KARAKTERISASI LARUTAN ELEKTRODEPOSISI NiMo DENGAN METODA ELEKTROKIMIA

Suryanto
Pusat Pengembangan Perekayasaan Nuklir (P2PN) – BATAN
Kawasan Puspiptek Serpong 15314, Banten

ABSTRAK

KARAKTERISASI LARUTAN ELEKTRODEPOSISI NiMo DENGAN METODA ELEKTROKIMIA. Larutan yang mengandung nikel sulfat dan natrium *molybdate* dibedakan menjadi tiga. Ketiga larutan tersebut adalah larutan elektrodeposisi, larutan elektrodeposisi tanpa ion *molybdate* dan larutan elektrodeposisi tanpa ion nikel – untuk mendapatkan elektrodeposit nikel *molybdenum*, nikel dan hidrogen. Peralatan yang digunakan adalah *electrochemical interface* (ECI) yang dihubungkan dengan personal komputer. Pengamatan dilakukan pada ketiga larutan diatas pada temperatur 30 ^{o}C, 50 ^{o}C dan 70 ^{o}C. Keasaman larutan divariasi mulai dari 8 sampai dengan 10 dengan cara menambahkan amonium hidroksida. Hasil pengamatan yang diperoleh menunjukkan bahwa *molybdenum* dapat dielektrodeposisi dengan adanya ion nikel didalam larutan dan elektrodeposisi nikel *molybdenum* lebih mudah terjadi dibandingkan dengan elektrodeposisi nikel pada temperatur 50 ^{o}C dan pH = 10.

Kata kunci : Elektrodeposisi, metoda elektrokimia, Nikel *Molybdenum*, *Elektrochemical Interface* (ECI)

ABSTRACT

CHARACTERIZATION OF NiMo ELECTRODEPOSITION SOLUTION BY MEANS OF ELECTROCHEMICAL METHOD. The solution containing nickel sulphate and sodium molybdate divided into 3 catagories. The solutions are nickel molybdenum electrodeposition solution, nickel molybdenum electrodeposition solution without molybdate ion and nickel molybdenum electrodeposition solution without nickel ion – for nickel molybdenum, nickel and hydrogen electrodeposits. An electrochemical interface linked to a personal computer was used. The observation was done on the above solution at 30 ^{o}C, 50 ^{o}C and 70 ^{o}C. Solution pH was also varied between 8-10 by addition of ammonium hydroxide. The results show that molybdenum can be deposited in the presence of nickel ion in the solution and nickel molybdenum electrodeposition is easier than nickel electrodeposition at 50^{o}C and pH = 10.

Key words: Electrodeposition, electrochemical method, Nickel Molybdenum, Electrochemical Interface (ECI)

PENDAHULUAN

Menurut *Uhlig et al.[*1] paduan nikel-*molybdenum* dengan kandungan *molybdenum* 27 persen berat, mempunyai ketahanan korosi yang baik, khususnya dalam media yang mengandung ion klorida. Elektrodeposit paduan nikel-*molybdenum* yang mempunyai komposisi seperti di atas akan bermanfaat terutama untuk pelapisan peralatan atau komponen yang digunakan dalam lingkungan yang mengandung ion klorida. Seperti telah diketahui bersama bahwa logam *molybdenum* tidak dapat didepositkan secara elektrodeposisi dari larutan yang mengandung *molybdenum*, namun logam ini dapat dideposisikan bersama dengan logam lain seperti nikel, *kobalt* dan besi [2]. Proses elektrodeposisi seperti ini dikenal dengan *induced electrodeposition*.

