

KAJIAN PENGARUH ADITIF TERHADAP PEMBENTUKAN NANO DEPOSIT NIKEL PADA ELEKTROPLATING BAJA KARBON RENDAH

Dewi Idamayanti

Jurusan Teknik Pengecoran Logam Politeknik Manufaktur Negeri Bandung
 Jl. Kanayakan 21 Dago Bandung
 Telpon (022)2500241
 E-mail : idamayanti79@gmail.com

Abstrak

Pengaruh aditif terhadap pembentukan butir deposit nikel berukuran nano telah dilakukan melalui proses elektroplating nikel pada suhu 50°C, pH 4, dan rapat arus 0,17A/cm² selama 5 menit menggunakan aditif *saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* dengan variasi konsentrasi. Karakterisasi deposit dilakukan dengan menggunakan FE-SEM, EDS, uji kekerasan dan uji bengkok. Hasil penelitian menunjukkan bahwa aditif *saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* mereduksi ukuran butir deposit nikel sampai 10 nm. Penurunan ukuran butir deposit berpengaruh terhadap *brightness* deposit dan meningkatkan kekerasan sampai 587±6 VHN pada *saccharin* : *2-butyne-1,4-diol* (1,5 : 0,15 g/L), sedangkan aditif natrium lauril sulfat 0,08 g/L tidak berpengaruh terhadap reduksi ukuran butir deposit nikel tetapi mempunyai pengaruh penting dalam menghilangkan porositas deposit dan meningkatkan kekerasan deposit sampai 482±4 VHN.

Kata kunci : *aditif, nano deposit, elektroplating, elektrodeposisi, nickel deposit*

1. Pendahuluan

Sifat suatu material akan tergantung pada strukturnya. Saat ini teknologi mengarahkan struktur material mencapai skala nano karena dapat meningkatkan sifat material tersebut. Contohnya meningkatkan kekerasan, ketangguhan, ketahanan aus dan ketahanan listrik maupun sifat magnetiknya. Disebut struktur nano bila ukuran butirnya kurang dari 100 nm. Aplikasi struktur nano ini tidak hanya berkembang pada bidang medis dan biomaterial tetapi juga pada bidang elektroplating.

Metode elektrodeposisi atau elektroplating yang dapat menghasilkan struktur nano dapat dilakukan dengan dua cara yaitu elektrodeposisi *pulse plating* dan dengan penambahan aditif.

Pembentukan *nanodeposit* ditentukan oleh kecepatan nukleasi dan pertumbuhan butir yang telah ada. Yang diinginkan adalah kecepatan nukleasi tinggi dan pertumbuhan butir lambat. Pembentukan *nanodeposit* pada metode elektroplating konvensional adalah menggunakan aditif untuk mereduksi ukuran butir sampai ke tingkat nano melalui mekanisme pembentukan senyawa kompleks antara aditif dengan ion logam menghasilkan spesies *metallic electroactive* dan inhibitor katoda yang akan teradsorpsi pada permukaan yang tumbuh.

Proses adsorpsi pada permukaan sangat dipengaruhi oleh jumlah elektron yang berpasangan, jumlah gugus *hydrophilic* dan ukuran molekul inhibitor. Aditif *saccharin* berpengaruh dalam pembentukan *nanocrystalline* Ni melalui *pulse plating* menghasilkan *codeposit* unsur C dan S yang ditemukan pada batas butir *nanodeposit* Ni [1]. Pada penelitian ini akan diamati pengaruh aditif dari sodium lauril sulfat, *saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* terhadap pembentukan ukuran butir deposit nikel. Karakterisasi yang dilakukan meliputi ketebalan, kekerasan, ukuran butir dan morfologi permukaan

2. Metodologi Penelitian

2.1 Bahan

Katoda adalah baja karbon rendah dengan spesifikasi sesuai dengan tabel 1 dengan dimensi 2 cm x 3 cm. Katoda dihaluskan bertingkat dengan ampelas 1000# dan dipoles. *Degreasing* dengan trikloroetilen dan *pickling* dengan HCl 10%

Anodanya adalah nikel murni berbentuk kubus yang dilakukan *rolling* sehingga dimensi akhirnya 2 cm x 5 cm dan ketebalan 2 mm.

