JIPFRI, Vol. 7 No. 2 Halaman: 56 - 62 November 2023



Penentuan Ukuran Butir (*Particle Size*) Cu dan Ni pada Lapisan Cu/Ni Menggunakan Metode Scherrer Termodifikasi

Rizka Nuzul Islamiyati^{*}, Moh. Toifur

Magister Pendidikan Fisika, FKIP Universitas Ahmad Dahlan 55161 JI. Pramuka No. 42 Sidikan Umbulharjo Yogyakarta * E-mail: rizkanuzul1225@gmail.com

Abstrak

Lapisan Cu/Ni merupakan lapisan yang dapat digunakan sebagai bahan untuk sensor suhu rendah. Lapisan tersebut dapat dibuat dengan cara elektroplating. Elektoplating memiliki keterbatasan dalam mengontrol jumlah dan ukuran partikel logam. Oleh karena itu, tujuan penelitian ini adalah menentukan ukuran butir Cu dan Ni pada lapisan Cu/Ni hasil elektroplating pada variasi tegangan dari 6 volt sampai 8 volt menggunakan metode Scherrer termodifikasi dan menganalisis pengaruh tegangan terhadap ukuran butir. Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode deskriptif menggunakan pendekatan kuantitatif. Hasil penelitian menunjukkan bahwa ukuran butir pada substrat Cu diperoleh D= (0,5071 ± 0,06) nm. Sedangkan untuk lapisan Ni secara tegangan memengaruhi ukuran butir. Tegangan 7 volt dapat menghasilkan ukuran butir terbesar yaitu 0,776059 nm.

Kata kunci: Ukuran Butir, Lapisan Cu/Ni, Elektroplating, Scherrer Termodifikasi

Abstract

The Cu/Ni layer is a layer that can be used as a material for low temperature sensors. The coating can be made by means of electroplating. Electroplating has limitations in controlling the number and size of metal particles. Therefore, the purpose of this study was to determine the grain size of Cu and Ni in electroplated Cu/Ni layers at varying voltages from 6 to 8 volts using the modified Scherrer method and to analyze the effect of stress on grain size. The method used in this research is descriptive method using a quantitative approach. The results showed that the grain size of the Cu substrate was $D= (0.5071 \pm 0.06)$ nm. As for the Ni layer, stress affects grain size. A voltage of 7 volts can produce the largest grain size of 0.776059 nm.

Keywords: Grain Size, Cu/Ni Coating, Electroplating, Modified Scherrer

PENDAHULUAN

Lapisan tipis Cu/Ni merupakan lapisan yang dapat digunakan sebagai bahan untuk sensor suhu rendah. Sensor suhu memiliki berbagai macam jenis, salah satunya adalah sensor jenis RTD (Resistance Thermal Detector). Sensor suhu jenis ini merupakan berfungsi suatu sensor yang untuk menentukan nilai atau besar suhu dengan mengaplikasikan elemen sensitif dari kawat platina, tembaga, dan nikel (Raharjo & Toifur, 2014). Pada umumnya bahan yang paling sering digunakan dalam membuat lapisan tipis adalah platina (Hamidun & Toifur, 2019). Dikarenakan platina memiliki ketahanan terhadap oksidasi dan akurasi yang cukup tinggi. Namun karena platina berharga mahal, maka bahan logam yang digunakan untuk membuat sensor adalah tembaga berlapiskan nikel.

Material tembaga (Cu) dan nikel (Ni) dapat dibentuk menjadi kumparan dan dapat juga dibentuk menjadi lapisan tipis. Proses pelapisan tembaga oleh nikel dapat dilakukan dengan cara elektroplating (Hamidun & Toifur, 2019).

Metode elektroplating adalah salah satu cara penumbuhan lapisan tipis dengan menggunakan prinsip pengendapan logam secara elektrokimia (Charles Manurung, ST., 2014; Figry et al., 2018). Pembuatan lapisan tipis menggunakan elektroplating memiliki beberapa keunggulan, antara lain lapisan yang dihasilkan lebih merata dan proses elektroplating tidak memerlukan tegangan yang terlalu tinggi, dapat meningkatkan ketahanan terhadap korosi dan membuat tampilan strukturnya halus, rata. dan mengkilap atau glossy sehingga menjadi menarik dan berkualitas. Metode tersebut dinilai efektif karena bisa mengontrol tegangan dan waktu pelapisan. Meskipun metode elektoplating (relatif) mudah dilakukan, tetapi metode ini memiliki keterbatasan dalam mengontrol jumlah dan ukuran butir logam (Figry et al., 2018).