Karakterisasi larutan elektrodeposisi nikel *molybdenum* dapat juga dilakukan dengan metoda '*trial and error'*. Dalam metoda ini pengamatan dilakukan dengan mendeposit nikel *molybdenum* pada temperatur dan pH tertentu. Dengan metoda ini kondisi terbaik untuk elektrodeposisi nikel *molybdenum* juga dapat ditentukan. Keberhasilan suatu elektrodeposisi secara kualitatif dapat dilihat dari deposit yang terbentuk pada katoda. Untuk menentukan dengan tepat, diperlukan data jumlah deposit yang diperoleh untuk sejumlah muatan listrik yang diberikan, komposisi kimia dari deposit yang diperoleh. Dari ketiga data yang diperoleh efisiensi arus elektrodeposisi dapat ditentukan. Karakterisasi dengan metoda ini lebih banyak menggunakan peralatan seperti timbangan yang sensitif serta peralatan untuk uji komposisi kimia seperti *energy dispersive x-ray system* dalam mikroskop elektron. Selain itu kesalahan dapat saja terjadi pada pengukuran berat deposit ataupun pada penentuan komposisi kimia. Berdasar pada dua hal tersebut terakir maka karakterisasi larutan elektrodeposisi dengan metoda elektrokimia lebih mudah dan lebih akurat.

Vol. 2 No. 3, Juni 2001, hal : 7 - 11
ISSN : 1411-1098

Kemampuan elektrodeposit melindungi substrat dari korosi sangat tergantung dari kualitas elektrodeposit yang diperoleh. Kualitas yang diperoleh tidak terlepas dari larutan elektrokimia yang digunakan. Banyak larutan dapat digunakan untuk maksud diatas. Kebanyakan dari larutan tersebut menghasilkan elektrodeposit yang mengandung retak. Untuk itu perlu dilakukan pemilihan larutan yang tepat dan penentuan kondisi elektrodeposisi paling baik untuk larutan terpilih.

Tujuan penelitian ini adalah menganalisis karakteristik larutan elektrodeposisi nikel *molybdenum* dengan metoda elektrokimia dan menentukan kondisi elektrodeposisi terbaik untuk larutan terpilih.

PERCOBAAN

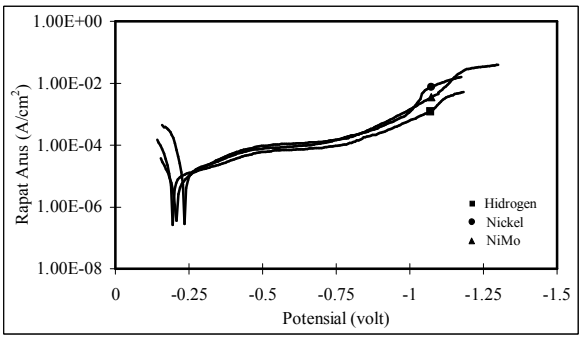
Sebelum dilakukan elektrodeposisi, substrat yang terbuat dari lempengan tembaga dengan ukuran 2 cm x 3 cm dihaluskan dengan kertas ampelas, dibersihkan dengan aseton dan dicuci dengan akuades. Substrat tersebut kemudian dilapisi dengan lacomit, suatu isolator listrik yang baik, pada daerah yang tidak akan dilapisi dan dibiarkan selama satu hari. Setelah itu substrat dibersihkan dengan larutan asam klorida dan dilanjutkan dengan akuades agar permukaan substrat yang akan dilapisi bersih dari oksida.

Larutan elektrolit yang dipergunakan untuk elektrodeposisi paduan nikel *molybdenum* terbuat dari bahan kimia kemurnian tinggi yang dilarutkan ke dalam akuades. Komposisi larutan adalah sebagai berikut: 0,3 M nikel sulfat, 0,04 M natritim *molybdate*, 0,3 M natriun sitrat dan 0,5 M asam borat [3]. Keasaman larutan diatur dengan menambahkan ammonium hidroksida. Larutan ini selanjutnya disebut larutan pertama. Larutan kedua mempunyai komposisi yang sama dengan larutan pertama tanpa natrium *molybdate* dan larutan ketiga mengandung komposisi sama dengan larutan pertama tanpa nikel sulfat. Anoda proses elektrodeposisi terbuat dari lembaran platina. Pengamatan dilakukan pada temperatur larutan antara 30 – 70 ^{o}C. Percobaan dilakukan di dalam lemari asam.

