

# PENGARUH KONSENTRASI HIPOFOSFIT DAN WAKTU PELAPISAN TERHADAP KARAKTERISTIK MIKROSTRUKTUR LAPISAN *ELECTROLESS Ni-P*

## *EFFECT OF HYPOPHOSPHITE CONCENTRATION AND PLATING TIME ON MICROSTRUCTURE CHARACTERISTICS Ni-P ELECTROLESS COATING*

Arini Nikitasari<sup>(1)</sup> dan Efendi Mabruhi<sup>(2)</sup>

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI<sup>(2)</sup>

Kawasan Puspiptek Gedung 470, Serpong

E-mail: <sup>(1)</sup>arini\_nikitasari@yahoo.com, <sup>(2)</sup>efendi\_lipi@yahoo.com

Diterima : 10 Januari 2017

Direvisi : 20 Februari 2017

Disetujui : 6 Maret 2017

### ABSTRAK

Pengaruh variasi konsentrasi hipofosfit dan waktu pelapisan terhadap karakteristik mikrostruktur lapisan *electroless Ni-P* disajikan dalam artikel ini. Material yang digunakan pada penelitian ini adalah martensit *stainless steel 420*. Karakteristik mikrostruktur yang diteliti untuk konsentrasi hipofosfit (10 g/L; 20 g/L; 30 g/L) dan waktu pelapisan (30 min, 60 min, 120 min, 180 min) menggunakan *scanning electron microscope* (SEM). Diperoleh hasil bahwa morfologi lapisan *electroless Ni-P* yang terbentuk berbentuk bulat. Ukuran butir dan kerapatan struktur bertambah seiring dengan peningkatan waktu pelapisan. Kadar fosfor dalam lapisan meningkat dengan kenaikan kandungan hipofosfit dan waktu pelapisan. Kadar nikel dalam lapisan yang paling optimal adalah hipofosfit dengan konsentrasi 20 g/L. Ketebalan lapisan berbanding lurus dengan waktu pelapisan. Konsentrasi hipofosfit 20 g/L dan waktu pelapisan 120 menit adalah kondisi optimum untuk pelapisan karena menghasilkan lapisan dengan mikrostruktur dan distribusi komponen yang seragam.

**Kata Kunci :** martensit, *stainless steel 420*, morfologi, *scanning electron microscope* (SEM), *electroless Ni-P*

### ABSTRACT

*The effect of various hypophosphite concentration and plating time on the microstructure characteristics of Ni-P electroless deposited coating is presented. The substrate used in this research was martensitic stainless steel. The microstructure characteristics were investigated for hypophosphite concentration (10 g/L; 20 g/L; 30 g/L) and plating time (30 min, 60 min, 120 min, 180 min) using scanning electron microscope (SEM). It was evaluated that morphology of Ni-P electroless coating is spheroidal. Grain size and structure density increased with plating time. Phosphor content of coating increased with hypophosphite concentration and plating time. The optimum nickel content is hypophosphite with concentration of 20 g/L. Layer thickness was proportional to the plating time. Hypophosphite concentration of 20 g/L and plating time of 120 min were the optimum condition for coating due to the uniformity of microstructure and component distribution.*

**Keywords :** martensitic, *stainless steel 420*, morphology, *scanning electron microscope* (SEM), *electroless Ni-P*

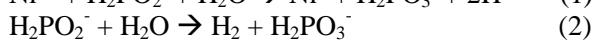
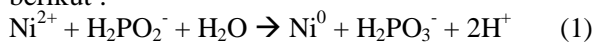
### PENDAHULUAN

Proses pelapisan adalah metode paling populer untuk melindungi material dari keausan dan korosi. Deposisi pelapisan pada umumnya dilakukan dalam media larutan menggunakan arus listrik atau tanpa arus listrik (*electroless*) [1]. *Electroless* ditemukan oleh Brenner and Riddle untuk melapisi bagian dalam pipa pada tahun

1946. Setelah itu penggunaan *electroless* diperluas pada material lain seperti kayu, fiber, plastik, kertas, kaca, dan keramik pada tahun 1960-an [2]. Deposisi *electroless* seperti Ag, Au, Cu, Pt, dan *electroless* nikel fosfor (ENP), banyak digunakan dalam dunia industri karena dapat menghasilkan lapisan yang seragam pada komponen sebarang bentuk komponennya. Dari berbagai variasi metode

*electroless*, ENP adalah yang paling banyak digunakan karena dapat melapisi semua jenis substrat seperti logam, kaca, dan polimer [3]; selain itu hasil lapisan yang dihasilkan memiliki sifat yang unggul seperti kekerasannya tinggi, bagus dalam mengatasi keausan, dan tahanan korosinya tinggi [4-8].

