

**PENGARUH KONSENTRASI ASAM BORAT ( $H_3BO_3$ )  
TERHADAP LAPISAN TIPIS KOMPOSIT Ni-TiAIN  
DENGAN TEKNIK ELEKTRODEPOSISI**

**Skripsi**

**Disusun untuk memenuhi salah satu syarat  
memperoleh gelar Sarjana Sains**



**RENTHA THERESIA**

**3225130886**

**PROGRAM STUDI FISIKA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI JAKARTA**

**2017**

PERSETUJUAN PANITIA UJIAN SKRIPSI

PENGARUH KONSENTRASI ASAM BORAT ( $H_3BO_3$ )  
TERHADAP LAPISAN TIPIS KOMPOSIT Ni-TiAIN DENGAN TEKNIK  
ELEKTRODEPOSISI

Nama : Rentha Theresia

No.Reg : 32251308886

Nama	Tanda tangan	Tanggal
Penanggungjawab Dekan	:Prof. Dr. Suyono, M.Si NIP. 19671218 199303 1 005	23/08 2017
Wakil Penanggung Jawab Wakil Dekan I	:Dr. Muktiningsih, M.Si NIP. 19640511 198903 2 001	23/08 2017
Ketua	:Dr. Anggara Budi S, M.Si NIP. 19601001 199203 1 001	18/08 2017
Sekretaris	:Riser Fahdiran, M.Si NIP. 19830717 200912 1 008	18/08 2017
Anggota Pembimbing I	:Dr. Esmar Budi, M.T NIP. 19720728 199903 1 002	18/08 2017
Pembimbing II	: Dr. Iwan Sugihartono, M.Si NIP. 19791010 200801 1 018	18/08 2017
Penguji	:Prof. Dr. Agus Setyo Budi, M.Sc NIP. 19630426 198803 1 002	18/08 2017

Dinyatakan lulus ujian skripsi tanggal: 10 Agustus 2017

## LEMBAR PERNYATAAN ORISINALITAS

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi dengan judul **“Pengaruh Konsentrasi Asam Borat ( $H_3BO_3$ ) Terhadap Lapisan Tipis Komposit Ni-TiAlN dengan Teknik Eletrodeposisi”** yang disusun sebagai syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dari Program Studi Fisika Universitas Negeri Jakarta adalah skripsi saya dengan arahan dari dosen pembimbing.

Sumber informasi yang diperoleh dari penulis lain yang telah dipublikasikan yang disebutkan dalam teks skripsi ini, telah dicantumkan dalam Daftar Pustaka sesuai dengan norma, kaidah dan etika penulisan ilmiah.

Jika kemudian hari ditemukan sebagian besar skripsi ini bukan hasil karya saya sendiri dalam bagian-bagian tertentu, saya bersedia menerima sanksi-sanksi lainnya sesuai dengan peraturan perundang-undangan yang berlaku.

Jakarta, Agustus 2017

Yang membuat pernyataan



## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa karena telah memberikan karunia-Nya yang berlimpah sehingga penulis dapat menyelesaikan Proposal Skripsi yang berjudul **“Pengaruh Konsentrasi Asam Borat ( $H_3BO_3$ ) Terhadap Lapisan Tipis Komposit Ni-TiAlN dengan Teknik Elettrodeposisi.”** Penelitian yang ditulis dalam laporan ini tidak lepas dari pihak-pihak yang turut membantu baik secara langsung maupun tidak langsung. Oleh karena itu penulis berterimakasih kepada:

1. Ibu Widyaningrum Indrasari, M.Si., selaku Ketua Program Studi Fisika Universitas Negeri Jakarta.
2. Bapak Dr.Esmar Budi, M.T selaku Pembimbing I atas waktu, bimbingan dan saran yang membangun.
3. Bapak Dr.Iwan Sugihartono,M.Si selaku Pembimbing II atas waktu, bimbingan dan saran yang membangun.
4. Seluruh staf, karyawan laboratorium elektronika dan laboratorium material FMIPA UNJ.
5. Keluarga atas dukungan doa dan motivasinya.
6. Teman-teman Fisika 2013 yang telah bersama-sama melewati perkuliahan, dan selaku satu tim penelitian elektrodeposisi ini.
7. Rekan-rekan PMK yang telang mendukung didalam doa.

Penulis menyadari akan keterbatasan dan kelemahan dalam ilmu pengetahuan dan pengalaman, sehingga penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun demi penulisan selanjutnya yang lebih baik.

Jakarta, Agustus 2017

Rentha Theresia

## ABSTRAK

**Rentha Theresia.** Pengaruh Konsentrasi Asam Borat ( $H_3BO_3$ ) Terhadap Lapisan Tipis Ni-TiAlN dengan Teknik Elektrodeposisi . Skripsi. Jakarta: Program Studi Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Jakarta, 2017.

Telah dilakukan penelitian pembentukan lapisan tipis Ni-TiAlN. Penelitian ini menggunakan titanium aluminium nitrida (TiAlN). Tujuan dari penelitian ini mengetahui pengaruh konsentrasi asam borat pada lapisan tipis komposit Ni-TiAlN terhadap struktur morfologi. Elektrodeposisi merupakan teknik proses pelapisan pada permukaan bahan logam. Elektrodeposisi pada substrat tungsten karbida (WC) dilakukan selama 15 menit, dan arus 3,0 mA dengan variasi asam borat 30 gr/L, 35 gr/L, 40 gr/L  $H_3BO_3$ . Ditambahkan kedalam larutan elektrolit 0,63 M  $Ni_2SO_4 \cdot 6H_2O$ ; 0,09 M  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ ; 0,2 gr/L *Sodium Dodecyl Sulfate* (SDS); 4 gr/L TiN dan 4 gr/AlN. Hasil elektrodeposisi dianalisis menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Hasil penelitian menunjukkan adanya pengaruh terhadap tungsten karbida pada morfologi dengan semakin besar konsentrasi maka aglomerat yang terbentuk semakin terlihat jelas, dan semakin kecil konsentrasi retakan semakin jelas.

**Kata Kunci:** *Lapisan komposit Ni-TiAlN, elektrodeposisi, tungsten karbida (WC), asam borat*

## ABSTRACT

**Rentha Theresia.** *Influence of Concentration Boric Acid ( $H_3BO_3$ ) on Thin Layer Ni-TiAlN with Technic Electrodeposition. Jakarta: Study Program of Physics, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, State University of Jakarta, 2017.*

*Has done the processing coating thin composite Ni-TiAlN. This research uses titanium aluminum nitride (TiAlN). The purpose of this research is to know the influence of concentration boric acid on the thin layer composite Ni-TiAlN to morphological structure. Elektrodeposition is coating process to form metallic materials.. The electrodeposition of the tungsten carbide (WC) substrate was carried out for 15 min, and a current of 3.0 mA with a variation of boric acid 30 g / L, 35 g / L, 40 g / L  $H_3BO_3$ . Added to an electrolyte solution of 0.63 M  $Ni_2SO_4 \cdot 6H_2O$ ; 0.09 M  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ ; 0.2 g / L Sodium Dodecyl Sulfate (SDS); 4 gr / L TiN and 4 gr / AlN. Electrodeposition results were analyzed using Scanning Electron Microscopy (SEM). The result from tungsten carbide on morphology with bigger concentration, the agglomerates formed become more smotter, and the smaller the crack concentration becomes clearly.*

**Keywords:** *Ni-TiAlN nanocomposite coating, electrodeposition, tungsten carbide (WC), boric acid*

## DAFTAR ISI

PERSETUJUAN PANITIA UJIAN SKRIPSI.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
LEMBAR PERNYATAANORISINALITAS .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
KATA PENGANTAR .....	iv
ABSTRAK .....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR TABEL.....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	x
DAFTAR LAMPIRAN .....	xi
BAB IPENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Identifikasi Masalah .....	3
1.3 Pembatasan Masalah .....	3
1.4 Perumusan Masalah.....	3
1.5 Tujuan Penelitian.....	3
1.6 Manfaat Penelitian.....	4
BAB I IKAJIAN PUSTAKA .....	5
2.1 Lapisan Tipis Komposit Ni-TiAlN.....	5
2.2 Asam Borat ( $H_3BO_3$ ) .....	6
2.3 Elektrodeposisi .....	9
2.4 Tungsten Karbida (WC) .....	12
2.5 Struktur Kristal .....	13
2.6 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	14
2.7 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	15
2.8 Uji Kekerasan ( <i>Hardness Test</i> ) .....	17
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	20
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	20
3.2 Metode Penelitian.....	20
3.2.1 Alat dan Bahan.....	20

3.2.2	Prosedur Penelitian.....	21
3.3	Pengujian Karakteristik.....	25
3.4	Diagram Alir Penelitian.....	27
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....		28
4.1	Karakteristik Morfologi dan Komposisi Unsur Lapisan .....	28
4.1.1	Konsentrasi Asam Borat ( $H_3BO_3$ ) 30 g/l .....	28
4.1.2	Konsentrasi Asam Borat ( $H_3BO_3$ ) 35 g/l .....	30
4.1.3	Konsentrasi Asam Borat ( $H_3BO_3$ ) 40 g/l .....	32
4.2	Karakteristik Struktur Kristal Lapisan.....	34
4.2.1	Konsentrasi Asam Borat ( $H_3BO_3$ ) 30 g/l .....	35
4.2.2	Konsentrasi Asam Borat ( $H_3BO_3$ ) 35 g/l .....	36
4.2.3	Konsentrasi Asam Borat ( $H_3BO_3$ ) 40 g/l .....	37
4.3	Uji Kekerasan Vickers.....	41
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....		44
5.1	Kesimpulan.....	44
5.2	Saran .....	44
DAFTAR PUSTAKA .....		45
LAMPIRAN.....		49
DAFTAR RIWAYAT HIDUP.....		60

## DAFTAR TABEL

Tabel 1. sifat asam borat. ....	7
Tabel 2. Sifat termodinamika Asam Borat.....	7
Tabel 3. Kelarutan asam borat dalam air .....	8
Tabel 4. Tabel Penentuan Struktur Kristal.....	14
Tabel 5. Bahan-bahan larutan elektrolit.....	22
Tabel 6. Komposisi pada Konsentrasi 30 g/l. ....	29
Tabel 7. Komposisi pada Konsentrasi 35 g/l. ....	31
Tabel 8. Komposisi pada Konsentrasi 40 g/l. ....	33
Tabel 9. Hasil Pengolahan Data XRD pada Konsentrasi 30 g/l.....	35
Tabel 10. Hasil Pengolahan Data XRD pada Konsentrasi 35 g/l.....	37
Tabel 11. Hasil Pengolahan Data XRD pada Konsentrasi 40 g/l.....	38
Tabel 12. Perbandingan Hasil Data XRD. ....	40
Tabel 13. Perbandingan hasil uji kekerasan vickers .....	41

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Skema struktur kristal TiAlN.....	17
Gambar 2. Asam borat.....	19
Gambar 3. Skema elektrodeposisi.....	21
Gambar 4. Prinsip kerja SEM.....	25
Gambar 5. Hamburan sinar-X pada Kristal.....	27
Gambar 6. Metode uji kekerasan Vickers.....	29
Gambar 7. Larutan elektrolit.....	32
Gambar 8. Pemrosesan stirrer.....	34
Gambar 9. Desain sistem elektrodeposisi.....	35
Gambar 10. Tungsten carbide yang telah dielektrodeposisi.....	35
Gambar 11. Alat uji <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM) EVO MA10.....	36
Gambar 12. Alat uji <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) PANalytical JEOL JSM-6510LA.....	36
Gambar 13. Alat uji Vickers HV-1000.....	37
Gambar 14. Hasil Uji SEM pada konsentrasi 30 g/l gram.....	38
Gambar 15. Grafik EDS pada konsentrasi 30 g/l.....	40
Gambar 16. Hasil Uji SEM pada konsentrasi 35 g/l.....	41
Gambar 17. Grafik EDS pada Konsentrasi 35 g/l.....	42
Gambar 18. Hasil Uji SEM pada konsentrasi 40 g/l.....	43
Gambar 19. Grafik EDS pada Konsentrasi 40 g/l.....	43
Gambar 20. Hasil Karakterisasi Struktur Kristal Lapisan Tipis Komposit Ni- TiAlN Menggunakan XRD pada konsentrasi 30 g/l.....	44
Gambar 21. Hasil Karakterisasi Struktur Kristal Lapisan Tipis Komposit Ni- TiAlN Menggunakan XRD pada konsentrasi 35 g/l.....	44
Gambar 22. Hasil Karakterisasi Struktur Kristal Lapisan Tipis Komposit Ni- TiAlN Menggunakan XRD pada konsentrasi 40 g/l.....	45
Gambar 23. Perbandingan data XRD.....	46
Gambar 24. Grafik perbandingan hasil uji Vickers.....	47
Gambar 25. Grafik hubungan grain size dan hardness.....	52

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Pembuatan Larutan Elektrolit.....	60
Lampiran 2. Karakterisasi Morfologi dan Komposisi (SEM DAN EDS).....	62
Lampiran 3. Karakteristik Struktur Kristal (XRD).....	64
Lampiran4. Uji kekerasan (VICKERS).....	68
Lampiran 5. Hall of Petch Relation.....	70

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Dalam dekade terakhir ini, pola kehidupan manusia mengarah pada era digital, dimana segala aktifitas kehidupan selalu dapat dikaitkan dengan mesin elektronik. Tingkat kebutuhan yang tinggi terhadap peralatan elektronik, dan didukung perkembangan nano teknologi, mendorong manusia untuk menciptakan alat yang berskala kecil dengan tidak mengurangi kapasitas alat. Tidak kalah hebatnya perkembangan teknologi dalam bidang material, manusia berlomba-lomba untuk mengembangkan material yang memiliki kualitas lebih baik, dengan tingkat kekerasan yang memadai, tahan terhadap korosi, lebih kuat dan tahan lama (Santosa, 2008). Kemajuan teknologi industri logam di Indonesia saat ini berkembang cepat menuntut penyediaan energi yang makin banyak, baik untuk industri termasuk berbagai alat pendukungnya (Andhika dkk, 2015). Yang terpenting dari semua itu adalah dapat menggantikan peran dari material sebelumnya yang ketersediannya mulai menipis (Santosa, 2008).

