

VARIASI TEMPERATUR POST HEAT TREATMENT ELECTROLESS NICKEL PADA FCD 500

Ike Widyastuti¹, Ali Mokhtar²

Universitas Merdeka Malang

² Program Profesi Insinyur, Universitas Muhammadiyah Malang, Jl. Raya Tlogomas 246 Malang

Kontak Person:

Ike Widyastuti

Jl. Taman Agung no. 1 Malang

E-mail: ike.widyastuti@unmer.ac.id

Abstrak

Pelapisan electroless nickel merupakan jenis pelapisan autocatalytic yang dapat digunakan sebagai alternatif pengganti hard chromium plating disebabkan pemakaian larutan elektrolit yang merupakan limbah berbahaya. Pada pengujian ini dilakukan pelapisan electroless nickel menggunakan larutan nickel phosphorus pada base metal FCD 500, dengan variasi waktu dan temperatur pelapisan yang diikuti dengan variasi temperatur post heat treatment. Post heat treatment dimaksudkan untuk meningkatkan terjadinya proses difusi nickel phosphorus sebagai deposit/lapisan. Selanjutnya pada hasil pelapisan dilakukan uji micro Vickers untuk mengetahui hasil kekerasan yang diperoleh serta pengujian XRD untuk mengetahui jenis fasa/senyawa yang terbentuk dari unsur nickel dan phosphorus pada deposit. Berdasarkan hasil kekerasan yang diperoleh dari spesimen yang telah mengalami proses heat treatment diperoleh hasil kekerasan mencapai 1200 VHN mendekati hasil kekerasan hard chromium plating. Sementara dari hasil pengujian XRD diperoleh bahwa senyawa yang terbentuk adalah senyawa Ni₃P yang merupakan kelompok senyawa keramik yang keras.

Kata kunci: electroless nickel, FCD 500, micro Vickers, XRD

1. Pendahuluan

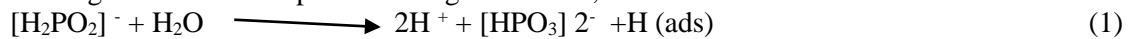
Electroless nickel plating merupakan pelapisan pelapisan nikel tanpa menggunakan arus listrik atau sering disebut pelapisan *autocatalytic*. Pelapisan nikel telah banyak diaplikasikan untuk berbagai komponen mesin karena memiliki keunggulan antara lain tahan korosi dan tahan aus. Jenis pelapisan tanpa listrik (*electroless*) ini memiliki beberapa keunggulan dibandingkan dengan pelapisan nikel menggunakan listrik (*electroplating nickel*) antara lain ; teknologi sederhana, ketebalan lapisan merata di seluruh permukaan logam mengikuti kontur permukaan, tahan korosi serta tahan aus[1]. Akan tetapi proses pelapisan ini memiliki kekurangan yaitu hasil kekerasan tidak terlalu tinggi disebabkan tidak adanya arus listrik yang membantu terjadinya difusi, sehingga untuk itu diperlukan proses *heat treatment* untuk membantu agar difusi dapat terjadi dengan baik.

Ferro Casting Ductile (FCD) atau dikenal dengan besi tuang nodular merupakan besi yang dapat dibuat dengan proses pengecoran dan memiliki sifat ulet yang diperoleh dari bentuk grafit nodul. Logam ini banyak digunakan sebagai komponen mobil seperti roda gigi, poros, rol cetak, sudu impeler atau pompa dan lain sebagainya. Salah satunya adalah digunakan sebagai bahan pembuatan ring oli dengan proses perlakuan tambahan yaitu pengerasan permukaan menggunakan proses pelapisan jenis *hard chromium*[2]. Limbah proses pelapisan *hard chromium* termasuk jenis *chromium hexavalent* yang cukup berbahaya apabila sampai terbuang ke lingkungan. Pelapisan *electroless nickel* ini merupakan salah satu proses pelapisan yang dapat digunakan sebagai alternatif pengganti proses *hard chromium plating* yang digunakan untuk meningkatkan kekerasan permukaan komponen logam [3].