Ukuran butir merupakan salah satu parameter ukuran partikel. Ukuran butir merupakan ukuran diameter butir atau partikel material Ukuran dari penyusun. butir memegang peranan yang penting pada penentuan sifat fisis bahan dan kinerja bahan (Muniz et al., 2016). Pada logam, ukuran butir berpengaruh pada sifat-sifat logam. Semakin kecil ukuran butir semakin meningkat kekuatan dan kekerasannya. Sebaliknya jika ukuran butir semakin besar, maka dislokasi atau perpindahan lokasi akan semakin terjadi dan hal ini dapat menyebabkan kekerasannya berkurang serta mikrostrainnya menjadi lebih besar (Permatasari, 2018). Kebergantungan sifat-sifat ini terhadap ukuran butir menjadi salah satu masalah yang penting dalam mengontrol proses pembentukan kebanyakan logam.

Penentuan ukuran butir yang selama ini lazim digunakan adalah dengan mengukur secara langsung diameter butir pada foto SEM permukaan dengan bantuan *software* seperti ImageJ. Selain itu, terdapat juga katakterisasi XRD dengan menggunakan metode Williamson-Hull Plot, pengukuran dengan menggunakan persamaan Scherrer dan Scherrer termodifikasi (Bunaciu et al., 2015; Lalu A. Didik, 2020).

Hasil pengukuran dari foto SEM dan metode Williamson-Hull Plot lebih merepresentasikan ukuran butir secara keseluruhan di dalam sampel. Sedangkan hasil pengukuran dengan persamaan Scherrer dan Scherrer termodifikasi lebih mempresentasikan ukuran butir dari fase tertentu saja. Metode ini cocok untuk sampel polikristalin karena di dalam polikristalin terdapat fasa lain yang juga membentuk sampel dan tidak diperhitungkan dalam perhitungan.

Dari beberapa penelitian terdahulu, metode Scherrer dan Scherrer termodifikasi telah diaplikasikan pada beberapa material. Perhitungan Scherrer dan Scherrer termodifikasi menghasilkan nilai yang berbeda 2020; Harbbi & Jahil, (Azizah, 2017; Sumadiyasa & Manuaba, 2018). Metode Scherrer menggunakan pendekatan distribusi yang pada dasarnya adalah gauss memberikan probabilitas tertinggi (yang paling sedangkan metode mungkin) Scherrer termodifikasi menggunakan Least Squares Fit to straight line yaitu memberikan nilai rata-rata dari keseluruhan data ukuran kristal. Sehingga penggunaan Scherrer Termodifikasi memberikan ukuran kristal yang lebih akurat. Oleh karena itu, pada penelitian ini metode scheerer yang termodifikasi akan diaplikasikan pada lapisan tipis Cu/Ni.

Pada paper ini penulis menampilkan penentuan ukuran butur kristal Cu dan Ni pada lapisan Cu/Ni dengan metode Scherrer termodifikasi. Lapisan Cu/Ni yang digunakan adalah hasil elektroplating pada variasi tegangan dari 6 volt sampai 8 volt.

METODE/EKSPERIMEN

Metode yang digunakan penulis dalam penelitian ini adalah metode deskriptif dengan menggunakan pendekatan kuantitatif. Hasil penelitian diolah serta dianalisis untuk diambil kesimpulannya.

Sebagai sampel digunakan lapisan Cu dan Ni yang ada pada lapisan Cu/Ni hasil elektroplating pada variasi tegangan deposisi 6 volt; 6,5 volt; 7 volt; 7,5 volt; dan 8 volt. Selanjutnya masing-masing permukaan sampel dikarakterisasi struktur mikroskopiknya menggunakan XRD. Selanjutnya dari spektrum XRD diidentifikasi puncak Cu dan puncak Ni kemudian mencatat sudut difraksi dan intensitas puncak-puncak difraksinya.

