

**PENGARUH ADUKAN DAN KEPEKATAN  
PARTIKEL SILIKON KARBIDA SEBAGAI  
PENGUAT TERHADAP KELAKUAN SALUTAN  
KOMPOSIT MATRIKS NIKEL**

**NUR AZAM BIN BADARULZAMAN**

**UNIVERSITI SAINS MALAYSIA**

**2010**

**PENGARUH ADUKAN DAN KEPEKATAN PARTIKEL SILIKON  
KARBIDA SEBAGAI PENGUAT TERHADAP KELAKUAN SALUTAN  
KOMPOSIT MATRIKS NIKEL**

**oleh**

**NUR AZAM BIN BADARULZAMAN**

**Tesis yang diserahkan untuk  
memenuhi keperluan bagi  
Ijazah Doktor Falsafah**

**Disember 2010**

*Teristimewa buat Suzi Salwah, Naufal, Balqis, Nabil dan Aisyah...*

*Kayu penaga tiga ruas,  
Diraut-raut jadi terendak;  
Kasih keluarga saujana luas,  
Bagai laut bertepi tidak.*

## PENGHARGAAN

Dengan nama Allah SWT, Penguasa seluruh alam. Segala puji dan syukur ke hadirat Allah SWT di atas segala anugerah dan nikmat. Selawat dan salam ke atas Rasulullah SAW serta para sahabat RA.

Di ruangan yang terhad ini, penulis ingin merakamkan setinggi-tinggi penghargaan kepada pihak-pihak berikut di atas bantuan, sokongan serta dorongan yang diberikan.

- Universiti Tun Hussein Onn Malaysia (UTHM) yang telah menyediakan peluang pengajian menerusi kemudahan cuti belajar serta sokongan kewangan (SLAB).
- Universiti Sains Malaysia (USM) serta Pusat Pengajian Kejuruteraan Bahan Dan Sumber Mineral (PPKBSM) yang menyediakan tempat dan kemudahan pengajian.
- Dekan serta pihak pengurusan PPKBSM atas pelbagai kemudahan akademik dan non-akademik di pusat pengajian.
- Penyelia Utama (Prof. Dr. Hj. Zainal Arifin Ahmad), serta Penyelia Bersama, (Dr. Sunara Purwadaria dan PM Dr. Ahmad Azmin Mohamad), yang banyak membantu kelancaran penyelidikan di samping bimbingan, nasihat dan teguran yang diberikan.
- Semua pensyarah serta staf teknikal PPKBSM (khususnya En. Abdul Rashid Selamat, En. Mohd Azam Rejab, En. Abdul Razak Embi, En. Mohd Zaini Saari, En. Mohd Sharul Ami Zainal Abidin, Pn. Fong Lee Lee, En. Mokhtar Mohamad, Pn. Hasnah Awang dan En. Mohd Halim Hassan), serta semua staf sokongan yang terlibat secara langsung atau tidak langsung di dalam melicinkan usaha penyelidikan ini.
- Warga Makmal 0.36 serta ahli bersekutu (Dr. Zaky, Dr. Warikh, Dr. Ramani, Dr. Jai, Dr. Julie, Dr. Al-Amin, Hazman, Banjuraizah, Saidatulakmar, Nik Akmar, Izwan, Esam, Hj. Farhad, Lee Chung Heong, Wan Fahmin, Mohd Shahdan dan Mohd. Zahir) yang sentiasa mencerikan lena yang biru.
- Sahabat-sahabat UTHM (Hamimah, Shahril, Ahmad Fu'ad, Mohd Fahmi, Abd. Mutalib, Hj. Khalil, Mohd Tarmizi, Anuar, Fazlannuddin, Pak Zul dan Dr. Wan Zahari), termasuk seluruh warga kerja JKBR khususnya dan FKMP amnya.
- Ayahanda, bonda & sanak saudara (Hj. Badaruzaman & Hj. Noriah, Pn. Rahmah & keluarga, Dr. Nurwati & keluarga, Nurlida & keluarga, Nur Azmi & keluarga).
- Isteri dan anak-anak yang dikasihi (Suzi Salwah, Naufal, Balqis, Nabil & Aisyah).
- Individu, kumpulan atau organisasi yang tidak sempat atau terlupa dicatatkan di dalam ruangan ini. Sumbangan kalian tetap utuh di sanubari.

*Tinggi bukit gilang-gemilang,  
Air pasang tenang-tenangan;  
Budi sedikit manakan hilang,  
Itu juga kenang-kenangan.*

Sekian, wassalam.

Nur Azam Badaruzaman  
Disember 2010

## KANDUNGAN

<b>Penghargaan</b> .....	iii
<b>Kandungan</b> .....	iv
<b>Senarai Jadual</b> .....	vii
<b>Senarai Rajah</b> .....	viii
<b>Tatanama</b> .....	xiii
<b>Abstrak</b> .....	xv
<b>Abstract</b> .....	xvii

### **BAB 1 – PENGENALAN**

1.1	Pendahuluan .....	1
1.2	Penyataan Masalah.....	4
	1.2.1 Suhu Elektrolit.....	5
	1.2.2 Mekanisme Pengendapan.....	8
1.3	Objektif Penyelidikan.....	9
1.4	Pendekatan Penyeldikan.....	10

### **BAB 2 – KAJIAN PERSURATAN**

2.1	Pendahuluan.....	12
2.2	Saduran.....	19
2.3	Pengelektroendapan Dan Sadur Elektrik.....	20
2.4	Hukum Faraday bagi Proses Elektrolisis.....	23
2.5	Pengaruh Elektrolit.....	27
2.6	Pengaruh Suhu.....	31
2.7	Pengaruh Katod.....	34
2.8	Pengaruh Anod.....	35
2.9	Pencirian Salutan.....	36
2.10	Mekanisme Pengendapan Komposit Ni-SiC.....	38
2.11	Kekerasan, Kekasaran Permukaaan Dan Taburan Partikel.....	53
2.12	Rumusan Kajian Persuratan.....	57

### **BAB 3 – TATACARA UJIKAJI**

3.1	Pendahuluan.....	59
3.2	Penyediaan Radas Sadur Elektrik.....	62
3.2.1	Penyediaan Takungan Elektrolit Dan Pemegang Elektrod.....	62
3.2.2	Penyediaan Elektrod.....	64
3.2.3	Penyediaan Elektrolit .....	68
3.3	Ujikaji Pengukuran Keupayaan Penguraian.....	69
3.4	Peringkat I – Penghasilan Salutan Nikel Tulen.....	73
3.4.1	Proses Sadur Elektrik Nikel Tulen.....	73
3.4.2	Pengujian Spesimen.....	75
3.5	Peringkat II – Penghasilan Salutan Komposit Ni-SiC(A).....	77
3.6	Peringkat III – Penghasilan Salutan Komposit Ni-SiC(B).....	79
3.7	Perbandingan Penyelidikan.....	80
3.8	Langkah-Langkah Keselamatan.....	82

### **BAB 4 – KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN**

4.1	Pendahuluan.....	83
4.2	Peringkat I – Keupayaan Penguraian Dan Sadur Elektrik Nikel Tulen....	83
4.2.1	Keupayaan Penguraian.....	84
4.2.2	Sadur Elektrik Nikel Tulen.....	85
4.2.3	Analisis Mikroskopi Dan EDX.....	86
4.2.4	Analisis XRD.....	92
4.2.5	Kesan Ketumpatan Arus Terhadap Kekerasan Saduran.....	95
4.2.6	Penyelesaian Peringkat I.....	97
4.3	Peringkat II – Salutan Komposit Ni-SiC(A).....	98
4.3.1	Analisis SEM Dan EDX .....	99
4.3.2	Perbandingan Kajian.....	104
4.3.3	Penyelesaian Peringkat II.....	108
4.4	Peringkat III – Sadur Elektrik Ni-SiC(B).....	109
4.4.1	Analisis SEM Dan EDX.....	109
4.4.2	Ujian Kekerasan Vickers.....	122
4.4.3	Keadaan Partikel Dalam Salutan.....	125
4.4.4	Penyelesaian Peringkat III.....	128

4.5	Perbincangan Lanjutan.....	129
4.5.1	Kesan Kepekatan Partikel.....	129
4.5.2	Kesan Terhadap Kekerasan.....	136
4.5.3	Ketebalan Salutan.....	140
4.5.4	Kesan Partikel SiC Terhadap Spektrum Pembelauan XRD.....	141

## **BAB 5 – KESIMPULAN DAN CADANGAN**

5.1	Kesimpulan.....	143
5.2	Cadangan.....	144

<b>Rujukan.....</b>	<b>146</b>
---------------------	------------

### **Lampiran**

## SENARAI JADUAL

		<b>Mukasurat</b>
Jadual 2.1	Pelbagai salutan komposit nikel diperkuat partikel seramik yang dihasilkan secara penyaduran	18
Jadual 3.1	Komposisi larutan Watts untuk kegunaan sadur elektrik.	68
Jadual 3.2	Parameter bagi Peringkat II serta kod sampel.	78
Jadual 3.3	Parameter bagi Peringkat III serta kod sampel.	80
Jadual 3.4	Perbandingan parameter penyelidikan terkini berkaitan salutan Ni-SiC.	81
Jadual 4.1	Pengukuran jisim saduran, kecekapan saduran dan kekerasan bagi saduran Ni yang terhasil pada ketumpatan arus 30 mA/cm <sup>2</sup>	85
Jadual 4.2	Perbandingan kekasaran permukaan antara Ni-SiC(A) dan Ni-SiC(B).	128
Jadual 4.3	Perbandingan analisis linear bagi Ni-SiC(A) dan Ni-SiC(B).	132