Permasalahan yang muncul pada proses pelapisan ini terutama menyangkut parameter-parameter pada proses pelapisan nikel tanpa listrik tersebut serta pada proses *heat treatment* yang dilakukan. Parameter-parameter pada proses pelapisan tersebut adalah ; temperatur larutan pelapis, waktu pelapisan dan komposisi atau jenis larutan. Sedangkan pada tahap *heat treatment* parameter yang berpengaruh adalah temperatur pemanasan dan lama waktu penahanan.

Proses pelapisan *electroless nickel* disebut juga sebagai proses *autocatalytic* yaitu proses dekomposisi ion yang terjadi secara langsung (spontan) saat ada aplikasi panas pada larutan *nickel*

phosphorus. Hipotesis dari proses pelapisan electroless nickel yaitu pada tahap awal proses yang terjadi adalah dehidrogenasi katalitik hipofosfit mengikuti reaksi;

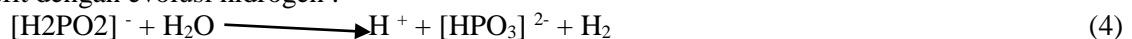


Proses ini menghasilkan atom-atom hidrogen yang teradsorpsi di permukaan besi dan kemudian mereduksi ion-ion nikel dan hipofosfit dari larutan membentuk endapan logam nikel dan fosfor pada permukaan besi mengikuti reaksi :



Endapan nikel yang terbentuk merupakan katalis yang lebih kuat dibanding atom-atom hidrogen yang teradsorpsi, sehingga nikel akan menjadi katalis untuk proses selanjutnya. Oleh karena itu proses ini disebut juga sebagai proses autokatalitik.

Reaksi lain yang terjadi secara bersamaan dengan reaksi diatas adalah reaksi oksidasi katalitik hipofosfit dengan evolusi hidrogen :



Berdasarkan reaksi di atas terlihat bahwa pembentukan H^+ lebih dominan dibanding pembentukan OH^- sehingga mengakibatkan turunnya pH larutan pelapis karena peningkatan konsentrasi H^+ .

Tujuan dari penelitian ini adalah mendapatkan hasil pelapisan yang mendekati hasil proses *hard chromium plating* terutama pada harga kekerasan. Hal ini akan diperoleh dari proses *electroless nickel plating* yang diikuti dengan proses pemanasan lanjut (*post heat treatment*). Pemanasan pada proses *electroless nickel* ini dimaksudkan agar terjadi difusi dari atom-atom atau partikel nikel yang menempel pada permukaan logam sehingga akan membentuk lapisan padat. Hasil pelapisan *electroless nickel* selanjutnya diuji kekerasan menggunakan *micro Vickers hardness* dengan beban 100 g serta pengujian X-RD (*X Ray Diffraction*) untuk mengetahui senyawa yang terbentuk dari hasil pengujian.

2. Metode Penelitian

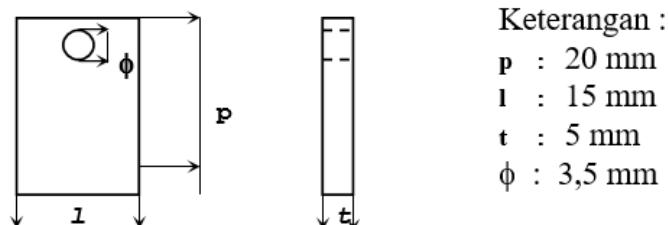
2.1. Rancangan Penelitian

a. Bahan pengujian

Bahan atau spesimen uji menggunakan FCD 500 (*Ferro Casting Ductile*) kekerasan $152 \pm 1,9 \text{ BHN} \approx 160 \pm 1,9 \text{ VHN}$ komposisi kimia dan bentuk spesimen sbb:

Tabel 1. Komposisi FCD 500

Unsur	C	Si	Mn	S	Mg	Cu	P	Fe
%	3.61	2.82	0.64	0.008	0.049	1.12	0.012	Balance



Gambar 1. Spesimen uji

b. Larutan yang digunakan

Larutan yang digunakan pada penelitian ini adalah larutan *nickel phosphorus* yang umum digunakan di industri (PT. Nugraha Putra Jaya, Karawang) dengan komposisi sebagai berikut:

Tabel 2. Komposisi larutan Nickel Phosphorus

Bahan	Rumus Kimia	Jumlah(g/l)
Nickel Chloride	$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	30
Sodium Citrate	$\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	100
Ammonium Chloride	NH_4Cl	50
Sodium Hypophosphite	$\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	10

c. Parameter yang digunakan dalam pelapisan *electroless nickel* pada FCD 500 adalah

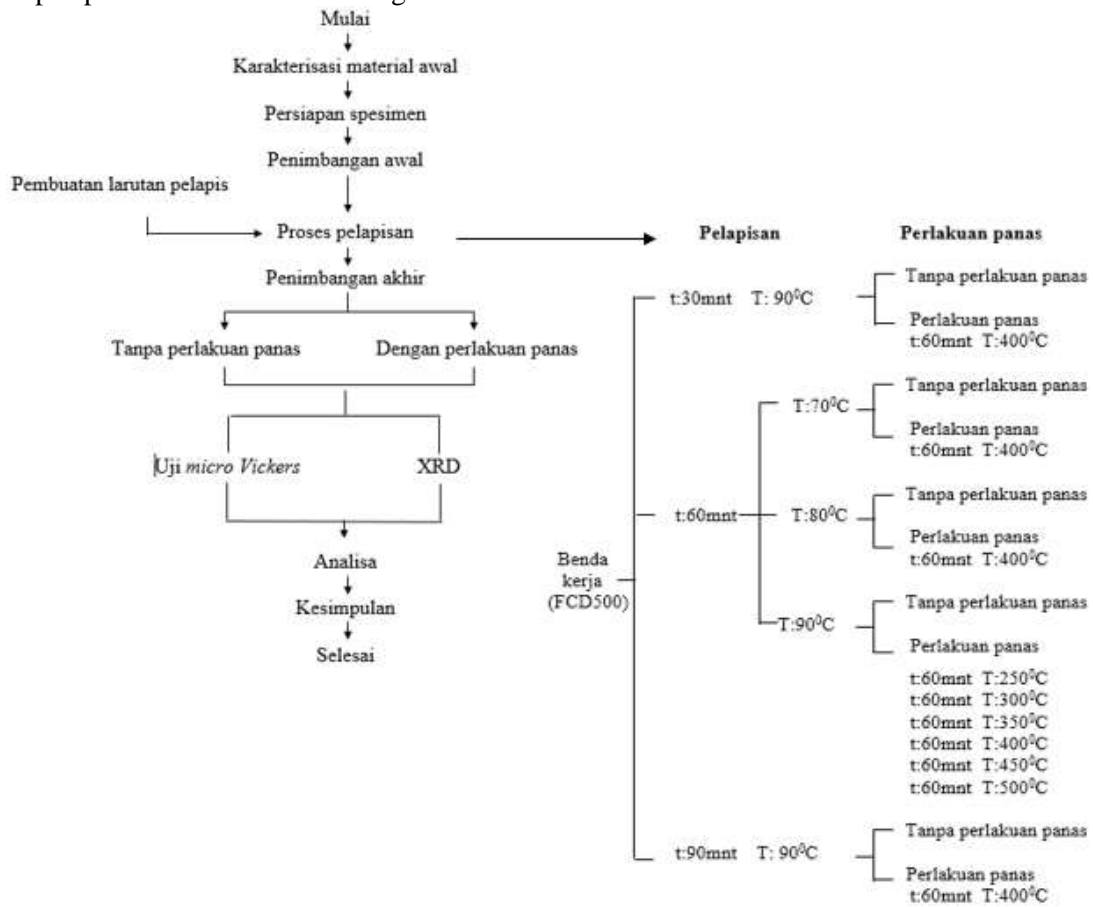
1. Variasi waktu pelapisan 60, 70 dan 90 menit
2. Variasi temperatur larutan pelapisan yaitu 70°C, 80°C dan 90°C
3. Keasaman larutan dijaga pada pH 4,4 dengan penambahan agitasi
4. Proses heat treatment setelah pelapisan (post heat treatment) dilakukan dengan variasi temperatur pemanasan sebesar 250°C, 300°C, 350°C, 400°C, 450°C dan 500°C dengan waktu penahanan konstan 60 menit.
5. Karakterisasi/pengujian yang dilakukan pada hasil pelapisan adalah
 - Pengujian kekerasan menggunakan *micro Vickers*
 - XRD (*X Ray Diffraction*) untuk mengetahui senyawa yang terbentuk pada material