Persamaan Scherrer mengindikasikan

bahwa semakin lebar puncak difraksi maka semakin kecil ukuran kristalit. Persamaan 1 merupakan persamaan Scherrer yang dipublikasikan pada tahun 1918 (Azizah, 2020; Ramadani, 2015).

$$D = \frac{K\lambda}{\beta\cos\theta} \tag{1}$$

dimana D = ukuran butir

 κ = Konstanta = 0,9

- λ = panjang gelombang sinar-X = 0,154098 nm
- β = FWHM (*Full Width at Half Maximum*)

atau lebar $\frac{1}{2}$ puncak maksimum Informasi nilai 2 θ dan FWHM pada setiap puncak diperoleh dari *software* Match! 3 (Sinaga & Joniwarta, 2020).

Pada metode Scherrer termodifikasi, Persamaan (1) diubah terlebih dulu dengan menampilkan $1/\cos\theta$ sebagai variabel bebas dan FWHM (β) sebagai variabel terikat (Masruroh et al., 2013).

$$\beta = \frac{K\lambda}{D\cos\theta} \tag{2}$$

Dengan mengambil logaritma kedua ruas maka diperoleh

$$\ln \beta = \ln \frac{K\lambda}{D\cos\theta}$$
(3)

Berdasarkan persamaan (3), ruas kanan diuraikan dari logaritma perkalian kedalam bentuk logaritma penjumlahan.

$$\ln \beta = \ln \left(\frac{K\lambda}{D} \right) + \ln \left(\frac{1}{\cos(\theta)} \right)$$
(4)

Dengan persamaan (4) ini maka dapat dibuat regresi linier

$$y = a + bx \tag{5}$$

Dengan y= $\ln \beta$, dan x = $\ln(1/\cos \theta)$ (Bonardo & Siburian, 2021).

$$a = \ln\left(\frac{\kappa\lambda}{D}\right) \tag{6}$$

Setelah didapatkan nilai intersep dari grafik hubungan $\ln(1/\cos\theta)$ dan $\ln\beta$, kemudian dapat diperoleh nilai ukuran butir kristal dengan persamaan:

$$\frac{K\lambda}{D} = e^a \tag{7}$$

Sehingga diperoleh ukuran butir partikel:

$$D = \frac{K\lambda}{e^a} = K\lambda e^{-a}$$
(8)

Tahap berikutnya adalah mencermati ukuran-ukuran butir yang diperoleh untuk variasi tegangan deposisi, *V*. Dengan menjadikan ukuran butir sebagai fungsi tegangan diperolehnya nilai D = f(V) maka dapat dianalisis pengaruh *V* terhadap *D* serta alasan rasional yang menyebabkan nilai tersebut. Pada pembuatan lapisan tipis Cu, tidak dilakukan dengan tujuan spesifik seperti variasi tegangan. Sehingga ukuran butir yang benar untuk substat Cu adalah nilai rataratanya dengan menggunakan Persamaan 9.

$$\overline{D} = \frac{\sum_{i=1}^{N} D_i}{N}$$
(9)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Data penelitian yang telah diperoleh dari hasil karakterisasi XRD kemudian dapat dianalisis lebih lanjut untuk mencari ukuran butir. Sebelum melakukan perhitungan ukuran butir, dilakukan pencocokan puncak pada data untuk mengetahui kepemilikan setiap puncaknya. Spektrum XRD pada lapisan Cu/Ni ditampilkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Spektrum XRD untuk Sampel Cu/Ni

Nilai 2θ dan FWHM untuk sampel Cu dan Ni yang terbaca pada *software* Match! 3 pada variasi tegangan disajikan pada Tabel 1 dan 2.