## SENARAI RAJAH

		Mukasurat
Rajah 1.1	Evolusi bahan-bahan kejuruteraan dengan peredaran zaman diadaptasi daripada Ashby & Johnson [2002].	2
Rajah 1.2	Lakaran skematik asas bagi satu proses sadur elektrik.	5
Rajah 1.3	Kesan suhu elektrolit Watts terhadap kekerasan pengelektroendapan nikel [Zentner et. al., 1952].	7
Rajah 2.1	Aplikasi nikel dunia di dalam (a) kegunaan industri dan (b) kegunaan komoditi.	13
Rajah 2.2	Lakaran asas bagi satu proses sadur elektrik bagi penghasilan salutan nikel.	23
Rajah 2.3	Diagram Pourbaix bagi sistem nikel-air pada 25°C untuk afiniti ion nikel, (a) $a_{Ni^{2+}} = 10^{-6}$ dan (b) $a_{Ni^{2+}} = 1$ . Domain kestabilan air ditunjukkan oleh garisan putus-putus.	24
Rajah 2.4	Lakaran skematik yang menunjukkan keadaan dua bahan yang berlainan orientasi hablur dalam konteks substrat dan salutan [Kanani, 2002].	39
Rajah 2.5	Tapak discas pada permukaan pertumbuhan - (1) kekosongan permukaan., (2) kekosongan sempadan, (3) sempadan pital (4) sempadan, dan (5) lapisan nukleus [Gabe, 1978].	40
Rajah 2.6	Lakaran pelbagai kedudukan (1, 2, 3, 4 dan 5) bagi pengendapan atom nikel bagi kes salutan komposit Ni-SiC [Cheng-yu, 2008].	42
Rajah 2.7	Lakaran skematik yang menunjukkan mekanisme penghasilan salutan komposit. (a) endapan elektroforesis, (b) endapan nikel bersama partikel SiC dan (c) salutan komposit akhir [Shreshta et. al., 2001].	44
Rajah 2.8	Pelbagai daya yang bertindak terhadap suatu partikel yang berhanpiran dengan satu permukaan satah.	46
Rajah 2.9	Beberapa hubungkait antara parameter kajian yang dibangunkan oleh Yao et. al. [2007].	48
Rajah 2.10	Kesan perubahan kelajuan pengadukan terhadap peratus kandungan endapan silikon karbida dalam komposit berasaskan laporan Kim [1998].	49
Rajah 2.11	Kesan halaju pengadukan terhadap pengendapan SiC [Wang et. al., 2004].	50

Rajah 2.12	Keadaan pengendapan SiC di dalam salutan nikel.	52
Rajah 2.13	Pengaruh peratus isipadu karbida dalam endapan terhadap kekerasan salutan [Larson, 1975].	54
Rajah 2.14	Keadaan taburan dan serakan partikel di dalam salutan.	56
Rajah 3.1	Carta alir keseluruhan tatacara ujikaji yang menunjukkan Peringkat I, Peringkat II dan Peringkat III.	61
Rajah 3.2	Ilustrasi takungan elektrolit serta dimensi.	64
Rajah 3.3	Pemerhatian mikroskopik ke atas mesh nilon yang digunakan sebagai bag anod pada pembesaran (a) 100X dan (b) 200X.	66
Rajah 3.4	Lakaran skematik proses cucian ultrasonik terhadap substrat.	70
Rajah 3.5	Lakaran permukaan yang terdedah serta terlindung pada katod.	71
Rajah 3.6	Ilustrasi skematik susunan radas bagi sadur elektrik nikel tulen.	71
Rajah 3.7	Contoh plot I-V untuk penentuan keupayaan penguraian bagi sistem sadur elektrik.	72
Rajah 3.8	Ilustrasi skematik susunan radas bagi sadur elektrik nikel tulen.	74
Rajah 3.9	Bahagian substrat keluli yang dipotong bagi tujuan pengujian SEM dan kekerasan.	75
Rajah 3.10	Ilustrasi skematik ujian kekerasan Vickers.	77
Rajah 4.1	Graf arus (I) melawan keupayaan (V) untuk penentuan ketumpatan arus sistem sadur elektrik Ni tulen ke atas substrat keluli dalam elektrolit Watts. Julat voltan kenaan ialah 0-6 V. Nilai 2.0 V ialah keupayaan penguraian pada arus 0.12 A.	84
Rajah 4.2	Morfologi permukaan saduran Ni yang lazim dilihat menerusi pemerhatian (a) mata kasar dan (b) SEM. Saduran Ni diendapkan pada 30 mA/cm <sup>2</sup> , pH: 4.0-4.5, pengadukan 30 rpm dan masa saduran: 30 minit.	87
Rajah 4.3	Perbandingan kualiti salutan – (a) ketumpatan arus yang sesuai (10 – 50 mA/cm <sup>2</sup> ), (b) ketumpatan arus yang tidak sesuai (di luar julat 10 – 50 mA/cm <sup>2</sup> ).	88

Rajah 4.4	Mikrograf permukaan dan keratan rentas saduran nikel yang terhasil pada (a) 10 mA/cm <sup>2</sup> (b) 20 mA/cm <sup>2</sup> (c) 30 mA/cm <sup>2</sup> (d) 40 mA/cm <sup>2</sup> dan (e) 50 mA/cm <sup>2</sup> (200X).	90
Rajah 4.5	Keputusan EDX bagi saduran Ni tulen. Sampel terhasil pada ketumpatan arus 30 mA/cm <sup>2</sup> , pH: 4.0-4.5, pengadukan: 30 rpm, masa saduran: 30 minit.	91
Rajah 4.6(a)	Keputusan XRD saduran Ni yang terhasil menerusi ketumpatan arus 10 mA/cm <sup>2</sup> , pH: 4.0-4.5, pengadukan: 30 rpm, masa saduran: 30 minit.	92
Rajah 4.6(b)	Keputusan XRD saduran Ni yang terhasil menerusi ketumpatan arus 30 mA/cm <sup>2</sup> , pH: 4.0-4.5, pengadukan: 30 rpm, masa saduran: 30 minit.	93
Rajah 4.6(c)	Keputusan XRD saduran Ni yang terhasil menerusi ketumpatan arus 50 mA/cm <sup>2</sup> , pH: 4.0-4.5, pengadukan: 30 rpm, masa saduran: 30 minit.	94
Rajah 4.7	Perbandingan nilai kekerasan Vickers bagi setiap ketumpatan arus sadur elektrik.	95
Rajah 4.8	Permukaan substrat keluli lembut sebelum disadur dengan Ni-SiC.	99
Rajah 4.9	Keputusan SEM bagi kadar pengadukan 75 rpm dan 150 rpm dengan kepekatan SiC 5 - 25 g/l.	100
Rajah 4.10	Analisis EDX terhadap salutan Ni-SiC bagi kadar pengadukan 75 dan 150 rpm dengan kepekatan SiC 5 – 25 g/l. Simbol ‘●’ ialah Ni dan ‘▲’ ialah SiC.	103
Rajah 4.11	Hubungkait berdasarkan data EDX di antara peratus isipadu SiC terendap melawan kepekatan SiC dalam elektrolit, pada 75 rpm dan 150 rpm. Saiz partikel SiC adalah 10 µm	104
Rajah 4.12(a)	Analisis graf peratus isipadu SiC terendap melawan kepekatan SiC bagi pengadukan pada skala 75 rpm. Saiz partikel SiC adalah 10 µm.	105
Rajah 4.12(b)	Analisis graf peratus isipadu SiC terendap melawan kepekatan SiC bagi pengadukan pada skala 150 rpm. Saiz partikel SiC adalah 10 µm.	105
Rajah 4.13	Mikrograf-mikrograf SEM salutan komposit Ni-SiC yang menunjukkan morfologi permukaan (a), (b), dan keratan rentas (c), (d) bagi sampel A20-75 (20g/l SiC; 75 rpm).	107

Rajah 4.14(a)	Analisis SEM/EDX bagi salutan Ni-SiC yang dihasilkan pada saiz partikel SiC: 1 $\mu\text{m}$ , kepekatan SiC: 0 – 25 g/l dan pengadukan: 50 rpm.	110-111
Rajah 4.14(b)	Analisis SEM/EDX bagi salutan Ni-SiC yang dihasilkan pada saiz partikel SiC: 1 $\mu\text{m}$ , kepekatan SiC: 0 – 25 g/l, pengadukan: 75 rpm.	112-113
Rajah 4.14(c)	Analisis SEM/EDX bagi salutan Ni-SiC yang dihasilkan pada saiz partikel SiC: 1 $\mu\text{m}$ , kepekatan SiC: 0 – 25 g/l, pengadukan: 100 rpm.	114-115
Rajah 4.14(d)	Analisis SEM/EDX bagi salutan Ni-SiC yang dihasilkan pada saiz partikel SiC: 1 $\mu\text{m}$ , kepekatan SiC: 0 – 25 g/l, pengadukan: 125 rpm.	116-117
Rajah 4.14(e)	Analisis SEM/EDX bagi salutan Ni-SiC yang dihasilkan pada saiz partikel SiC: 1 $\mu\text{m}$ , kepekatan SiC: 0 – 25 g/l, pengadukan: 150 rpm.	118-119
Rajah 4.15(a)	Hubungkait di antara kadar pengadukan ke atas peratus isipadu SiC terendap pada pelbagai keadaan kepekatan partikel dalam elektrolit.	121
Rajah 4.15(b)	Hubungkait di antara kesan perubahan kepekatan SiC dalam elektrolit terhadap peratus isipadu SiC terendap pada pelbagai kadar pengadukan.	122
Rajah 4.16	Hubungkait di antara kekerasan dengan kepekatan partikel SiC (1 $\mu\text{m}$ ) dalam elektrolit (21-22°C, pH 4.0-4.5) pada kadar pengadukan 50 – 150 rpm.	123
Rajah 4.17	Perbandingan kekerasan Vickers antara substrat keluli, salutan Ni tulen, salutan Ni-SiC (kekerasan maksimum) dan salutan Ni-SiC (kekerasan minimum).	124
Rajah 4.18	Keadaan partikel SiC yang terendap di dalam matriks nikel (b) dan (c), serta perbandingan dengan salutan nikel tulen (a).	126
Rajah 4.19(a)	Analisis linear ( $y = mx + c$ ) bagi salutan komposit Ni-SiC(A). Saiz partikel SiC yang diendapkan ialah 10 $\mu\text{m}$ , pada pengadukan 75 dan 150 rpm.	131
Rajah 4.19(b)	Analisis linear ( $y = mx + c$ ) bagi salutan komposit Ni-SiC(B). Saiz partikel SiC yang diendapkan ialah 1 $\mu\text{m}$ , pada pengadukan 75 dan 150 rpm.	131