Pada tahap ini dilapisi dengan titanium aluminium nitrida (TiAlN). Titanium aluminium nitrida sebagai salah satu bahan yang menjanjikan karena kemampuannya untuk membentuk lapisan yang sangat keras dan padat dengan kekerasan yang dapat tahan dengan suhu tinggi (Veprek et al, 1996).

Secara umum teknik pelapisan dibedakan menjadi dua, yaitu: pelapisan dengan bahan dasar logam banyak digunakan terutama dalam industri-industri berat (Santosa, 2008). Pembentukan lapisan tipis komposit berbasis nikel untuk perlindungan bahan terhadap aus dan korosi telah menjadi perhatian mengingat kerugian yang diakibatkan oleh keduanya (Sanji Kundu et al, 2014). Pelapisan dapat dilakukan dengan berbagai metode antara lain *Electrodeposition*, *Evaporation*, *Sputtering*, *plating*, *ion plating*, *Physical vapour deposition* (PVD) dan *Chemical vapor deposition* (CVD). Dengan kemajuan teknologi pada saat ini telah dikembangkan teknik proses pelapisan untuk membentuk lapisan tipis pada permukaan bahan logam. Satu diantara teknik elektrodeposisi (Siswanto

& Sutjatmoko, 2009). Elektrodeposisi merupakan kaidah pelapisan berdasarkan prinsip elektrokimia untuk membentuk lapisan komposit logam dan bukan logam (Karbasi et al, 2012). Kaidah ini digunakan untuk mendeposisikan partikel berukuran mikro atau sub-mikro pada matrik logam atau bukan logam. Proses elektrodeposisi itu sendiri seperti halnya struktur, morfologi dan komposisi dipengaruhi oleh parameter proses seperti arus elektrodeposisi dan konsentrasi partikel.

Salah satu konsentrasi yang digunakan adalah asam borat. Asam Borat ( $H_3BO_3$ ) adalah senyawa berwarna putih, tidak berbau dan terdapat dalam berbagai bentuk baik berbentuk kristal, granular, dan bubuk (Hapsari, 2008). Adanya asam borat juga mampu meningkatkan adsorpsi pada ion logam yang terdapat dalam larutan sehingga mampu menghasilkan hasil pelapisan dengan kekuatan penempelan yang lebih baik (Chang et al, 2003).

Sejauh literatur yang peneliti temukan, elektrodeposisi dipadukan bahan-bahan larutan elektrolit  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ ,  $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ ,  $H_3BO_3$ , *Sodium Dodecyl Sulfate* (SDS), TiN, dan AlN telah berhasil dilakukan dengan tungsten karbida (WC). Dengan teknik pensintesisan lapisan plating dengan menggunakan metode elektrodeposisi/ electroplating memiliki beberapa keunggulan antara lain: lapisannya lebih merata, daya rekatnya lebih baik, proses pelapisan listriknya tidak membutuhkan tegangan terlalu tinggi, dapat meningkatkan ketahanan korosi serta kualitasnya meningkat (Aminah, 2011). Namun, belum terdapat penelitian untuk perubahan konsentrasi  $H_3BO_3$ . Hal inilah yang memicu peneliti untuk melakukan penelitian yang berjudul "Pengaruh Konsentrasi Asam Borat Terhadap Lapisan Tipis Komposit Ni-TiAlN dengan Teknik Elektrodeposisi."

Penelitian ini diharapkan dengan teknik elektrodeposisi dapat diketahui pengaruh konsentrasi asam borat terhadap morfologi permukaan lapisan tipis komposit Ni-TiAlN, struktur kristal lapisan tipis komposit Ni-TiAlN dan kekerasan lapisan komposit Ni-TiAlN yang sudah terbentuk.

## 1.2 Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas maka dapat diidentifikasi masalah dari penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh konsentrasi asam borat terhadap lapisan tipis komposit Ni-TiAlN selama proses elektrodeposisi berlangsung terhadap struktur morfologi, dan struktur kristal?
2. Bagaimana komposisi lapisan tipis komposit Ni-TiAlN yang terbentuk?
3. Bagaimana kekerasan yang telah terbentuk pada substrat tungsten karbida?

## 1.3 Pembatasan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, penelitian ini dibatasi pada beberapa hal dibawah ini adalah:

1. Sintesis lapisan tipis komposit Ni-TiAlN variasi konsentrasi asam borat dengan teknik elektrodeposisi.
2. Pembentukan lapisan tipis komposit Ni-TiAlN disintesis pada substrat (WC) tungsten karbida selama 15 menit dengan arus listrik sebesar 3 mA.
3. Menggunakan tiga variasi konsentrasi asam borat sebesar 30 g/L, 35 g/L, 40 g/L.

## 1.4 Perumusan Masalah

Berdasarkan uraian dalam pembatasan masalah, perumusan masalah pada penelitian ini adalah “Bagaimana pengaruh konsentrasi asam borat terhadap lapisan tipis komposit Ni-TiAlN terhadap struktur morfologi, struktur kristal, komposisi dan kekerasan yang terbentuk pada substrat tungsten karbida?”

## 1.5 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh konsentrasi asam borat pada lapisan tipis komposit Ni-TiAlN terhadap struktur morfologi,
2. Mengetahui pengaruh konsentrasi asam borat pada lapisan tipis komposit Ni-TiAlN terhadap komposisi,

3. Mengetahui pengaruh konsentrasi asam borat pada lapisan tipis komposit Ni-TiAlN terhadap struktur kristal, dan
4. Mengetahui pengaruh konsentrasi asam borat pada lapisan tipis komposit Ni-TiAlN terhadap kekerasan.

### **1.6 Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Industri Otomotif, elektronika, pertambangan, metalurgi, petrolem, tekstil, furniture, kimia, arsenals alat pemotong , abrasive , alat dan instrumen lainnya dan perhiasan.
2. Dapat dibentuk sesuai kebutuhan, yang mempunyai tingkat kekerasan jauh lebih padat dari baja atau titanium dan penggunaanya lebih banyak dalam bidang permesinan industri.

## BAB II

### KAJIAN PUSTAKA

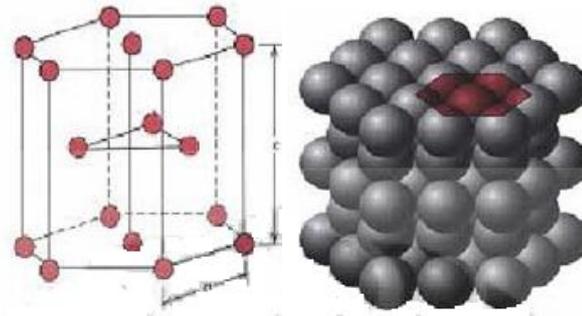
#### 2.1 Lapisan Tipis Komposit Ni-TiAlN

Logam Ni dengan nomor atom 28 memiliki konfigurasi elektron  $[18\text{Ar}]3d^8 4s^2$ . Nikel mempunyai sifat tahan karat. Dalam keadaan murni, nikel bersifat lembek, tetapi jika dipadukan dengan besi, krom, dan logam lainnya, dapat membentuk baja tahan karat yang keras, mudah ditempa. Logam-logam seperti platina, nikel, molibdenum, dan palladium merupakan jenis katalis yang sering digunakan untuk reaksi katalitik. Namun karena harga platina dan paladium yang sangat mahal, maka menggunakan nikel akan lebih menguntungkan (Yao et al, 2010).

Ni memiliki kemampuan untuk berdeformasi tanpa patah sehingga Ni biasanya digunakan sebagai bahan yang dilapisi dalam fabrikasi lapisan tipis untuk menguatkan *film*. Pada umumnya Ni digunakan sebagai bahan antar lapisan mineral dalam fabrikasi lapisan tipis dalam rangka untuk membentuk lapisan tipis yang kuat. Dalam fabrikasi Ni berbasis lapisan nanokomposit, Ni digunakan sebagai matriks sementara nanopartikel keras seperti SiC, TiC dan TiN digunakan sebagai penguat partikel (Zhang et al, 2005). Pengembangan dari Nikel sebagai bahan yang dilapisi nanokomposit dengan penambahan nanopartikel telah terbukti dapat menambah kekerasan, penggunaan dan ketahanan korosi dari permukaan Nikel tersebut (Khasanah, 2011).

Titanium nitrida adalah bahan pelapis yang telah banyak digunakan sebagai lapisan pelindung tipis karena resistensi yang tinggi terhadap korosi oleh asam kuat, kekerasan tinggi, lebur tinggi titik ( $2927^\circ\text{C}$ ) dan kecenderungan sintering rendah, yang membuatnya sangat cocok untuk aplikasi dalam suhu tinggi katalisis heterogen. TiN dapat diproduksi oleh deposisi uap fisik (PVD) atau oleh deposisi uap kimia pada suhu lebih tinggi dari  $950^\circ\text{C}$ . TiN telah menjadi bahan yang menarik untuk dimasukkan ke dalam matriks nikel. Partikel TiN telah memiliki ukuran butir rata-rata 14-50 nm (Magdy dkk, 2013).

Titanium aluminium nitrida (TiAlN) merupakan paduan pelapis keras metastabil yang terdiri dari unsur-unsur logam Titanium Aluminium dan Nitrogen untuk meningkatkan sifat mekanik dan kimia dari material. TiAlN merupakan salah satu jenis *coating* yang digunakan untuk meningkatkan ketahanan aus dan ketahanan korosi substrat Tungsten Karbida (WC) (Budi dkk., 2015). Titanium aluminium nitrida (TiAlN) memiliki kekerasan yang sangat tinggi dan tahanan oksidasinya lebih baik dibanding TiN (Destefani, 2002).



Gambar 1. Skema struktur kristal TiAlN (Santosa, 2008).

## 2.2 Asam Borat ( $H_3BO_3$ )

Asam borat umumnya berupa *powder* atau bubuk putih. Asam borat merupakan asam lemah yang biasanya dimanfaatkan sebagai antiseptik, insektisida, penghambat kebakaran, pengontrol pembelahan uranium pada pembangkit tenaga nuklir, dan bahan dasar pembuatan campuran kimia lainnya (Nanto, 2008). Karakteristik asam borat ditampilkan pada Tabel 1.

Tabel 1. sifat asam borat(Nanto, 2008).

<b>Info Umum</b>	
Nama lain	<i>Orthoboric acid, Boracic acid, Sassolite, Optibor, Borofax</i>
Formula Molekul	B(OH) <sub>3</sub>
Formula Empirik	H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>
Massa Molar	61,832 g/mol
Tampilan	Kristalin padat putih
<b>Tampilan</b>	
Densitas dan fasa	1,435 g/cm <sup>3</sup> dan cair
Kelarutan dalam air	5,79 g/100 mL (25°C)
Titik lebur	169°C <i>decomp</i>
Ke asaman (pK <sub>a</sub> )	9,24
<b>Data Termodinamika</b>	
Bentuk Termodinamika	Padat, cair, gas

- Sifat-sifat Kimia(Hapsari, 2008)
  - Stabil di bawah kondisi-kondisi lingkungan higroskopik.
  - Asam borak jika dipanaskan diatas 170°C akan terdehidrasi  

$$\text{H}_3\text{BO}_3 \rightarrow \text{HBO}_2 + \text{H}_2\text{O}$$
- Sifat thermodinamika

Tabel 2. Sifat termodinamika Asam Borat

No	Suhu (K)	Cp (J/kgK)	H°(J/mol)
1.	0	0	-13.393
2.	100	35.92	-16.636
3.	200	58.74	-6.866
4.	298	81.34	0
5.	400	100.21	9.824

### 3. Kelarutan asam borat dalam air

Tabel 3. Kelarutan asam borat dalam air

No	Suhu (°C)	% Berat H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>
1.	0	2.52
2.	20	4.72
3.	40	8.08
4.	60	12.97
5.	80	19.10
6.	100	27.53

Asam borat dapat disosiasi dalam larutan air. Tetapi karena keasamannya, asam borat akan berinteraksi dengan molekul air melalui reaksi kimia, yakni (Nanto, 2008).



Asam borat dapat larut dalam air mendidih. Ketika dipanaskan di atas suhu 170°C, asam borat akan mengering atau kehilangan air membentuk asammetaborat HBO<sub>2</sub>. Asam metaborat berbentuk padatan putih dengan sistim kristal kubik dan hanya sedikit yang dapat larut dalam air. Titik lebur asam metaborat sekitar 236°C. Ketika dipanaskan kembali hingga lebih dari 300°C, maka asammetaborat ini akan mengering atau kehilangan air kembali dan membentuk asamtetaborat atau asam piroborat (H<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>). Fasa – fasa ini merupakan bentukperubahan asam borat ketika dipanaskan secara kontinu. Jika terus dipanaskan, maka akan terbentuk asam trioksida B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan mudah (Nanto, 2008).



Gambar 2. Asam borat.