2.2. Desain pengujian dan parameter pelapisan

Metode pelapisan *electroless nickel* [4] dilakukan dalam 3 (tiga) tahap yaitu:

1. Tahap persiapan permukaan
Pada tahapan ini dilakukan pencucian kotoran (*degreasing*) menggunakan larutan MC-101 pada temperatur 50°C selama 15 menit, yang dilanjutkan dengan proses pencucian asam (*pickling*) untuk menghilangkan lemak menggunakan larutan H_2SO_4 pada temperatur kamar selama 5 detik. Pembilasan dengan air (*rinsing*) dilakukan pada tiap proses untuk membersihkan larutan kimia dari permukaan logam
2. Tahap pelapisan
Tahap ini diawali dengan pembuatan larutan pelapis Ni-P dan kemudian dipanaskan pada variasi temperatur dan waktu pelapisan dengan pemberian agitasi. Saat proses pelapisan, faktor penting yang perlu dijaga adalah temperatur dan pH larutan. Proses akhir dilakukan rinsing (pembilasan dengan air) dan pengeringan.
3. *Post heat treatment*
Tahap akhir dari pelapisan *electroless nickel* adalah pemanasan kembali untuk meningkatkan difusi antar partikel. Pemanasan dilakukan pada variasi temperatur 250°C-500°C yang dilanjutkan dengan pendinginan normalising di udara.

Proses pelapisan dilakukan sesuai diagram alir berikut ini:



Gambar 2. Diagram alir pengujian

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Hasil uji kekerasan

Uji kekerasan menggunakan mesin uji *micro Vickers* dengan beban 100g

Tabel 3. Kekerasan hasil pelapisan sebelum dan sesudah perlakuan panas (VHN)

Waktu pelapisan (menit)	Temperatur pelapisan (°C)	Temperatur <i>heat treatment</i> (°C)	Sebelum <i>heat treatment</i>	Sesudah <i>heat treatment</i>
Beda temperatur pelapisan				
60	70	400	473± 14	533± 35
	80		555± 18	757± 36
	90		617± 28	917± 33
Beda waktu pelapisan				
30	90	400	488± 41	713 ± 42
60			617± 28	917± 33
90			663± 43	1071 ± 58
Beda temperatur <i>heat treatment</i>				
90	60	250	617 ± 28	534± 5
		300		570± 9
		350		735± 24
		400		917± 33
		450		1027± 34
		500		1211± 54

Secara umum pada pengujian hasil pelapisan *electroless nickel* terjadi peningkatan kekerasan baik pada peningkatan temperatur pelapisan, waktu pelapisan maupun temperatur *heat treatment*. Berdasarkan hasil uji kekerasan *mikro Vickers* dapat dilihat bahwa pada perbedaan temperatur pelapisan terjadi peningkatan kekerasan hasil pelapisan *electroless nickel* dengan peningkatan temperatur pelapisan hingga 90°C. Kekerasan awal *base metal* $160 \pm 1,9$ VHN dengan pelapisan *electroless nickel* menjadi 617 ± 28 VHN sebelum *heat treatment* dan 917 ± 33 VHN setelah *heat treatment*. Hal ini terjadi karena pada temperatur yang semakin tinggi (sampai 90°C) akan menyebabkan reaksi dekomposisi kimia menjadi lebih cepat sehingga memungkinkan deposisi atom-atom Ni dan P juga semakin banyak dan semakin rapat [5]. Hal ini menunjukkan dengan peningkatan temperatur pelapisan maka akan terjadi peningkatan deposit ion Ni-P pada permukaan *base metal* sehingga dapat meningkatkan kekerasan. Peningkatan kekerasan setelah proses *heat treatment* pada spesimen dengan temperatur pelapisan 70°C sampai 90°C meningkat sebesar 48%.