Pelapisan *electroless* nikel fosfor (ENP) adalah deposisi autokatalitik paduan Ni-P dari larutan ke permukaan substrat tanpa aplikasi arus listrik. Oleh karenanya, ENP sangat berbeda dengan elektroplating konvensional yang tergantung pada sumber eksternal arus listrik (DC) untuk mereduksi ion nikel pada elektrolit menjadi logam nikel pada substrat [9]. Nikel sulfat (NiSO<sub>4</sub>) dan sodium hipofosfit (NaH<sub>2</sub>PO<sub>2</sub>) sebagai agen pereduksi adalah komposisi utama pada pelapisan *electroless* Ni-P [10]. Mekanisme pelapisan *electroless* Ni-P adalah sebagai berikut :



Ketika Ni<sup>2+</sup>, H<sub>2</sub>PO<sub>2</sub><sup>-</sup>, dan H<sup>+</sup> terabsorpsi pada permukaan material, terjadi perbedaan potensial pada ion yang terabsorpsi sehingga reaksi berlangsung [2].

Sifat dan mikrostruktur lapisan ENP tergantung pada kandungan fosfor (P) dalam paduan. Umumnya, fosfor rendah memiliki struktur mikrokristal dan memiliki tahanan aus yang bagus tetapi cenderung kurang bagus dalam ketahanan korosinya pada lingkungan klorida. Medium fosfor (4 hingga 10% P) memiliki ukuran kristal yang lebih kecil dan cenderung semi-amorphous, sedangkan fosfor tinggi (lebih dari 10% P) berbentuk amorf dan memiliki ketahanan korosi terbaik [4, 9]. Tujuan dari studi ini adalah menganalisa pengaruh konsentrasi hipofosfit dan waktu pelapisan terhadap karakteristik mikrostruktur dari lapisan *electroless* nikel fosfor.

## BAHAN DAN METODE

### Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah martensitik *stainless steel* 420. Tabel 1 menunjukkan komposisi kimia dari bahan yang digunakan. Penggunaan baja tahan karat martensitik SS 420 pada penelitian ini karena SS 420 banyak digunakan sebagai bahan pada sudu turbin uap. Bahan sudu turbin uap harus tahan korosi sehingga dengan adanya pelapisan

*electroless* Ni-P pada SS 420 diharapkan akan menambah ketahanannya terhadap korosi.

Sampel pada penelitian ini dibuat dengan memotong SS 420 yang berbentuk silinder menjadi bentuk kotak berukuran 2 cm x 2 cm. Selanjutnya sampel dilubangi dan dipoles.

Tabel 1. Komposisi kimia martensitik SS 420

C	Si	S	P	Mn	Ni	Cr	Fe
0,4	0,3	0,02	0,02	0,4	0,15	12,41	Bal

### Metode

Sebelum melakukan pelapisan *electroless*, sampel dibersihkan terlebih dahulu. Pertama-tama permukaan sampel dibersihkan secara manual dari produk korosi dan dicuci menggunakan deterjen lalu dibilas menggunakan *aquadest*, dan direndam dalam 10 mL HNO<sub>3</sub>, 20 mL HCl, dan 30 mL H<sub>2</sub>O pada suhu ruang selama 2 menit. Setelah itu, sampel dibilas dengan menggunakan *aquadest*. Selanjutnya, sampel diaktivasi menggunakan 0,6 g/L PdCl<sub>2</sub> + 5 mL HCl pada suhu ruang selama 10 menit lalu direndam dalam *aquadest* selama 1 menit. Terakhir sampel direndam dalam 50 g/L NaH<sub>2</sub>PO<sub>2</sub> selama 10 menit dan dibilas menggunakan *aquadest* lalu sampel dimasukkan ke dalam larutan *electroless* Ni-P [4].