Asam Borat ( $H_3BO_3$ ) tidak berbau dan terdapat dalam berbagai bentuk baik berbentuk kristal, granular, dan bubuk (Protection Agency, United States Environmental, 1993). Asam Borat banyak digunakan untuk industri gelas, keramik, elektronik, farmasi dan fotografi. Bahan baku yang digunakan untuk pembuatan asam borat yaitu boraks dan asam sulfat (Hapsari, 2008). asam borat dapat bertindak sebagai surfaktan (Yiyong et al, 2003), dan asam borat telah lama dipandang sebagai zat penyangga untuk elektrodeposisi (Ji J et al, 1995).

Adanya asam borat juga mampu meningkatkan adsorpsi pada ion logam yang terdapat dalam larutan sehingga mampu menghasilkan hasil pelapisan dengan kekuatan penempelan yang lebih baik (Chang et al, 2003).

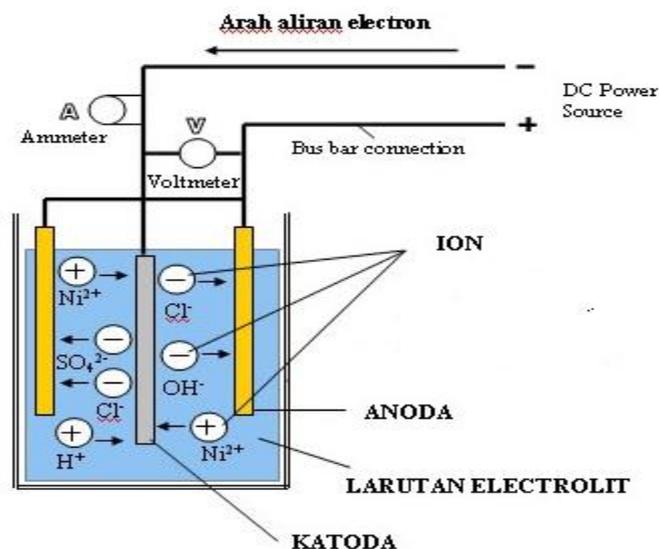
### **2.3 Elektrodeposisi**

Elektrodeposisi merupakan penempelan spesies kimia pada substrat atau logam lain secara elektrolisis. Pada sistem ini listrik digunakan untuk berlangsungnya suatu reaksi kimia. Electro motif force (emf) yang diperlukan untuk berlangsungnya proses ini akan sedikit lebih tinggi daripada emf yang dihasilkan oleh reaksi kimia. Emf tersebut diperoleh dari luar sehingga disebut juga potensial eksternal (Dogra, 1990).

Prinsip dasar pelapisan logam secara listrik adalah penempatan ion logam yang ditambah elektron pada logam yang dilapisi, yang mana ion-ion logam tersebut didapat dari anoda dan elektrolit yang digunakan (Taufik, 2009). Kaidah ini digunakan untuk mendeposisikan partikel berukuran mikro atau sub-mikro pada matrik logam atau bukan logam (Budi dkk., 2015).

Transfer muatan pada permukaan elektroda berhubungan dengan transport ion-ion elektrolit. Jika yang terlibat adalah spesies yang tidak bermuatan, maka perpindahannya ditentukan oleh konveksi dan difusi spesies dalam larutan. Dalam spesies yang bermuatan, medan listrik turut mempengaruhi proses perpindahan reaktan ke permukaan elektroda. Kecepatan perpindahan massa tersebut dapat dinaikkan menggunakan beberapa cara antara lain : meningkatkan konsentrasi reaktan, meningkatkan pengadukan, atau meningkatkan temperatur larutan (Pretince, 1991).

Pada proses elektrodposisi terjadi reaksi oksidasi dan reaksi reduksi yang lebih sering disebut reaksi redoks. Reaksi oksidasi terjadi bila senyawa atau unsur kimia melepaskan elektron, molekul, atau ion-ion dan reaksi reduksi terjadi bila senyawa kimia memperoleh elektron dari partikel-partikel tersebut (Zumdhal & Zumdhal, 2007). Reaksi spontan terjadi saat aliran arus listrik ke elektroda terendam dalam larutan elektrolit. Proses ini disebut sebagai reaksi reduksi karena ion logam yang dilepaskan diikuti dengan melepasnya satu atau dua elektron. Kemudian, baik ion logam dan elektron bereaksi dan disimpan ke elektroda (katoda).



Gambar 3. Skema elektrodposisi.

Hukum Faraday adalah hukum dasar untuk elektrolisis dan elektroanalisis. Hukum ini digunakan untuk menjelaskan pemakaian sel elektrolisis dalam analisis kimia. Hukum elektrolisis Faraday menyatakan bahwa jumlah zat yang bereaksi

pada elektroda sebanding dengan jumlah arus listrik yang mengalir melalui sel elektrokimia (Rivai, 1995). Berdasarkan hukum diatas maka dapat dihitung jumlah zat yang mengendap pada elektroda sebagai berikut :

$$w = \frac{(BM)(i)(t)}{(n)(96500)} \quad (2.1)$$

dengan

w = massa logam yang terdepositasi (gram)

BM = berat atom atau molekul

n = elektron yang terlibat dalam elektrolisis

i = arus listrik ( ampere )

t = waktu elektrolisis ( detik )

Faraday dan para peneliti lain mengembangkan cara elektrolisis yang berdasarkan pada pengaliran arus listrik melalui larutan yang mengandung garam logam, misalnya jika arus listrik dialirkan melalui larutan CuSO<sub>4</sub> maka akan terjadi reaksi sebagai berikut :

Tembaga diendapkan pada katoda:



Oksigen dilepaskan pada anoda:



Elektrodeposisi merupakan aplikasi dari elektrolisis terutama untuk mengendapkan logam dari ion logamnya dalam larutan. Logam yang terdeposit dapat berbentuk kristalin, halus, bersepih-sepih, berpori atau bergranular. Menurut (Rieger & Botton, 1995) kualitas deposit dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain:

1. Rapat arus

Pada rapat arus yang kecil reduksi ion-ion logam berlangsung lambat sehingga deposit berbentuk kristalin kuarsa. Peningkatan rapat arus mendorong semakin cepatnya pembentukan inti dan deposit menjadi berbutir lebih halus. Kerapatan arus yang baik adalah arus yang tinggi

pada saat arus diperkirakan masuk. Bagaimanapun nilai kerapatan arus dipengaruhi oleh hambatan jenis yang dimiliki oleh jenis logam yang dijadikan substrat.

2. Konsentrasi elektrolit

Semakin tinggi konsentrasi larutan elektrolit berarti jumlah ion logam yang terkandung dalam larutan semakin banyak sehingga lapisan yang terbentuk semakin tebal.

3. Jenis elektrolit

Sifat anion sangat mempengaruhi bentuk fisik deposit misalnya timbal (Pb) yang dihasilkan dari elektrolisis  $PbNO_3$  bersifat kasar sedangkan yang dihasilkan dari elektrolisis  $PbSiF_4/PbBF_4$  bersifat halus.

4. Temperatur

Peningkatan temperatur memudahkan berlangsungnya proses difusi, meningkatkan pertumbuhan kristal dan menurunkan potensial lebih gas Hidrogen. Temperatur yang sangat tinggi menyebabkan deposit tidak baik.

5. Jarak Antar Katoda dengan Anoda

Kemampuan larutan penyalur menghasilkan lapisan dengan ketebalan merata dan sejalan dengan terus berubahnya jarak antara anoda dan permukaan katoda selama proses pelapisan.

6. Waktu Pelapisan

Waktu lapisan sangat berpengaruh pada ketebalan lapisan yang diharapkan. Berdasarkan hasil penelitian sebelumnya, variasi waktu telah menghasilkan perbedaan ketebalan lapisan yang sangat signifikan. Semakin lama pencelupan maka ketebalan lapisan semakin bertambah

#### **2.4 Tungsten Karbida (WC)**

Substrat atau bahan dasar logam digunakan sebagai katoda didalam larutan elektrolit yang mana menjadi tempat lapisan akan diendapkan. Katoda adalah elektroda yang dihubungkan dengan kutub negative sumber arus dan tempat terjadinya reaksi reduksi, karena elektron-elektron meninggalkan sumber arus dan masuk kedalam sel elektrolisis pada elektroda tersebut. Pemilihan elektroda harus

memiliki kumpulan atom-atom yang terikat dimana elektron-elektronnya dapat bergerak bebas sehingga proses elektrodposisi dapat berlangsung dengan baik dan logam dapat menempel dengan kuat pada substrat (Muarief, 2015).

Logam yang akan dijadikan substrat pada penelitian ini adalah tungsten karbida. Tungsten atau wolfram adalah unsur kimia dengan symbol W bernomor atom 74. Dalam bentuk mentah, tungsten adalah baja abu – abu keras logam yang sering rapuh dan sulit untuk dimanfaatkan. Jika dibuat sangat murni, tungsten memiliki kekerasan yang melebihi baja.

Dari semua logam dalam bentuk murni, tungsten memiliki titik leleh tertinggi ( $3.442^{\circ}\text{C}$ ), tekanan uap terendah (pada suhu diatas  $1.650^{\circ}\text{C}$ ) dan kekuatan tarik tertinggi. Meskipun karbon tetap padat pada suhu yang lebih tinggi dari pada tungsten dan pada saat itu karbon menyublim, bukan mencair, tungsten tetap dianggap memiliki titik lebur yang lebih tinggi (Permatasari, 2015).

## 2.5 Struktur Kristal

Struktur kristal adalah suatu keteraturan susunan atom-atom dalam suatu zat padat. Atom-atom dan molekul –molekul dari bahan tersebut akan tersusun secara beraturan, sehingga membentuk suatu pola tiga dimensi yang dapat digambarkan sebagai suatu kelipatan atau pengulangan dari suatu pola satuan yang dikenal sebagai sel satuan atau *unit cell* (Kittel, 2005).

Suatu kristal mempunyai bidang-bidang atom yang berbeda dan dapat mempengaruhi sifat dan perilaku bahan. Orientasi bidang dalam kristalografi ditentukan oleh indeks Millernya. Kristal digambarkan oleh sel satuannya dan bentuk sel satuan ditentukan besar sumbu kristal  $a$ ,  $b$ ,  $c$  serta sudut kristal  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ .

Arah kristal sangat penting dalam mempelajari sifat dan struktur kristal, karena banyak sifat berubah dengan arah. Arah kristal biasanya diberi indeks sesuai berkas yang berasal dari titik asal melalui titik dengan indeks utuh terkecil. Sesuai perjanjian, kita gunakan tanda kurung persegi  $[uvw]$  untuk menyatakan arah kristal, dan  $\langle uvw \rangle$  untuk kelompok arah. Arah-arrah yang sejajar selalu mempunyai indeks yang sama, sedangkan arah negatif ditandai dengan garis datar diatas angka (Khasanah, 2011).

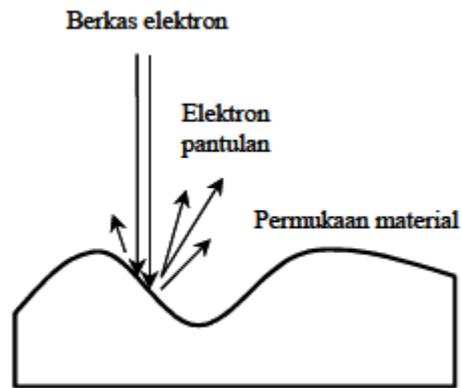
Untuk menentukan struktur kristal apakah merupakan struktur kristal *Simple Cubic* (SC), *Body Centered Cubic* (BCC) atau *Face Centered Cubic* (FCC) ataupun yang lain diperlukan tabel berikut ini :

Tabel 4. Tabel Penentuan Struktur Kristal(Burstein, 2006).

Struktur Kristal	$h^2 + k^2 + l^2$
<i>Simple Cubic</i> (SC)	1,2,3,4,5,6,7,8.....
<i>Body Centered Cubic</i> (BCC)	2,4,6,8,10,12,14,16,....
<i>Face Centered Cubic</i> (FCC)	3,4,8,11,12,16,19,20,24,.....

## 2.6 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM adalah salah satu jenis mikroskop electron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas electron berenergi tinggi seperti diilustrasikan pada Gambar. 4. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan electron sekunder ke segala arah. Tetapi ada satu arah di mana berkas dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan ke mana arah kemiringan. Pada saat dilakukan pengamatan, lokasi permukaan benda yang ditembak dengan berkas electron di-scan ke seluruh area daerah pengamatan(Abdullah, dkk., 2008).



Gambar 4. Prinsip kerja SEM

Dalam SEM berkas elektron berenergi tinggi mengenai permukaan material. Elektron pantulan dan elektron sekunder dipancarkan kembali dengan sudut yang bergantung pada profil permukaan material (Abdullah, dkk., 2008).

SEM memiliki resolusi yang lebih tinggi daripada mikroskop optik. Syarat agar SEM dapat menghasilkan citra yang tajam adalah permukaan benda harus bersifat sebagai pemantul elektron atau dapat melepaskan elektron sekunder ketika ditembak dengan berkas elektron. Material yang memiliki sifat demikian adalah logam (Abdullah, dkk., 2008).

## 2.7 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi XRD bertujuan untuk menentukan system Kristal (kubus, tetragonal, orthorhombic, rombohedral, heksagonal, monoklinik, dan triklinik). Metode difraksi sinar-X dapat menerangkan parameter kisi, jenis struktur, susunan atom yang berbeda-beda pada kristal, adanya ketidaksempurnaan pada kristal, butir-butir dan ukuran butir, ukuran dan berat jenis endapan dan distorsi kisi (Smallman, 1991).