2.2 Komposisi elektrolit

Tabel 2 Komposisi Elektrolit Watts

Komposisi	Jumlah
NiSO ₄ ·2H ₂ O	280 g/L
NiCl ₂ ·2H ₂ O	45 g/L
Asam sitrat	17 g/L
Na-lauril sulfat	0,08 g/L
Saccharin	0,5 – 2,0 g/L
2-butyne-1,4-diol	0,05 – 0,2 g/L
Kondisi proses	pH 4,0 (diatur dengan NaOH 40%), rapat arus 0,17 A/cm ² , suhu 50°C, waktu plating 5 menit

Semua bahan mempunyai kemurnian teknis.

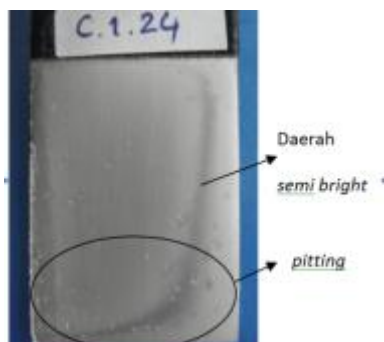
2.3 Karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan pada deposit nikel adalah pengujian kekerasan dengan *microvickers* pada arah *cross section*, pengukuran ketebalan dengan mikroskop optik, ukuran butir, morfologi permukaan dan komposisi deposit dengan SEM-EDS dan FE-SEM

3. Hasil dan Pembahasan

a. Pengaruh asam sitrat sebagai buffer

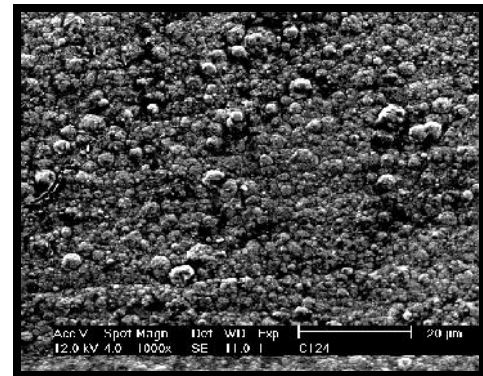
Kehadiran buffer utamanya adalah menyangga pH karena selama reaksi terdapat pelepasan OH⁻ yang dapat menaikkan pH elektrolit sehingga akan mengendapkan ion Ni²⁺ sebagai Ni(OH)₂ yang rapuh. Kehadiran bufer pun dapat mempengaruhi tampilan maupun sifat deposit karena selain kapasitasnya menyangga pH, beberapa bufer seperti ion sitrat dapat bereaksi dengan ion Ni²⁺ menghasilkan senyawa kompleks. Penggunaan bufer sitrat untuk elektroplating nikel pada permukaan baja berkontribusi pada porositas yang dihasilkan pada permukaan deposit. Bufer ini tidak dapat menghalangi gas yang menempel pada baja sebagai katoda dan gas inilah yang menjadi sumber porositas seperti yang tampak pada gambar 1.



Gambar 1. Foto makro deposit nikel menggunakan elektrolit Watts buffer sitrat

Adanya gas pada permukaan baja akan menghalangi proses deposisi. Nikel terdepositkan dan tumbuh di sekitar gelembung gas. Daerah tersebut akhirnya akan menghasilkan *pitting* dan menjadi sumber porositas deposit nikel. Menurut Bicelli dkk[1], porositas deposit nikel berkaitan erat dengan terikatnya hidrogen.

senyawa sitrat memberikan efek *blocking* terhadap proses deposisi nikel pada permukaan katoda (baja). Asam sitrat membentuk senyawa kompleks dengan nikel (NiCit⁻) yang teradsorpsi pada permukaan katoda (baja) dan menghalangi sisi aktif untuk proses *discharge* Ni²⁺.



