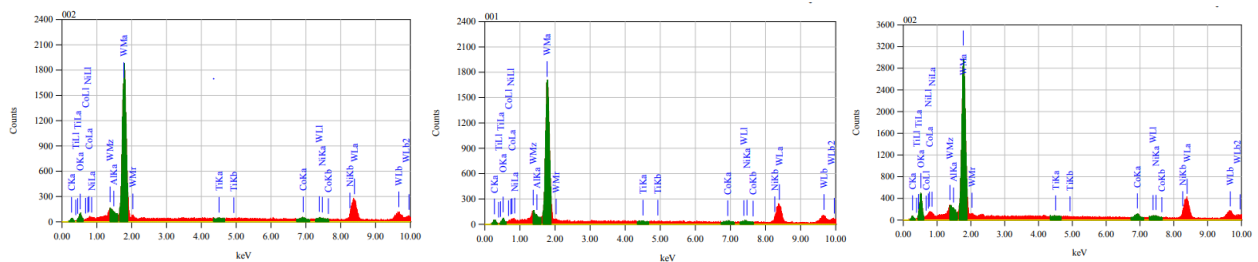
Penelitian ini menggunakan substrat tungsten karbida sebagai elektroda kerja (katoda) dan platina sebagai elektroda pembanding (anoda). Proses elektrodeposisi dilakukan menggunakan variasi rapat arus sebesar  $0,15 \text{ mA/mm}^2$ ,  $0,25 \text{ mA/mm}^2$ ,  $0,35 \text{ mA/mm}^2$ . Pelapisan dilakukan 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 permukaan lapisan komposit Ni-TiN-AlN dengan rapat arus (a)  $0,15 \text{ mA/mm}^2$ , (b)  $0,25 \text{ mA/mm}^2$ , (c)  $0,35 \text{ mA/mm}^2$  pada perbesaran 1000x

Pengujian hasil pembentukan lapisan komposit Ni-TiN-AlN dengan SEM bertujuan untuk mendapatkan informasi mengenai struktur permukaan, baik dari batas butir, pori, dan tekstur lapisan dari segi mikroskopik [11]. Gambar 2 menunjukkan morfologi permukaan lapisan komposit Ni-TiN-AlN dari hasil elektrodeposisi dengan temperatur 40°C pada substrat Tungsten Karbida dengan perbesaran 1000x dan skala 10 μm. Hasil pemindaian SEM menunjukkan morfologi permukaan lapisan yang cukup kasar, terdapat retakan pada permukaan substrat dan berpori serta terjadinya aglomerasi pada permukaan lapisan sehingga lapisan terlihat kurang merata [12]. Rangkaian astable yang mengalir pada rangkaian tidak konstan sehingga menyebabkan aglomerasi. Aglomerasi ini disebabkan karena penumpukkan zat penguat atau unsur Ti dan Al pada lapisan permukaannya. Terjadinya aglomerasi pada morfologi permukaan lapisan dikarenakan adanya energi partikel yang semakin tinggi sehingga menyebabkan laju elektrodeposisi meningkat disertai dengan rapat arus sehingga banyak bahan pelapis yang menempel pada substrat khususnya penguat yang memiliki kemungkinan untuk menghambat pertumbuhan nikel [13][14]. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya yang memiliki retakan pada morfologi permukaan yang disebabkan oleh adanya temperatur yang tidak stabil saat proses elektrodeposisi berlangsung yang menyebabkan atom menerima panas yang juga tidak stabil [15].

Dapat dilihat pada gambar 3 analisis EDS pada lapisan komposit Ni-TiN-AlN dengan variasi rapat arus 0,15 mA/mm<sup>2</sup>, 0,25 mA/mm<sup>2</sup>, 0,35 mA/mm<sup>2</sup> berikut:



**GAMBAR 3.** Analisis EDS Lapisan Komposit Ni-TiN-AlN pada Substrat Tungsten Karbida dengan variasi rapat arus (a) 0,15 mA/mm<sup>2</sup>, (b) 0,25 mA/mm<sup>2</sup>, (c) 0,35 mA/mm<sup>2</sup>

Dapat dilihat pada gambar 3, analisis EDS dalam kandungan unsur lapisan komposit Ni-TiN-AlN yang akan disajikan dalam tabel berikut.