Pemanfaatan metode difraksi sinar-X memegang peranan yang sangat penting untuk analisa fasa dan struktur material. Sinar-X adalah suatu radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang ( $\lambda \approx 0,1$  nm) yang lebih pendek dibanding panjang gelombang cahaya. Fasa suatu sampel dapat ditentukan dengan teknik difraksi sinar-X (*X-Ray Diffraction*) menggunakan emisi

(pemancaran) gelombang elektromagnet yang dihasilkan dari tumbukan antara elektron dan sasaran(objek),diantaranyaCr,Fe,Co,Cu,MoatauW(Cullity, 1956)

$$2d\sin\theta=n\lambda \quad (2.4)$$

dengan

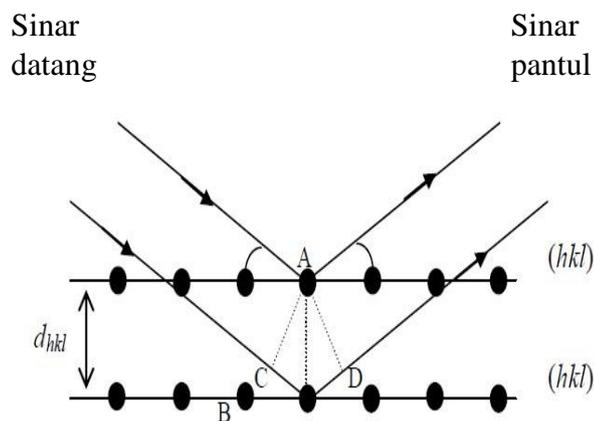
$n$  = bilangan bulat,

$\lambda$  = adalah panjang gelombang sinar-X,

$d$  = adalah jarak antar atom bahan dan

$\theta$  = merupakan sudut difraksi.

Suatu material dikenai sinar-X maka intensitas sinar yang ditransmisikan akan lebih rendah dari intensitas sinar datang, hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh material dan juga penghamburan oleh atom—atom dalam material tersebut. Berkas sinar-X yang dihamburkan ada yang saling menghilangkan (interferensi destruktif) karena fasenya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan (interferensi konstruktif) karena mempunyai fase yang sama. Berkas sinar-X yang saling menguatkan (interferensi konstruktif) dari gelombang yang terhambur merupakan peristiwa difraksi (Zulianingsih, 2012).



Gambar 5.Hamburan sinar-X pada Kristal(Saputra, 2012)

Yang menentukan arah difraksi atau sudut  $\theta$  dalam kristal, ialah sistem kristal dan parameter kisinya. Menggunakan persamaan dibawah ini

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h+k+l)^2}{a^2} \quad (2.5)$$

dengan :

a = parameter kisi

d = jarak antar bidang kisi

h, k, l = indeks bidang

## 2.8 Uji Kekerasan (*Hardness Test*)

Pengujian yang sering dilakukan untuk mengetahui sifat kekerasan permukaan suatu benda adalah pengujian penekanan. Pada pengujian penekanan terdapat beberapa alat uji yang dapat digunakan, antara lain dengan alat uji Brinell, Vickers, dan Rockwell (Ridwan, 2011).

Uji kekerasan yang paling banyak digunakan di Amerika Serikat adalah uji kekerasan Rockwell. Hal ini disebabkan oleh sifat-sifatnya yaitu : cepat, bebas dari kesalahan manusia, mampu untuk membedakan perbedaan kekerasan yang kecil pada baja yang diperkeras, dan ukuran lekukannya kecil, sehingga bagian yang mendapat perlakuan panas yang lengkap, dapat diuji kekerasannya tanpa menimbulkan kerusakan. Sedangkan metode uji Brinell. Uji ini menggunakan kedalaman lekukan pada beban yang konstan sebagai ukuran kekerasannya. Uji kekerasan lekukan yang pertama kali banyak digunakan serta disusun pembakuannya adalah metode yang diajukan oleh J.A Brinell pada tahun 1900. Uji kekerasan Brinell berupa pembentukan lekukan pada permukaan logam dengan memakai bola baja berdiameter 10 mm dan diberi beban 3000 kg (Nugroho, 2010).

Penelitian ini menggunakan uji kekerasan Vickers. Kekerasan (*hardness*) dapat didefinisikan sebagai kemampuan bahan untuk bertahan terhadap goresan, pengikisan (abrasi), penetrasi. Sifat ini berkaitan erat dengan sifat keausan (*wear resistance*). Dimana kekerasan ini juga mempunyai korelasi dengan kekuatan. Kekerasan logam didefinisikan sebagai ketahanan terhadap penetrasi, dan memberikan indikasi cepat mengenai perilaku deformasi (Murtiono, 2012).

Uji kekerasan metode Vickers menggunakan penekan dari intan untuk menekan material atau spesimen, bagian piramida berbentuk persegi di dasarnya dan memiliki sudut  $136^\circ$  di antara permukaan piramid yang lain dan mampu memberikan beban penekanan sebesar 1 sampai 100 kg. Sudut ini dipilih karena nilai tersebut mendekati sebagian besar nilai perbandingan yang diinginkan antara diameter lekukan dan diameter bola penumbuk pada uji kekerasan *brinell*. Angka kekerasan piramida intan (*DPH*), atau angka kekerasan *Vickers* (*HVN* atau *VPH*).

Nilai kekerasan Vickers dapat ditentukan dengan cara beban (kg) dibagi luas permukaan persegi lekukan (Ridlwan, 2011). Metode vickers diterangkan pada gambar 6.

HVN dapat ditentukan dari persamaan (2.6).

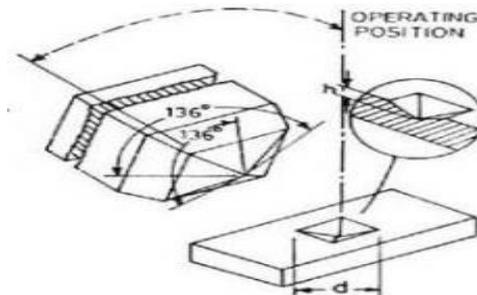
$$HVN = \frac{2P \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)}{L^2} = \frac{1,854 P}{L^2} \quad (2.6)$$

Keterangan:

P = Beban yang digunakan (Kg).

L = Panjang diagonal rata-rata (mm).

$\theta$  = Sudut antara permukaan intan yang berlawanan =  $136^\circ$ .



Gambar 6. Metode uji kekerasan vickers

(Ridlwan, 2011)

Uji kekerasan Vickers banyak dilakukan penelitian, karena metode tersebut memberikan hasil serupa kekerasan yang kontinyu, untuk suatu beban tertentu dan digunakan pada logam yang sangat lunak, yakni VHN-nya 5 hingga logam yang sangat keras, dengan VHN 1500. Dengan uji kekerasan Rockwell, yang telah dijelaskan, atau uji kekerasan Brinell, biasanya diperlukan perubahan

beban atau penumbuk pada nilai kekerasan tertentu, sehingga pengukuran pada suatu skala kekerasan yang ekstrim tidak bisa di bandingkan dengan skala kekerasan yang lain.

Beban yang biasanya di gunakan pada uji Vickers berkisar antara 1 hingga 120 kg, tergantung kepada kekerasanyang akan diuji. Hal-hal yang menghalangi keuntungan pemakaian metode Vickers adalah uji kekerasan Vicker tidak dapat digunakan untuk pengujian rutin karena pengujian tersebut lamban, memerlukan persiapan permukaan benda uji yang hati-hati dan terdapat pengaruh kesalahan manusia yang besar pada penentuan panjang diagonal. Lekukan yang benar yang dibuat oleh penumbuk piramida intan harus berbentuk bujur sangkar. Akan tetapi, penyimpangan yang telah dijelaskan secara berkala karena keadaan demikian terdapat pada logam-logam yang dilunakkan dan mengakibatkan pengukuran panjang diagonal yang berlebihan. Bentuk demikian diakibatkan oleh penimbunan di atas logam-logam di sekitar permukaan penumbuk (Nugroho, 2010).

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian dilaksanakan pada bulan Januari sampai dengan selesai di Laboratorium Material Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Jakarta.

#### **3.2 Metode Penelitian**

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode eksperimen. Metode eksperimen dilakukan untuk membuat dan mengetahui hasil dari lapisan tipis nanokomposit Ni-TiAlN pada substrat tungsten karbida dengan menganalisis pengaruh konsentrasi asam borat yang diproses secara elektrodeposisi kemudian dilakukan uji SEM, komposisi dan XRD untuk mengetahui struktur, dan morfologi lapisan tipis serta uji tingkat kekerasan.

##### **3.2.1 Alat dan Bahan**

###### **Alat:**

- a. Alat uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM) EVO MA10,
- b. Alat uji *X-Ray Diffraction* (XRD) PANalytical JEOL JSM-6510LA,
- c. Alat Uji kekerasan Vickers HV-1000,
- d. *Electric stove*,
- e. Gelas kimia (*Beker Glass*),
- f. Gelas ukur,
- g. Kertas Timbang,
- h. *Magnetic stirrer*,
- i. Neraca digital,
- j. Pinset,
- k. Pipet tetes,

- l. Spatula,
- m. Botol larutan,
- n. *Ultrasonic cleaner*,
- o. Kertas Timbang,
- p. Power Supply DC.

**Bahan:**

- a. Ag,
- b. Alkohol 96% ,
- c. AlN,
- d. Aquades,
- e. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>,
- f. H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>,
- g. HCl,
- h. NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O ,
- i. NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O ,
- j. Platina,
- k. *Sodium Dodecyl Sulfate (SDS)* ,
- l. TiN ,
- m. Tungsten karbida (WC),

### **3.2.2 Prosedur Penelitian**

#### **3.2.2.1 Pembersihan Substrat**

Pembersihan substrat dapat dilakukan dengan langkah sebagai berikut :

1. Mencuci substrat dengan sabun,
2. Mensterilkan substrat dengan *ultrasonic cleaner*,
3. Mengeringkan substrat dengan *electric stove*,
4. Mensterilkan kembali substrat dengan alkohol 96%
5. Menyimpan substrat di sebuah wadah tertutup

Pemegangan substrat menggunakan pinset setelah langkah pertama untuk meminimalisir substrat terkena kotoran ditangan.

Tungsten Karbida (WC) digunakan sebagai substrat yang berbentuk silinder dengan diameter 0,45 cm yang ditempatkan sebagai katoda (kutub negatif).

### 3.2.2.2 Pembuatan Larutan Elektrolit

Menimbang masing-masing bahan 0,63 M  $\text{Ni}_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ; 0,09 M  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ; 0,2 gr/L *Sodium Dodecyl Sulfate* (SDS); 4 gr/L TiN dan 4 gr/AIN dan 30 gr/L, 35 gr/L, 40 gr/L  $\text{H}_3\text{BO}_3$ . Mengetahui berat bahan yang dibutuhkan menggunakan perhitungan rumus mol dengan solusi molaritas (M).

Tabel 5. Bahan-bahan larutan elektrolit

No	Nama Bahan	Massa (gram)
1	$\text{Ni}_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0,828009
2	$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0,106947
3	<i>Sodium Dodecyl Sulfate</i> (SDS)	0,001
4	TiN	0,02
5	AIN	0,02
6	$\text{H}_3\text{BO}_3$	
	➤ Larutan pertama	0,15
	➤ Larutan kedua	0,175
	➤ Larutan ketiga	0,2

Membuat larutan elektrolit sebanyak 5 mL dengan mencampurkan air *Aqua bidestilata steril* sebanyak 5 mL dengan bahan-bahan yang sudah ditimbang. Pencampuran larutan elektrolit diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 24 jam.



Gambar 7. Larutan elektrolit

### 3.2.2.3 Proses Elektrodeposisi

Proses elektrodeposisi dilakukan dengan langkah sebagai berikut :

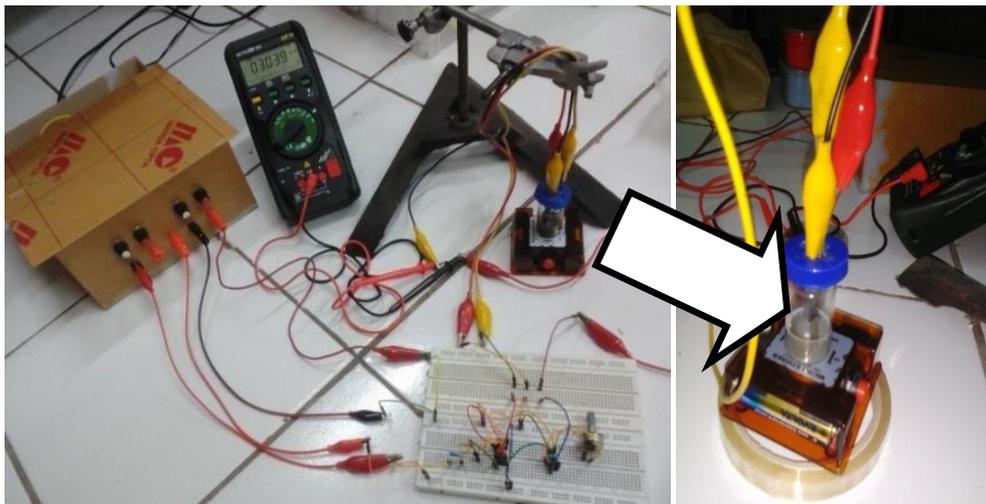
1. Mengatur besar arus pada  $I = 3 \text{ mA}$
2. Menghidupkan *Power supply* dan diatur pada tegangan  $V = 10\text{V}$
3. Memasukkan larutan elektrolit kedalam wadah, kemudian wadah tersebut diletakkan diatas *magnetic stirrer*,
4. Memasukkan kedua elektroda dan batang magnet *stirrer* kedalam wadah yang telah berisi larutan elektrolit.
5. Menghubungkan substrat-katoda dengan kutub 23 negative serta anoda dengan kutubpositif,
6. Menghidupkan *magneticstirrer* dengan *low speed* (850,5 rpm),
7. Melakukan proses pendeposisian lapisan tipis pada suhu kamar dengan lama waktu pendeposisian selama 15 menit,

proses elektodeposisi dengan menggunakan variasi konsentrasi asam borat( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) yang berbeda.



