

PENGGUNAAN X-RAY DIFFRACTION DAN SOFTWARE PCPDFWIN UNTUK KARAKTERISASI SENYAWA DEPOSIT HASIL PELAPISAN *ELECTOLESS NICKEL PHOSPHORUS*

Ike Widyastuti*

Abstraksi

Salah satu karakterisasi hasil pelapisan Electroless Nickel Phosphorus dilakukan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) untuk mengetahui deposit yang terjadi di permukaan logam substrat. Hasil proses Electroless Nickel Phosphorus ini adalah deposit unsur Ni dan P tanpa terjadi difusi sehingga kekerasan yang rendah. Untuk itu perlu dilakukan proses perlakuan panas sehingga difusi dapat terjadi antara Ni dan P yang menghasilkan fasa atau senyawa Ni₃P yang merupakan fasa keramik dan bersifat keras berdasarkan analisa hasil pengujian XRD menggunakan alat bantu software PCPDFWIN.

Kata Kunci : Electroless Nickel Phosphorus, X-Ray Diffraction, Ni₃P, software PCPDFWIN

PENDAHULUAN

Teknologi pelapisan logam tanpa arus listrik atau yang disebut dengan *electrolessplating* saat mulai dikembangkan sebagai pengganti *electroplating* dengan pertimbangan teknologi yang lebih sederhana dan keunggulan hasil lapisannya yang memiliki ketebalan merata di seluruh permukaan logam mengikuti kontur permukaan logam. Salah satu jenis pelapisan tanpa listrik ini adalah *electroless nickel phosphorus plating* yang diharapkan dapat menggantikan proses *hard chromium plating* (Advanced Plating, 2003). Jenis pelapisan ini diaplikasikan pada FCD 500 (*Ferro Casting Ductile*) sebagai logam substrat dengan pertimbangan bahwa besi cor banyak digunakan dalam industri untuk komponen-komponen mesin seperti ; ring piston, roda gigi, poros, rol cetak, sudu impeler atau pompa. Akan tetapi jenis pelapisan ini mempunyai kelemahan yaitu hasil kekerasan tidak terlalu tinggi disebabkan tidak adanya arus listrik sehingga difusi antara logam induk dan logam pelapis tidak dapat terjadi. Untuk itu diperlukan proses perlakuan panas untuk membantu agar difusi dapat berlangsung antara logam substrat dengan logam pelapis.

Parameter utama pada proses perlakuan panas yang sangat berpengaruh terhadap proses difusi antara logam substrat dan logam pelapis adalah temperatur pemanasan (*heating*) karena berpengaruh terhadap pergerakan atom-atom terutama pada daerah *interface*. Berdasarkan hal tersebut maka dilakukan variasi temperatur pemanasan sebesar 250⁰C, 300⁰C, 350⁰C, 400⁰C dan 450⁰C dengan tujuan untuk mengetahui perubahan yang terjadi terutama pada deposit atau lapisan.

Salah satu karakterisasi hasil pelapisan (deposit) yang dilakukan adalah pengujian Difraksi X-Ray (*X-Ray Diffraction ; XRD*) untuk mengamati keberadaan suatu senyawa atau fasa tertentu pada logam. Dalam penelitian ini pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui perubahan fasa yang terjadi pada hasil lapisan setelah mengalami perlakuan panas dengan beda temperatur pemanasan. Selanjutnya hasil pengujian XRD tersebut dianalisis menggunakan software "PCPDFWIN" untuk mengetahui jenis senyawa yang terbentuk.