Rajah 4.19(c)	Analisis parabola ( $y^2 = kx$ ) bagi salutan komposit Ni-SiC(A). Saiz partikel SiC yang diendapkan ialah 10 $\mu\text{m}$ , pada pengadukan 75 dan 150 rpm.	134
Rajah 4.19(d)	Analisis parabola ( $y^2 = kx$ ) bagi salutan komposit Ni-SiC(B). Saiz partikel SiC yang diendapkan ialah 1 $\mu\text{m}$ , pada pengadukan 75 dan 150 rpm.	134
Rajah 4.20	Perbandingan keadaan tapak aktif pengendapan nikel bagi pengendapan SiC dengan saiz partikel 1 $\mu\text{m}$ dan 10 $\mu\text{m}$ untuk semua julat kepekatan SiC dan skala pengadukan.	135
Rajah 4.21(a)	Hubungkait di antara kekerasan salutan dengan peratus isipadu SiC terendap pada skala pengadukan 50 rpm. Saiz partikel SiC ialah 1 $\mu\text{m}$ .	136
Rajah 4.21(b)	Hubungkait di antara kekerasan salutan dengan peratus isipadu SiC terendap pada skala pengadukan 75 rpm. Saiz partikel SiC ialah 1 $\mu\text{m}$ .	137
Rajah 4.21(c)	Hubungkait di antara kekerasan salutan dengan isipadu SiC terendap pada skala pengadukan 100 rpm. Saiz partikel SiC ialah 1 $\mu\text{m}$ .	137
Rajah 4.21(d)	Hubungkait di antara kekerasan salutan dengan peratus isipadu SiC terendap pada skala pengadukan 125 rpm. Saiz partikel SiC ialah 1 $\mu\text{m}$ .	138
Rajah 4.21(e)	Hubungkait di antara kekerasan salutan dengan peratus isipadu SiC terendap pada skala pengadukan 150 rpm. Saiz partikel SiC ialah 1 $\mu\text{m}$ .	138
Rajah 4.21(f)	Paparan keseluruhan hubungkait di antara kekerasan salutan dengan isipadu SiC tendap bagi semua kadar pengadukan. Saiz partikel SiC ialah 1 $\mu\text{m}$ .	139
Rajah 4.22	Lakaran skematik pelekukan yang dihasilkan menerusi ujian kekerasan ke atas semua sampel saduran.	140
Rajah 4.23	Graf keputusan XRD terhadap saluran Ni-SiC yang menunjukkan pembelauan satah (111) yang dominan. Salutan dihasilkan menerusi ketumpatan arus: 30 mA/cm <sup>2</sup> , saiz partikel: 1 $\mu\text{m}$ dan pengadukan: 75 rpm. Simbol '▲' mewakili Ni dan simbol '●' mewakili SiC.	141

## TATANAMA

Ni	Nikel
SiC	Silikon Karbida
MMC	Komposit Matriks Logam ( <i>Metal Matrix Composite</i> )
$\delta$	Ketebalan salutan
$i_k$	Ketumpatan arus
$\eta_k$	Kecekapan katod
$e$	Kesetaraan elektrokimia bagi logam tersadur
$t$	Masa penyaduran
$\rho$	Ketumpatan logam tersadur
$A$	Luas permukaan
$F_{rekat}$	Daya perekatan,
$F_{genang}$	Daya genangan
$F_{ricih}$	Daya ricih
$F_{geseran}$	Daya geseran
$S^*$	Kekasaran permukaan relatif
$S_{partikel}$	Luas permukaan partikel
$S_{sfera}$	Luas permukaan sfera
$v$	Halaju partikel termendak
$g$	Pecutan graviti
$r_p$	Jejari partikel
$\rho_p$	Ketumpatan partikel
$\rho_e$	Ketumpatan elektrolit
$\gamma$	Kelikatan elektrolit
$m$	Jisim

<i>I</i>	Arus
<i>CE</i>	Kecekapan arus
Hv	Kekerasan Vickers

**PENGARUH ADUKAN DAN KEPEKATAN PARTIKEL SILIKON  
KARBIDA SEBAGAI PENGUAT TERHADAP KELAKUAN SALUTAN  
KOMPOSIT MATRIKS NIKEL**

**ABSTRAK**

Di dalam penyelidikan ini, salutan komposit matriks nikel (Ni) yang diperkuat dengan partikel silikon karbida (SiC) telah diendapkan ke atas substrat keluli lembut secara sadur elektrik. Penyelidikan ini dijalankan dalam tiga peringkat kajian: Peringkat I, Peringkat II dan Peringkat III. Peringkat I melibatkan pengelektroendapan nikel tulen menerusi elektrolit Watts pada suhu 21-22°C dan julat ketumpatan arus daripada 10 mA/cm<sup>2</sup> kepada 50 mA/cm<sup>2</sup>. Dengan menggunakan ketumpatan arus 30 mA/cm<sup>2</sup> salutan nikel tulen yang paling keras iaitu 293 Hv terhasil. Ketumpatan arus ini digunakan pada kedua-dua peringkat ujikaji. Peringkat II bertujuan mendapatkan salutan komposit Ni-SiC dengan menggunakan ketumpatan arus 30 mA/cm<sup>2</sup>, elektrolit Watts pada suhu 21-22°C yang mengandungi partikel SiC bersaiz 10 µm pada julat kepekatan 5 g/l – 25 g/l, pengadukan pada kadar 75 rpm serta 150 rpm dan kaedah elektrod statik. Analisis mikroskop optik dan SEM/EDX membuktikan salutan Ni-SiC berjaya diperolehi. Peratus pengendapan (jisim dan isipadu) partikel SiC dalam salutan adalah berkadar terus dengan peningkatan kadar pengadukan serta kepekatan partikel SiC dalam elektrolit. Peringkat III bertujuan untuk menghasilkan salutan komposit Ni-SiC, dengan menggunakan saiz partikel SiC yang lebih kecil iaitu 1 µm. Parameter di dalam Peringkat II dikekalkan dengan perincian julat pengadukan iaitu 50 rpm – 150 rpm. Analisis mikroskopi dan EDX menunjukkan salutan Ni-SiC telah berjaya



dihasilkan. Hubungan linear dan parabola telah diperoleh antara kekerasan dan pengendapan partikel SiC dalam salutan dengan peningkatan kadar pengadukan dan kepekatan SiC di dalam elektrolit. Berdasarkan kepada analisis XRD, satah pembelauan Ni (111) didapati paling dominan bagi salutan Ni dan Ni-SiC yang terhasil pada ketumpatan arus  $30 \text{ mA/cm}^2$  serta menyumbang kepada nilai kekerasan yang tinggi selain partikel SiC.

**THE INFLUENCE OF AGITATION AND SILICON CARBIDE PARTICLE  
CONCENTRATION AS REINFORCEMENT ON THE PROPERTIES OF  
THE NICKEL MATRIX COMPOSITE COATING**

**ABSTRACT**

In this research, nickel (Ni) matrix composite reinforced with silicon carbide (SiC) particles was deposited on a mild steel substrate via electroplating. The research was conducted in three stages: Stage I, Stage II and Stage III. Stage I involves pure nickel electrodeposition by means of Watts electrolyte at 21-22°C temperature and current density ranging from 30 mA/cm<sup>2</sup> to 50 mA/cm<sup>2</sup>. By using current density of 30 mA/cm<sup>2</sup>, the hardest nickel coating at 293 Hv was produced. This current density was used for the two experimental stages. Stage II was designed to obtain Ni-SiC composite coating by applying 30 mA/cm<sup>2</sup> current density, Watts electrolyte at 21-22°C temperature containing 10 µm SiC particles with concentration range of 5 g/l – 25 g/l, 75 rpm and 150 rpm agitation rate and by the use of static electrode method. Microscopy and EDX analysis confirmed that Ni-SiC composite coating was successfully formed. The deposition percentage (mass and volume) of SiC particles in the coating was proportional to the increase of agitation rate and SiC concentration in the electrolyte. Stage III was carried out to produce Ni-SiC composite coating by using a smaller SiC particle size of 1 µm. All electroplating parameters in Stage II was maintained while agitation range varied from 50 rpm – 150 rpm. Microscopy and EDX analysis confirmed the presence of a Ni-SiC coating. Linear and parabolic correlation was also achieved between the hardness and deposition of SiC particle in the coating with the increase of agitation rate and SiC

concentration in the electrolyte. Based on XRD analysis, Ni (111) diffraction plane was found to be dominant for Ni and Ni-SiC coatings deposited at 30 mA/cm<sup>2</sup> current density which contributing to the coating hardness instead of SiC particles.

