



PENGARUH RAPAT ARUS DAN WAKTU PELAPISAN NIKEL PADA AISI 410 DENGAN METODE PULSE ELECTRODEPOSITION TERHADAP STRUKTURMIKRO DAN LAJU KOROSI

Rivaldo Ramadhana Saputra^a, Soesaptri Oediyani^a, Yulinda Lestari^{b,*}, Efendi Mabru^b

^aPusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI
Gedung 470 Kawasan Puspiptek, Tangerang Selatan, Indonesia 15310

^bUniversitas Sultan Ageng Tirtayasa
Jl. Jendral Sudirman KM.03, Cilegon, Indonesia

*Email: yulinda.lestari17@gmail.com

Masuk Tanggal : 28-02-2017, revisi tanggal : 23-08-2017, diterima untuk diterbitkan tanggal 30-09-2017

Intisari

Proses pelapisan nikel dengan metode *pulse electrodeposition* pada AISI 410 dilakukan untuk menurunkan laju korosi AISI 410 pada aplikasi industri, yaitu *turbine blade* yang sering mengalami masalah korosi. Proses pelapisan menggunakan larutan *nickel sulphate* 250 g/l, *boric acid* 50 g/l dan *nickel chloride* 45 g/l pada temperatur 50 – 60 °C dengan variasi rapat arus 10, 15, 20 dan 25 A/dm² dan lamanya proses pelapisan 10, 15 dan 20 menit. *Duty cycle* yang digunakan adalah 80% dan frekuensi *pulse* 100 Hz. Pengujian strukturmikro dilakukan menggunakan SEM-EDS (*scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy*) untuk melihat ukuran butir dan ketebalan lapisan nikel yang terbentuk. Pengujian laju korosi dilakukan menggunakan alat CMS (*corrosion measurement system*). Hasil penelitian menunjukkan bahwa semakin besar rapat arus dan semakin lama proses pelapisan maka ukuran butir dalam strukturmikro lapisan semakin kecil dan laju korosi yang terukur semakin kecil. Laju korosi paling kecil adalah 0,00027 mmpy pada rapat arus 25 A/dm² dan waktu pelapisan 20 menit.

Kata Kunci: *Pulse electrodeposition, AISI 410, nikel, strukturmikro, laju korosi*

Abstract

Nickel plating process with pulse methods in AISI 410 electrodeposition has been done to reduce corrosion rate of this material in industrial applications i.e turbine blade that is often experienced corrosion problems. The coating process using nickel sulfate 250 g / l, boric acid 50 g / l and nickel chloride 45 g / l at temperature of 50-60 ° C with various of current densities for 10, 15, 20 and 25 A / dm² and time for coating process of 10, 15 and 20 minutes. Duty cycle used was 80% and the pulse frequency approximately around 100 Hz. Microstructure examined by using SEM-EDS (scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy) to observe grain size and thickness of the nickel layer. Corrosion rate measured by using CMS (corrosion measurement system). The results showed that increasing of current density and coating process would reduce grain size and corrosion rate in coating area. The corrosion rate is 0.00027 mmpy when the current density is 25 A / dm² and plating time is 20 minutes.

Keywords: *Pulse electrodeposition, AISI 410, nickel, microstructure, corrosion rate*

1. PENDAHULUAN

Baja AISI 410 merupakan material baja tahan karat (*stainless steel*) jenis martensitik yang banyak digunakan dalam bidang industri dan kesehatan. Aplikasi material AISI 410 dalam bidang industri digunakan antara lain sebagai *valve*, pompa dan turbin. Sedangkan dalam bidang kesehatan

digunakan sebagai peralatan bedah yaitu, pisau dan gunting bedah. AISI 410 mempunyai sifat mekanik dan ketahanan korosi yang baik^[1]. Nilai laju korosi AISI 410 adalah 3,58 mm/tahun^[2]. Namun pada aplikasi di bidang perindustrian khususnya turbin, sering terjadi *pitting corrosion* pada material AISI 410.