Pelapisan *electroless* dilakukan dengan merendam sampel ke dalam 250 mL larutan *electroless* Ni-P selama 30 menit, 60 menit, 120 menit, dan 180 menit. Komposisi kimia dari larutan *electroless* Ni-P disajikan dalam Tabel 2. Temperatur pelapisan dijaga pada suhu 80 °C. Setelah proses pelapisan *electroless* tersebut setiap sampel dikeringkan dan disiapkan untuk analisa komposisi. Alat yang digunakan untuk observasi lapisan Ni-P yaitu *scanning electron microscope* (SEM, JEOL Model JSM-5400) yang dilengkapi dengan EDAX yang dapat digunakan untuk analisa komposisi kimia lapisan.

Tabel 2. Komposisi Kimia *Electroless* Ni-P

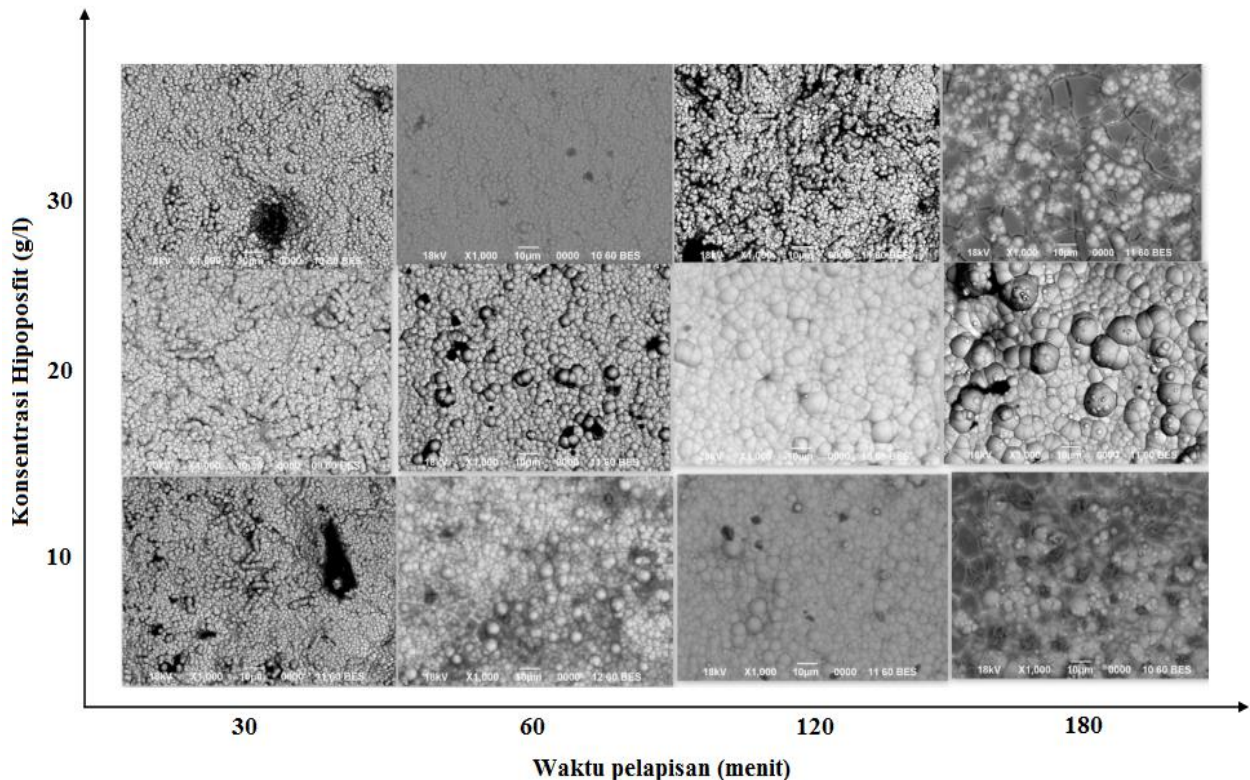
Komposisi	Konsentrasi (g/L)
Nikel Sulfat (NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O)	35
Sodium Sitrat (Na <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> O <sub>7</sub> )	15
Sodium Hipofosfit (NaH <sub>2</sub> PO <sub>2</sub> .H <sub>2</sub> O)	10; 20; 30
Sodium Asetat (NaOOCCH <sub>3</sub> .3H <sub>2</sub> O)	5