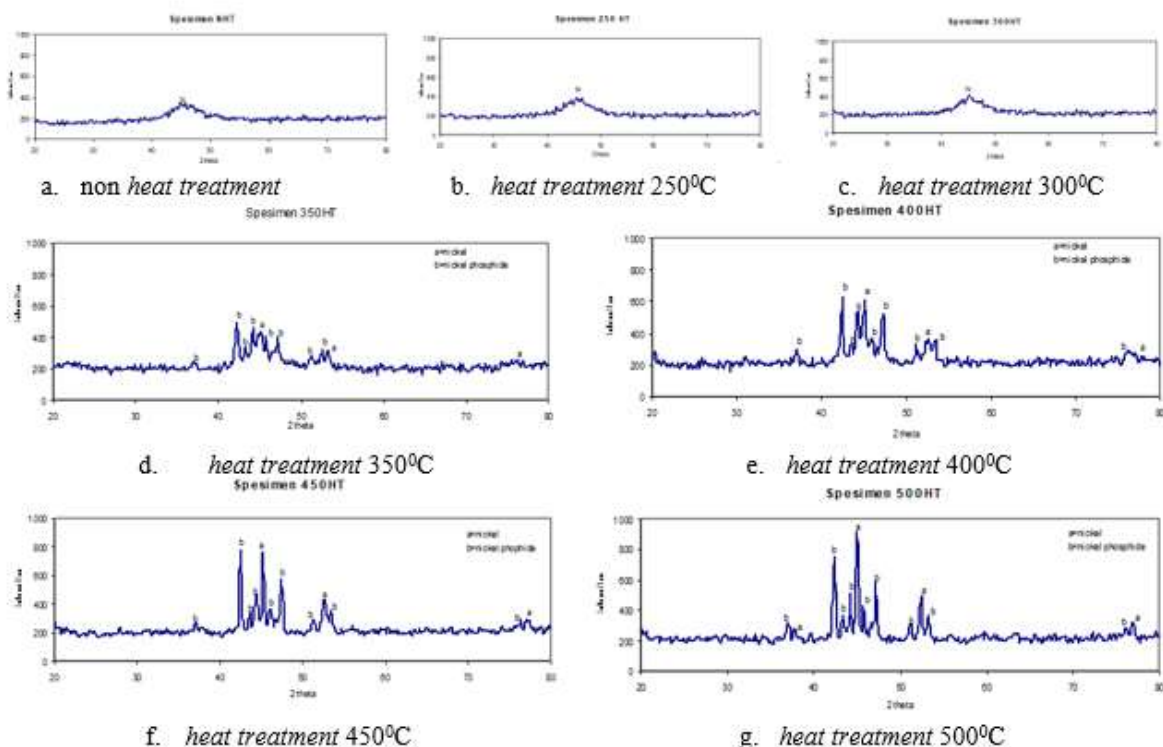
Pada peningkatan waktu pelapisan 30 hingga 90 menit juga terjadi peningkatan kekerasan hasil pelapisan mencapai 663 ± 43 VHN sebelum *heat treatment* dan mencapai 1071 ± 58 VHN setelah proses *heat treatment*. Sedangkan pada waktu pelapisan yang semakin lama (sampai 90 menit) maka akan semakin banyak deposisi dari atom-atom Ni dan P pada permukaan benda kerja sehingga lapisan akan semakin tebal (seperti tampak pada hasil pengamatan dengan SEM) dan susunan atom juga akan semakin rapat. Dengan atom yang semakin banyak dan susunan atom yang semakin rapat maka pergerakan dari atom akan semakin sulit dan mengakibatkan kekerasan akan meningkat. Pada spesimen dengan beda waktu pelapisan 30 sampai 90 menit mengalami peningkatan kekerasan sebesar 61,5 %

Sementara pada peningkatan temperatur *post heat treatment* mulai 250°C – 500°C juga diperoleh peningkatan harga kekerasan hingga mencapai 1211 ± 54 VHN (pada 500°C) hampir mendekati kekerasan hasil pelapisan *hard chromium plating* yaitu 1300 VHN. Peningkatan kekerasan mencapai Kekerasan sesuai untuk kondisi kerja ring oli yang mengalami gesekan sehingga dibutuhkan sifat tahan aus [6]. *Post heat treatment* yang dilakukan pada hasil pelapisan *electroless nickel* ini dimaksudkan untuk meningkatkan terjadinya difusi antar partikel Ni-P yang terdeposit di permukaan *base metal* yang belum terjadi saat proses pelapisan tanpa listrik. pada spesimen dengan peningkatan temperatur *heat treatment* mengalami peningkatan kekerasan sebesar 126%.