* Dosen Tetap Jurusan Teknik Mesin Universitas Merdeka Malang

KAJIAN PUSTAKA

Mekanisme pelapisan *Electroless Nickel*

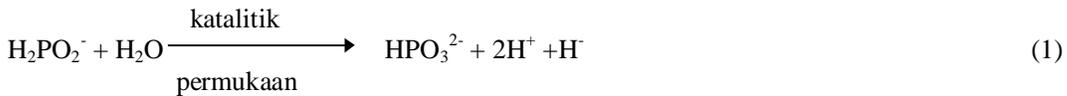
Teknik pelapisan nikel tanpa listrik (*electroless nickel*) merupakan teknik pelapisan dengan metoda reduksi katalis, yaitu metoda pengendapan logam nikel melalui reduksi kimia dalam media aqueous tanpa sumber arus listrik dari luar. Pada dasarnya larutan elektroless nikel mengandung bahan reduktor yaitu sodium hipophosphit untuk mereduksi garam nikel misalnya nikel sulfat dalam larutan panas dan mengendapkannya pada permukaan yang katalitik. Proses pelapisan dilakukan dengan cara mencelupkan logam yang akan dilapis ke dalam larutan elektroless yang mengandung bahan pelapis dan reduktor, maka reaksi akan berlangsung dengan spontan (*autocatalytic*).

Pelapisan nikel tanpa listrik (*electroless nickel*) menggunakan *reduktor hipophosphit* dapat dilakukan dalam larutan asam maupun basa yang dibedakan berdasarkan pH larutan.

Menurut Pearshtein, reaksi yang terjadi saat proses pengendapan nikel dengan larutan hipophosphit pada permukaan yang katalitik adalah sebagai berikut :

Tahap pertama :

Terjadi dehidrogenisasi katalitik dari hipophosphit dengan transfer hidrida ke permukaan katalitik:

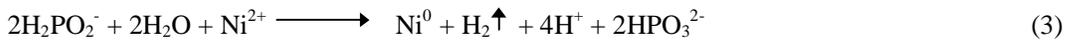


Tahap kedua :

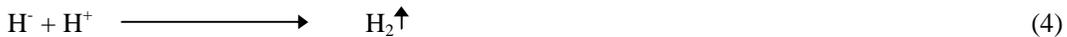
Ion-ion hidrida selanjutnya bereaksi dengan ion-ion nikel untuk membentuk deposit atau endapan :



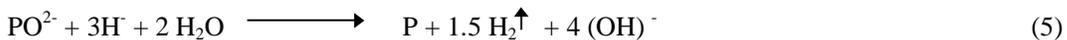
Reaksi total dapat dituliskan sebagai berikut :



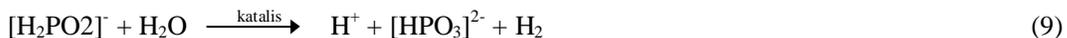
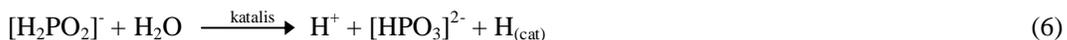
Ion-ion hidrida tersebut akan bereaksi dengan ion-ion hidrogen yang menghasilkan gas hidrogen dengan reaksi sebagai berikut :



Sedangkan reaksi pembentukan phosphor yang diusulkan Pearlstein mengikuti reaksi :



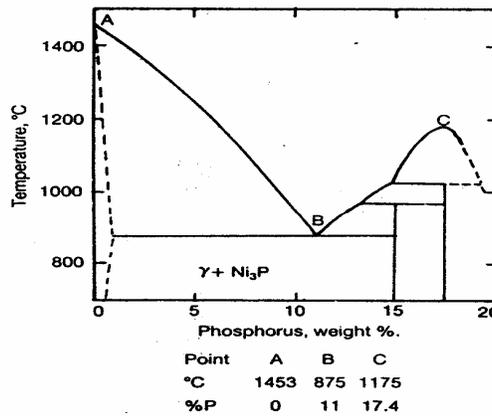
Deposit yang dihasilkan bukan murni nikel tetapi mengandung sekitar 3 sampai 15% phosphor. Adapun teori deposisi nikel phosphorus selama proses pelapisan menurut Guitzet adalah sebagai berikut :



Reaksi deposisi pada proses *electroless nickel phosphorus* terjadi pada permukaan katalis besi. Proses yang terjadi adalah ion $[H_2PO_2]^-$ dioksidasi menjadi ion orthophosphite $[HPO_3]^{2-}$ dan atom hidrogen bebas sebagian terabsorpsi pada permukaan katalis (besi). Selanjutnya ion nikel direduksi menjadi nikel logam oleh atom hidrogen. Pada waktu yang bersamaan, sebagian ion $[H_2PO_2]^-$ akan direduksi oleh atom hidrogen yang terabsorpsi menjadi ion hidroksil $[OH]^-$, air $[H_2O]$, dan P, pada permukaan katalis. Sedangkan bagian ion $[H_2PO_2]^-$ juga dioksidasi menjadi $[HPO_3]^{2-}$ pada permukaan partikel selama masih dihasilkan molekul hidrogen.