Gambar 2. Hasil SEM pengaruh buffer asam

Melalui pengamatan morfologi permukaan deposit, buffer sitrat mempengaruhi terbentuknya ukuran butir. Pada gambar 2 butir deposit dari buffer sitrat menyerupai *cauli flower*. Menurut penelitian LI Chao-qun dkk[7], butir *cauli flower* ini terdiri dari koloni-koloni besar yang merupakan akumulasi dari *fine spherical deposits*. Bicelli[1] menyebutkan asam sitrat berfungsi pula sebagai *grain refinement*.

Efek penghalusan butir inilah yang diduga dapat meningkatkan kekerasan deposit nikel secara signifikan. Kekerasan deposit nikel dari buffer sitrat yang diuji pada arah *cross section* mencapai 431±9 VHN

Hasil penelitian sudah dilakukan Doi dan Mizumoto[5] yaitu kekerasan deposit nikel dari Watts-sitrat 450 VHN.

b. Pengaruh natrium lauril sulfat sebagai surfaktan/wetting agent

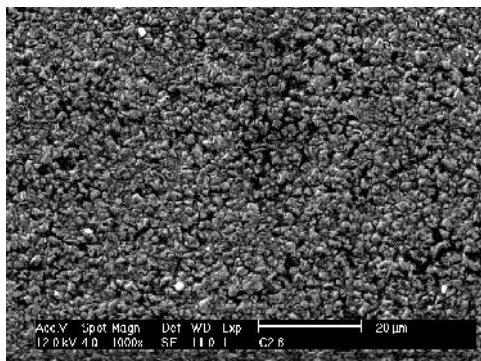
Natrium lauril sulfat merupakan surfaktan anionik yang bekerja menurunkan tegangan permukaan. Penambahan Natrium lauril sulfat dalam elektrolit Watts buffer sitrat efektif menurunkan/mengontrol jumlah *pitting* akibat

adsorpsi hidrogen pada permukaan baja seperti tampak pada gambar 3.



Gambar 3. Foto makro pengaruh natrium lauril sulfat terhadap permukaan deposit nikel.

Kekerasan deposit nikel yang dipengaruhi oleh natrium lauril sulfat sedikit meningkat 482 ± 4 VHN. Peningkatan kekerasan tidak menyebabkan deposit menjadi getas. Kehadiran natrium lauril sulfat cenderung meningkatkan pula keuletan deposit. Morfologi permukaan deposit cenderung berubah terlihat dari pola butir deposit yang berbeda dibandingkan tanpa penambahan lauril sulfat (gambar 2).



Gambar 4. Hasil SEM deposit nikel akibat penambahan natrium lauril sulfat.

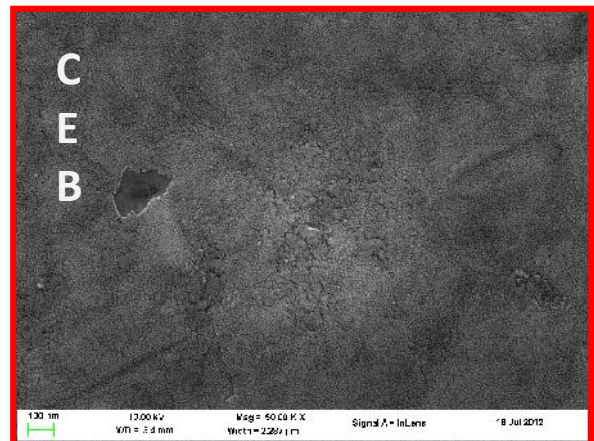
c. Pengaruh aditif *saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol*