Kekerasan spesimen setelah mengalami perlakuan panas disebabkan atom-atom yang terdapat pada lapisan telah berdifusi dan saling berikatan membentuk suatu senyawa baru yaitu Ni₃P (nickel phosphite). Akan tetapi pada perlakuan panas 250°C sampai 300°C justru turun kekerasannya karena pada temperatur ini belum terbentuk fasa Ni₃P (tampak dari hasil pengujian XRD), sehingga pemanasan dimungkinkan akan menyebabkan pertumbuhan butir dan kekerasan akan menurun. Ni₃P merupakan fasa keramik yang keras sehingga meningkatkan kekerasan dan ketahanan aus. Berdasarkan hasil pengujian keras pada spesimen yang mengalami beda perlakuan panas diperoleh data bahwa semakin tinggi temperatur (250°C sampai 500°C) maka kekerasan juga semakin tinggi 534 ± 5 - 1211 ± 5 VHN. Hal ini disebabkan karena terbentuknya fasa Ni₃P terutama pada pemanasan setelah 350°C dimana semakin tinggi temperatur perlakuan panas maka secara kualitatif dapat dilihat bahwa jumlah Ni₃P juga semakin banyak (hasil XRD).

3.2. Hasil pengujian XRD (X Ray Diffraction)

Pengujian XRD dimaksudkan untuk mengetahui jenis senyawa yang terbentuk pada lapisan hasil *electroless nickel* pada FCD 500. Pengujian XRD dilakukan pada hasil pelapisan dengan waktu pelapisan 60 menit dan temperatur pelapisan 900°C .



Gambar 3. Hasil uji XRD hasil pelapisan *electroless nickel* pada beda temperature *heat treatment*

Semakin tinggi temperatur pelapisan (70°C sampai 90°C) kekerasan yang dihasilkan akan semakin meningkat dari 473 ± 14 - 617 ± 28 VHN (sebelum perlakuan panas). Semakin lama waktu pelapisan (dari 30 sampai 90 menit) harga kekerasan juga semakin tinggi atau meningkat dari 488 ± 41 - 663 ± 43 VHN (sebelum perlakuan panas) [7]. Hal ini terjadi karena pada temperatur yang semakin tinggi (sampai 90°C) akan menyebabkan reaksi dekomposisi kimia menjadi lebih cepat sehingga memungkinkan deposisi atom-atom Ni dan P juga semakin banyak dan semakin rapat. Sedangkan pada waktu pelapisan yang semakin lama (sampai 90 menit) maka akan semakin banyak deposisi dari atom-atom Ni dan P pada permukaan benda kerja sehingga lapisan akan semakin tebal (seperti tampak pada hasil pengamatan dengan SEM) dan susunan atom juga akan semakin rapat. Dengan atom yang semakin banyak dan susunan atom yang semakin rapat maka pergerakan dari atom akan semakin sulit dan mengakibatkan kekerasan akan meningkat.

Perbedaan juga nampak hasil kekerasan spesimen sebelum dan sesudah perlakuan panas. Sebelum perlakuan panas kekerasan yang diperoleh lebih rendah 473 ± 14 - 663 ± 43 VHN dibanding setelah spesimen mengalami perlakuan panas pada temperatur 400°C selama 60 menit 533 ± 35 - 1071 ± 58 VHN. Kekerasan spesimen setelah mengalami perlakuan panas disebabkan atom-atom yang terdapat pada lapisan telah berdifusi dan saling berikatan membentuk suatu senyawa baru yaitu Ni_3P (*nickel phosphite*). Akan tetapi pada perlakuan panas 250°C sampai 300°C justru turun kekerasannya karena pada temperatur ini belum terbentuk fasa Ni_3P (tampak dari hasil pengujian XRD), sehingga pemanasan dimungkinkan akan menyebabkan pertumbuhan butir dan kekerasan akan menurun. Ni_3P merupakan fasa keramik yang keras sehingga meningkatkan kekerasan dan ketahanan aus.