Karakteristik Hasil Lapisan *Electroless Nickel Phosphorus* (EN-phosphorus)

Deposit dari hasil pelapisan EN-phosphorus bukan merupakan Ni murni tetapi terdapat sejumlah unsur P. Hasil dari proses pelapisan tersebut memiliki harga kekerasan yang masih rendah sehingga perlu dilakukan proses perlakuan panas untuk meningkatkan kekerasannya. Proses perlakuan panas dilakukan dengan memanaskan spesimen yang telah dilapis pada temperatur 250⁰-500⁰C selama 1 jam dan selanjutnya didinginkan di udara.. Menurut Pearlstein, lapisan elektroless nikel adalah larutan padat lewat jenuh phosphor dalam kristal nikel yang halus dimana perlakuan panas pada temperatur 400⁰C akan menyebabkan terjadinya presipitasi Ni₃P dan pertumbuhan butir. Kekerasan diperoleh karena terbentuknya presipitasi Ni₃P yang merupakan fasa keramik pada lapisan hasil *electroless nickel*. Titik cair eutektik pada 875⁰C terbentuk antara nikel dan paduan Ni₅P₂. Paduan eutektik digunakan sebagai material brazing tetapi bentuk ini menjadi faktor penting pada beberapa jenis korosi panas dari paduan dasar nikel. Fasa Ni₃P terbentuk di bawah temperatur eutektik dengan fasa matrik Ni (γ) dengan kadar P sekitar 0,5% - 15%.

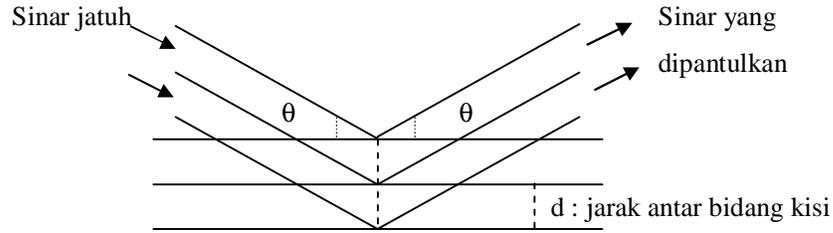


Gambar 1. Diagram Keseimbangan Nikel-Phosphor

Salah satu metode karakterisasi bahan yang dapat diterapkan adalah difraksi sinar X. Dimana sinar-x dihasilkan dari tumbukan antara elektron kecepatan tinggi dengan logam target. Suatu bahan bila dikenai sinar-X akan menghasilkan pola spektrum difraksi yang spesifik dimana Hukum Bragg menyatakan bahwa perbedaan lintasan berkas difraksi sinar-x harus merupakan kelipatan panjang gelombang dengan persamaan sebagai berikut :

$$n \lambda = 2 d \sin \theta$$

dimana n adalah bilangan bulat 1,2,3,..., λ adalah panjang gelombang sinar-X, d adalah jarak antar bidang dan θ adalah sudut difraksi.



Gambar 2. Berkas Sinar-X

Gambar diatas memperlihatkan berkas sinar X dengan panjang gelombang λ yang jatuh dengan sudut θ pada set bidang kristal dengan jarak d . Arah berkas yang dipantulkan ditentukan oleh geometri kisi yang bergantung pada orientasi dan jarak bidang kristal. Dari hasil pengujian XRD akan diperoleh data besar harga 2θ dan intensitas relatifnya dan selanjutnya dianalisis menggunakan *software* PCPDFWIN.

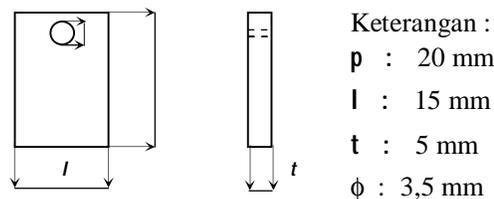
Software PCPDFWIN digunakan sebagai alat bantu untuk menganalisa dan menentukan jenis senyawa yang terbentuk dari suatu hasil pengujian. Untuk menentukan jenis senyawa yang terbentuk dilakukan berdasarkan analisa pada harga 2θ intensitas yang terkuat, atau berdasarkan perkiraan senyawa yang mungkin terbentuk, selanjutnya di *search* dan dicocokkan dengan data hasil pengujian XRD.