Gambar 8. Pemrosesan *stirerr*

### 3.2.2.4 Desain Sistem Elektrodeposisi



Gambar 9. Desain sistem elektrodeposisi



Gambar 10. Tungsten carbide yang telah dielektrodeposisi.

Keterangan:

- AgCl sebagai anoda (reference electrode)
- Platina sebagai anoda (counter electrode)
- Tungsten carbide sebagai katoda (working electrode)

### 3.3 Pengujian Karakteristik

#### 3.3.1 Uji *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Pengujian ini dilakukan di Pusat Laboratorium Forensik (PUSLABFOR), Jakarta Timur, yang bertujuan untuk mengetahui morfologi dan grafik EDS komposisi.



Gambar 11. Alat uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM) EVO MA10.

#### 3.3.2 Uji X-Ray Diffraction (XRD)

Pengujian ini dilakukan di Badan Tenaga Nuklir (BATAN), PUSPIPTEK yang bertujuan untuk mengetahui sistem Kristal dari lapisan tipis komposit Ni-TiAlN.



Gambar 12. Alat uji *X-Ray Diffraction* (XRD) PANalytical JEOL JSM-6510LA.

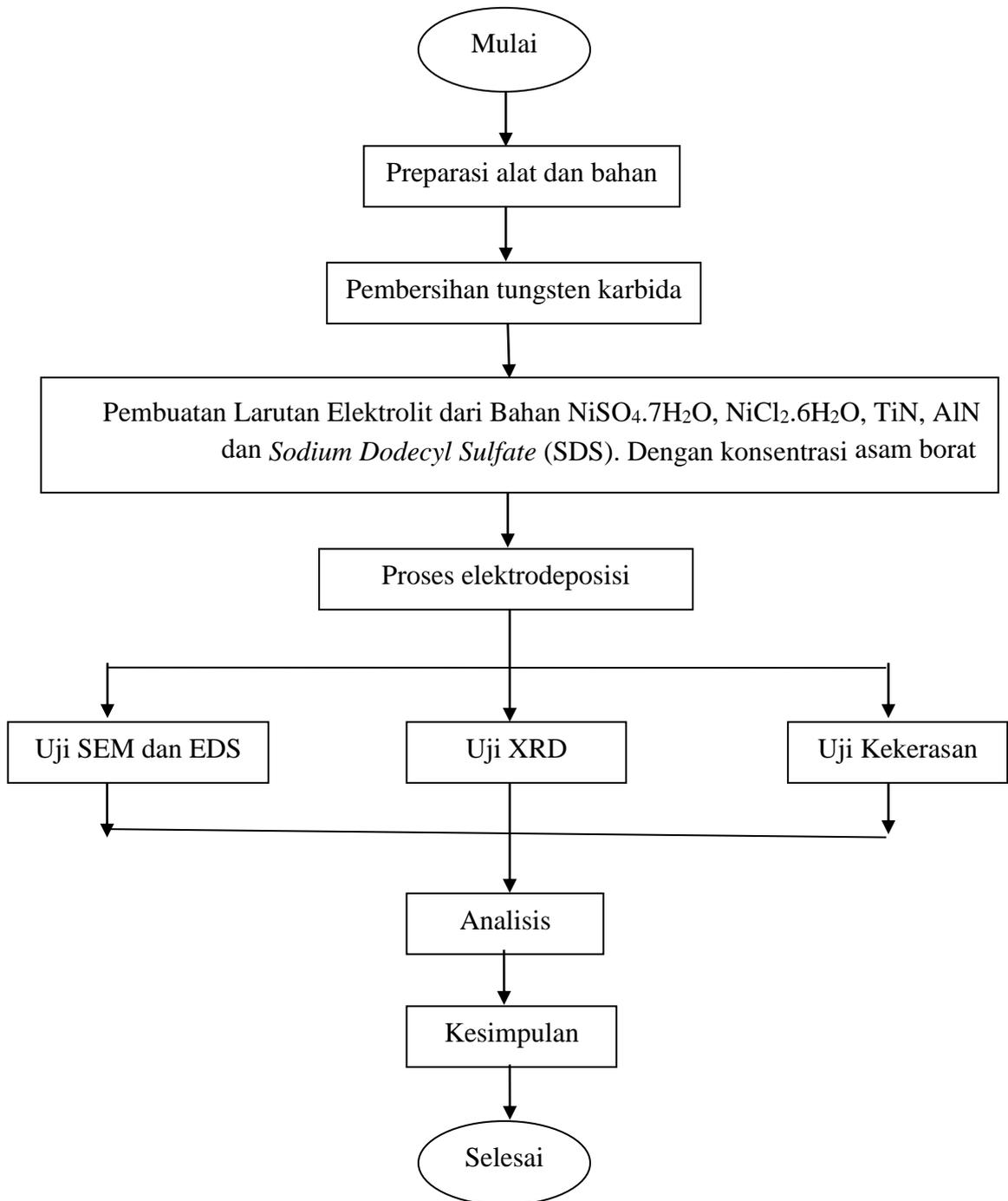
### 3.3.3 Uji Kekerasan (*Hardness Test*)

Pengujian ini dilakukan di Badan Tenaga Nuklir (BATAN), PUSPIPTEK yang bertujuan untuk mengetahui tingkat kekerasan dari lapisan tipis komposit Ni-TiAlN.



Gambar 13. Alat uji Vickers HV-1000.

### 3.4 Diagram Alir Penelitian



## BAB IV

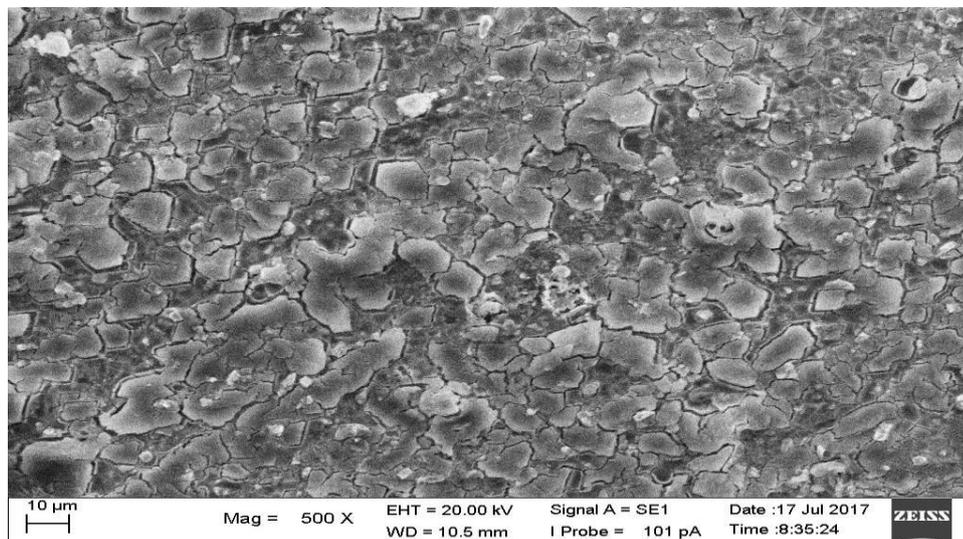
### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Karakteristik Morfologi dan Komposisi Unsur Lapisan

Hasil karakterisasi struktur morfologi lapisan tipis komposit Ni-TiAlN dengan metode elektrodeposisi menggunakan *Scanning Elektron Microscope* (SEM) ini bertujuan untuk mengetahui morfologi atau permukaan lapisan yang teramati pada substrat dengan perbesaran 500x dari semula, serta *Electron Dispersive Spectrometry* (EDS) yang bertujuan untuk mengetahui komposisi unsur-unsur yang teramati pada substrat yang sudah dilapisi.

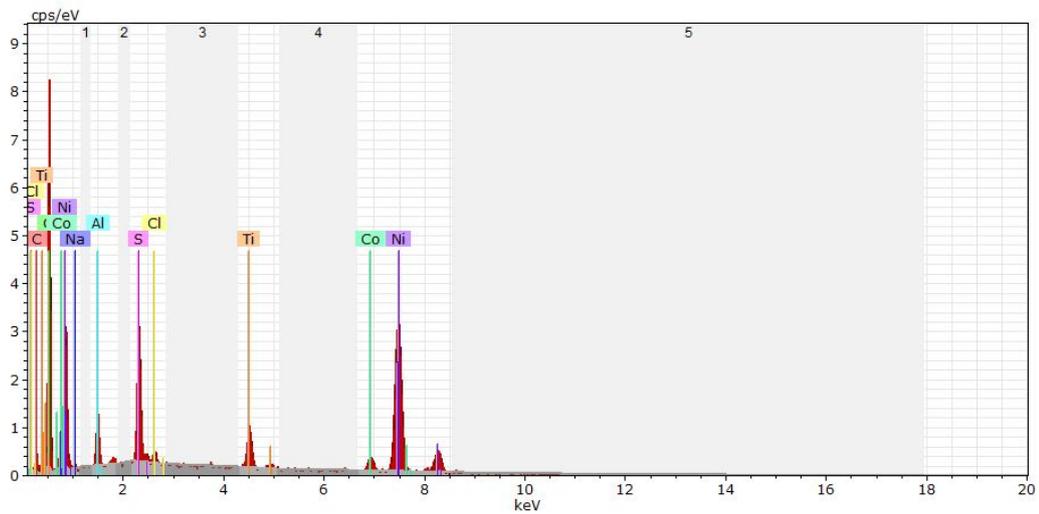
##### 4.1.1 Konsentrasi Asam Borat ( $H_3BO_3$ ) 30 g/l

Hasil karakterisasi struktur morfologi lapisan tipis komposit Ni-TiAlN pada konsentrasi 30 g/l dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) ditunjukkan pada Gambar 14.



Gambar 14. Hasil Uji SEM pada konsentrasi 30 g/l gram.

Pada hasil SEM diatas, dengan tegangan 20.00kV tampak terdapat lapisan pada permukaan konsentrasi 30 g/l gram. Lapisan yang terbentuk tampak tidak merata bahkan timbul aglomerat yang cukup besar ini dikarenakan adanya resistansi yang cukup tinggi, dan menyebabkan jumlah ion-ion deposit semakin sedikit dan tidak dapat menyebar dengan merata.



Gambar 15. Grafik EDS pada Konsentrasi 30 g/l.

Hasil uji kandungan unsur lapisan tipis komposit Ni-TiAlN seperti terlihat pada gambar 15 dan tabel 6, yang menunjukkan presentase kandungan unsur lapisan Ni-TiAlN yang terbentuk. Pada gambar 15 sumbu-x menggambarkan tingkat energi masing-masing unsur yang terkandung, sedangkan sumbu-y adalah besarnya intensitas sinar-x yang tertangkap oleh detector.

Tabel 6. Komposisi pada Konsentrasi 30 g/l.

Unsur	Tingkat Energi Unsur (KeV)	Komposisi Massa Unsur(%)	Relativitas Komposisi Massa Unsur (%)	Komposisi Jumlah Unsur Atom (%)
C	4.04	4.91	1.42	10.31
O	31.65	38.50	4.76	60.66
Na	0.29	0.35	0.07	0.38
Al	2.90	3.52	0.20	3.29
S	4.96	6.04	0.23	4.75
Cl	0.51	0.62	0.06	0.44
Ti	3.36	4.09	0.16	2.15
Co	2.28	2.77	0.14	1.19
Ni	32.23	39.21	0.97	16.84

Pada konsentrasi lapisan tipis komposit Ni-TiAlN telah dibuktikan dari komposisi unsur-unsur pada hasil pengujian EDS pada substrat tungsten karbida setelah dielektrodeposisi. Presentase massa yang dihasilkan masing-masing unsur pembentuk lapisan Ni-TiAlN pada konsentrasi yaitu Ni 39.21%, Ti 4.09%, Al 3.52%. pada tabel tersebut N tidak terdeteksi dikarenakan N oleh (Setiawan dkk, 2009) faktor alat, tipisnya lapisan Ni-TiAlN, atau tingginya tegangan yang digunakan pada SEM (20 kV) sehingga mengenai sebagian besar material induk, sehingga unsur yang terdeteksi pada permukaan sedikit. Jika memungkinkan 15 kV masih bisa lebih akurat untuk mendeteksi komposisi kimia permukaan.

Selain itu ada juga unsur-unsur pengotor pada substrat yang telah dilapisi, seperti S, dan Na. Pada tabel diatas selain unsur pembentuk lapisan, ada juga unsur penyusun substrat itupun sendiri, seperti Co.

#### **4.1.2 Konsentrasi Asam Borat ( $H_3BO_3$ ) 35 g/l**



Gambar 16. Hasil Uji SEM pada konsentrasi 35 g/l.

Pada hasil SEM diatas tampak terdapat lapisan pada konsentrasi 35 g/l. Lapisan yang terbentuk tampak merata dan aglomerat yang timbul hanya sedikit. Ini dikarenakan pada konsentrasi 35 g/l gram dimana pada keadaan optimum, menyebabkan jumlah ion-ion deposit lebih banyak sehingga lebih merata dipermukaannya. Jenis konsentrasi elektrolit dan jumlah elektrolit Merupakan faktor yang berpengaruh pada struktur deposit.



















Tabel 12. Perbandingan Hasil Data XRD.