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Struktur Morfologi

Struktur morfologi dari *electroless* Ni-P dianalisa menggunakan *Scanning Electrone Microscope* (SEM). Gambar 1 menampilkan hasil analisa SEM terhadap semua sampel *electroless* Ni-P dengan berbagai variasi konsentrasi hipofosfit (sumbu-y) dan waktu pelapisan (sumbu-x). Morfologi permukaan semua lapisan *electroless* Ni-P menunjukkan struktur bulat. Hasil morfologi ini sesuai dengan hasil penelitian I. E. Ayoub [4]. Pada Gambar.1 dapat dilihat bahwa ukuran butir dan kerapatan

struktur bertambah seiring meningkatnya waktu pelapisan. Area lubang hitam pada waktu pelapisan 30 menit dengan konsentrasi hipofosfit 10 g/L dan 30 g/L mengindikasikan lapisan *electroless* Ni-P tidak melapisi permukaan substrat secara seragam. Lapisan *electroless* Ni-P dengan konsentrasi hipofosfit 20 g/L menunjukkan struktur terbaik karena lapisan yang terbentuk seragam dan dapat menutupi permukaan substrat dengan lebih sempurna dan rapat. Waktu pelapisan 120 menit adalah waktu yang paling optimal, karena celah atau lubang hitam yang terbentuk lebih sedikit dibandingkan waktu pelapisan lainnya.



Gambar 1. Hasil SEM *electroless* Ni-P

### Analisa EDS

Analisa EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*) digunakan untuk melihat komposisi kimia dari lapisan Ni-P yang terbentuk. Hasilnya ditampilkan pada Tabel 3. Berdasarkan Tabel 3, kandungan fosfor meningkat seiring dengan kenaikan konsentrasi hipofosfit dan waktu pelapisan. Hasil analisa EDS menunjukkan bahwa kandungan fosfor pada lapisan *electroless* Ni-P yang terbentuk sekitar 4-10% berat. Dengan demikian, lapisan Ni-P yang dihasilkan dapat diklasifikasikan sebagai medium

fosfor. Klasifikasi ini mempunyai ukuran kristal yang lebih kecil dan cenderung memiliki mikrostruktur semi-amorf. Industri menyebutkan jumlah fosfor pada Ni-P berada pada range 6-9 persen berat [6]. Berdasarkan Tabel 3, beberapa sampel memenuhi range industri.

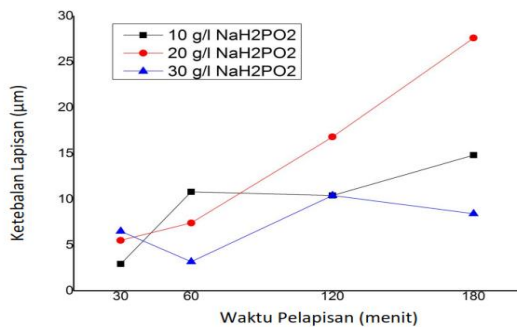
Kadar nikel terbaik adalah sampel dengan konsentrasi hipofosfit 20 g/L (lebih dari 90 persen berat). *Electroless* Ni-P dengan hipofosfit 10 g/L dan 30 g/L memiliki kadar nikel kurang dari 90% berat karena adanya pengotor seperti unsur C, Cr, O, Na, dan S.

Tabel 3. Hasil Analisa EDS Lapisan *Electroless* Ni-P.

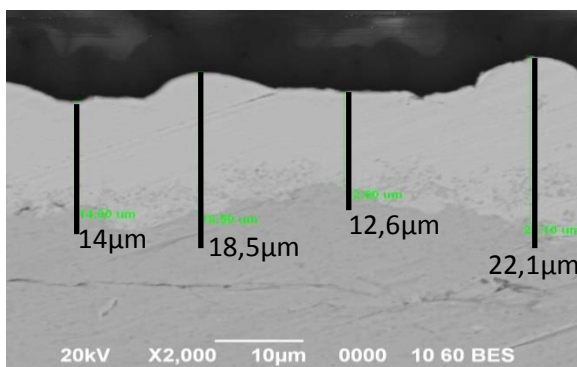
No	Hipofosfit (g/L)	Waktu (menit)	Ni (%)	P (%)	Fe (%)	C (%)	Cr (%)	O (%)	Na (%)	S (%)
1	10	30	83	5	4	7	1	-	-	-
2	10	60	71	5	2	7	0	8	6	-
3	10	120	84	6	1	5	-	4	-	-
4	10	180	69	6	-	7	-	12	5	1
5	20	30	93	4	3	-	-	-	-	-
6	20	60	90	6	3	-	-	1	-	-
7	20	120	91	6	1	-	-	2	-	-
8	20	180	94	6	-	-	-	-	-	-
9	30	30	89	6	5	-	1	-	-	-
10	30	60	89	6	4	-	-	-	-	-
11	30	120	82	8	2	6	1	2	-	-
12	30	180	60	10	2	8	-	15	6	7