METODOLOGI PENELITIAN

Logam substrat yang digunakan adalah FCD 500 dengan komposisi dan dimensi sebagai berikut :

Tabel 1. Komposisi FCD 500

U n s u r	%
C	3.61
Si	2.82
Mn	0.64
S	0.008
Mg	0.049
Cu	1.12
P	0.012



Keterangan :
 p : 20 mm
 l : 15 mm
 t : 5 mm
 ϕ : 3,5 mm

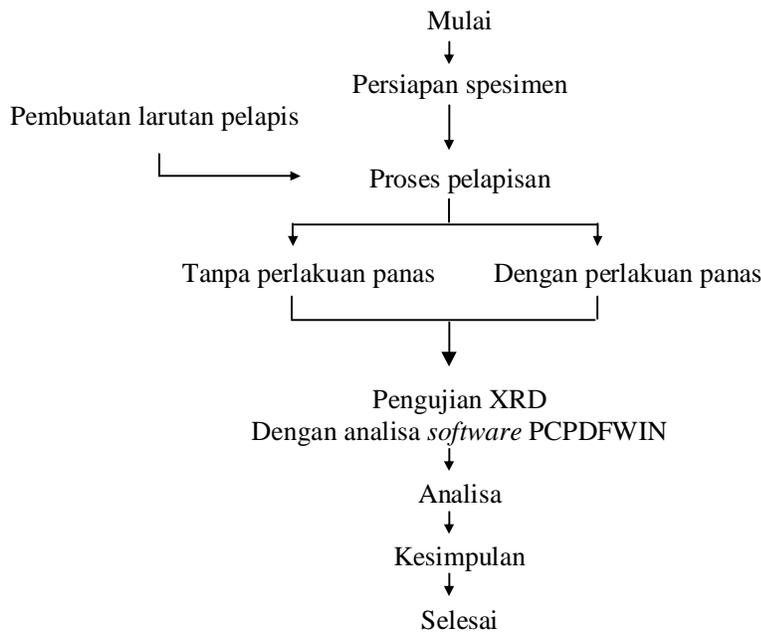
Gambar 3 : Dimensi Spesimen

Larutan pelapis yang digunakan adalah jenis *nickel phosphorus* karena merupakan jenis larutan yang komersial (ASM Vol. 5,1997) dengan komposisi sebagai berikut :

Tabel 2. **Komposisi Larutan Pelapis (NiP)**

Bahan	Rumus Kimia	Jumlah(g/l)
Nickel Chloride	NiCl ₂ .6H ₂ O	30
Sodium Citrate	Na ₃ C ₆ H ₅ O ₇ .2H ₂ O	100
Amonium Chloride	NH ₄ Cl	50
Sodium Hypophosphite	NaH ₂ PO ₂ .H ₂ O	10

Adapun langkah penelitian dilakukan sesuai diagram alir penelitian sebagai berikut :