		6,0 V		6,5 V		7,0 V		7,5 V		8,0 V	
No. puncak	Partikel	2theta [°]	FWHM								
1	Cu	43.32	0.2400	43.36	0.2400	43.32	0.2400	43.36	0.2400	43.36	0.2800
2	Cu	50.44	0.3600	50.46	0.3200	50.44	0.3200	50.48	0.3600	50.46	0.3600
3	Cu	74.12	0.2400	74.14	0.3200	74.10	0.3200	74.14	0.2400	74.14	0.3200
4	Cu	89.92	0.2800	89.94	0.4400	89.90	0.2800	89.94	0.3600	89.92	0.2800

Tabel 1. Nilai 20 dan FWHM untuk partikel Cu

Tabel 2. Nilai 20 dan FWHM untuk partikel Ni

		6,0 V		6,5 V		7,0 V		7,5 V		8,0 V	
No. puncak	Partikel	2theta [°]	FWHM								
1	Ni	38.94	0.2400	38.96	0.2400	38.94	0.2000	38.98	0.2000	38.98	0.2000
2	Ni	41.40	0.2400	41.44	0.2000	41.42	0.2400	41.44	0.2400	41.44	0.2800
3	Ni	48.16	0.1600	48.20	0.2800	45.26	0.2000	66.02	0.2000	48.18	0.3200
4	Ni	66.00	0.1200	66.00	0.2400	48.16	0.1600	70.56	0.2400	66.00	0.0800
5	Ni	70.54	0.2800	70.56	0.2000	66.00	0.2000			70.56	0.2000
6	Ni					70.54	0.2800				

Nilai 2 θ dan FWHM pada Tabel 1 dan Tabel 2 di atas merupakan data untuk Lapisan Cu dan Ni. Selanjutnya setelah diperoleh nilai 2 θ dan FWHM pada masing-masing lapisan Cu/Ni, kemudian dari kelima sampel tersebut juga dicari nilai intersep. Penentuan nilai intersep diperoleh dari grafik hubungan In(1/cos θ) sebagai sumbu *x* dan In β sebagai sumbu *y*. Regresi linear komponen Cu tersaji pada Gambar 2 dan komponen Ni pada Gambar 3.







Gambar 3. Grafik Regresi Linear Komponen Ni

Setelah nilai Intersep diperoleh, kemudian langkah terakhir yaitu menentukan nilai ukuran butir. Rumus yang digunakan untuk menentukan ukuran butir dengan metode scherrer termodifikasi yaitu dengan menggunakan Persamaan (8). Dimana nilai K sebesar 0,9 dan panjang gelombang sinar-X sebesar 0,1541 nm (Kurapati & Srivastava, 2018).

Perhitungan dilakukan untuk tegangan 6 volt; 6,5 volt; 7 volt; 7,5 volt; 8 volt. Berdasarkan perhitungan ukuran butir Cu dan butir Ni pada lapisan Cu/Ni maka diperoleh hasil sebagaimana pada Tabel 3. Grafik perbandingan ukuran butir Cu dan Ni tersaji pada Gambar 4 berikut.

Tabel 3. Perbandingan Uk	turan Butir Lapisan
--------------------------	---------------------

Tegangan, V (volt)		Ukuran butir Cu,	Ukuran butir Ni,			
		<i>D</i> (nm)	<i>D</i> (nm)			
	6	0,4825	0,6293			
	6,5	0,5975	0,5626			
	7	0,5033	0,7761			
	7,5	0,5308	0,6486			
	8	0,4217	0,4018			



Cu/Ni

Pada pembuatan lapisan Cu, tidak dilakukan dengan tujuan spesifik seperti variasi tegangan. Sebelum dilapisi substrat Ni, lapisan Cu disiapkan sebaik mungkin dengan metode pembersihan permukaan menggunakan teknis secara berturutan mulai pembersihan menggunakan metal polish autosol, dibilas menggunakan air bersih, dirinso dalam ultrasonic cleaner, dibilas memakai alkohol dalam ultrasonic cleaner, dikeringkan dengan bantuan hair driyer, dan dibungkus dalam kertas tissue, serta disimpan dalam dry box. Oleh karena itu ukuran butir yang benar untuk substat Cu adalah nilai rataratanya dengan menggunakan Persamaan (9). Dari kelima data D pada Tabel 3 diperoleh nilai ukuran butir Cu sebesar $D=(0.5071 \pm 0.0577)$ nm.