# **BAB 1**

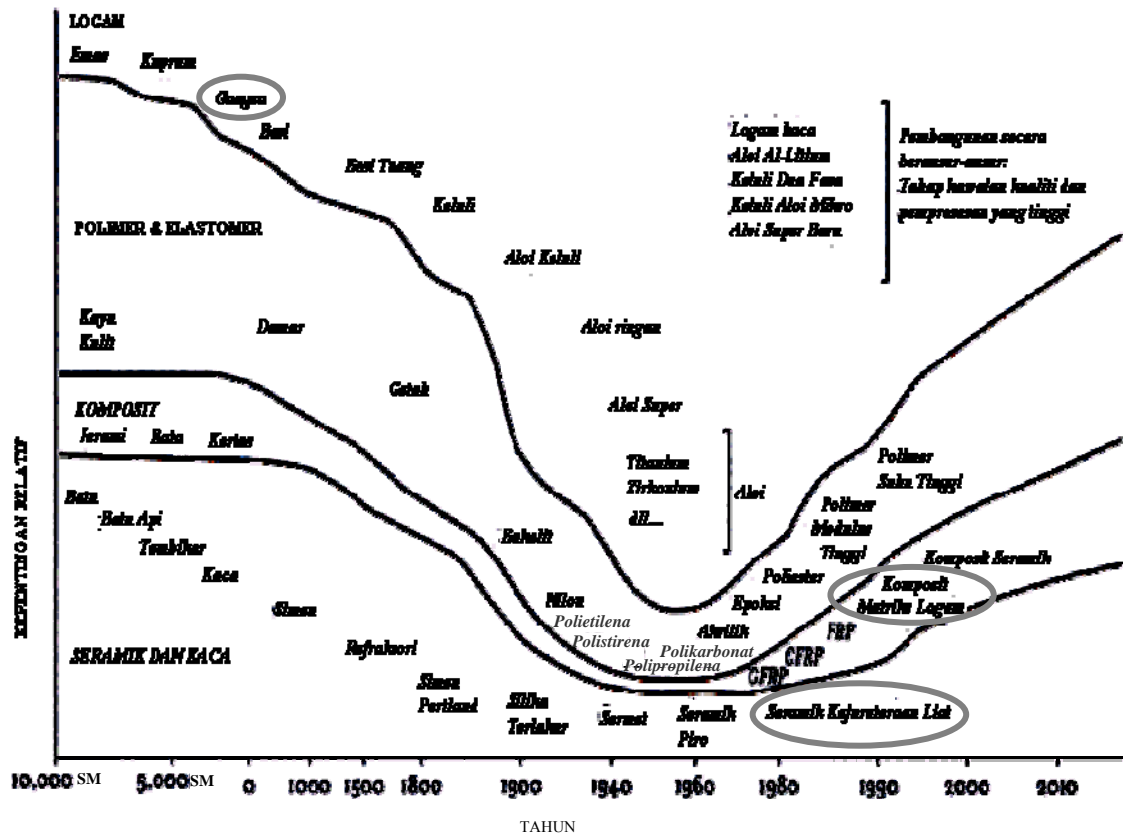
## **PENGENALAN**

### **1.1 Pendahuluan**

Kemunculan awal nikel (Ni), silikon karbida (SiC) dan proses penyaduran elektrik dalam tamadun manusia dilihat tidak mempunyai perkaitan yang jelas. Nikel, sejenis unsur logam semulajadi, pada awal penggunaannya bukanlah suatu logam yang dominan, sebaliknya hanya digunakan sebagai salah satu komposisi gangsa. SiC, sejenis bahan seramik kejuruteraan, pada asalnya adalah suatu hasil sintesis kimia yang tidak disengajakan daripada unsur silikon (Si) dan karbon (C). Penyaduran elektrik pula merupakan salah satu proses elektrokimia yang digunakan dalam penghasilan salutan, khususnya salutan logam. Sungguhpun penampilan awal ketiga-tiga subjek tersebut pada permulaannya agak terasing dan tidak memiliki hubungkait yang rapat, perkembangan tamadun manusia yang selari dengan peredaran masa telah mempertemukan kesemuanya di dalam bidang komposit matriks logam (CMC). Rajah 1.1 menunjukkan laluan panjang penggunaan nikel (dalam gangsa) dan SiC (dalam seramik kejuruteraan) [Ashby & Johnson, 2002]. Kedua-dua bahan ini akhirnya digabungkan sebagai sejenis komposit matriks logam. Komposit matriks logam ini juga boleh dihasilkan dalam bentuk salutan menerusi kaedah penyaduran elektrik.

Bidang pengelektroendapan berkembang pesat setelah penyelidikan dalam ilmu kimia serta ilmu elektrik berjaya dihubungkan. Kajian lanjut para sarjana barat terhadap isi kandungan kitab *Al Khimiyya* karya Jabir Ibnu Hayyan banyak membantu mereka dalam memahami serta memantapkan pengetahuan asas ilmu

kimia, antaranya ilmu penyaduran logam. Apabila pengetahuan manusia tentang keelektrikan, misalnya penjana elektrik [Hering, 1915; Hochhausen, 1876], kian berkembang pada abad ke-19, ilmu penyaduran tersebut turut dimajukan kepada teknik sadur elektrik.



**Rajah 1.1:** Evolusi bahan-bahan kejuruteraan dengan peredaran zaman diadaptasi daripada Ashby & Johnson [2002].

Pada abad ke-19 juga, besi dan aloinya mendominasi pelbagai produk logam misalnya senjata api [Colt, 1836; Potts, 1857] dan hasilan berbentuk tiub atau paip [Parmelee, 1871]. Akan tetapi, sifat besi yang terdedah kepada masalah kakisan menyebabkan logam-logam yang tahan kakisan seperti nikel, kromium dan kuprum mula mendapat peranan yang lebih penting. Antara kaedah mengatasi masalah

tersebut pada ketika itu ialah menerusi salutan logam tahan kakisan yang boleh dilakukan dengan proses sadur elektrik [Remington et al., 1868; Parmelee, 1871; Weston et al., 1878]. Secara tidak langsung, teknologi sadur elektrik nikel untuk pelbagai aplikasi lain turut berkembang pada abad yang berikutnya [Schlötter, 1934; Lind et al., 1943].

Dalam pada itu, masalah kakisan ini turut membuka ruang terhadap aplikasi bahan seramik. Hasilnya, pelbagai jenis bahan seramik telah diperkenalkan khasnya bahan seramik maju. Antara bahan seramik yang diketengahkan termasuklah SiC [Musiani, 2000]. Bagaimanapun, masalah sifat rapuh telah menghadkan penggunaan bahan-bahan seramik ketika itu. Sehubungan itu, bahan-bahan seramik ini hanya mula digunakan secara meluas dalam pertengahan abad ke-20 di dalam aplikasi kejuruteraan yang lebih mencabar.

Selari dengan peredaran masa, saintis telah mempelajari dan menyedari kemampuan bahan komposit sebagai alternatif baru untuk pelbagai aplikasi [Matthews & Rawlings, 1994]. Nikel dan SiC juga termasuk di dalam senarai bahan yang dieksploitasikan untuk kajian berkaitan komposit [Ochiai, 1993]. Komposit Ni-SiC dihasilkan dengan tujuan menggabungkan kelebihan-kelebihan yang ada pada kedua-dua bahan tersebut khususnya dari aspek rintangan kakisan dan kekerasan [Brooman, 2001]. Kepelbagaian kaedah penghasilan bahan komposit ini juga telah dikaji dan usaha ini turut melibatkan proses sadur elektrik [Brenner et al., 1950]. Hasil daripada rentetan usaha penyelidikan ini, salutan komposit Ni-SiC kini dapat dihasilkan melalui proses sadur elektrik misalnya kajian Hovestad et al. [1995 & 2005] dan Kim et al. [1998].

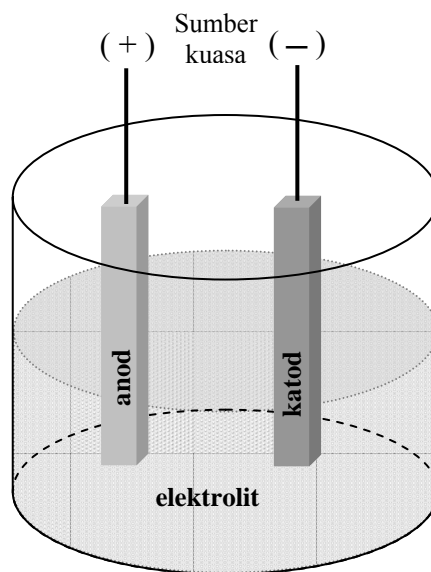
## 1.2 Pernyataan Masalah

Menerusi penggunaan salutan, permukaan suatu bahan boleh dilindungi daripada sebarang ancaman biologi, kimia atau fizikal. Sadur elektrik merupakan salah satu proses kejuruteraan yang dapat menghasilkan salutan logam atau aloi bagi tujuan melindungi permukaan bahan. Proses ini seringkali digunakan terhadap bahan yang sensitif terhadap kakisan dan pengoksidaan seperti keluli. Bagi meningkatkan lagi ciri-ciri ketahanan salutan, selain penghasilan salutan logam dan aloi [Smith & Allison Jr., 1986], proses sadur elektrik juga boleh digunakan untuk penghasilan salutan komposit, termasuk komposit matriks logam [Tsuchiya et al., 1991].

Sebagai logam yang seringkali digunakan sebagai bahan salutan, nikel ternyata mempunyai ciri-ciri yang sesuai seperti ketahanan terhadap kakisan di samping sifat-sifat mekanikal yang baik [Whiteway, 2005]. Apabila nikel dijadikan sebagai matriks lalu diperkuatkan dengan jujuk penguat, misalnya partikel seramik SiC, komposit yang terhasil mempunyai kemampuan perlindungan yang lebih tinggi, khasnya dari aspek kekerasan permukaan, berbanding salutan Ni secara tunggal. Gyftou et al. [2005 & 2008] telah mendapati bahawa salutan komposit Ni-SiC mempunyai sifat rintangan haus yang tinggi dan sesuai dikomersialkan sebagai lapisan pada komponen-komponen yang melibatkan geseran, pembakaran enjin dan acuan tuangan. Penghasilan salutan komposit Ni-SiC menerusi kaedah sadur elektrik tidak memerlukan pengubahsuaian operasi pengeluaran yang banyak. Jika dengan anggapan semua parameter sadur elektrik asas telah dipenuhi, elemen-elemen tambahan yang penting dan perlu dititikberatkan adalah mekanisme tumbesaran logam salutan, pengadukan dan kandungan partikel penguat di dalam elektrolit.