Gambar 4. **Diagram Alir Penelitian**

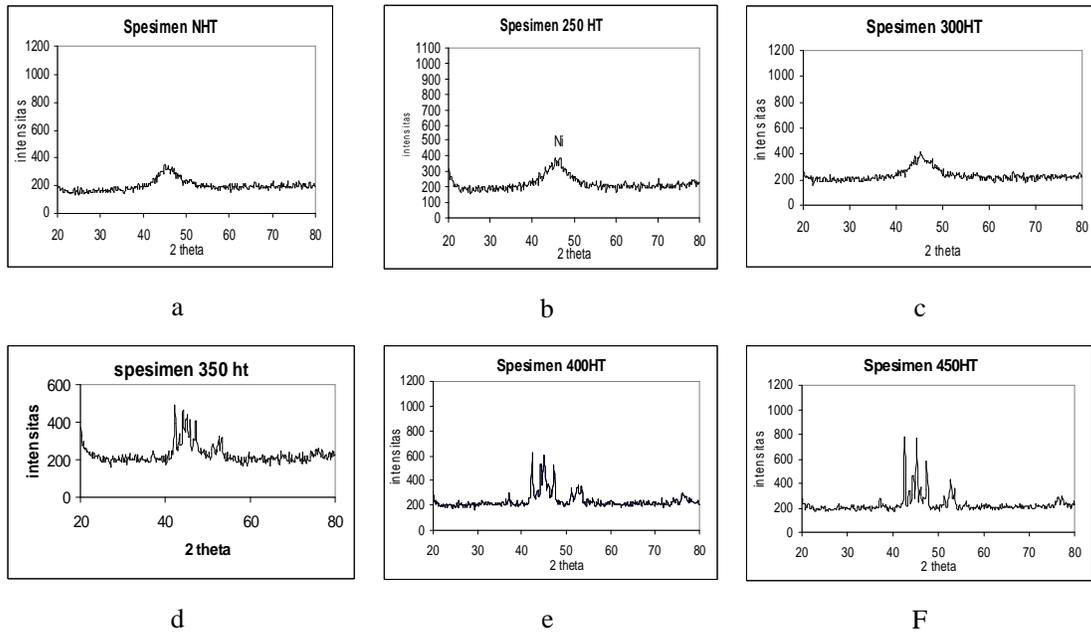
DATA DAN PEMBAHASAN HASIL PENELITIAN

Kondisi pengujian XRD yang dilakukan adalah konstan dengan parameter sebagai berikut :

Tabel 3. **Kondisi Pengujian XRD**

DiffType	: PW3710	MonochromatorUsed	: NO
DiffNumber	: 1	GeneratorVoltage	: 40
Anode	: Cu	TubeCurrent	: 35
LabdaAlpha1	: 1,5406	File Time	: 9:20
LabdaAlpha2	: 1,54439	DataAngleRange	: 20
RatioAlpha21	: 0,5	ScanStepSize	: 0,02
DivergenceSlit	: Fixed	ScanType	:CONTINUOUS
ReceivingSlit	: 0,3	ScanStepTime	: 0,4

Berikut adalah data hasil pengujian XRD sebelum dianalisa menggunakan *software* PCPDFWIN untuk spesimen sebelum dan setelah mengalami perlakuan panas dengan beda temperatur pemanasan 250⁰C, 300⁰C, 350⁰C, 400⁰C dan 450⁰C (dalam bentuk grafik)



Gambar 5. Grafik Hasil Pengujian XRD Hasil Pelapisan *Electroless Nickel Phosphorus* Sebelum Dan Sesudah Perlakuan Panas

Gambar 5a merupakan spesimen sebelum mengalami perlakuan panas sedangkan gambar 5b,c,d,e dan f merupakan spesimen yang telah mengalami perlakuan panas dengan beda temperature pemanasan. Dari data grafik diatas selanjutnya diambil 3 harga intensitas terkuat berdasarkan harga 2θ atau disebut sebagai *strongest line* dan Selanjutnya data harga 2θ di atas dihitung untuk mendapatkan harga d menggunakan rumus Hukum Bragg : $n \lambda = 2 d \sin \theta \longrightarrow d = \frac{n\lambda}{2 \sin \theta}$

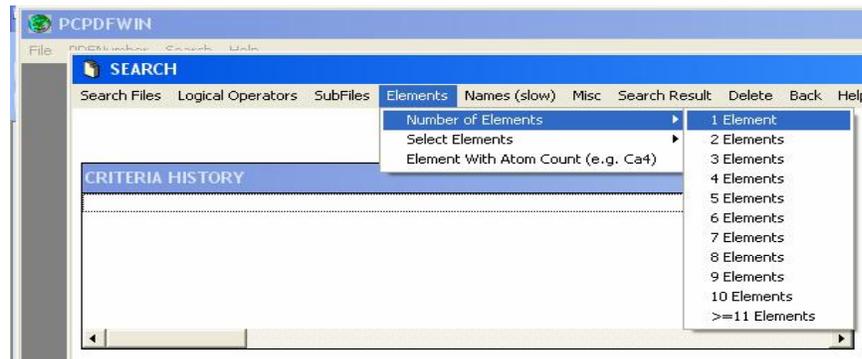
yang ditabelkan sebagai berikut :