Pengamatan karakteristik larutan elektrodeposisi nikel-*molybdenum* dilakukan dengan menggunakan peralatan *Electrochemical Interface (ECI)* yang dihubungkan dengan komputer. Peralatan ini akan mengalirkan arus listrik ke sel elektrolisis dengan suatu tegangan yang dapat diprogram. Standar elektroda yang digunakan adalah *saturated calomel electrode (SCE)*. Pengamatan dimulai dengan melakukan pengukuran potensial terbuka katoda, *Open Circuit Potential (OCP)* selama 3 menit. *Cathodic sweep voltametry* dimulai dari suatu tegangan yang sedikit lebih tinggi dari potensial terbuka katoda. Potensial katoda ini diturunkan dengan kecepatan sebesar 1 mV/s. Pengukuran dihentikan jika potensial katoda telah mencapai 1,2 Volt atau arus telah mencapai 500 mA. Besarnya arus dan potensial yang diperoleh dicatat

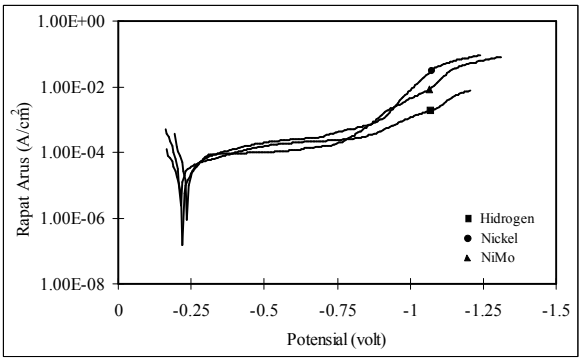
HASIL DAN DISKUSI

Gambar 1 memperlihatkan kurva rapat arus elektrodeposisi yang diamati pada pH=8 dan temperatur 30 ^{o}C. Kurva diatas menunjukan bahwa overpotensial elektrodeposisi nikel *molybdenum* dan nikel sebesar 0,75 Volt. Tegangan ini lebih rendah dibandingkan dengan tegangan yang diperlukan untuk elektrodeposisi hidrogen sebesar 0,8 Volt. Rapat arus elektrodeposisi meningkat perlahan-lahan sampai pada tegangan sebesar 1,07 Volt nikel, 1,12 Volt untuk hidrogen dan 1,20 Volt untuk nikel *molybdenum*. Untuk tegangan lebih besar dari tegangan diatas, kenaikan rapat arus lebih kecil. Dari kurva diatas diperkirakan bahwa elektrodeposisi nikel *molybdenum* hanya akan mendapatkan deposit hidrogen. Hasil observasi selama elektrodeposisi berlangsung membenarkan prakiraan diatas. Gelembung hidrogen terbentuk selama elektrodeposisi nikel *molybdenum*.



Gambar 1. Kurva rapat arus elektrop deposisi NiMo, Nickel dan Hidrogen yang dilakukan pada 30 ^{o}C dan pH=8

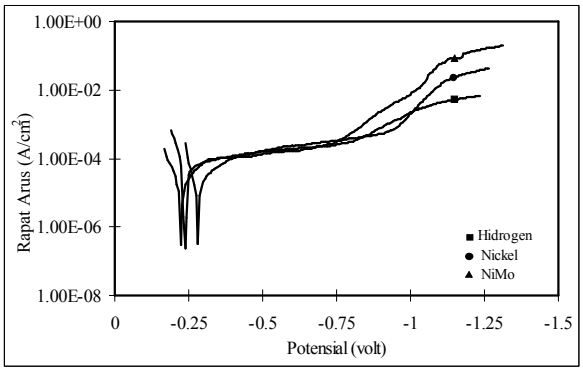
Kurva rapat arus elektrodeposisi yang dilakukan pada temperatur 50^{o}C dan pH=8 diperlihatkan pada Gambar 2. Pada kondisi ini elektrodeposisi dimulai pada tegangan 0,80 Volt untuk nikel *molybdenum*, 0,85 Volt untuk hidrogen dan 0,90 Volt untuk nikel. Rapat arus elektrodeposisi nikel lebih besar dibandingkan dengan rapat arus elektrodeposisi nikel *molybdenum* dan hidrogen. Besarnya rapat arus ini menunjukkan bahwa elektrodeposisi nikel lebih mudah dibandingkan elektrodeposisi nikel *molybdenum*. Hasil pengamatan