### 1.2.1 Suhu Elektrolit

Elektrolit juga adalah salah satu parameter sadur elektrik yang sangat penting. Di situlah medium terletaknya elektrod-elektrod (katod dan anod), aktiviti pengadukan, berlakunya pergerakan ion-ion positif dan negatif bagi tujuan pengoksidaan serta penurunan pada elektrod, serta tersadurnya logam pada katod seperti yang dipaparkan di dalam Rajah 1.2. Dalam operasi saduran berasaskan nikel, pelbagai jenis elektrolit terdapat di pasaran misalnya berasaskan sianida, sulfat, klorida dan sulfamat. Antara yang meluas digunakan ialah elektrolit Watts yang telah diasaskan oleh Oliver Watts pada 1916, iaitu elektrolit berasaskan sulfat. Salutan komposit matriks nikel juga turut dihasilkan menerusi elektrolit ini.



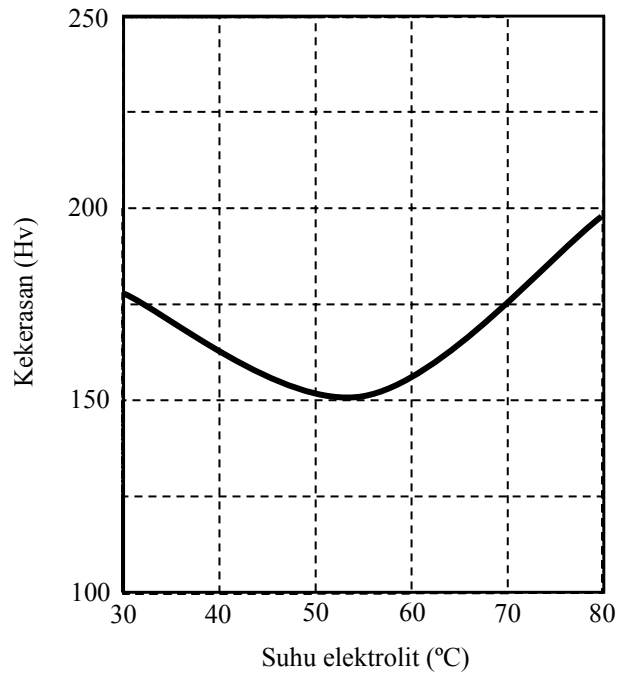
**Rajah 1.2:** Lakaran skematik asas bagi satu proses sadur elektrik.

Terdapat pelbagai kajian berkaitan dengan elektrolit nikel dan saduran nikel semenjak sebelum dan selepas larutan Watts dihasilkan. Antara tumpuan



penyelidikan yang dilaksanakan ini melibatkan komposisi kimia elektrolit [Bund et al., 2007], sel Hull [Dargis, 2006], ketumpatan arus, pH [Ji et al., 1995], pengadukan [Choi et al., 2006; Polan, 1987], tumbesaran hablur saduran [Ganesh et al., 2005], sifat-sifat mekanikal [Gu et al., 2007] dan tribologi salutan [Hou et al., 2002]. Semua parameter ini masih dikaji apabila elektrolit saduran nikel digunakan untuk penghasilan salutan komposit matriks nikel. Dari sudut aplikasi elektrolit Watts di dalam penghasilan salutan Ni-SiC, banyak kajian yang telah dan sedang dilakukan terhadap semua parameter berkenaan.

Suhu elektrolit memainkan peranan yang penting di dalam proses penyaduran logam. Pullizzi [1988], Mandich et al. [2002] dan Mest [2008] dalam penulisan mereka menyatakan kepentingan pengawalan suhu elektrolit dalam menghasilkan saduran yang berkualiti. Setakat ini, penggunaan elektrolit Watts bagi penghasilan salutan nikel tulen adalah dalam julat 30°C hingga 80°C [Schelesinger & Paunovic, 2000]. Kebanyakan kajian terkini yang menggunakan elektrolit Watts untuk penghasilan salutan komposit Ni-SiC dilaporkan melibatkan suhu elektrolit di sekitar 50°C. Berdasarkan kepada Pourbaix [1974] dan Beverskog [1997], saduran nikel tulen dilihat masih berupaya dihasilkan pada suhu di bawah 30°C (bagi penyelidikan ini 21-22°C). Walau bagaimanapun, tiada laporan mengenai penggunaan elektrolit Watts secara komersil atau kajian makmal pada suhu yang lebih rendah daripada 30°C untuk penghasilan salutan komposit Ni-SiC. Zentner et al. [1952] mencadangkan suatu profil kekerasan saduran nikel tulen melawan suhu elektrolit Watts seperti dalam Rajah 1.3 bagi proses saduran pada pH 3.0 dan ketumpatan arus 50 mA/cm<sup>2</sup>.



**Rajah 1.3:** Kesan suhu elektrolit Watts terhadap kekerasan pengelektroendapan nikel [Zentner et al., 1952].

Berpandukan kepada Rajah 1.3, salutan nikel tulen yang terhasil menerusi elektrolit Watts mempunyai julat kekerasan kira-kira 150 Hv – 200 Hv. Kekerasan salutan nikel yang diperolehi pada suhu 30°C berada pada pertengahan julat tersebut (dianggarkan sekitar 175 Hv). Seandainya profil ini membentuk suatu peningkatan pada suhu-suhu di luar julat ini, dan sekiranya satu salutan yang lebih keras diinginkan, besar kemungkinan salutan dengan ciri kekerasan tersebut masih boleh diperolehi. Dari perspektif penyelidikan ini, sekiranya suhu di bawah 30°C digunakan, masalah berkaitan pemanasan elektrolit [Paglia, 2001] dapat dihindarkan sepenuhnya berbanding suhu melebihi 80°C. Oleh yang demikian, kekerasan yang menghampiri atau melebihi nilai 200 Hv mungkin boleh dicapai tanpa melibatkan pemanasan.

Bagaimanapun, profil Zentner tersebut tidak semestinya bermaksud saduran nikel yang terhasil adalah paling berkualiti pada suhu sekitar 50°C. Elektrolit komersil mengandungi pelbagai bahan tambah (biasanya bahan organik) seperti bahan pencerah (*brightener*) dan surfaktan (*surfactant*). Semua bahan ini turut memberi kesan langsung terhadap sifat fizikal dan mekanikal saduran nikel tersebut. Sehubungan itu, suhu operasi mestilah disesuaikan dengan ketahanan terma bahan-bahan organik ini supaya bahan-bahan tambah tersebut tidak rosak (terurai) akibat kesan haba atau kurang aktif akibat suhu operasi yang rendah. Terdapat ramai penyelidik lain yang tidak menggunakan suhu operasi 50°C misalnya Mishra et al. [2004] pada 40°C, Motti et al. [2008] pada 60°C dan Marshall et al. [1997] pada 70°C. Di dalam penyelidikan ini, fokus utama diberikan kepada suhu elektrolit. Memandangkan telah ada laporan berkaitan dengan operasi penyaduran nikel dan komposit berasaskan nikel pada suhu di bawah 50°C sebelum ini, masih ada kemungkinan proses penyaduran salutan komposit nikel dapat dilakukan pada suhu yang jauh lebih rendah had profil Zentner.

### **1.2.2 Mekanisme Pemerangkapan Mekanikal**

Gugliemi [1972], Larson [1975 & 1984], Buelens et al. [1983 & 1992] dan Fransaer et al. [1992] telah menerangkan pelbagai mekanisme pengendapan komposit. Dalam hal ini kunci utama adalah sejauh mana partikel-partikel penguat di dalam elektrolit dapat diampaikan dengan baik, serta dapat diendapkan bersama-sama dengan logam nikel bagi membentuk suatu salutan komposit. Oleh yang demikian, kebanyakan penyelidik telah melakukan perubahan-perubahan dalam proses penyaduran untuk membolehkan pengelektroendapan komposit berlaku. Antara pengubahsuaian tersebut ialah penggunaan bahan tambah di dalam elektrolit

seperti penambahan surfaktan dan agen penyahgumpal [Mimani et al., 1993; Ger, 2004] serta teknik pengadukan [Burzynska et al., 2008]. Selain itu, terdapat penyelidikan tentang pengubahsuaian radas seperti cakera elektrod berputar atau *rotating cathode electrode (RCE)* seperti yang dilaporkan oleh Maurin et al. [1995], Low et al. [2005], Dong et al. [2006] dan Motti et al. [2008]. Sombatsompop et al. [2004] juga turut melakukan pengubahsuaian radas yang lebih terperinci. Bagaimanapun, tidak ada satu kaedah tertentu yang dapat disahkan adalah lebih baik dari kaedah yang lain. Oleh itu, sebarang kaedah digunakan masih dianggap sesuai selagi kaedah tersebut dapat menyumbang terhadap mekanisme pengendapan komposit [Larson, 1984]. Sehubungan itu kajian ini turut difokuskan kepada teknik elektrod statik serta mekanisme pemerangkapan mekanikal yang melibatkan susunatur radas yang lebih ringkas. Selain berkemampuan menghasilkan salutan komposit matriks logam, kaedah yang ringkas ini juga dijangkakan masih mampu mematuhi model-model pengelektroendapan nikel serta pengendapan salutan komposit yang telah dicadangkan oleh penyelidik-penyelidik yang terdahulu biarpun proses ini dilaksanakan pada suhu elektrolit yang lebih rendah iaitu 21 – 22°C .

### **1.3 Objektif Penyelidikan**

Bagi membolehkan masalah-masalah yang dibincangkan dalam Bahagian 1.2 itu diatasi, penyelidikan ini dilaksanakan dengan menggariskan objektif-objektif berikut:

- a) Menentukan nilai ketumpatan arus yang memberikan kekerasan tertinggi pengelektroendapan nikel tulen menerusi penggunaan elektrolit Watts pada suhu elektrolit 21 – 22°C.