Tabel 4. Data Intensitas Terkuat Dari Masing-Masing Spesimen

Spesimen	Harga 2q intensitas terkuat			Harga d terkuat		
Tanpa perlakuan panas	45.02	45.66	45.82	2,02	1,98	1,98
Pemanasan 250 ⁰ C	45.50	45.66	45.62	2,00	1,98	1,99
Pemanasan 300 ⁰ C	45.18	45.34	45.50	2,03	2,00	1,99
Pemanasan 350 ⁰ C	42.29	44.22	45.18	2,14	2,05	2,01
Pemanasan 400 ⁰ C	42.25	45.02	45.18	2,14	2,05	2,01
Pemanasan 450 ⁰ C	42.61	45.18	45.34	2,12	2,05	1,98

Selanjutnya harga d yang diperoleh disesuaikan dengan data yang diperoleh dari *software* untuk menentukan unsur atau senyawa yang terbentuk. Proses *search* dilakukan berdasarkan data unsur-unsur yang ada atau terdposisi pada permukaan logam substrat yaitu Ni, P dan Ni₃P yang

akan terbentuk setelah proses perlakuan panas (berdasarkan teori yang ada). Adapun tahapan *search* yang dilakukan adalah seperti berikut ini :



a



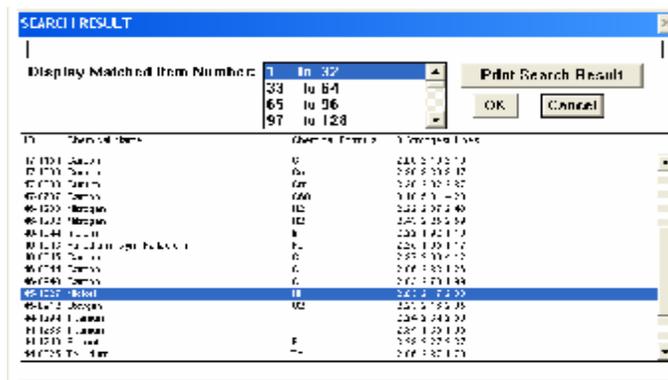
b

Gambar 6. Tahapan Proses *Search* Menggunakan Software PCPDFWIN

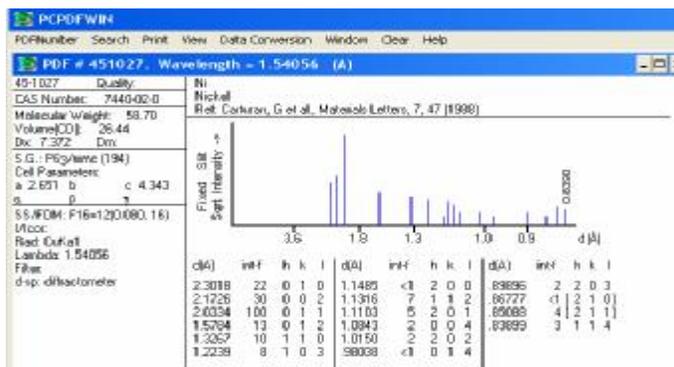
Pada gambar 6a merupakan tahapan *search* dilakukan pertama dengan memilih jumlah elemen yang ditelusuri 1,2,...dst atau dapat juga berdasarkan jenis material organic, anorganik, mineral dan sebagainya. Pada gambar 6b dimunculkan jumlah elemen yang diperoleh hasil *search*.

Selanjutnya tekan *search result* untuk memunculkan data-data unsure yang ada, dimana hasil tersebut memunculkan 3 *strongest line* dari unsur yang dicari. Berdasarkan data intensitas terkuat masing-masing spesimen yang diperoleh maka diperoleh data-data untuk unsur Ni, P dan Ni₃P dalam bentuk grafik seperti tampak pada gambar 7b,c dan d, lengkap dengan data parameter pengujian.