<b>H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub></b> <b>(g/l)</b>	<b>FWHM</b> <b>[degree]</b>	<b>Volume</b> <b>(a<sup>3</sup>)</b>	<b>d-</b> <b>spacing</b> <b>[Å]</b>	<b>Parameter kisi</b> <b>(a)</b> <b>[Å]</b>	<b>Ukuran</b> <b>Butir</b> <b>(g)(nm)</b>
30	0.094243	1.3024	1.90558	1.092066	0.096642
35	0.397913	1.1587	1.85489	1.050339	0.510234
40	0.481844	1.3003	1.81253	1.091482	0.608009

Berdasarkan hasil gambar diatas dapat diketahui bahwa intensitas sinar-x yang diserap oleh detektor pada masing-masing substrat nilainya berbeda. Tinggi rendahnya intensitas sinar-x yang tertangkap oleh detektor sinar-x dipengaruhi oleh tingkat keteraturan susunan atom dalam kristal yang didifraksi dengan sinar-x. Semakin banyak atom-atom yang tersusun teratur semakin tinggi intensitas yang tertangkap oleh detektor. Intensitas semakin besar berarti sampel memiliki keteraturan kristal yang lebih besar atau semakin banyak atom-atom dalam kristal lapisan yang tersusun teratur. ukuran butir dari lapisan tipis Ni-TiAlN semakin meningkat hal ini karena sampel mengalami agglomerasi (Krisnawan, 2009).

Berkurangnya volume unit sel pada fasa berasal dari mengecilnya parameter kisi. Namun ukuran butir mengalami penurunan pada awalnya kemudian mengalami kenaikan karena penambahan konsentrasi elektrolit. Sifat-sifat fisik tungsten karbida (WC) dipengaruhi oleh arah struktur kristal (bidang hkl) berubah dengan variasi konsentrasi elektrolit dan berpengaruh pada volume unit sel. Hal ini didukung pada perhitungan ukuran butir pada masing-masing fasa. Hal ini karena semakin kecil ukuran butir berakibat semakin besar luas permukaan kontak antar grain tersebut (Santosa, 2008).

Tinggi puncak dan FWHM merupakan hasil suatu puncak difraksi sinar x. Nilai jarak antar bidang tidak dapat digunakan untuk menentukan jarak interatom, namun dapat digunakan untuk merefleksikan jarak interlayer antar kisi-kisi atom dalam suatu material.

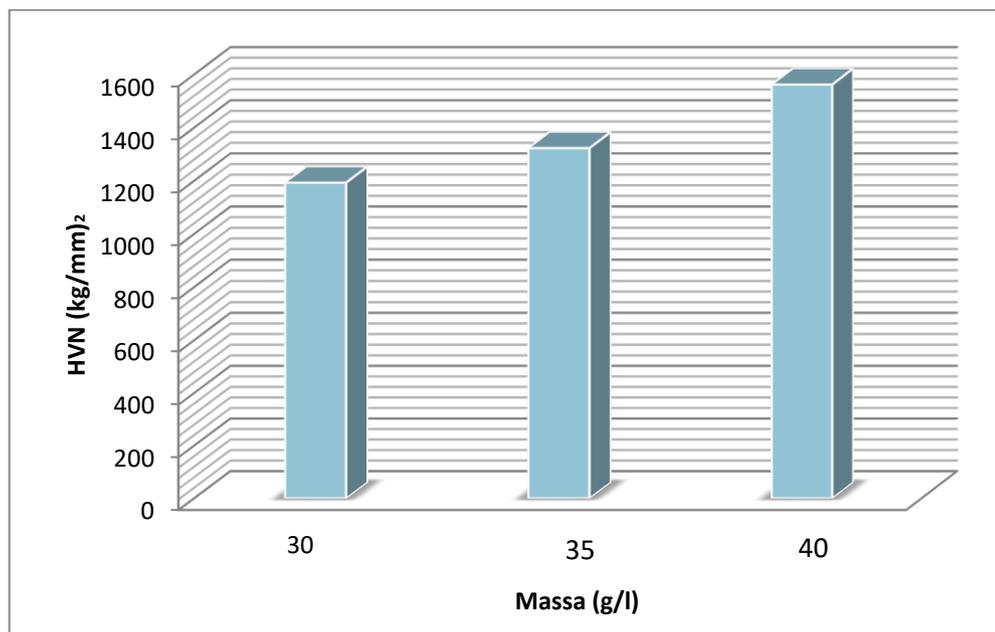
### 4.3 Uji Kekerasan Vickers

Uji kekerasan Vickers menggunakan penumbuk piramida intan yang dasarnya berbentuk bujur sangkar. Besarnya sudut antara permukaan-permukaan piramid yang saling berhadapan adalah  $136^{\circ}$ . Pada penelitian ini menggunakan beban 500 gram.

Berikut adalah tabel jumlah massa substrat yang dilapisi dengan yang tidak dilapisi sebelum pengujian korosi.

Tabel 13. Perbandingan hasil uji kekerasan vickers

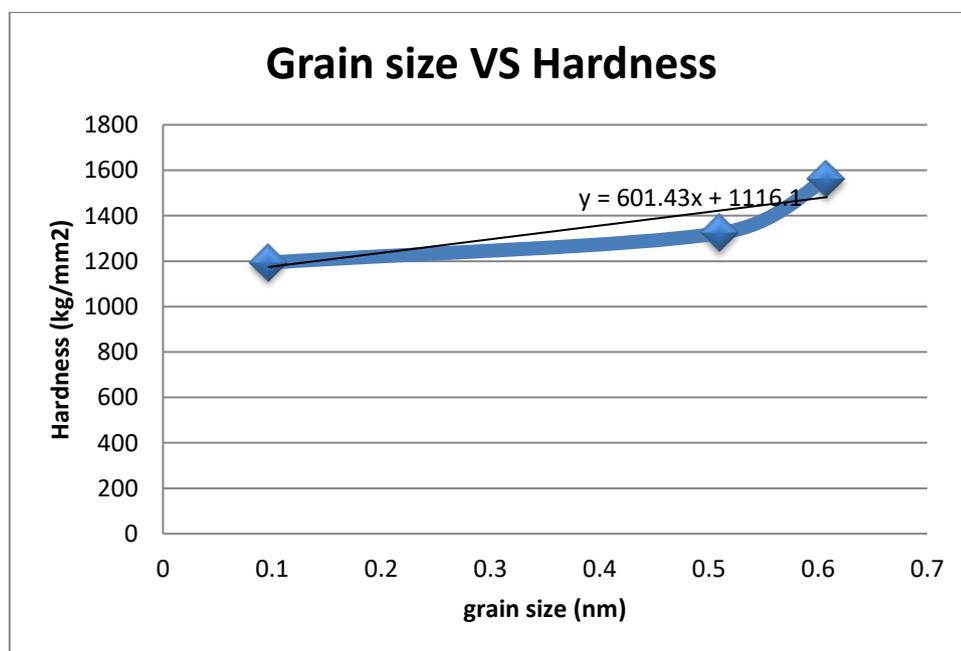
No	Massa Asam Borat ( $H_3BO_3$ ) g/l	HVN ( $kg/mm^2$ )
1.	30	1193.266
2.	35	1323.366
3	40	1562.333



Gambar 24. Grafik perbandingan hasil uji Vickers.

Pada Gambar 24 dapat dilihat bahwa lapisan tipis Ni-TiAlN mengalami perubahan. Sesuai dengan penambahan jumlah konsentrasi elektrolit.

Nilai angka kekerasan tertinggi pada konsentrasi 40 g/l sebesar 1562.333 (kg/mm<sup>2</sup>). Kekerasan deposit meningkat lebih dulu dengan bertambahnya komposisi tungsten. Sesuai dengan persamaan Hall-Petch saat Ukuran butir (atau domain) deposit tersebut beradaSkala nanometer(Yiyong et al, 2003).



Gambar 25. Grafik hubungan grain size dan hardness.

Telah didapatkan dari variasi konsentrasi 30 g/l, 35 g/l, dan 40 g/l. pada gambar 25 hubungan antara ukuran butir dan kekerasan. Model dan teori untuk menjelaskan hubungan Hall-Petch ditelaah secara singkat. Kemudian, dislokasi untuk menggabungkan beberapa karakteristik sifat mekanik dari logam. Model ini didasarkan bahwa dislokasi yang dipancarkan dari batas butir dan diungkit ke dalam interior butir yang bertanggung jawab atas deformasi plastis dan proses depinning termal pada batas butir, dianggap sebagai pengendali laju. Karena ukuran butir yang lebih besar dapat mengumpulkan lebih banyak dislokasi. Lapisan yang mengerasse hingga ketebalan lapisanMeningkat dengan bertambahnya ukuran butir. Ketergantungan terpenuhi untuk ukuran butir yang

lebih besar dan karena ukuran butir menjadi lebih kecil, kemiringan kurva menjadi lebih kecil dan dipengaruhi oleh grain boundary sliding (Kato, 2013).

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan dapat diperoleh kesimpulan sebagai berikut: Struktur morfologi lapisan tipis komposit Ni-TiAlN yang terbentuk, dimana keadaan optimum pada konsentrasi 35 g/l . Lapisan yang terbentuk tampak merata dan alomerat yang timbul hanya sedikit.

Hasil karakterisasi dengan XRD menunjukkan dengan variasi konsentrasi asam borat ( $H_3BO_3$ ) mengalami penambahan ukuran butir, intensitas tertinggi terletak pada fasa Ni. Struktur kristal yang terbentuk pada lapisan tipis komposit Ni-TiAlN yaitu simple cubic. Semakin besar konsentrasi elektrolitnya maka semakin besar puncak yang terbentuk. Melebarnya puncak menunjukkan kristalinitas rendah (amorf).

Variasi konsentrasi asam borat ( $H_3BO_3$ ) menyebabkan perbedaan ukuran butir. Semakin besar ukuran butir yang terbentuk maka nilai angka kekerasan Vickers (HVN) pada tingkat kekerasan lapisan bertambah. Sesuai hubungan Hall-Petch.

#### **5.2 Saran**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka penulis menyarankan :

1. Menjaga jarak antara katoda dan anoda agar ketebalan saat proses pendeposisian merata.
2. Menjaga kestabilan arus saat proses pendeposisian.
3. Waktu saat pendeposisian yang diperhatikan.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., & Khairurrijal. (2008). Review: Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi* .
- Aminah. (2011). Penggunaan Ethylene Tetraacetic Acid (EDTA) dalam Lapisan Elektroplating Campuran Zn-Ni-Fe pada Substrat Cu. surakarta: universitas sebelas maret.
- Andhika, Ryan; Zakir, Muhammad; , Maming;. (2015). *Elektrodeposisi Logam Cu Pada Permukaan Karbon Aktif Sekam Padi Bebas Silika Dengan Iradiasi Ultrasonik*. Makassar: Universitas Hasanuddin.
- Budi, E., Ksatriotomo, B., Alief, R., Muarief, Permatasari, A. L., Sugihartono, I., et al. (2015). Analisis Korosi Pada Lapisan Tipis Komposit Nikel-Nitrida Hasil Elektrodeposisi. *SPEKTRA* .
- Budi, E., Nasbey, H., & Budi, A. S. (2013). Electrodeposition of Ni-TiAlN Nanocomposite Coating For wear and Corrosion Protection.
- Burstein, G. (2006). *Materials Science and Metallurgy*. Universty of Cambridge.
- Chang, W. Y., Dongsoo, K., & Kovon, S. (2003). Influence of Boric Acid on the Electrodepositing Process and Structures of Ni Alloy Coating. *Surface and Coatings Technology* , 173, 259-264.
- Cullity. (1956). *Elements of X-Ray Diffraction 3rd Edition*.
- D. S. (1990). *Kimia Fisik dan Soal – soal*. Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia.
- Destefani, J. (2002). *Cutting Tools*. Manufacturing Engineering.
- Hapsari, N. I. (2008). Prarancangan Pabrik Asam Borat Dari Boraks Dan Asam Sulfat Dengan Proses Asidifikasi Kapasitas 21.500 Ton Per Tahun. Surakarta: Universitas Muhammadiyah Surakarta.
- Ji J, C., WC, D., & DB, P. E. (1995). *Appl Electrochem*.
- Kalapathy. (2000). *A Simple Method for Production of Silica from Rice Hull Ash*. Bioresource Technology.
- Karbasi, M., & N. Y. (2012). *A Vahidian Surface & Coatings Technology 207*.