Gambar 2. Kurva rapat arus elektropdeposisi NiMo, Nickel dan Hidrogen yang dilakukan pada 50 ^{o}C dan pH=8

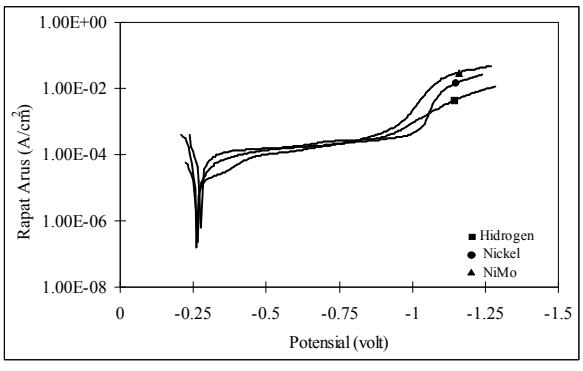
selama proses elektrodeposisi menunjukkan bahwa elektrodeposit nikel *molybdenum* tidak terbentuk dan gelembung hidrogen terbentuk selama elektrodeposisi nikel *molybdenum* berlangsung.

Setelah temperatur larutan dinaikan dari 50°C ke 70°C, rapat arus elektrodeposisi nikel *molybdenum* lebih tinggi dibandingkan dengan rapat arus elektrodeposisi nikel dan hidrogen (Gambar 3). Proses elektrodeposisi dimulai pada tegangan sebesar 0,75 Volt untuk nikel *molybdenum*, 0,80 Volt untuk hidrogen dan 0,90 Volt untuk nikel. Kurva memperlihatkan bahwa proses elektrodeposisi nikel *molybdenum* lebih mudah dibandingkan dengan proses elektrodeposisi nikel dan hidrogen. Walaupun demikian, gelembung hidrogen terbentuk pada proses elektrodeposisi nikel *molybdenum*.



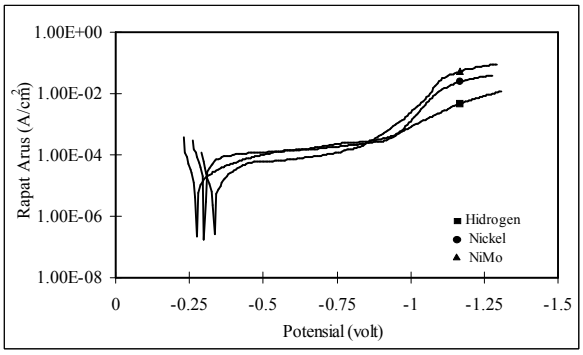
Gambar 3: Kurva rapat arus elektropdeposisi NiMo, Nickel dan Hidrogen yang dilakukan pada 70 °C dan pH=8

Kurva rapat arus elektrodeposisi yang diamati pada temperatur 30°C dan pH=9 dapat dilihat pada Gambar 4. Kurva ini meunjukkan bahwa kenaikan pH mempengaruhi proses elektrodeposisi. Pada kondisi ini kurva elektrodeposisi nikel *molybdenum* lebih dekat dengan kurva elektrodeposisi nikel. Proses elektrodeposisi dimulai pada tegangan 0,90 Volt untuk nikel *molybdenum* dan hidrogen serta 1,00 Volt untuk nikel. Gelembung hidrogen tetap terbentuk selama proses pengamatan berlangsung.