Pada proses elektroplating lapisan Cu/Ni menggunakan variasi tegangan deposisi yaitu pada 6 volt; 6,5 volt; 7 volt; 7,5 volt; dan 8 volt. Lapisan Ni di plating pada substrat Cu dan dari lapisan Ni tersebut tampak bahwa tegangan deposisi pada saat elektroplating tidak terlalu berpengaruh pada nilai ukuran butir Ni. Secara umum terdapat tegangan optimum yaitu tegangan yang dimiliki oleh nilai ukuran butir tertinggi. Ukuran butir Ni mengalami peningkatan yang menghasilkan ukuran butir terbesar yaitu pada 7 volt dengan nilai 0,7761 nm. Namun mengalami penurunan secara kontinu pada tegangan 7,5 volt.

Dalam proses menganalisis ada tiga langkah untuk menentukan ukuran butir yaitu menentukan puncak dan FWHM dengan menggunakan software Match! 3, menentukan intersep dari grafik hubungan ln (1/ cos) θ sebagai sumbu x dan ln β sebagai sumbu y, dan yang terakhir mencari ukuran butir dengan memasukan data pada persamaan Scherrer Dalam termodifikasi. beberapa kasus. persamaan linier Scherrer yang dimodifikasi menghasilkan hubungan negatif. Hal tersebut dikarenakan pada sudut yang lebih tinggi, pada 2 θ , dengan nilai cos θ lebih rendah dan nilai β yang diamati dan diukur kurang dari yang seharusnya sesuai dengan rumus Scherrer (Azizah, 2020).

Dibanding dengan cara analisis ukuran butir data SEM menggunakan ImageJ, perhitungan ukuran butir dengan menggunakan hasil karakterisasi XRD pada metode Scherrer termodifikasi lebih sederhana dalam hal persiapan sampel dan analisis. Metode Scherrer termodifikasi lebih cocok untuk analisis ukuran butir kristal dalam material kristal, sementara SEM dengan ImageJ lebih cocok untuk analisis morfologi permukaan sampel secara visual (Putama Mursal, 2018). Metode Scherrer termodifikasi juga memberikan hasil yang lebih akurat karena perhitungan tersebut menggunakan rata-rata keseluruhan nilai ukuran butir (Sumadiyasa & Manuaba, 2018).

Pada penelitian ini data yang digunakan adalah data hasil karakterisasi XRD sehingga data yang ditampilkan hanya dari fase tertentu saja yaitu fase Cu/Ni. Hasil perhitungan menunjukkan bahwa struktur butir Cu dan Ni dalam kasus ini memiliki ukuran yang sangat halus dan berada pada skala nanometer. Ukuran butir yang sangat kecil seperti ini dapat memiliki dampak signifikan pada sifat-sifat material, termasuk kekuatan, konduktivitas, dan reaktivitas kimia. Dalam banyak kasus, ukuran butir yang lebih kecil dapat meningkatkan sifat material dalam berbagai aplikasi.

PENUTUP

Ukuran butir yang benar untuk substat Cu adalah nilai rata-ratanya karena tidak ada tujuan spesifik untuk membuat variasi ukuran butir pada substrat Cu. Dari kelima data ukuran butir pada substrat Cu diperoleh D= (0,5071 ± 0,06) nm. Sedangkan untuk substrat Ni secara umum terdapat tegangan optimum yang menghasilkan ukuran butir terbesar yaitu 7 volt dengan ukuran butir 0,7761 nm. Dari perhitungan ukuran butir Cu dan Ni yang telah dilakukan, tegangan deposisi memengaruhi butir dengan adanya tegangan ukuran optimum pada lapisan Ni yaitu pada tegangan 7 volt.

REFERENSI

- Azizah, A. (2020). Analisis Parameter Struktur pada Reduced Graphene Oxide dari Tempurung Kelapa Menggunakan Metode Scherrer dan Williamson-Hall. *Skripsi, Fakultas Sains Dan Tekonologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.*
- Bonardo, D., & Siburian, R. (2021). Analisis Struktur Nano Partikel Silika dari Abu Ampas Tebu Menggunakan Metode XRD. *EINSTEIN (e-Journal), (1),* 13–20. http://jurnal.unimed.ac.id/2012/index.php/ einstene-issn:2407-747x,p-issn2338-1981
- Bunaciu, A. A., Udriştioiu, E. gabriela, & Aboul-Enein, H. Y. (2015). X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, *45*(4), 289–299. https://doi.org/10.1080/10408347.2014.9
- 49616 Charles Manurung, ST., M. (2014). Pengaruh Kuat Arus Terhadap Ketebalan Lapisan dan Laju Korosi (Mpy) Hasil Elektroplating Baja Karbon Rendah dengan Pelapis Nikel. *Visi*, *21*(2), 1857– 1869.