- Kato, M. (2013). Hall-Petch Relationship and Dislocation Model for Deformation of Ultrafine -Grained and Nanocrystalline Metals. *The Japan Institute of Metals and Material* , Vol. 55, No. 1 (2014) pp. 19 to 24.
- Khasanah, M. (2011). *Desain Sistem Elektrodeposisi untuk Proses Pelapisan Ni-TiAlN*. Jakarta: Universitas Negeri jakarta.
- Kittel, C. (2005). *Introduction to Solid State Physics Eight Edition*. California: John Wiley and Sons, Inc.
- Krisnawan, A. (2009). *KARAKTERISASI SAMPEL PADUAN MAGNESIUM JENIS AZ9 ID DENGAN BERBAGAI VARIASI WAKTU MILLING MENGGUNAKAN X-RAY FLUORESENCE DAN X-RAY DIFRACTION*. Jakarta: Universitas Islam Negeri Syari Hidayatullah.
- Magdy, I. A., F, K., & Saleh, A. N. (2013). Electrodeposition and Characterization of Nickel-TiN Microcomposite Coatings. *Int.J.Electrochem.Sci*, 8, 12308-12320.
- Muarief. (2015). *Sintesis Lapisan Tipis Komposit Ni-TiAlN Menggunakan Teknik Elektrodeposisi Dalam Menurunkan Laju Korosi Pada Substart High Speed Steel (HSS), Galvaris Dan Kuningan*. Jakarta: Universitas Negeri Jakarta.
- Murtiono, A. (2012). Pengaruh Quenching dan Tempering Terhadap Kekerasan dan Kekuatan Tarik Serta Struktur Mikro Baja Karbon Sedang untuk Mata Pisau Pemanen Sawit. *e-Dinamis, II* .
- Nanto, D. (2008). *Sintesa Boron Karbida B4C Menggunakan Metode Reduksi Karbothermik dari Asam Borat H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> , Asam Sitrat C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub> , dan Karbon Aktif C*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Nugroho, K. S. (2010). *Analisa Pengujian Kekerasan Material Baja Karbon Rendah, Besi, Tembaga, Alumunium, serta Zn(seng) dengan Menggunakan Metode Uji Kekerasan Brinell*. Tangerang Selatan: Universitas Pamulang.
- P. G. (1991). *Electrochemical Engineering Principles*. Pretince Hall, Inc.
- Permatasari, A. L. (2015). *Pengaruh Kecepatan Pengadukan Pada Proses Pelapisan Lapisan Tipis Nanokomposit Ni-TiAlN Menggunakan Teknik*

- Elektrodeposisi Untuk Perlindungan Bahan Tungsten Karbida Terhadap Korosi*. Jakarta: Universitas Negeri Jakarta.
- Protection Agency, United States Environmental. (1993). *Boric Acid*. Washington, DC: United States Environmental Protection Agency.
- Ridlwan, A. S. (2011). *Pengaruh Jarak Anoda Katoda Teknik Elektroplating Seng Terhadap Ketebalan dan Kekerasan Hasil Lapisan*. Semarang: Universitas Negeri Semarang.
- Rieger, G., & Botton, J. (1995). Photocatalytic Efficiency Variability in TiO<sub>2</sub> Articles. *Journal Physics Chemistry*, Vol. 99, 4215 – 4224.
- Rivai, H. (1995). *Asas Pemeriksaan Kimia*. Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia, UI pers.
- Sanji Kundu et al. (2014). *Procedia Engineering* 97. 1698-1706.
- Santosa, A. (2008). *ANALISA STRUKTUR DAN KOMPOSISI MATERIAL TUNGSTEN CARBIDE/COBALT (WC-CO) YANG DIPERSIAPKAN DENGAN METODE HVOF*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Saputra, F. M. (2012). *sintesis pigmen magnetik CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> berbahan dasar pasir besi menggunakan metode kopresipitasi*. Semarang: Universitas Negeri Semarang.
- Setiawan, D., Triwikantoro, Faisal, H., & Wagiyo. (2009). PENGARUH NITRIDASI TERHADAP KETAHANAN KOROSI STAINLESS STEEL AISI 316L DALAM CAIRAN TUBUH TIRUAN. *Seminar Nasional Pascasarjana IX*. Surabaya: ITS.
- Siswanto, B. W., & Sutjatmoko. (2009). Analisis Sifat Mikro Lapisan Tipis TIN Pada Substrat AL. *I*.
- Smallman, R. E. (1991). *Metalurgi Fisik Modern*. Jakarta: Erlangga.
- Sutomo. (2007). *Pengaruh Arus dan Waktu pada Pelapisan Nikel dengan Elektroplating untuk Bentuk Plat*. Semarang: Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Diponegoro.
- Taufik, T. A. (2009). *Teknologi Pelapisan Logam Secara Listrik*. Yogyakarta: Universitas Islam Indonesia.

- Veprek, S., Haussmann, M., Reiprich, S., Shizhi, L., & Dian, J. (1996). Novel Thermodynamically Stable and Oxidation Resistant Superhard Coating Materials. *Surface and Coating Technology*, 86-87, 394-401.
- Wang, Y., Xia, F., Liu, C., & Yin, H. (2013). Nickel Based Coatings Containing TiN Nanoparticles Prepared by Ultrasonic-Electrodeposition Technology. *Research Journal of Applied Sciences, Engineering and Technology* .
- Yao, D., P. S., & Jamison, A. C. (2010). *Scanning Imaging of Magnetic Nanoparticles for Quantitative Molecular Imaging*. A Journal of the Gesellschaft Deutscher Chemiker.
- Yao, Z. f. (2010). *Microporus Ni-doped Film Photocatalyst by Plasma Electrolytic Oxidation*. School of Chemical Engineer and Technology No. 92.
- Yiyong, W., Doyon, C., Dongsoo, K., & Sik-Chol, K. (2003). Influence of boric acid on the electrodepositing process and structures of Ni-W alloy coating. *Surface & Coatings Technology* , 259-264.
- Zhang, S., D. S., Y. F., Y. P., D. H., & J., M. T. (2005). Ni-Toughened nc-TiN/a-SiNx Nanocomposite Thin Film Vol 200.
- Zhao, Y., Jiang, C., Xu, Z., Cai, F., Zhang, Z., & Fu, P. (2015). Microstructure and corrosion behavior of Ti nanoparticles reinforced Ni-Ti composite coatings by electrodeposition. *Materials and Design* , 39-46.
- Zulianingsih, N. (2012). *Analisa pengaruh Jumlah Lapisan Tipis BZT yang Ditumbuhkan Melalui Metode Sol Gel Terhadap Ketebalan dan Sifat Listrik (Kurva Histeris)*. Surakarta: Universitas Sebelas Maret.
- Zumdhal, S., & Zumdhal, S. (2007). Chemistry. 7th edition. Boston: Houghton Mifflin Company.

## LAMPIRAN

### Lampiran 1

#### Perhitungan Pembuatan Larutan Elektrolit

Perhitungan massa bahan dasar untuk pembuatan larutan elektrolit 5 mili liter = 0,005 liter adalah sebagai berikut :

1) 0,63 M  $\text{Ni}_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

$$M = \frac{\text{mol}}{\text{liter}}$$

$$0,63 = \frac{\text{mol}}{\text{liter}} = \frac{\text{mol}}{\text{liter}} = \frac{\text{mol}}{0,005}$$

$$\text{mol} = 0,63 \times 0,005 = 0,00315$$

$$\text{gram} = \text{mol} \times \text{Mr}$$

$$= 0,00315 \times 262,86$$

$$= 0,828009 \text{ gram}$$

2) 0,09 M  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

$$M = \frac{\text{mol}}{\text{liter}}$$

$$0,09 = \frac{\text{mol}}{\text{liter}} = \frac{\text{mol}}{\text{liter}} = \frac{\text{mol}}{0,005}$$

$$\text{mol} = 0,09 \times 0,005 = 0,00045$$

$$\text{gram} = \text{mol} \times \text{Mr}$$

$$= 0,00085 \times 237,66$$

$$= 0,106947 \text{ gram}$$

3) *Sodium Dodecyl Sulfate* (SDS)

0,2 gr/L

$$0,2 = \frac{\text{massa}}{\text{liter}}$$

$$\text{massa} = 0,2 \times l$$

$$= 0,2 \times 0,005$$

$$= 0,001 \text{ gram}$$

4) 4 gr/L AlN

$$4 = \frac{\text{massa}}{\text{liter}}$$

$$\text{massa} = 4 \times l$$

$$= 4 \times 0,005$$

$$= 0,02 \text{ gram}$$

5) 4 gr/L TiN

$$4 = \frac{\text{massa}}{\text{liter}}$$

$$\text{massa} = 4 \times l$$

$$= 4 \times 0,005$$

$$= 0,02 \text{ gram}$$

6) Asam borat ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ )

- 30 gr/L

$$30 = \frac{\text{massa}}{\text{liter}}$$

$$\text{massa} = 30 \times l$$

$$= 30 \times 0,005$$

$$= 0,15 \text{ gram}$$

- 35 gr/L

$$35 = \frac{\text{massa}}{\text{liter}}$$

$$\text{massa} = 35 \times l$$

$$= 35 \times 0,005$$

$$= 0,175 \text{ gram}$$

- 40 gr/L

$$40 = \frac{\text{massa}}{\text{liter}}$$

$$\text{massa} = 40 \times l$$

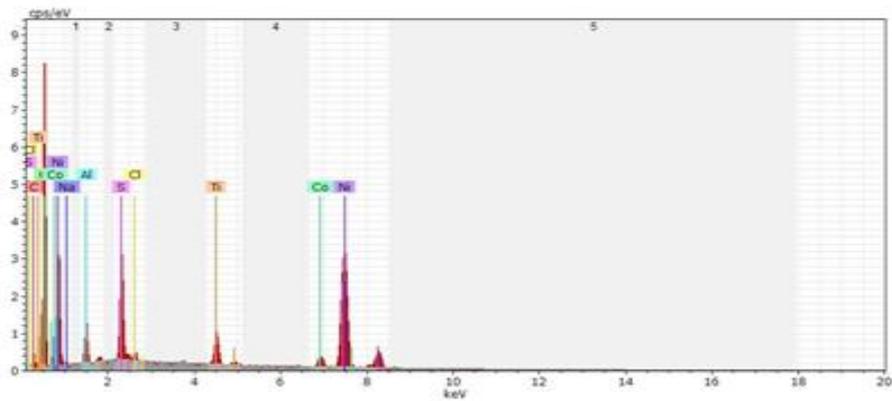
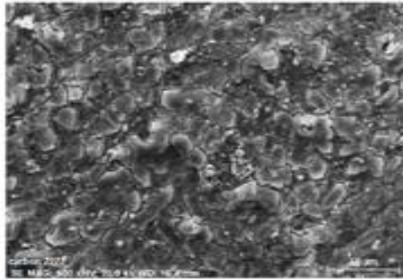
$$= 40 \times 0,005$$

$$= 0,2 \text{ gram}$$

## Lampiran 2

### Karakterisasi Morfologi dan Komposisi (SEM DAN EDS)

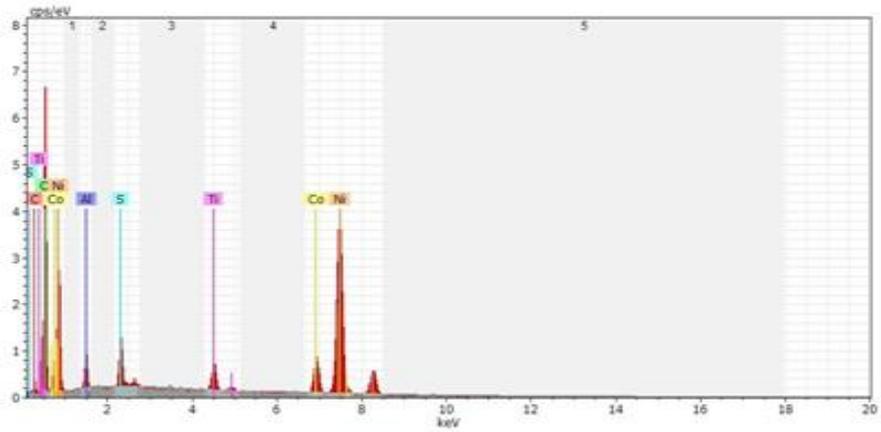
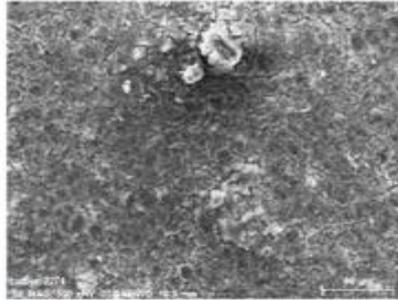
H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 0,15 gram



Spectrum: Acquisition

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
Carbon	K-series	4.04	4.91	10.31	1.42
Oxygen	K-series	31.65	38.50	60.66	4.76
Sodium	K-series	0.29	0.35	0.38	0.07
Aluminium	K-series	2.90	3.52	3.29	0.20
Sulfur	K-series	4.96	6.04	4.75	0.23
Chlorine	K-series	0.51	0.62	0.44	0.06
Titanium	K-series	3.36	4.09	2.15	0.16
Cobalt	K-series	2.28	2.77	1.19	0.14
Nickel	K-series	32.23	39.21	16.84	0.97
Total:		82.22	100.00	100.00	

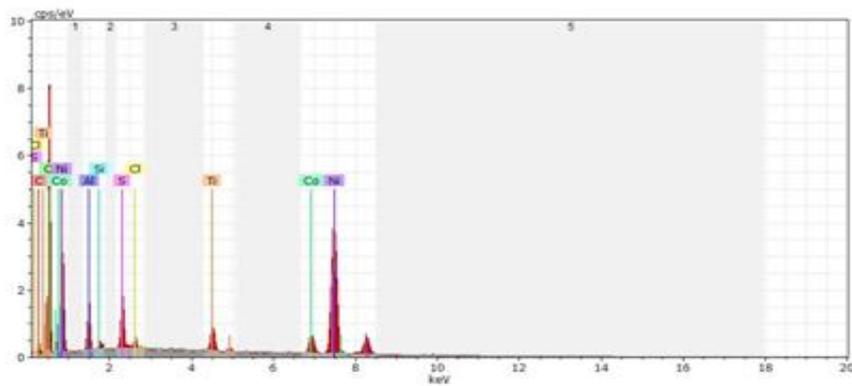
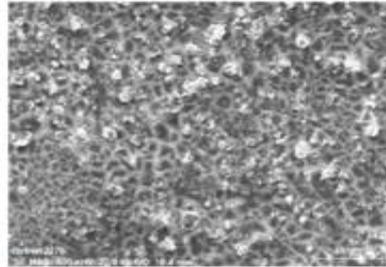
H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 0,175 gram