- b) Mengendapkan partikel SiC bersama-sama nikel dengan menggunakan ketumpatan arus yang diperolehi dalam (a) serta kaedah pemerangkapan mekanikal bagi memperolehi salutan komposit Ni-SiC.
- c) Memperolehi suatu hubungkait kesan kepekatan partikel SiC dalam elektrolit serta kekerasan salutan dengan peratus isipadu pengendapan partikel SiC di dalam komposit Ni-SiC.

#### **1.4 Pendekatan Penyelidikan**

Bagi memenuhi segala objektif kajian, tiga tahap penyelidikan telah disusun iaitu: Peringkat I, Peringkat II dan Peringkat III.

- a) Peringkat I – Penentuan keupayaan penguraian dan sadur elektrik Ni tulen  
Peringkat I dilaksanakan bagi memenuhi objektif yang pertama. Peringkat ini melibatkan penghasilan salutan nikel tulen ke atas permukaan substrat keluli lembut. Ujikaji penentuan keupayaan penguraian perlu dilakukan terlebih dahulu bagi mendapatkan parameter (ketumpatan arus) yang sesuai bagi proses penyaduran. Setelah itu, proses penyaduran dijalankan pada suhu 21-22°C (suhu elektrolit) dengan menggunakan elektrolit Watts yang disediakan sendiri. Proses saduran juga dilakukan pada lima ukuran ketumpatan arus. Selain pengecaman kehadiran unsur Ni dalam salutan menerusi SEM/EDX dan XRD, ujian kekerasan Vickers dilakukan terhadap salutan. Berpandukan kepada bacaan nilai kekerasan, ketumpatan arus yang memberikan nilai kekerasan salutan nikel yang tertinggi dipilih untuk digunakan pada peringkat yang seterusnya.

b) Peringkat II – Sadur elektrik salutan komposit Ni-SiC(A)

Di dalam peringkat ini, ketumpatan arus terbaik yang diperolehi daripada Peringkat I digunakan. Bagi menjayakan objektif kedua penyelidikan ini iaitu penghasilan komposit Ni-SiC, partikel SiC bersaiz 10  $\mu\text{m}$  dimasukkan ke dalam elektrolit pada lima set kepekatan. Elektrolit juga akan diaduk dengan dua kadar pengadukan yang berbeza. Seperti Peringkat I juga, proses pengendapan berlangsung pada keadaan suhu persekitaran. Analisis mikroskopi (optik dan SEM) serta EDX digunakan terhadap sampel-sampel ujikaji untuk kajian morfologi, pengecaman unsur dan pengukuran peratus SiC. Ujian kekerasan Vickers dilaksanakan untuk pengukuran kekerasan. Suatu hubungan antara peratus isipadu SiC terendap, kadar pengadukan dan kepekatan partikel dalam elektrolit dihasilkan.

c) Peringkat III: Sadur elektrik komposit Ni-SiC(B)

Bagi mencapai objektif yang terakhir, penghasilan salutan Ni-SiC dengan saiz partikel yang lebih kecil dihasilkan. Proses penyaduran di dalam Peringkat III masih mengekalkan semua parameter dalam Peringkat II. Bagaimanapun, saiz partikel SiC yang digunakan adalah lebih kecil iaitu 1  $\mu\text{m}$ . Lima ukuran kadar pengadukan digunakan dengan mengekalkan kadar-kadar pengadukan yang telah digunakan di dalam Peringkat II. Analisis SEM/EDX serta ujian kekerasan Vickers dilakukan dengan tujuan yang sama seperti dalam Peringkat II. Plot hubungkait antara peratus isipadu SiC terendap, kadar pengadukan dan kepekatan partikel turut dihasilkan.

## **BAB 2**

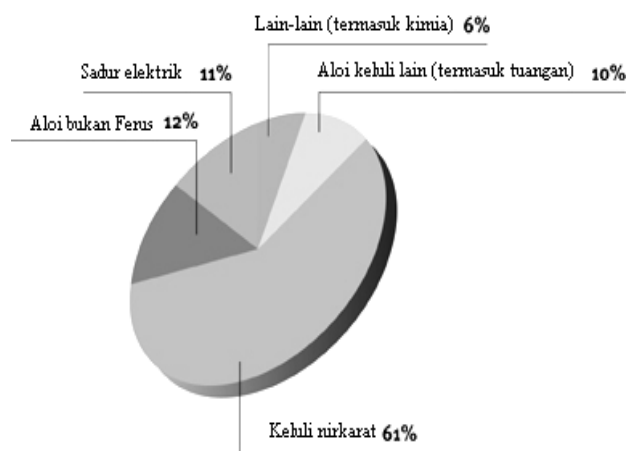
### **KAJIAN PERSURATAN**

#### **2.1 Pendahuluan**

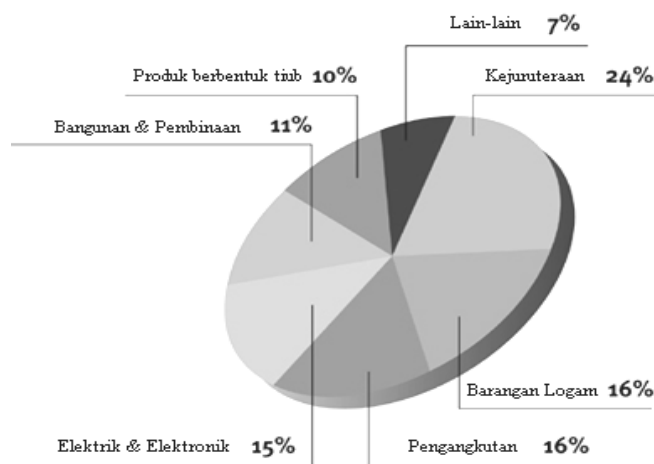
Nikel (Ni), unsur yang ke-28 di dalam jadual berkala moden merupakan sejenis unsur logam semulajadi yang membentuk 0.008% daripada kandungan kerak bumi. Logam ini juga merupakan unsur semulajadi yang kelima utama di planet Bumi selepas besi, oksigen, silikon dan magnesium. Secara tidak langsung, maklumat-maklumat ini memberikan gambaran betapa nikel sememangnya memainkan peranan yang penting di dalam kehidupan manusia [Kuck, 2000; Nickel Institute, 2007]. Penggunaan nikel di dalam tamadun manusia telah direkodkan semenjak Zaman Gangsa (4000 SM – 1000 SM). Pada ketika itu, nikel lebih banyak digunakan sebagai unsur pengaloiian, iaitu sebagai salah satu komposisi aloi gangsa. Nikel adalah satu contoh logam industri yang meluas kegunaannya. Kebanyakan aplikasi nikel memanfaatkan kelebihan-kelebihan logam ini yang melibatkan sifat-sifat kekuatan, keliatan, kemuluran, kestabilan suhu tinggi, rintangan tinggi terhadap kakisan serta nilai estetika [Reck et al., 2008; Xu & Tyson, 2002; Loar, 2008].

Berdasarkan kepada laporan yang dikeluarkan oleh pihak Nickel Institute menerusi laman webnya [Nickel Institute, 2007; Kirman, 2004], nikel mempunyai julat penggunaan yang luas. Julat penggunaan tersebut melibatkan aplikasi pada tahap kegunaan industri serta kegunaan komoditi. Julat penggunaan ini ditunjukkan di dalam Rajah 2.1. Dalam konteks industri sadur elektrik, industri ini berada di dalam julat kegunaan industri dengan mengambil sebanyak 11% daripada aplikasi nikel keseluruhannya pada tahap kegunaan industri ini. Bersandarkan kepada

statistik ini, nikel juga sering dilabelkan sebagai ‘tulang belakang’ kepada industri saduran selain logam-logam kuprum dan kromium [Lowenheim, 2000]. Hasil-hasil saduran yang berasaskan nikel seringkali hadir dalam bentuk salutan nikel tulen atau salutan aloi nikel, misalnya aloi nikel-tungsten [Cesiulis et al., 2002]. Kepentingan logam dan aloi nikel ini turut disokong oleh pihak London Metal Exchange [2010] di dalam laman web institusi tersebut.



(a) Kegunaan industri



(b) Kegunaan komoditi

**Rajah 2.1:** Aplikasi nikel dunia di dalam (a) kegunaan industri dan (b) kegunaan komoditi.



Mengapakah nikel lebih populer di dalam industri sadur elektrik berbanding logam-logam saduran yang lain? Lowenheim [2000] telah menggariskan tiga sebab utama yang berikut:

- (1) Saduran nikel memainkan peranan penting dalam industri logam. Selain bertindak sebagai unsur pengaloiian dalam saduran aloi, saduran nikel banyak digunakan sebagai salutan kepada kebanyakan produk siap serta separa-siap. Logam-logam saduran yang lain (misalnya kromium dan kuprum) lebih banyak berfungsi selaku unsur pengaloiian dalam penghasilan saduran aloi. Walaupun adakalanya logam-logam ini juga digunakan sebagai salutan produk siap atau separa-siap, penggunaan sebagai unsur pengaloiian adalah lebih banyak.
- (2) Nikel adalah logam saduran yang paling sensitif terhadap kesan perubahan parameter saduran berbanding logam-logam saduran lain. Fenomena ini membuka peluang kepada pelbagai aspek kajian ilmiah dan komersil. Ini terbukti dengan penghasilan begitu banyak penerbitan, paten dan pelbagai penulisan ilmiah lain yang melibatkan bidang penyaduran berasaskan nikel.
- (3) Industri bahan tambah untuk elektrolit nikel yang pesat menyokong pembangunan industri sadur elektrik nikel. Bahan-bahan tambah di dalam elektrolit nikel pada awalnya digunakan untuk pelbagai kegunaan lain yang tiada hubungkait dengan penyaduran. Apabila penyelidik mula menyedari kesesuaian bahan-bahan ini di dalam elektrolit, serta kualiti

hasil akhir salutan yang lebih memuaskan [DuRose & Little, 1957], perkembangan industri bahan tambah untuk industri penyaduran telah berkembang pesat. Asid naftalena disulfonik [Mimani et al., 1993] adalah salah satu contoh bahan tambah yang digunakan di dalam elektrolit nikel.