- Fiqry, R., Toifur, M., & Khusnani, A. (2018). Ketebalan dan Nilai Resitivitas Lapisan Tipis Cu/Ni/Cu/Ni Hasil Penumbuhan dengan Metode Elektroplating pada Variasi Tegangan Deposisi (V). Seminar Nasional Edusainstek, 46–54.
- Hamidun, E., & Toifur, M. (2019). Pembuatan Lapisan Cu / Ni pada Variasi Waktu Deposisi Berbantuan Medan Magnet. 1– 5.
- Harbbi, K. H., & Jahil, S. S. (2017). Study the Lattice Distortion and Particle Size of One Phase of MnO by Using Fourier Analysis of X-ray Diffraction Lines. *Advances in Physics Theories and Applications*, 65(x), 6–22.
- Kurapati, S., & Srivastava, P. K. (2018). Application of Debye-Scherrer Formula in The Determination of Silver Nano Particles Shape. International Journal of Management, Technology And Engineering, 8(XII), 81–84.
- Lalu A. Didik. (2020). Penentuan Ukuran Butir Kristal CuCr0,98 Ni0,02O2 dengan Menggunakan X-Ray Difraction (XRD) Dan Scanning Electron Microscope (SEM). Indonesian Physical Review, 2(3), 1–8.
- Masruroh, Manggara, A., Papilaka, T., & T, R. T. (2013). Penentuan ukuran Kristal (crystallite size) lapisan tipis PZT dengan metode XRD melalui pendekatan persamaan Debye Scherrer. *Jurusan Fisika Dan Kimia FMIPA Universitas Brawijaya*, 1(2), 24–29.
- Muniz, F. T. L., Miranda, M. A. R., Morilla Dos Santos, C., & Sasaki, J. M. (2016). The Scherrer equation and the dynamical theory of X-ray diffraction. Acta Crystallographica Section A: Foundations and Advances, 72(3), 385–390. https://doi.org/10.1107/S2053273316003 65X
- Permatasari, I. (2018). Analisis Struktur Mikro Kristal pada Serbuk dan Lapisan Nicral dengan Elemen Reaktif (Si Dan Y) menggunakan Metode Scherrer. Skripsi, Fakultas Sains Dan Tekonologi, Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah Jakarta, 1–84.
- Putama Mursal, I. L. (2018). Karakterisasi XRD Dan SEM Pada Material Nanopartikel Serta Peran Material Nanopartikel Dalam Drua Deliverv System. Pharma Xplore: Jurnal Ilmiah Farmasi, 3(2), 214-221. https://doi.org/10.36805/farmasi.v3i2.491
- Raharjo, P. W., & Toifur, M. (2014). Kawat Solenoida sebagai Sensor Suhu Berbasis Resistor Temperature Detector

Coils (RTD-C). Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVIII HFI Jateng & DIY, 168– 169.

- Ramadani, I. W. S. (2015). Karakterisasi Koreksi Pelebaran Puncak dan 20 pada Analisis Difraksi Sinar-X. *Thesis, Program Magister Bidang Keahlian Material, Jurusan Fisika, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh NopemBer, Surabaya*, 108.
- Sinaga, Z., & Joniwarta, J. (2020). Analisis Ukuran Kristal Dan Sifat Magnetik Melalui Proses Pemesinan Milling

Menggunakan Metode Karakterisasi Xrd, Mechannical Alloying, Dan Ultrasonik Tekanan Tinggi Pada Material Barium Hexaferrite (Bafe12o19). *Jurnal Kajian Teknik Mesin*, 5(1), 9–14. https://doi.org/10.52447/jktm.v5i1.2372

Sumadiyasa, M., & Manuaba, I. B. S. (2018). Penentuan Ukuran Kristal Menggunakan Formula Scherrer, Williamson-Hull Plot, dan Ukuran Partikel dengan SEM. *Buletin Fisika FMIPA UNUD, Buleti (No.* 1), 19, 28–35.