Upaya penurunan laju korosi material AISI 410 dengan cara rekayasa permukaan dapat dilakukan dengan beberapa metode, diantaranya adalah implantasi ion TiN, *electroless* Ni, *electroplating* Ni dan *pulse electrodeposition* Ni. Metode implantasi ion TiN membutuhkan tahap *pre-treatment* yang rumit yaitu *ultrasonic cleaner* dan membutuhkan waktu yang cukup lama, yaitu 1 sampai 5 jam^[2]. Metode *electroless* merupakan pelapisan tanpa menggunakan arus listrik, dibutuhkan waktu yang lebih lama untuk mencapai ketebalan yang sama dengan metode pelapisan menggunakan arus listrik. Metode *electroplating* Ni menggunakan arus searah memiliki tahapan yang sama dengan *pulse electrodeposition*, namun hasil penurunan laju korosinya tidak lebih baik dibanding metode *pulse electrodeposition*. Metode *pulse electrodeposition* yang membedakan dengan proses arus searah konvensional terutama dalam tingginya kerapatan arus puncak dan alternatif pada *on-time* dan *off-time*. Penggunaan teknik *pulse electrodeposition* memungkinkan elektrolisis dengan kepadatan arus yang sangat tinggi dalam waktu singkat, yaitu, tingkat deposisi sangat tinggi dicapai selama *on-time*. Penyesuaian parameter deposisi dapat mengubah ukuran butir, kepadatan kembar dan tekstur kristalografi yang menjadi salah satu faktor yang mampu memperbaiki sifat mekanik^[3].

Pulse electrodeposition dari nikel adalah metode pelapisan deposit nikel dengan menggunakan prinsip elektrokimia. Anoda yang biasa digunakan adalah nikel murni dan katodanya adalah material yang akan dilapis. Katoda sebagai material yang akan dilapis harus konduktor. Larutan elektrolit yang digunakan adalah larutan *watts* dengan komposisi 250 – 300 g/L *nickel sulphate*, 40 – 55 g/L *nickel chloride* dan 30- 45 g/L *boric acid*^[4-5].

Nikel mempunyai ketahanan korosi yang baik. Pelapisan nikel bertujuan untuk menurunkan nilai laju korosi dari Baja AISI 410. Selain itu lapisan deposit nikel juga bisa meningkatkan nilai kekerasan dan memperindah material yang dilapis. Hasil lapisan nikel umumnya halus dan mengkilat sehingga meningkatkan nilai dekoratif^[6].

Lapisan yang dihasilkan dengan metode *pulse electrodeposition* dipengaruhi oleh banyak variabel antara lain adalah rapat arus, waktu, konsentrasi larutan elektrolit, *pH* larutan elektrolit, temperatur, frekuensi *pulse* dan *duty cycle*. Selain itu perlakuan awal permukaan

material yang akan dilapis juga mempengaruhi hasil *pulse electrodeposition*^[7]. Permukaan material harus rata dan bersih dan untuk mendapatkan permukaan material yang ideal dilakukan tahap *grinding*, *polishing*, *pickling*, *rinsing* dan *drying*.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh rapat arus dan waktu pelapisan nikel dengan metode *pulse electrodeposition* terhadap ukuran butir dan ketahanan korosi material AISI 410 yang sudah dilapisi nikel.