Terdapat pelbagai jenis piawaian yang digunakan dalam menilai kualiti suatu salutan nikel atau salutan komposit nikel [Kushner, 2006]. Antara lain ialah ASTM B689-97(2008) iaitu *Standard Specification for Electroplated Engineering Nickel Coatings*. Piawaian ini meliputi jenis-jenis deposit nikel seperti (1) deposit nikel tanpa bahan tambah, (2) deposit nikel mengandungi pelbagai bahan tambah, dan (3) deposit nikel mengandungi partikel bersaiz submikron. Sajdera [2007] turut menggariskan beberapa piawaian industri yang digunakan di dalam pelbagai teknik saduran dalam konteks ketebalan deposit nikel. Terdapat juga para penyelidik yang membuat pelbagai pengubahsuaian serta adaptasi bagi menilai kualiti salutan di samping melaksanakan ujikaji-ujikaji pencirian yang lain. Zimmerman et al. [2002b] misalnya, telah menghasilkan suatu kepingan kupon ujian tegangan miniatur bagi membolehkan ujian tegangan dijalankan terhadap salutan.

Berbeza dengan logam nikel yang wujud sebagai unsur semulajadi, silikon karbida (SiC) pula adalah sejenis bahan seramik berupa suatu sebatian yang terhasil secara sintetik. Pengelasan yang lebih terperinci meletakkan SiC di dalam kategori seramik berasaskan karbida, yang juga digolongkan ke dalam kumpulan seramik kejuruteraan atau seramik maju [Smith, 1999; Ashby, 1999]. Berdasarkan catatan sejarah, SiC dikatakan telah ditemui pada 1824 oleh seorang saintis Sweden, Jöns

Jacob Berzelius (1779-1848). Bahan seramik ini telah dihasilkan secara tidak sengaja ketika penyelidik tersebut sedang cuba menghasilkan intan (sejenis alotrop karbon) secara sintetik. Penemuan bahan ini pada awalnya dikelirukan sebagai sejenis sebatian berasaskan aluminium-karbon.

Kajian lanjut selama beberapa dekad akhirnya telah membawa SiC ke tahap pengeluaran besar-besaran bahan tersebut sebagai pelepas di bawah tanda niaga *Carborundum* yang turut dipatenkan buat pertama kalinya [Acheson, 1893 & 1898]. Proses penghasilan SiC tersebut kemudiannya turut dikenali sebagai 'Proses Acheson'. SiC juga masih kekal sebagai antara bahan pelepas utama pada hari ini. Selain itu, SiC turut dikembangkan penggunaannya ke dalam pelbagai bidang lain antaranya elektronik, automotif dan aero-angkasa [Rosso, 2006; Smith, 1999; Shackelford, 1999].

Sejajar dengan perkembangan teknologi semasa, penggunaan bahan termaju khususnya komposit, kian mendapat perhatian. Sungguhpun bahan komposit semulajadi seperti kulit kayu telah digunakan oleh manusia sejak Nabi Adam a.s., abad ke-20 menyaksikan perlumbaan manusia di dalam teknologi penghasilan komposit sintetik, di antaranya komposit matriks. Perkembangan di dalam penghasilan komposit matriks ini telah mempertemukan nikel dan SiC di dalam komposit matriks logam (MMC), dengan nikel bertindak selaku matriks, dan SiC bertindak selaku juzuk penguat. Rosso [2006] telah membahagikan MMC kepada lima kategori asas iaitu:

- Gentian panjang (*Continuous fibers*)
- Gentian pendek (*Discontinuous fibers*)
- Wisker (*Hablur sungut*)
- Dawai (*Wires*)
- Partikel & platlet (*Particulate & platelets*)

Dari perspektif penyelidikan ini, komposit Ni-SiC yang dihasilkan tergolong dalam kategori yang kelima iaitu partikel. Komposit Ni-SiC ini juga boleh dihasilkan dengan pelbagai teknik pembuatan. Dalam konteks Ni-SiC sebagai salutan, proses sadur elektrik merupakan antara kaedah penghasilan yang berjaya. Ramai penyelidik telah mengemukakan laporan kajian masing-masing [DiBari, 2002] dan Brenner et al. [1950] merupakan antara kumpulan penyelidik terawal yang berjaya menerokai penyelidikan ini. Salutan komposit Ni-SiC bukanlah satu-satunya salutan komposit matriks berasaskan nikel yang dihasilkan menerusi kaedah pengelektroendapan serta kaedah-kaedah seumpamanya. Semenjak pertengahan abad ke-20 sehingga kini, pelbagai jenis komposit matriks berasaskan sistem gabungan nikel dan partikel seramik telah dihasilkan. Selain sistem komposit nikel-seramik, sistem komposit nikel-polimer juga turut dikaji misalnya sistem nikel-polietilena [Abdel Hamid & Ghayad, 2002] dan nikel-fluoropolimer [Abdel Hamid & Omar, 2003]. Bagaimanapun, sistem nikel-seramik yang memberikan peningkatan sifat mekanikal yang lebih menonjol menyebabkan lebih banyak penyelidikan difokuskan terhadap sistem tersebut. Jadual 2.1 menyenaraikan pelbagai contoh sistem komposit nikel-seramik yang giat dikaji oleh para penyelidik.

**Jadual 2.1:** Pelbagai salutan komposit nikel diperkuat partikel seramik yang dihasilkan secara penyaduran.

Salutan	Kumpulan Penyelidik
Ni-SiC	Yeh et al. [1994], Garcia-Lecina et al. [2009], Benea et al. [2008], Lin et al. [2004], Ger [2004] & Lee et al. [2007]
Ni-SiO <sub>2</sub>	Bin-shi et al. [2005]
Ni-CeO	Aruna et al. [2006]
Ni-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Naser et al. [1997], Bund et al. [2007], Dong et al. [2006], Feng et al. [2007]
Ni-Cr	Guo-gang et al. [2009]
Ni-Co	Gu et al. [2007]
Ni-Mo	Kubisztal et al. [2007]
Ni-TiN	Xia et al. [2009]
Ni-TiO <sub>2</sub>	Lampke et al. [2008]
Ni-WC	Stroumbouli et al. [2005]
Ni-C (Intan)	Lee et al. [1999]

Di antara masalah yang lazim menghantui hasil-hasil sadur elektrik adalah kehadiran bendasing yang turut tersadur bersama ke dalam saduran. Fenomena ini diakui oleh para pengkaji yang menghadapi masalah ini [Lyons Jr., 1974]. Keadaan ini sememangnya merupakan perkara yang mesti diatasi bagi penghasilan saduran logam atau aloi tulen. Bagaimanapun, setelah bidang komposit partikel berkembang, masalah ini menjadi suatu batu loncatan terhadap penghasilan salutan komposit

berpartikel. Sehubungan itu, kemungkinan untuk pengendapan partikel telah dikaji secara sistematis mengenai penggunaan simulasi model matematik oleh Gugliemi [1972]. Larson [1975 & 1984], Buelens et al. [1992] dan Fransaer et al. [1992] turut menyokong idea tersebut dengan perincian mekanisme pengendapan partikel ke dalam matriks logam. Model-model yang dikemukakan oleh para pelopor tersebut telah dijadikan contoh dalam perkembangan kajian bidang ini oleh para penyelidik yang seterusnya.

Bagi penghasilan salutan komposit mengenai kaedah sadur elektrik, kepekatan partikel di dalam elektrolit, pengadukan dan mekanisme tumbesaran logam merupakan faktor-faktor kritikal selain daripada faktor-faktor lazim yang mempengaruhi proses sadur elektrik.

## **2.2 Saduran**

Saduran dilakukan bagi tujuan menghasilkan suatu salutan terhadap permukaan suatu bahan. Salutan tersebut berfungsi untuk melindungi permukaan bahan di samping memberikan kesan tampak yang menarik (nilai estetik) pada permukaan bahan berkenaan. Selain itu salutan tersebut juga berfungsi untuk meningkatkan sifat-sifat tertentu kepada permukaan asal, misalnya kekerasan, kekuatan tegangan dan rintangan kakisan. Permukaan asal boleh terdiri daripada bahan pengalir elektrik seperti kuprum, keluli dan aluminium, atau bahan bukan pengalir seperti bahan-bahan polimer dan kaca. Produk-produk sadur elektrik digunakan dalam pelbagai jenis industri, dari industri perhiasan serta barangan rumah sehinggalah industri teknikal. Industri automotif merupakan salah satu industri teknikal yang membangun seiringan dengan industri sadur elektrik. Dalam

konteks salutan nikel dan aloi nikel, penggunaan salutan-salutan jenis ini telah memainkan peranan penting terhadap industri automotif sejak penghujung kurun ke-18. Model kereta *Oldsmobile 1926* adalah antara contoh produk automotif yang menggunakan komponen-komponen tersadur pada skala pengeluaran yang besar [Snyder, 1997].

### **2.3 Pengelektroendapan dan Sadur Elektrik**

Pengelektroendapan merupakan pengendapan suatu bahan yang berpunca daripada suatu tindak balas kimia yang seterusnya merambat. Pengelektroendapan adalah satu istilah lazim bagi menjelaskan fenomena pengendapan pelbagai jenis logam ke atas permukaan suatu substrat menerusi proses sadur elektrik. Sadur elektrik pula ialah suatu proses elektrokimia pengendapan logam atau aloi ke atas suatu permukaan substrat dengan melalukan sejumlah arus elektrik menerusi larutan elektrolit. Asas kepada proses sadur elektrik ini ialah sel elektrolitiknya (unit sadur elektrik). Dalam sel elektrolitik, arus elektrik akan dilalukan kepada mandian yang mengandungi elektrolit, anod dan katod. Arus elektrik jenis arus terus (DC) masih menjadi pilihan utama para penyelidik serta pihak industri selain arus denyut (*pulse current*) yang juga giat dikaji [Lee et al., 1999; Chandrasekar & Pushpavanam, 2008; Gyftou et al., 2005 & 2008]. Bagaimanapun, rumus-rumus yang seringkali digunakan bagi kes penyaduran yang menggunakan arus terus (DC) biasanya perlu diubahsuai sedikit bagi proses penyaduran yang menggunakan arus ulang-alik (AC) berikutan pelbagai faktor keelektrikan berkaitan perbezaan jenis arus elektrik yang digunakan itu [Rajiv et al., 1992; Zimmerman et al., 2002a].