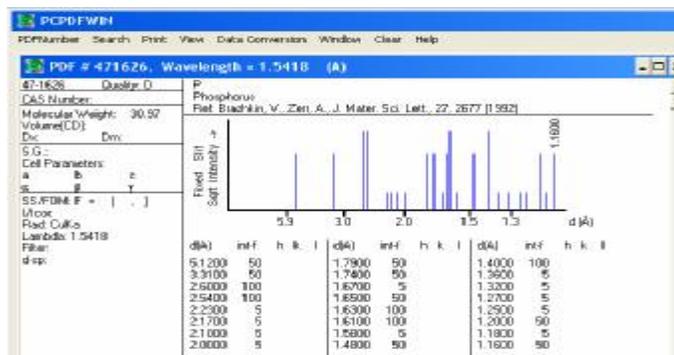
Berdasarkan data yang diperoleh dari *software* tersebut kita dapat menentukan unsur ataupun senyawa yang terbentuk pada deposit hasil pelapisan *electroless nickel-phosphorus* pada kondisi sebelum dan sesudah perlakuan panas dengan membandingkan data harga d terkuat pada masing-masing hasil pengujian (tabel 4). Sehingga dari grafik pada gambar 5 dapat ditentukan unsur-unsur yang terbentuk berdasarkan *peak-peak* yang tertinggi seperti yang ditampilkan dalam bentuk grafik pada gambar 8a, b, c, d, e dan f.