Saccharin dan *2-butyne-1,4-diol* merupakan aditif yang termasuk dalam kelas *brightener*. Umumnya *Saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* digunakan berpasangan. Sinergi keduanya dapat menghaluskan butir, meningkatkan *brightness* juga meningkatkan kekerasan deposit.. *Saccharin* dapat teradsorpsi, menghalangi difusi permukaan *adatom* dan dapat menurunkan tegangan dalam deposit akibat *2-butyne-1,4-diol* serta mereduksi ukuran butir bahkan sampai tingkat nanometer[6]. Berikut hasil FE-SEM morfologi deposit nikel yang

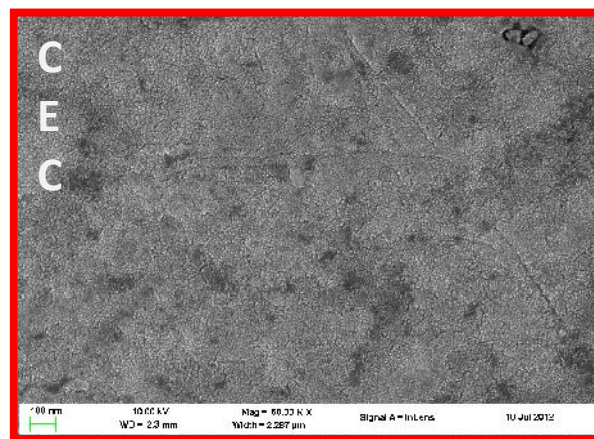
mengandung aditif *saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol*.



Gambar 5. Hasil FE-SEM morfologi deposit nikel mengandung natrium lauril sulfat 0,08 g/L + *saccharin* : *2-butyne-1,4-diol* (0,5:0,05)g/L



Gambar 6. Hasil FE-SEM morfologi deposit nikel mengandung natrium lauril sulfat 0,08 g/L + *saccharin* : *2-butyne-1,4-diol* (1,0:0,1)g/L

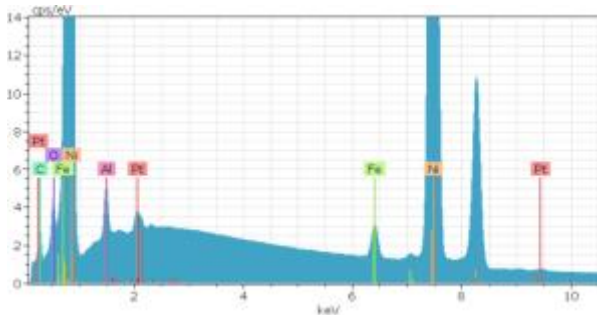


Gambar 7. Hasil FE-SEM morfologi deposit nikel mengandung natrium lauril sulfat 0,08 g/L + *saccharin* : *2-butyne-1,4-diol* (1,5:0,15)g/L



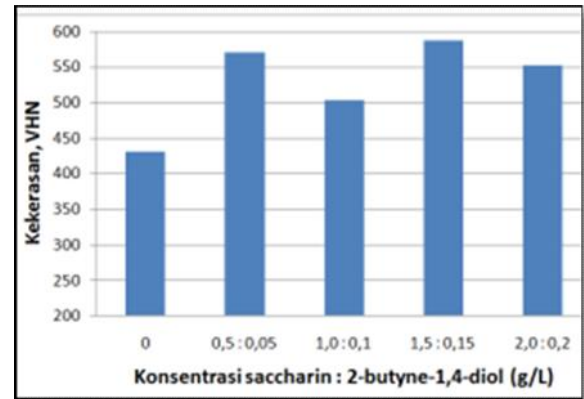
Gambar 8. Hasil FE-SEM morfologi deposit nikel mengandung natrium lauril sulfat 0,08 g/L + *saccharin* : *2-butyne-1,4-diol* (2,0:0,2)g/L