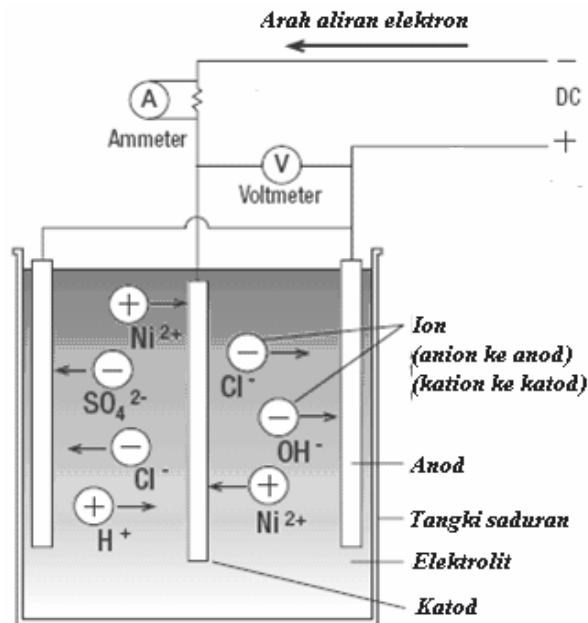
Satu lagi prinsip asas bagi sadur elektrik ialah penurunan suatu spesis logam ke atas suatu bahan (atau permukaan) tertentu yang biasanya disebut sebagai substrat atau katod. Substrat merupakan terminal negatif yang menempatkan bahan kerja yang ingin disadur. Substrat berada dalam keadaan terendam di dalam suatu larutan elektrolit. Sementara itu, satu sumber kuasa luaran diperlukan untuk membekalkan sejumlah elektron bagi menjayakan proses penurunan tersebut. Terminal positif pula menempatkan anod, yang bertindak selaku elektrod untuk mengalirkan arus seraya menjadi suatu sumber bekalan spesis ionik dalam larutan elektrolit. Anod boleh terdiri daripada anod korban (anod boleh larut) dan anod kekal (anod lengai atau anod tak larut). Anod korban dibuat daripada logam yang mahu disadur yang bertindak sebagai sumber logam untuk menggantikan ion logam yang telah terbebas daripada larutan elektrolit apabila disadur di katod. Anod kekal hanya digunakan untuk melengkapkan litar elektrik. Platinum, titanium dan karbon adalah contoh bahan yang biasa digunakan sebagai anod lengai.

Elektrolit ialah pengalir arus elektrik dan ditentukan oleh pergerakan ion-ion berbanding elektron bebas (seperti di dalam logam). Elektrolit akan melengkapkan litar elektrik antara dua elektrod. Semasa aplikasi arus elektrik, ion positif akan bergerak ke katod dan ion-ion negatif akan bergerak ke anod. Perpindahan ion-ion berlaku dalam elektrolit menghasilkan arus dalaman untuk sebahagian litar. Perpindahan elektron-elektron daripada katod kepada anod ialah melalui wayar terus kepada sumber elektrik dan kemudian balik semula kepada katod pula menghasilkan arus bagi litar luaran. Ion-ion metalik garam logam dalam elektrolit membawa cas positif, oleh itu akan tertarik kepada katod. Apabila menghampiri bahan kerja yang bercas negatif, elektron akan dibekalkan untuk menyebabkan penurunan ion-ion



bercas positif kepada bentuk logamnya, dan kemudian atom-atom logam akan terendap ke atas permukaan bahan kerja yang bercas negatif tersebut.

Rajah 2.2 menunjukkan ilustrasi proses elektrosaduran ringkas logam nikel daripada larutan garamnya (misalnya nikel sulfat,  $\text{NiSO}_4$ ). Katod, iaitu bahan kerja yang akan disadur, adalah bercas negatif. Sebahagian elektron-elektron daripada katod akan menurunkan ion-ion nikel ( $\text{Ni}^{2+}$ ) dan menukarkannya kepada atom logam nikel. Atom-atom nikel ini terbentuk di atas permukaan katod seterusnya menyaduri keseluruhan permukaan katod. Pada masa yang sama, ion-ion sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) dinyah ion pada elektrod nikel (anod) dan melengkapkan litar elektrik bagi sel tersebut. Kelakuan di atas juga dapat membekalkan dan mengekalkan kepekatan ion-ion logam nikel dalam elektrolit. Prosedur ini kebiasaannya adalah proses sadur elektrik yang biasa dengan anod korban. Arus elektrik yang dibekalkan menentukan ketebalan saduran logam di atas permukaan katod sementara anod pula melarut pada kadar yang sama supaya larutan mempunyai keseragaman yang sempurna. Walau bagaimanapun, adakalanya elektrod lengai seperti karbon/grafit, platinum atau titanium digunakan sebagai anod. Di dalam kes sebegini, anod tidak akan melarut. Bagi mengekalkan kepekatan ion-ion dalam elektrolit, penambahan ion-ion nikel (misalnya menerusi garam sulfat) dilakukan secara berkala. Ini perlu dilakukan bagi menghindarkan masalah tahap kepekatan ion logam di dalam elektrolit yang boleh menjejaskan kualiti salutan yang ingin dihasilkan.



**Rajah 2.2:** Lakaran asas proses sadur elektrik bagi penghasilan salutan nikel.

#### 2.4 Hukum Faraday Bagi Proses Elektrolisis

Hukum Faraday telah menyatakan bahawa jisim bahan yang terendap di permukaan elektrod adalah berkadar langsung dengan amaun arus elektriknya [Schlensinger & Paunovic, 2000]. Dalam sistem unit SI, unit bagi kuantiti cas elektrik ialah Coulomb (C). Nilai satu Coulomb adalah bersamaan dengan satu Ampere arus mengalir dalam satu saat ( $1 \text{ C} = 1 \text{ A.s}$ ). Kesetaraan kimia (*chemical equivalent*) bagi unsur pula ditakrifkan sebagai berat atom dibahagikan dengan valens yang terlibat dalam tindak balas tersebut. Sebagai contoh, untuk tindak balas kesetaraan kimia bagi nikel ialah  $55.85 / 2 = 27.925$ .

Untuk menurunkan satu mol logam daripada ionnya dengan cas valensinya ialah  $n+$ , sebanyak  $n$  mol elektron diperlukan. Jumlah cas katodik yang digunakan dalam pengendapan,  $Q$  (unit: Coulomb, C), ialah hasil daripada nombor molar bagi

logam sadur,  $m$ , nombor elektron yang terlibat dalam penurunan,  $n$ , nombor Avogadro,  $N_A$  (nombor atom dalam mol), dan cas elektrik per elektron,  $Q_e$  (unit: Coulomb,  $C$ ). Oleh itu, cas yang diperlukan untuk menurunkan logam sebanyak  $m$  mol diberikan oleh persamaan (2.1).

$$Q = mnN_AQ_e \quad (2.1)$$

Untuk dua pekali ( $N_A$  dan  $Q_e$ ) yang terletak di akhir persamaan (2.1) adalah dikenali sebagai pemalar Faraday,  $F$ . Oleh itu, nombor mol bagi logam yang terturun oleh cas  $Q$  boleh diperolehi daripada:

$$m = \frac{Q}{nF} \quad (2.2)$$

Pemalar Faraday mewakili amaun cas elektrik yang dibawa oleh 1 mol, atau nombor Avogadro bagi elektron. Pemalar Faraday boleh diperolehi daripada membahagikan nombor Avogadro atau nombor elektron per mol dengan nombor elektron per Coulomb. Nilai tertinggi ialah  $6.02 \times 10^{23}$  dan paling rendah adalah  $6.24 \times 10^{18}$ . Oleh itu,

$$F = \frac{(6.02 \times 10^{23})}{(6.24 \times 10^{18})} = 9.65 \times 10^4 \text{ C/mol} \quad (2.3)$$

Dengan kata lain, jumlah cas yang digunakan dalam sadur elektrik boleh diperolehi dengan hasil daripada arus,  $I$  (A), dan tempoh pengendapan,  $t$  (saat), jika arus saduran ditetapkan malar. Atau, jika arus adalah berubah-ubah semasa saduran,

$$Q = \int Idt \quad (2.4)$$

Berat endapan,  $W$  (gram), boleh diperolehi dengan mendarabkan nombor mol bagi logam yang diturunkan dengan berat atom,  $M_w$ , bagi logam yang terendap:

$$W = \frac{M_w}{nF} \int Idt \quad (2.5)$$

Secara idealnya, ketebalan saduran,  $\delta$  (cm), boleh diselesaikan dengan:

$$\delta = \frac{W}{\rho A} = \frac{M_w}{nF\rho A} \int Idt \quad (2.6)$$

Di mana  $\rho$  ialah ketumpatan bagi logam ( $\text{g/cm}^3$ ) dan  $A$  ialah luas permukaan saduran ( $\text{cm}^2$ ).

Bagi kes pengelektroendapan salutan komposit pula, ketebalan salutan boleh dihitung berdasarkan persamaan (2.7).

$$\delta = \frac{i_k \eta_k e t}{\rho} \quad (2.7)$$

Di mana

- $\delta$  - ketebalan salutan
- $i_k$  - ketumpatan arus
- $\eta_k$  - kecekapan katod