Spectrum: Acquisition

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
Carbon	K-series	3.16	3.79	9.10	1.20
Oxygen	K-series	25.76	30.89	55.65	3.97
Aluminium	K-series	2.24	2.69	2.87	0.17
Sulfur	K-series	2.62	3.15	2.83	0.15
Titanium	K-series	2.68	3.21	1.93	0.14
Cobalt	K-series	6.53	7.83	3.83	0.26
Nickel	K-series	40.40	48.45	23.79	1.19
Total:		83.39	100.00	100.00	

H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 0,2 gram



Spectrum: Acquisition

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
Carbon	K-series	3.08	3.89	8.75	1.19
Oxygen	K-series	27.15	34.28	57.83	4.15
Aluminium	K-series	3.88	4.90	4.91	0.26
Silicon	K-series	0.35	0.44	0.42	0.06
Sulfur	K-series	3.13	3.96	3.33	0.17
Chlorine	K-series	0.68	0.86	0.65	0.07
Titanium	K-series	2.63	3.33	1.88	0.13
Cobalt	K-series	3.95	4.99	2.29	0.19
Nickel	K-series	34.33	43.35	19.94	1.02

Total: 79.19 100.00 100.00

Total: 83.39 100.00 100.00

### Lampiran 3

#### Karakterisasi Struktur Kristal (XRD)

➤ **Parameter Kisi**

$$a = d \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

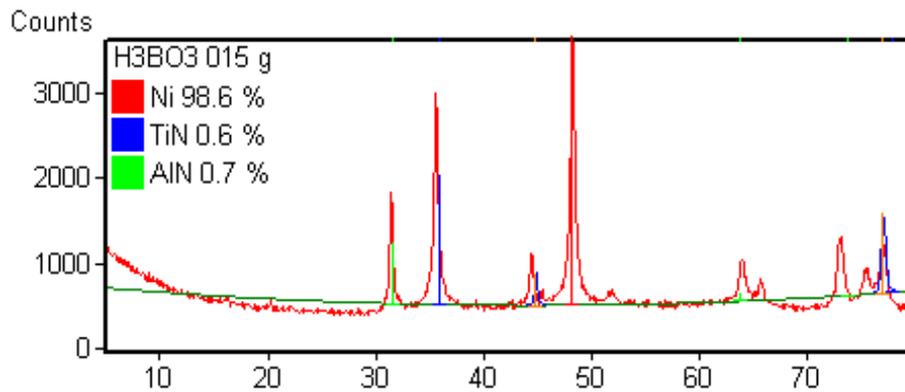
➤ **Ukuran Butir**

$$g = k \cdot \lambda / \beta \cos \theta$$

$$k = 0.94 ; \beta = \text{FWHM} ; \lambda = 1.5418 ; \theta = \text{Sudut}$$

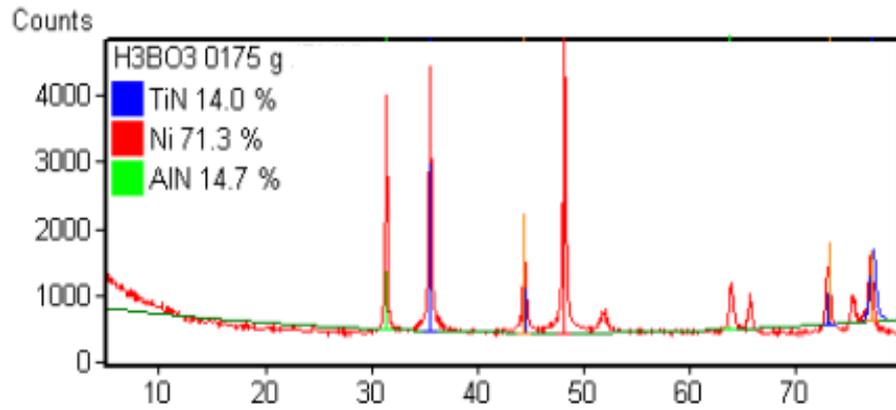
grafik dengan software *x'pert highscore*

- **Konsentrasi Asam Borat (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) 30 g/l**



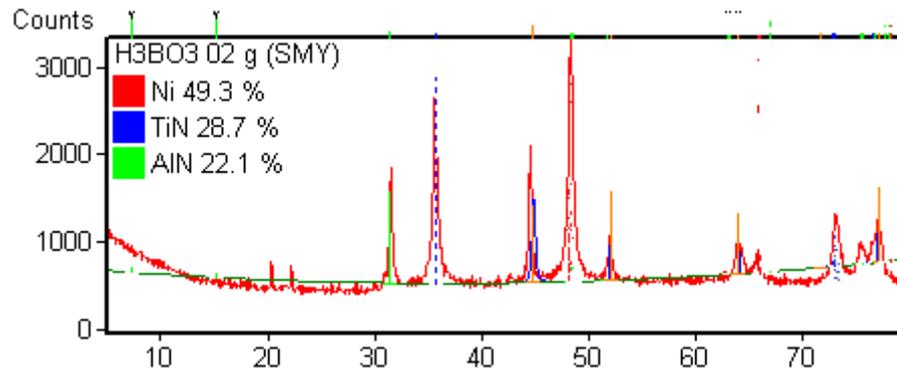
2 θ	θ	h <sup>2</sup> +k <sup>2</sup> +l <sup>2</sup>	d[Å]	FWHM [degree]	a[Å]	g (nm)
31.52	15.67	1	2.8353	0.0100	2.83537	0.01395
35.93	17.96	3	2.4973	0.0100	1.44185	0.01378
41.94	20.97	4	2.1521	0.0100	1.07609	0.01353
48.20	24.10	3	1.8862	0.5997	1.08904	0.79336
63.69	31.84	10	1.4599	0.0100	0.46166	0.01231
73.79	36.89	11	1.2830	0.0100	0.38684	0.01159
77.92	38.96	12	1.2249	0.0100	0.35361	0.01126
Rata-rata			1.9055	0.0942	1.092066	0.096642

- **Konsentrasi Asam Borat ( $H_3BO_3$ ) 35 g/l**



$2\theta$	$\theta$	$h^2+k^2+l^2$	$d[\text{\AA}]$	FWHM [degree]	$a[\text{\AA}]$	$g(\text{nm})$
31.30	15.65	1	2.8552	0.6105	2.85525	0.85198
35.48	17.74	3	2.5278	0.3524	1.45944	0.48644
41.39	20.69	4	2.1795	0.3389	1.08977	0.45947
48.17	24.08	3	1.8875	0.3166	1.08978	0.41889
63.75	31.87	10	1.4587	0.6105	0.46128	0.75136
65.61	32.80	4	1.4009	0.2496	0.70045	0.30404
73.14	36.57	11	1.2928	0.3524	0.38981	0.41018
77.06	38.53	12	1.2364	0.3524	0.35693	0.39951
Rata-rata			1.8548	0.3979	1.050339	0.510234

- Konsentrasi Asam Borat ( $H_3BO_3$ ) 40 g/l**



$2\theta$	$\theta$	$h^2+k^2+l^2$	$d[\text{\AA}]$	FWHM [degree]	$a[\text{\AA}]$	$g(\text{nm})$
31.45	15.72	1	2.8421	0.4276	2.84210	0.59599
35.65	17.82	3	2.5160	0.6301	1.45266	0.86935
44.55	22.27	4	2.0321	0.2743	1.01606	0.36787
48.31	24.15	3	1.8822	0.4616	1.08670	0.6104
51.79	25.89	1	1.7635	0.4276	1.76351	0.55747
63.00	31.50	10	1.4742	0.4276	0.4662	0.5284
72.72	36.36	11	1.2992	0.6301	0.39175	0.7354
75.37	37.68	8	1.2600	0.4276	0.44547	0.49041
76.57	38.28	12	1.2432	0.6301	0.35889	0.71679
Rata-rata			1.8125	0.4818	1.09148	0.608009

## Lampiran 4

### Uji Kekerasan (VICKERS)

#### LAPORAN HASIL UJI

Komoditi	: Baja Karbon
Jenis Bahan Uji	: Padatan
Metode Uji	: Mikro Vickers
Parameter Uji	: Pembesaran 50x, beban 500 gr
Temperatur Ruang Uji	: 27.2°C
Kelembaban (RH)	: 73% RH

$$d_{rata-rata} = \frac{d_1 + d_2}{2}$$

$$HVN = \frac{P}{A}$$

$$A = \frac{d_{rata-rata}^2}{2 \cos 22^\circ} = \frac{d_{rata-rata}^2}{1.8544}$$

P : beban ; A: luas

#### ➤ Hasil uji kekerasan Vickers pada 30 g/l

No	d1 (mm)	d2 (mm)	d rata-rata (mm)	d rata-rata <sup>2</sup> (mm)	HVN (kg/mm <sup>2</sup> )
1.	25.71	28.69	27.10	734.41	1262.5
2.	27.70	26.34	27.02	730.0804	1270.0
3.	30.47	29.52	29.99	899.4001	1047.3
Rata-rata			28.036	787.9635	1193.266

➤ Hasil uji kekerasan Vickers pada 35 g/l

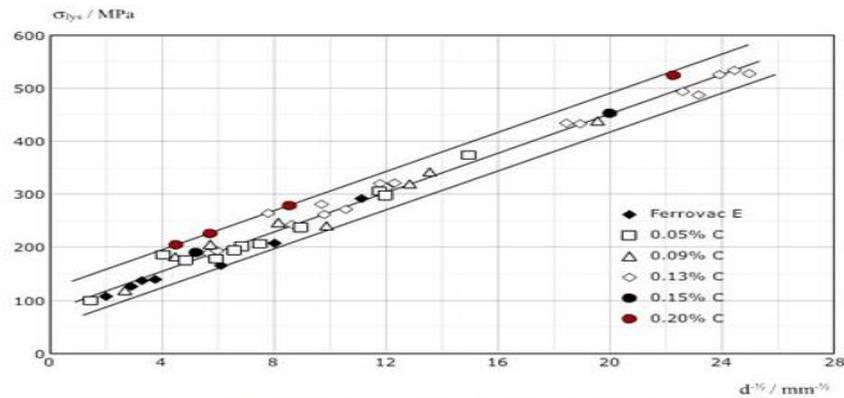
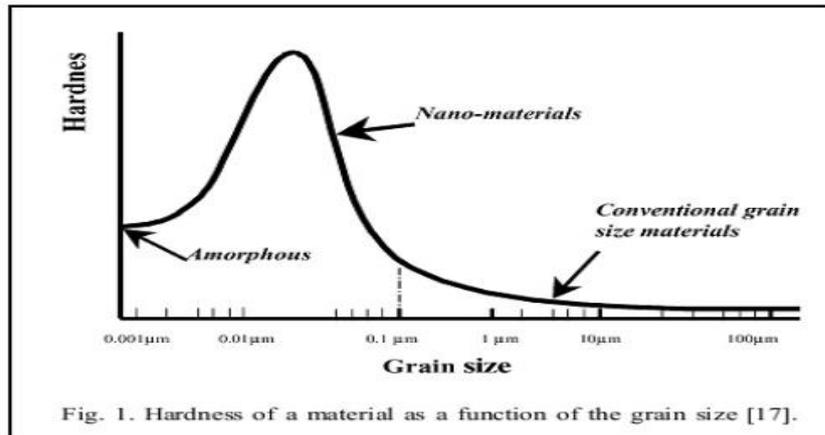
No	d1 (mm)	d2 (mm)	d rata-rata (mm)	d rata-rata <sup>2</sup> (mm)	HVN (kg/mm <sup>2</sup> )
1.	25.11	27.65	26.38	695.9044	1332.4
2.	28.16	23.64	26.05	678.6025	1366.3
3.	28.14	25.87	27.00	729	1271.4
Rata-rata			26.476	701.16896	1323.366

➤ Hasil uji kekerasan Vickers pada 40 g/l

No	d1 (mm)	d2 (mm)	d rata-rata (mm)	d rata-rata <sup>2</sup> (mm)	HVN (kg/mm <sup>2</sup> )
1.	23.86	27.78	25.82	666.6724	1390.8
2.	24.56	26.00	25.28	639.0784	1450.8
3.	24.20	20.63	22.41	502.2081	1854.4
Rata-rata			24.500	602.65296	1562.333

## Lampiran 5

### Hall of Petch Relation



<http://www.steeluniversity.org/content/html/eng/default.asp?catid=171&pageid=2081271789> - after:

"The yield stress-grain size relation in iron substitutional alloys (Grain size effects on iron substitutional alloys yield stress, investigating Hall-Petch relation)", MORRISON, W B; LESLIE, W C  
*Metallurgical Transactions*, Vol. 4, pp. 379-381. Jan. 1973

### Grain-Size Hardening

at low temp ( $\leq 0.4T_M$ ) - Hall-Petch relation  $\rightarrow$  smaller the grain size harder the material

$$\sigma_y = \sigma_i + \frac{k_y}{\sqrt{D}} \quad (\text{valid at low temps.})$$

at high -temp (!!!) - GBS makes small grain sized materials *weaker* .

## DAFTAR RIWAYAT HIDUP



Rentha Theresia lahir di Jakarta pada tanggal 24 April 1995. Yang beralamat Jl.Semar III No.105, Depok. Merupakan anak ke-3 dari 3 bersaudara

Mengenyam pendidikan formal SDN Mekarjaya XXI, SMP Mardi Yuana Depok, dan SMA Mardi Yuana Depok.

Semasa kuliah pernah menjadi asisten laboratorium fisika dasar I. Tahun 2015 pernah mengikuti KKN (Kuliah Kerja Lapangan) di subang yang diadakan Universitas Negeri Jakarta, dan dalam tahun 2016 bergabung dalam BPPT (Badan Penelitian dan Pengkajian Teknologi) bagian Pusat Material bidang fuell cell dalam menyelesaikan Praktik Kerja Lapangan (PKL). Menyelesaikan studi fisika di UNJ dalam bidang Material.