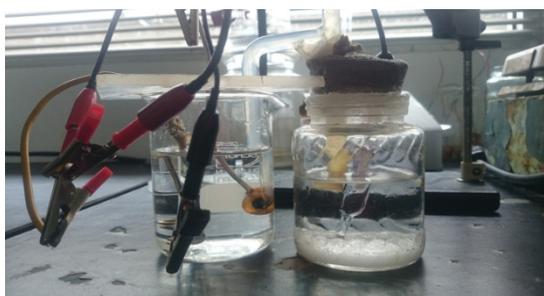
2. PROSEDUR PERCOBAAN

Material yang digunakan dalam penelitian adalah baja AISI 410 berbentuk plat dengan tebal 2 mm, panjang 20 mm dan lebar 20 mm yang dilakukan *pretreatment* terlebih dahulu agar proses pelapisan lebih efektif^[8]. Tahap awal permukaan sampel dibersihkan secara manual dari produk korosi dan dicuci menggunakan deterjen lalu dibilas menggunakan *aquadest*, dan direndam dalam 10 ml HNO₃, 20 ml HCl, dan 30 ml H₂O pada suhu ruang selama 2 menit. Setelah itu, sampel dibilas dengan menggunakan *aquadest*. Selanjutnya, sampel diaktivasi menggunakan 0,6 g/l PdCl₂ + 5 ml HCl pada suhu ruang selama 10 menit lalu direndam dalam *aquadest* selama 1 menit. Terakhir sampel direndam dalam 50 g/l NaH₂PO₂ selama 10 menit dan dibilas menggunakan *aquadest* lalu sampel dimasukkan ke dalam larutan elektroless Ni-P^[9]. Kemudian dilakukan proses pelapisan nikel dengan metode *pulse electrodeposition*. Larutan yang digunakan adalah dengan komposisi larutan nikel sulfat 250 g/L, asam borat 50 g/L dan nikel klorida 45 g/L^[10]. Ketiga larutan dicampur dalam satu wadah. Kemudian dilakukan proses pencelupan sampel yang telah dikaitkan dengan kawat pada larutan yang telah dicampurkan dalam satu wadah.

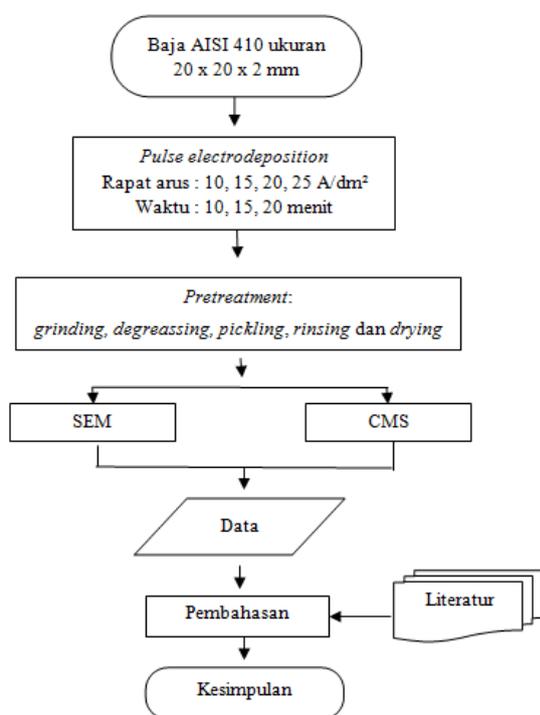


Gambar 1. Display *rectifier* selama proses pelapisan

Untuk proses pelapisan, sampel dihubungkan dengan alat *rectifier* yang merupakan penyearah gelombang (Gambar 1). Pada peralatan tersebut, parameter yang bisa diatur adalah arus, frekuensi dan *duty cycle*. Arus selama proses pelapisan konstan karena sudah dilakukan pengesetan pada *rectifier*. *Duty cycle* yang digunakan 80% dan frekuensi *pulse* 100 Hz. Variabel percobaan yaitu rapat arus 10, 15, 20, 25 A/dm² dan waktu 10, 15, dan 20 menit dimana pengukuran waktu manual menggunakan *stopwatch*. Proses pelapisan dijaga pada temperatur 50-60 °C menggunakan pemanas (*heater*).