Berdasarkan hasil pengujian keras pada spesimen yang mengalami beda perlakuan panas diperoleh data bahwa semakin tinggi temperatur (250°C sampai 500°C) maka kekerasan juga semakin tinggi 534 ± 5 - 1211 ± 5 VHN. Hal ini disebabkan karena terbentuknya fasa Ni_3P terutama pada pemanasan setelah 350°C dimana semakin tinggi temperatur perlakuan panas maka secara kualitatif dapat dilihat bahwa jumlah Ni_3P juga semakin banyak (hasil XRD). Sehingga bisa dikatakan bahwa kekerasan juga akan meningkat. Pada spesimen 500HT tampak terdapat penurunan intensitas dari Ni_3P . Akan tetapi pada kekerasan yang semakin tinggi, maka sifat lapisan juga berubah menjadi getas. Hal ini tampak pada saat pengujian kekerasan, dimana pada daerah sekitar bekas indentasi tampak retak-retak halus untuk spesimen yang mengalami perlakuan panas pada temperatur 450°C dan 500°C .

4. Kesimpulan

Berdasarkan data dan analisis hasil pengujian diperoleh Kekerasan lapisan meningkat setelah logam mengalami perlakuan panas (sebelum perlakuan panas 473 ± 14 VHN sampai 663 ± 43 VHN dan setelah perlakuan panas menjadi 533 ± 35 VHN sampai 1071 ± 58 VHN). Semakin lama waktu pelapisan (30 menit sampai 90 menit) diperoleh hasil kekerasan lapisan juga meningkat (dari 533 ± 35 VHN hingga 1071 ± 58 VHN). Semakin tinggi temperatur perlakuan panas kekerasan semakin meningkat (dari 534 ± 9 VHN pada 250°C sampai 1211 ± 54 VHN pada 500°C). Kekerasan setelah perlakuan panas meningkat disebabkan terbentuknya fasa Ni_3P merupakan fasa keramik yang keras.

Referensi

- [1] A. Nikitasari and E. Mabruhi, "Pengaruh Konsentrasi Hipofosfit dan Waktu Pelapisan terhadap Karakteristik Mikrostruktur Lapisan Electroless Ni-P," *Jurnal Teknologi Bahan dan Barang Teknik*, vol. 7, pp. 1-6, 2017.
- [2] V. B. Chintada and R. Koon, "Influence of surfactant on the properties of Ni-P-nano ZnO composite coating," *Materials Research Express*, vol. 6, p. 025030, 2018.
- [3] A. Barba-Pingarrón, A. Bolarín-Miró, F. Sánchez-de Jesús, L. Vargas-Mendoza, M. Trujillo-Barragán, P. Molera-Sola, *et al.*, "Development of process technologies for improvement of electroless nickel coatings properties," in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2013, p. 012003.
- [4] A. Bloyce, P. Morton, and T. Bell, "Surface engineering of titanium and titanium alloys," *ASM handbook*, vol. 5, pp. 2232-2233, 1994.
- [5] D. B. Miracle, S. L. Donaldson, S. D. Henry, C. Moosbrugger, G. J. Anton, B. R. Sanders, *et al.*, *ASM handbook* vol. 21: ASM international Materials Park, OH, 2001.
- [6] N. Santhiarsa, "Pengaruh Temperatur Larutan dan Waktu Pelapisan Elektroless Terhadap Ketebalan Lapisan Metal di Permukaan Plastik ABS," *Jurnal Teknik Mesin Universitas Udayana*, 2016.
- [7] S. Sarkar, R. K. Baranwal, S. Lamichaney, J. De, and G. Majumdar, "Optimization of electroless Ni-Co-P coating with hardness as response parameter: a computational approach," *Jurnal Tribologi*, vol. 18, pp. 81-96, 2018.