**TABEL 1.** Kandungan lapisan komposit Ni-TiN-AlN pada arus 6 mA/mm<sup>2</sup>

Unsur	Komposisi Massa Unsur (wt%)	Komposisi Massa Atom (at%)
Ni	1,14	1,55
Ti	0,37	0,62
Al	0,50	1,49
Co	2,55	3,47
C	4,11	27,40
O	5,62	28,12

**TABEL 2.** Kandungan lapisan komposit Ni-TiN-AlN pada arus 10 mA/mm<sup>2</sup>

Unsur	Komposisi Massa Unsur (wt%)	Komposisi Massa Atom (at%)
Ni	0,81	1,05
Ti	0,38	0,60
Al	0,81	2,29
Co	1,55	2,01

C	5,63	35,71
O	4,75	22,65

**TABEL 3.** Kandungan lapisan komposit Ni-TiN-AlN pada arus 14 mA/mm<sup>2</sup>

Unsur	Komposisi Massa Unsur (wt%)	Komposisi Massa Atom (at%)
Ni	1,68	1,46
Ti	0,05	0,05
Al	0,91	1,73
Co	3,64	3,16
C	3,83	16,34
O	17,85	57,17

Dari hasil EDS menunjukkan bahwa unsur Ni, Ti, dan Al terdeteksi pada lapisan substrat. Nikel yang hampir setara dengan Al yang sedikit terdeteksi sehingga menunjukkan adanya matriks dan penguat pada lapisan komposit. Sementara untuk unsur Ti yang hanya terdeteksi sedikit pada arus yang digunakan yang disebabkan karena Ti yang merupakan unsur logam yang ringan sehingga memungkinkan sulit terdeteksi oleh EDS. Karbon yang di temukan cukup banyak karena merupakan unsur nonlogam yang bebas berbentuk atom sehingga reaktif terhadap semua bahan logam [16][17]. Penggabungan partikel ke dalam matriks juga bergantung terhadap kondisi elektrodeposisi. Dalam proses elektrodeposisi, karbon bereaksi dengan logam dan dapat meningkatkan kekuatan pada lapisan [18].

### SIMPULAN

Pembentukan lapisan komposit Ni-TiN-AlN dengan metode elektrodeposisi menggunakan variasi rapat arus 0,15 mA/mm<sup>2</sup>, 0,25 mA/mm<sup>2</sup>, 0,35 mA/mm<sup>2</sup> menghasilkan morfologi permukaan yang agak kasar, terdapat retakan dan berpori serta terjadinya aglomerasi pada permukaan lapisan sehingga lapisan terlihat kurang merata. Hasil penelitian dari proses elektrodeposisi ditandai dengan kandungan unsur logam Ni, Ti, dan Al yang terdeteksi di permukaan lapisan. Kemudian pada komposisi EDS lapisan komposit Ni-TiN-AlN yang menunjukkan hasil yang baik karena seluruh unsur yang ada yaitu Ni, Ti, dan Al terdeteksi, walaupun kurang merata yang mungkin dipengaruhi oleh kerapatan arus suhu, lama pengadukan, dan sebagainya.

### 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] 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] 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.
- [5] 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.
- [6] 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.
- [7] R. R. Saputra, S. Oediyani, Y. Lestari, and E. Mabruri, "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.
- [8] B. Esmar et al., "Komposisi dan Morfologi Permukaan Lapisan Komposit Ni-TiN-AlN Elektrodeposisi Prosiding Bidang Fisika, pp. 348-353, 2015.
- [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] Sujatno, A., Salam, R., Bandriyana, & Dimiyati, A. (2015). Studi Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk Karakterisasi Proses Oksidasi Paduan Zirkonium. *Jurnal Forum Nuklir (JFN)*, 9(2), 44-50.
- [11] 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.
- [12] A. W. Andiani, E. Budi, I. Sugihartono, "Pembentukan Lapisan Komposit Ni-TiAlN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> menggunakan Metode Elektrodeposisi dengan Variasi Temperatur," *Prosiding Seminar Nasional Fisika(E-JOURNAL)*, vol.8, pp. SNF2019145, 2019, doi:<https://doi.org/10.21009/03.SNF2019.02.PA.20>.
- [13] 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.

- [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] 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.
- [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>
- [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.