Gambar 2. Rangkaian pengujian korosi dalam penelitian ini



Gambar 3. Ilustrasi diagram alir penelitian yang dilakukan

Setelah itu dilakukan pengamatan strukturmikro lapisan dengan menggunakan peralatan SEM (*scanning electron microscopy*), permukaan dan *cross-section* lapisan diamati untuk

mengetahui mekanisme pembentukan dan menentukan ketebalan lapisan. Performa lapisan dalam lingkungan korosi dievaluasi dalam larutan NaCl 3,5% dengan metode potentiodynamic polarization menggunakan alat CMS (*corrosion measurement system*) merk Gamry G750, USA dengan *scan rate* 1 mV/s (Gambar 2). Elektroda referensi yang digunakan adalah calomel, elektroda *counter* adalah Platina, serta luas area sampel yang terekspos 1 cm². Metode penelitian yang dilakukan ditunjukkan pada Gambar 3.

3. HASIL DAN DISKUSI

A. Pengaruh Rapat Arus terhadap Laju Korosi

Pada penelitian ini dilakukan pelapisan nikel dengan metode *pulse electrodeposition* untuk menurunkan laju korosi AISI 410. Data laju korosi pada penelitian ini didapat dari pengujian menggunakan alat CMS berupa kurva polarisasi yang kemudian diolah dengan *software* Gamry. Hasilnya dapat dilihat pada Tabel 1 dimana semakin besar rapat arus maka laju korosi semakin kecil. Nilai rapat arus dari awal sudah ditentukan (*setting*) pada alat *rectifier*.

Menurunnya nilai laju korosi disebabkan oleh ketebalan lapisan nikel yang terbentuk. Pada Gambar 4 dapat dilihat grafik pengaruh ketebalan lapisan nikel terhadap laju korosi, yaitu semakin tebal lapisan nikel maka laju korosi semakin kecil.

Selain dipengaruhi oleh ketebalan lapisan nikel, menurunnya laju korosi juga dipengaruhi oleh rata-rata ukuran butir lapisan nikel yang terlihat pada hasil SEM. Ketebalan lapisan dan ukuran butir pada lapisan ini diukur secara mikroskopis menggunakan SEM beberapa butiran kemudian dihitung rata-ratanya. Pada Gambar 5 dapat dilihat grafik pengaruh ukuran butir lapisan nikel terhadap laju korosinya, yaitu semakin kecil ukuran butir lapisan nikel maka nilai laju korosinya semakin kecil. Garis regresi pada Gambar 5 digunakan untuk mencari nilai R². Nilai R² digunakan sebagai parameter tinggi atau rendahnya korelasi antara ukuran butir dan laju korosi, semakin besar nilai R² maka korelasinya semakin tinggi. Rentang nilai R² adalah 0 sampai 1 dan nilai R² pada Gambar 5 adalah 0,9627. Hal ini menyatakan tingginya korelasi atau hubungan antara ukuran butir dan laju korosi. Umumnya, ukuran butir hasil pelapisan *pulse electrodeposition* menurun seiring dengan meningkatnya kerapatan arus, karena

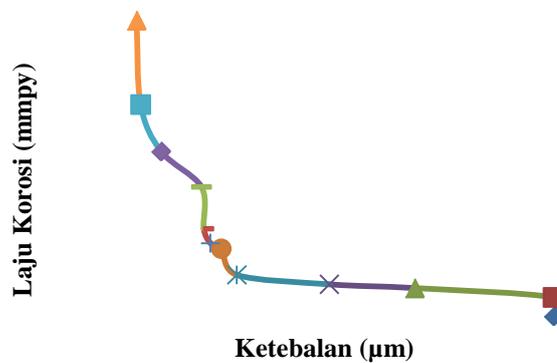
peningkatan rapat arus berpotensi tinggi mengurangi energi inti proses yang kemudian meningkatkan nukleasi^[11].