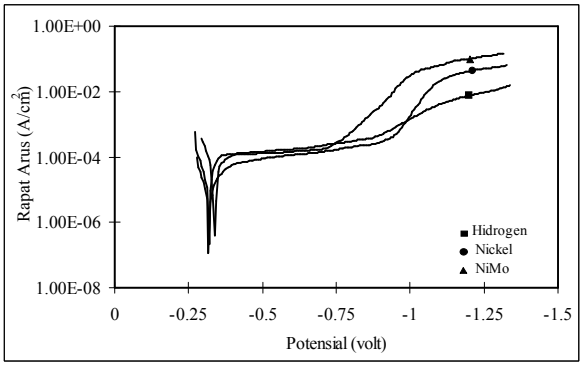
Gambar 4. Kurva rapat arus elektropdeposisi NiMo, Nickel dan Hidrogen yang dilakukan pada 30 °C dan pH=9

Gambar 5 memperlihatkan rapat arus elektrodeposisi yang dilakukan pada pH=9 dan temperatur 50°C. Proses elektrodeposisi dimulai pada tegangan yang lebih rendah, 0,80 Volt untuk nikel *molybdenum* dan 0,95 Volt untuk nikel dan hidrogen. Tegangan overpotensial dan rapat arus untuk hidrogen tidak berubah dengan naiknya temperatur larutan dari 30°C ke 50°C. Rapat arus elektrodeposisi nikel *molybdenum* naik lebih cepat dibandingkan dengan rapat arus elektrodeposisi nikel. Hal ini menunjukkan bahwa elektrodeposisi nikel *molybdenum* lebih mudah terjadi dibandingkan dengan elektrodeposisi nikel. Pengamatan yang dilakukan selama elektrodeposisi berlangsung mendapatkan bahwa deposit terbentuk pada katoda.



Gambar 5. Kurva rapat arus elektropdeposisi NiMo, Nickel dan Hidrogen yang dilakukan pada 50 °C dan pH=9

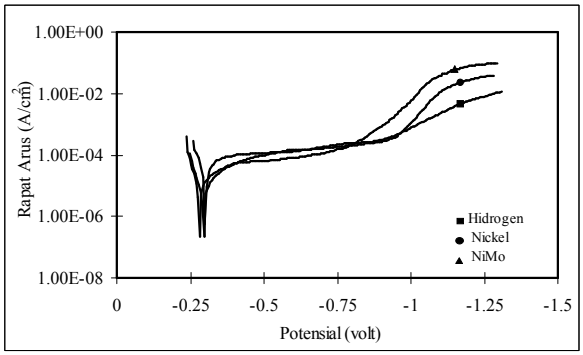
Kenaikan temperatur larutan dari 50°C menjadi 70°C menyebabkan tegangan overpotensial untuk nikel *molybdenum* menjadi 0,75 Volt dan menjadi 0,90 Volt untuk hidrogen. Untuk nikel tidak ada perubahan sebesar 0,95 Volt. Rapat arus elektrodeposisi nikel *molybdenum* meningkat dengan nyata. Hal ini membuktikan bahwa elektrodeposisi nikel *molybdenum* lebih mudah terjadi dibandingkan dengan elektrodeposisi nikel dan hidrogen (Gambar 6). Pengamatan yang dilakukan selama proses elektrodeposisi juga menunjukkan bahwa deposit terbentuk pada katoda.



Gambar 6. Kurva rapat arus elektropdeposisi NiMo, Nickel dan Hidrogen yang dilakukan pada 70 °C dan pH=9

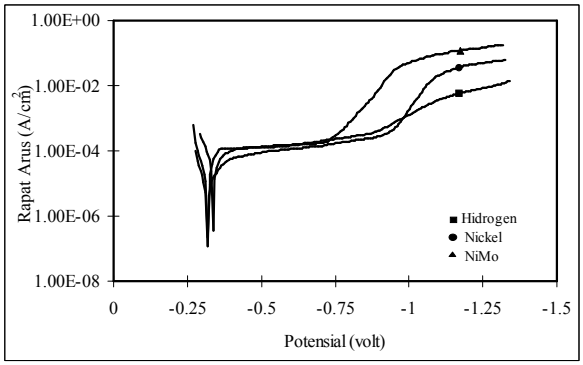
Vol. 2 No. 3, Juni 2001, hal : 7 - 11
ISSN : 1411-1098

Jika keasaman larutan dinaikkan menjadi 10 dan temperatur diturunkan menjadi 30°C, rapat arus elektrodeposisi dapat dilihat pada Gambar 7. Pada kondisi ini tegangan overpotensial untuk nikel *molybdenum*, nikel dan hidrogen secara berurutan adalah 0,80; 0,90 dan 0,90 Volt. Rapat arus elektrodeposisi nikel *molybdenum* meningkat lebih cepat dibandingkan elektrodeposisi nikel. Kurva rapat arus elektrodeposisi hidrogen lebih kecil lagi. elektrodeposit diperoleh dalam pengamatan ini.