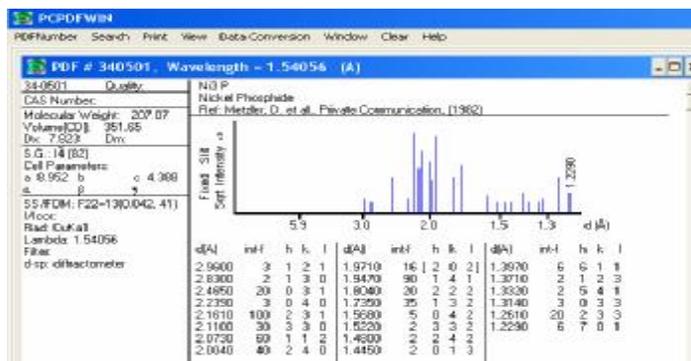
a



b

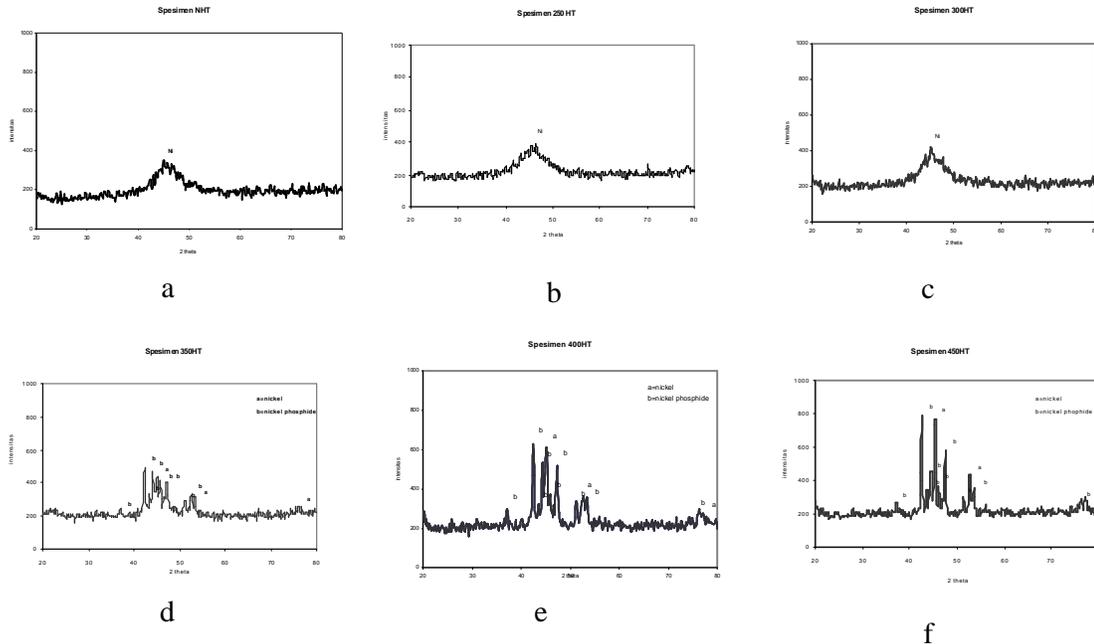


c



d

Gambar 7. Hasil Search Unsure-Unsur Menggunakan Software PCPDFWIN



Gambar 8. Grafik Hasil Analisis Menggunakan Software PCPDFWIN Pengujian XRD

Grafik di atas menunjukkan adanya perbedaan *peak* yang dihasilkan dari setiap lapisan dengan perlakuan yang berbeda (adanya variasi temperatur pemanasan). Perbedaan tampak bahwa pada lapisan sebelum mengalami perlakuan panas (gambar 8a) *peak* yang muncul hanya satu yaitu milik Ni. Lapisan yang terbentuk merupakan larutan padat lewat jenuh Ni-P yang memiliki struktur amorf ditandai dengan kurva yang landai hasil difraksi sinar X. Begitu pula pada spesimen yang telah mengalami perlakuan panas 250⁰C hingga 300⁰C (gambar 8b,c) juga memiliki karakteristik lapisan yang sama yaitu amorf dan hanya satu *peak* yang muncul. Setelah pemanasan pada temperatur 350⁰C ke atas (gambar 8d, e dan f) maka deposit Ni-P mengalami transformasi struktur menjadi kristalin dan muncul dua macam fasa yaitu Ni dan Ni₃P. Hal ini sesuai dengan diagram keseimbangan fasa Ni-P dimana dibawah temperatur 875⁰C (temperatur eutektik) akan terbentuk fasa Ni₃P berupa presipitat yang stabil.

Dengan melihat hasil pengujian XRD ini maka dapat dibuktikan bahwa temperatur perlakuan panas dapat membantu terjadinya difusi. Hal ini tampak bahwa dengan semakin tinggi temperatur maka akan mulai terbentuk fasa baru yang merupakan hasil difusi unsur Ni dan P sebagai unsur dasar bahan pelapis. Selain itu juga tampak bahwa fasa Ni₃P ini akan meningkat intensitasnya sesuai dengan kenaikan temperatur (pada pengujian ini sampai 450⁰C). Kenyataan ini sesuai dengan rumusan berikut :

$$D = D_0 \exp (-Q/RT)$$

Dimana D adalah koefisien difusivitas (cm²/s), D₀ adalah faktor frekuensi (cm²/s), Q adalah energi aktivasi untuk proses perpindahan (cal/mol.K), T adalah temperatur (K) dan R merupakan konstanta gas (1.987 cal/mol).

SIMPULAN

1. Deposit hasil pelapisan sebelum mengalami perlakuan panas merupakan larutan lewat padat jenuh Ni-P yang merupakan struktur amorf.
2. Pada temperatur 350⁰C pada deposit mulai terjadi perubahan struktur menjadi kristalin membentuk presipitat Ni₃P yang merupakan fasa keramik yang keras
3. Temperatur perlakuan panas sangat berpengaruh terhadap proses difusi pada deposit hasil pelapisan *electroless nickel-phosphorus*.

DAFTAR PUSTAKA

-, 2003, *Hardness of Electroless Nickel Deposits*, <http://www.componenttechnologiesinc.com/sentinel.htm>
-, 2003, *Electroless Nickel Plating*, <http://aimf.org.au/index.htm>
- ASM Handbook, 1992, *Surface Engineering* Vol.5, 9th edition
- ASM Handbook, 1992, *Material Characterization*, Vol.10, 9th edition
- Gutzeit, 1962, *Catalytic Chemical Methods*, Electroplating Engineering Handbook, Reinhold Book Corp, 464-478
- Pearlstein, 1974, *Electroless Plating*, Modern Electroplating, John Wiley & Sons, London, 710-725
- RE Smallman, RJ Bishop, 2000, *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material*, Erlangga, Jakarta
- Syoni, et al, 1998, *Pelapisan Elektroless Nikel Pada Paduan Aluminium 2024 Untuk Perlindungan Korosi Pada Kemasan Elektronik*, ITB, Bandung
- W.Betteridge, 1984, *Nickel And Its Alloy*, Ellis Horwood Series Industrial Metals