Jadi, rapat arus berpengaruh terhadap laju korosi. Hal ini disebabkan oleh ukuran butir dan ketebalan lapisan nikel yang terbentuk. Dari hasil penelitian ini diketahui bahwa rapat arus sangat berpengaruh terhadap ukuran butir dan ketebalan lapisan. Pada Gambar 6 dapat dilihat grafik pengaruh rapat arus terhadap ukuran butir, semakin besar rapat arus maka ukuran butir semakin kecil. Hal ini dikarenakan

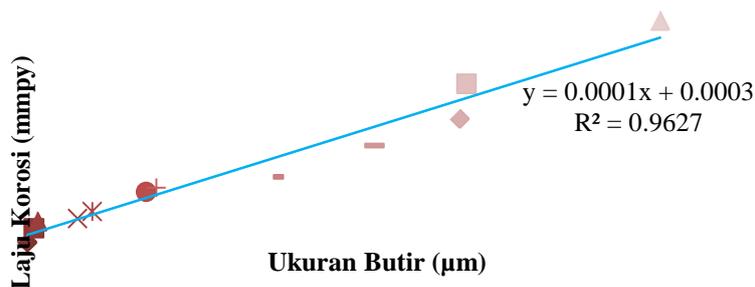
kuatnya polarisasi katoda pada saat pembentukan butir lapisan. Berdasarkan teori elektro deposisi, polarisasi katoda yang kuat menyebabkan cepatnya laju nukleasi kristal dan peningkatan jumlah butir sehingga yang terbentuk ukurannya lebih kecil^[12]. Gambar 7 menunjukkan gambar ukuran butir hasil SEM perbesaran 1000 kali untuk sampel dengan lama proses pelapisan 15 menit dan rapat arus yang bervariasi.

Tabel 1 Data hasil uji SEM dan CMS pada lapisan nikel dalam material AISI 410

Sampel	Rapat Arus (A/dm ²)	Waktu (menit)	Ketebalan (µm)	Ukuran Butir (µm)	Laju Korosi (mmpy)
0	0	0	0	0	0,00615
1	10	10	31,20	17,64	0,00185
2	10	15	32,24	12,41	0,00140
3	10	20	37,19	12,22	0,00115
4	15	10	46,40	9,91	0,00096
5	15	15	46,92	7,91	0,00074
6	15	20	48,48	4,01	0,00066
7	20	10	51,04	3,73	0,00063
8	20	15	54,61	2,28	0,00049
9	20	20	76,16	1,88	0,00044
10	25	10	96,18	0,80	0,00042
11	25	15	128,14	0,70	0,00037
12	25	20	128,37	0,53	0,00027

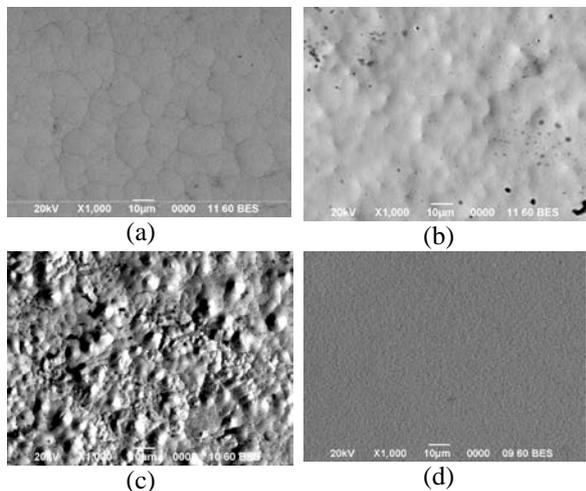


Gambar 4. Grafik ketebalan lapisan Nikel terhadap laju korosi pada AISI 410



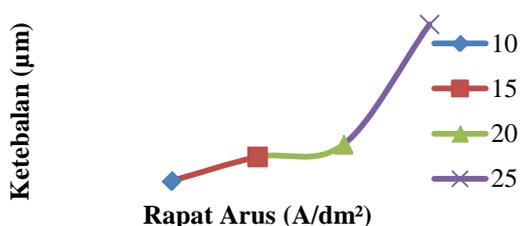
Gambar 5. Grafik ukuran butir lapisan deposit terhadap laju korosi pada AISI 410

Pada Gambar 7 dapat dilihat bahwa semakin besar arus yang digunakan maka ukuran butir semakin kecil. Ukuran butir paling besar ditunjukkan pada Gambar 7(a) dengan rapat arus 10 A/dm², yaitu 12,41 μm dan ukuran butir paling kecil ditunjukkan pada Gambar 7(d) dengan rapat arus 25 A/dm², yaitu 0,70 μm.