Gambar 7. Kurva rapat arus elektropdeposisi NiMo, Nickel dan Hidrogen yang dilakukan pada 30 °C dan pH=10

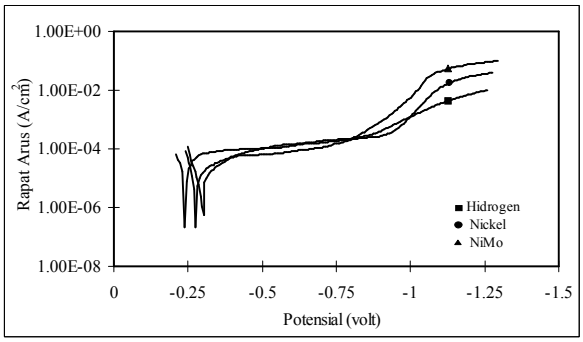
Gambar 8 merupakan kurva rapat arus elektrodeposisi yang dilakukan pada pH=10 dan t = 50°C. Gambar ini memperlihatkan bahwa tegangan overpotensial tidak berubah dari sebelumnya (pH=10 dan t=50°C). Perubahan yang nyata terjadi pada rapat arus elektrodeposisi nikel *molybdenum*. Ini merupakan kenaikan rapat arus elektrodeposisi nikel *molybdenum* yang paling besar.



Gambar 8. Kurva rapat arus elektropdeposisi NiMo, Nickel dan Hidrogen yang dilakukan pada 50 °C dan pH=10

Pengamatan rapat arus elektrodeposisi dilanjutkan untuk t =70°Cdan pH=10. Hasil pengamatan ini dapat dilihat pada Gambar 9. Rapat arus elektrodeposisi nikel *molybdenum* sudah lebih kecil dibandingkan dengan rapat arus pada kondisi (t = 50 °C dan pH=10). Pada kondisi ini juga terbentuk deposit pada katoda.

Berdasarkan kurva rapat arus yang diperoleh, overpotensial yang diperoleh bervariasi mulai dari 0,75 Volt sampai dengan 1,00 Volt. Untuk elektrodeposisi nikel *molybdenum* over potensialnya berkisar antara 0,75



Gambar 9. Kurva rapat arus elektropdeposisi NiMo, Nickel dan Hidrogen yang dilakukan pada 70 °C dan pH=10

Volt dan 0,90 Volt sedangkan untuk elektrodeposisi nikel dan hidrogen secara berurutan adalah 0,75 – 1,00 Volt dan 0,80 – 0,90 Volt. Besarnya overpotensial ini tampaknya tidak merupakan fungsi temperatur dan keasaman larutan. Overpotensial rata untuk elektrodeposisi nikel *molybdenum*, nikel dan hidrogen secara berurutan adalah sebesar 0,79 Volt, 0,89 Volt dan 0,89 Volt. Besarnya ovepotensial yang diperoleh untuk berbagai kondisi

Tabel 1. Overpotensial proses elektrodeposisi

No.	Kondisi (pH / T(°C))	NiMo (volt)	Nikel (volt)	Hidrogen (volt)
1	8 / 30	- 0,75	- 0,75	- 0,80
2	8 / 50	- 0,80	- 0,85	- 0,90
3	8 / 70	- 0,75	- 0,80	- 0,90
4	9 / 30	- 0,90	- 1,00	- 0,90
5	9 / 50	- 0,80	- 0,95	- 0,95
6	9 / 70	- 0,75	- 0,95	- 0,90
7	10 / 30	- 0,80	- 0,90	- 0,90
8	10 / 50	- 0,75	- 0,90	- 0,90
9	10 / 70	- 0,80	- 0,90	- 0,90

larutan diperlihatkan pada Tabel 1.