Dapat dibuktikan pada gambar 5-8, pengaruh dari *saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* menghasilkan ukuran butir deposit sedemikian halus (± 10 nm). *Saccharin* mengandung sulfur dan *2-butyne-1,4-diol* mengandung karbon, keduanya ikut terdepositkan (*codeposition*) pada deposit nikel dan berperan sebagai *solid solution strengthener* tetapi dapat menyebabkan *intergranular embrittlement*[1]. *Embrittlement* terjadi karena pembentukan lapisan getas nikel sulfida pada batas butir[4]. Namun demikian, berdasarkan hasil EDS hanya menunjukkan adanya karbon selain unsur nikel sebagai unsur yang dominan.



Gambar 9. Hasil EDS deposit nikel yang mengandung *saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol*

Dapat disimpulkan bahwa peningkatan kekerasan deposit dapat diakibatkan oleh pengaruh *brightener* melalui mekanisme reduksi ukuran butir (*grain refinement*), juga adanya *solid solution strengthener* dari kodeposisi karbon.



Gambar 10. Pengaruh *brightener* terhadap kekerasan deposit nikel dari Watts buffer sitrat.

Bertambahnya konsentrasi *saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* meningkatkan kekerasan deposit nikel ditunjukkan pada gambar 10. Kekerasan tertinggi 587 ± 6 VHN pada konsentrasi *brightener saccharin* : *2-butyne 1,4-diol* (1,5 : 0,15)g/L.

4. Kesimpulan

Pengaruh asam sitrat sebagai buffer dalam elektrolit dapat menghasilkan kekerasan 431 ± 9 VHN. Natrium lauril sulfat efektif sebagai surfaktan, mereduksi *pitting* akibat hidrogen dan meningkatkan kekerasan deposit nikel sampai 482 ± 4 VHN. Sinergi *brightener saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* dapat menghasilkan deposit *bright homogen*, menghaluskan butir dan meningkatkan kekerasan sampai 587 ± 6 VHN pada komposisi *saccharin* : *2-butyne-1,4-diol* (1,5 : 0,15 g/L).

Ucapan Terima Kasih

Saya ucapkan terima kasih kepada PT. Vanadia Utama yang telah membantu menganalisis sampel deposit nikel dengan alat FE-SEM-EDS Merk Zeiss.

Daftar Pustaka

1. Bicelli, L.P., Bozzini, B., Mele, C., D'Urzo, L. (2008) : A Review Of Nanostructural Aspects Of Metal Electrodeposition, *Int. J. Electrochem. Sci.*, 3, 356 – 408.
2. Burzyn'ska, L. and Rudnik, E. (2000) : The Influence of Electrolysis Parameters on The Composition and Morphology Of Co-Ni Alloys, *Hydrometallurgy*, 54, 133–149
3. Chauhan, K.S. and Lakra, S.K. (2010) : *Effect Of Substrate Texture On*

- Electroplating*, Bachelor Of Technology In Metallurgical And Materials Engineering, National Institute Of Technology Rourkela
4. Dini, J.W. (1993) : *Electrodeposition : The Materials Science Of Coatings & Substrates*, by Noyes Publications, United States of America.
 5. Doi,T. and Mizumoto, K. (2004) : *Bright Nickel Plating from Nickel Citrate Electroplating Baths*, Tokyo Metropolitan Industrial Technology Research Institute.
 6. Kim, S.H., Sohn, H.J., Joo, Y.C., Yim,T.H.,Lee,H.Y., Kang,T. (2005) : Effect of Saccharin Addition on The Microstructure of Electrodeposited Fe-36 wt.% Ni alloy. *Surface & Coatings technology*, 199, 43-48
 7. LI Chao-qun, LI Xin-hai, WANG Zhi-xin, GUO Hua-jun (2007) : Nickel Electrodeposition from Novel Citrate Bath, *Trans Nonferrous Met. Soc.China*, 17,1300-1306.