Gambar 7. Hasil SEM ukuran butir untuk AISI 410 dengan lama proses pelapisan 15 menit perbesaran 1000 kali; (a) 10 A/dm², (b) 15 A/dm², (c) 20 A/dm², (d) 25 A/dm²

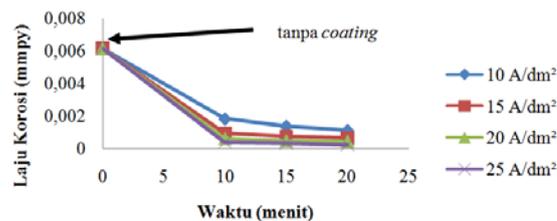
Pada Gambar 8 dapat dilihat grafik pengaruh rapat arus terhadap ketebalan lapisan nikel, yaitu semakin besar rapat arus maka lapisan nikel semakin tebal. Semakin besar rapat arus maka ion-ion akan semakin cepat terdeposit pada katoda sehingga lapisan deposit nikel semakin tebal^[13].



Gambar 8. Grafik rapat arus terhadap ketebalan lapisan nikel pada AISI 410

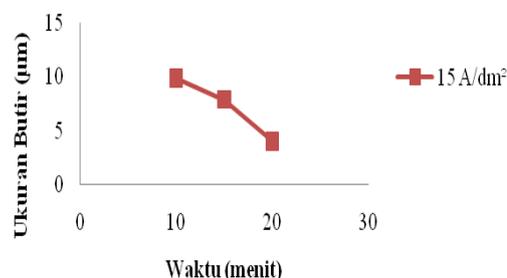
B. Pengaruh Waktu Pelapisan terhadap Laju Korosi

Dari hasil penelitian diketahui bahwa, laju korosi selain dipengaruhi oleh rapat arus juga dipengaruhi oleh lamanya proses pelapisan. Pada Gambar 9 dapat dilihat semakin lama proses pelapisan maka laju korosinya semakin kecil karena meningkatnya polarisasi pada katoda akibat laju nukleasi yang meningkat^[14].



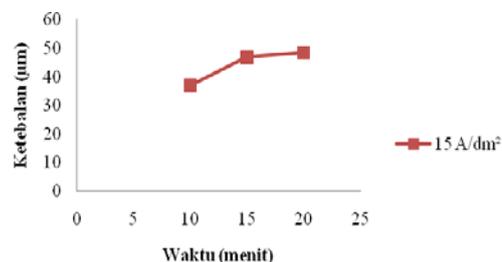
Gambar 9. Grafik waktu pelapisan terhadap laju korosi pada AISI 410

Sama halnya seperti rapat arus, waktu pelapisan juga mempengaruhi ukuran butir dan ketebalan lapisan nikel. Pada Gambar 10 dapat dilihat grafik pengaruh lamanya proses pelapisan terhadap ukuran butir lapisan nikel, yaitu semakin lama proses pelapisan maka ukuran butir semakin kecil dikarenakan laju nukleasi yang meningkat dan butiran menjadi lebih seragam sehingga kualitas butiran menjadi lebih baik^[14].



Gambar 10. Grafik waktu pelapisan terhadap ukuran butir pada AISI 410

Selain itu, lamanya proses pelapisan juga mempengaruhi ketebalan lapisan nikel yang terbentuk. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada Gambar 11. Semakin lama proses pelapisan berarti semakin lama waktu yang dimiliki oleh ion-ion untuk menempel pada katoda sehingga lapisan nikel semakin tebal.