Luasan dibawah kurva merupakan besarnya daya listrik yang digunakan untuk proses elektrodeposisi. Ini berarti bahwa semakin besar luasan yang diperoleh semakin besar daya listrik yang digunakan dan semakin banyak elektrodeposit yang diperoleh. Dalam pengamatan disini yang akan dihitung tidak mulai dari potensial terbuka (*open circuit potential*) hingga akhir pengukuran tetapi mulai dari 0,70 Volt hingga 1,10 Volt. Hal ini dilakukan mengingat bahwa overpotential berada pada rentang antara 0,75 Volt sampai dengan 1,00 Volt.

Tabel 2. Daya listrik yang digunakan dalam proses elektrodeposisi

No.	Kondisi (pH / T(°C))	NiMo (watt)	Nikel (watt)	Hidrogen (watt)
1	8 / 30	$4{,}47\ 10^{-4}$	$8{,}91\ 10^{-4}$	$2{,}00\ 10^{-4}$
2	8 / 50	$1{,}12\ 10^{-3}$	$2{,}86\ 10^{-4}$	$3{,}20\ 10^{-4}$
3	8 / 70	$3{,}34\ 10^{-3}$	$1{,}25\ 10^{-4}$	$5{,}57\ 10^{-4}$
4	9 / 30	$1{,}10\ 10^{-3}$	$3{,}50\ 10^{-4}$	$2{,}98\ 10^{-4}$
5	9 / 50	$2{,}81\ 10^{-3}$	$6{,}85\ 10^{-4}$	$2{,}61\ 10^{-4}$
6	9 / 70	$6{,}66\ 10^{-3}$	$1{,}15\ 10^{-3}$	$4{,}37\ 10^{-4}$
7	10 / 30	$2{,}53\ 10^{-3}$	$6{,}12\ 10^{-4}$	$2{,}62\ 10^{-4}$
8	10 / 50	$1{,}08\ 10^{-2}$	$1{,}16\ 10^{-3}$	$3{,}93\ 10^{-4}$
9	10 / 70	$3{,}09\ 10^{-3}$	$6{,}85\ 10^{-4}$	$3{,}85\ 10^{-4}$

Besarnya daya listrik yang digunakan untuk proses elektrodeposisi diperlihatkan pada Tabel 2.

Berdasarkan tabel diatas, larutan elektrodeposisi nikel *molybdenum* sebaiknya digunakan pada temperatur 50 °C - 70 °C dan pada pH 9 - 10. Kondisi terbaik dilakukan pada temperatur 50 °C dan pH = 10.

Pengaruh keberadaan ion *molybdate* di dalam larutan dapat dievaluasi berdasarkan daya listrik yang digunakan dalam proses elektrodeposisi dan overpotensialnya. Keberadaan ion *molybdate* di dalam larutan memberikan pengaruh nyata dalam mempermudah proses elektrodeposisi nikel *molybdenum*. Besarnya daya listrik yang digunakan pada proses elektrodeposisi nikel *molybdenum* lebih besar dibandingkan pada proses elektrodeposisi nikel dan elektrodeposisi hidrogen.

KESIMPULAN

a) Metoda ini dapat digunakan untuk menentukan kondisi terbaik proses elektrodeposisi
b) Larutan elektrodeposisi nikel *molybdenum* diatas dapat digunakan pada rentang temperatur 50 - 70 °C dan rentang keasaman antara 9 - 10. Kondisi elektropdeposisi terbaik pada t=50 °C dan pH=10.
c) Metoda ini lebih mudah dan lebih akurat dibandingkan dengan metoda *trial and error* ditinjau dari pemakaian peralatan dan kemungkinan timbulnya kesalahan pengukuran.

DAFTAR ACUAN

1. H. UHLIG, P. BOND and H. FELLER, *J. Electrochem. Soc.*, **110**(1963) 650
2. M. CHERKAOUI, E. CHASSAING and K. QUANG, *Adv Mat. And Manuf. Processes*, **3**(1988)3, 407
3. SURYANTO, *Proceedings of The Fifth Asian Symp. on Visualisation*, Serpong, (1998) 449.