Gambar 11. Grafik waktu pelapisan terhadap ketebalan lapisan nikel pada AISI 410

4. KESIMPULAN

Semakin besar rapat arus maka semakin kecil nilai laju korosi. Semakin lama proses pelapisan maka semakin kecil nilai laju korosi. Nilai laju korosi paling besar adalah

0,00185 mmpy pada rapat arus 10 A/dm² dan waktu pelapisan 10 menit. Sedangkan nilai laju korosi paling kecil adalah 0,00027 mmpy pada rapat arus 25 A/dm² dan waktu pelapisan 20 menit.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI yang telah memberikan dana melalui kegiatan Kompetensi Inti Tahun 2016.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] N. Be and A. Z. P. O. O, "Physical Properties:," *Museum*, vol. 2, no. 1, pp. 42590–42590, 2005.
- [2] G. Jatisukanto, V. Malau, M. N. Iman, and P. T. Iswanto, "Perbaikan Sifat Korosi Baja Tahan Karat AISI 410 Dengan Perlakuan Implantasi Ion Tin," *Jurnal Ilmiah Teknik Mesin.*, vol. 5, no. 1, pp. 14–19, 2011.
- [3] B. Santosa *et al.*, "Pulse-Electroplating: Process Parameters and Their Influence on the Formed Microstructure," *Int. J. Chem.*, vol. 2, no. 3, p. p124, 2015.
- [4] D. Plating *et al.*, "Nickel Electroplating," *J. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 5, no. 8, pp. 1–26, 1994.
- [5] A. O. Gezerman and B. D. Corbacioglu, "Analysis of the Characteristics of Nickel-Plating Baths," *Int. J. Chem.*, vol. 2, no. 2, p. p124, 2010.
- [6] A. Ul-Hamid, H. Dafalla, A. Quddus, H. Saricimen, and L. M. Al-Hadhrami, "Microstructure and surface mechanical properties of pulse electrodeposited nickel," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 257, no. 22, pp. 9251–9259, 2011.
- [7] M. Daniel and M. Navin, "Pulse-Electroplating: Process Parameters and Their Influence on the Formed Microstructure," Diploma Work, 2015.
- [8] Mandich, N. V. "Surface preparation of metals prior to plating: Part 1." *Metal finishing* vol. 101 No. 9, 2003.
- [9] B. M. Schönbauer *et al.*, "Fatigue life estimation of pitted 12 % Cr steam turbine blade steel in different environments and at different stress ratios," *Int. Journal of Fatigue.*, vol. 65, pp. 33-43, 2013.
- [10] O. Sadiku-Agboola, E. R. Sadiku, and O. F. Biotidara, "The properties and the effect of operating parameters on nickel plating (review)," *Int. J. Phys. Sci.*, vol. 7, no. 3, pp. 349–360, 2012.
- [11] Shahri, Zahra, and Saeed Reza Allahkaram. "Effect of Plating Parameters on Microstructure and Tribological Properties of Co – BN (Hexagonal) Nano Composite Coatings" *Trans, Nonferrous Met. Soc. China.*, vol. 23: 2929–38, 2013.
- [12] F. Xia, H. Xu, C. Liu, J. Wang, J. Ding, and C. Ma, "Microstructures of Ni-AlN composite coatings prepared by pulse electrodeposition technology," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 271, pp. 7–11, 2013.
- [13] O. Sadiku-Agboola, E. R. Sadiku, O. I. Ojo, O. L. Akanji, and O. F. Biotidara, "Influence of Operation Parameters on Metal Deposition in Bright Nickel-plating Process," *Port. Electrochim. Acta*, vol. 29, no. 2, pp. 91–100, 2011.
- [14] A. Boukhouiete1, J. Creus, "Nickel deposits obtained by continuous and pulsed electrodeposition processes", *J. Mater. Environ. Sci.*, vol. 6 (7), 2015.