**Ketebalan Lapisan**

Gambar 2 menunjukkan ketebalan lapisan rata-rata dari berbagai waktu pelapisan. Ketebalan pelapisan meningkat seiring meningkatnya waktu pelapisan ketika konsentrasi hipofosfit 20 g/L, sementara konsentrasi lainnya mempunyai ketebalan yang fluktuatif terhadap waktu pelapisan.



Gambar 2. Ketebalan Lapisan Rata-rata pada Berbagai Konsentrasi Hipofosfit dan Waktu Pelapisan



Gambar 3. Pengukuran Ketebalan Lapisan *Electroless* Ni-P dengan Konsentrasi Hipofosfit 20 g/L dan Waktu Pelapisan 120 menit.

Konsentrasi hipofosfit 20 g/L menghasilkan lapisan Ni-P yang paling tebal dan konsentrasi hipofosfit menghasilkan lapisan dengan ketebalan paling tipis. Garis-garis berwarna hitam pada Gambar 3 menunjukkan pengukuran ketebalan lapisan untuk sampel dengan konsentrasi hipofosfit 20 g/L dan waktu pelapisan 120 menit.

**KESIMPULAN**

Penelitian ini menunjukkan bahwa variasi konsentrasi hipofosfit dan waktu pelapisan memiliki pengaruh terhadap karakteristik morfologi dari lapisan *electroless* Ni-P. Ukuran partikel lebih besar dan lebih rapat dengan bertambahnya waktu pelapisan. Struktur morfologi permukaan yang paling bagus dihasilkan pada konsentrasi hipofosfit 20 g/L dan waktu pelapisan 120 menit karena lapisan yang terbentuk seragam dan tidak ada celah atau kerusakan yang parah pada permukaan lapisan yang terbentuk. Kadar fosfor meningkat seiring bertambahnya konsentrasi hipofosfit dan waktu pelapisan. Lapisan yang terbentuk diklasifikasikan sebagai medium fosfor *electroless* nikel. Klasifikasi ini mempunyai ukuran kristal yang lebih kecil dan cenderung memiliki mikrostruktur semi-amorf. Konsentrasi sodium hipofosfit 20 g/L menghasilkan kadar nikel terbesar (lebih dari 90% berat) dan ketebalan lapisan yang paling tinggi.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih penulis sampaikan kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Material-LIPI yang telah membiayai penelitian ini melalui mekanisme Tematik 2016.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] B. Panja and P. Sahoo, "Wear behaviour of electroless Ni-P coatings in brine solution and optimization of coating parameters," *Procedia Technol.*, vol. 14, pp. 173–180, 2014.
- [2] I. Kwon, H. Kim, and S. Bum, "Journal of Industrial and Engineering Chemistry Optimization of barrel plating process for electroless Ni-P plating," *J. Ind. Eng. Chem.*, vol. 20, no. 5, pp. 3767–3774, 2014.
- [3] M. Zhang, S. Mu, Q. Guan, W. Li, and J. Du, "Applied Surface Science A high anticorrosive chromium-free conversion coating prepared with an alkaline conversion bath on electroless Ni-P coating" *Appl. Surf. Sci.*, vol. 349, no. 2015, pp. 108–115, 2017.
- [4] I. E. Ayoub, "Study of Electroless Ni-P Plating on Stainless Steel," Vol.1 no.1, pp. 13–16, 2009.
- [5] J. N. Balaraju, S. K. Seshadri, M. S. Division, N. A. Laboratories, and M. Centre, "Electroless Ni-P composite coatings," pp. 807–816, 2003.
- [6] J. Wojewoda-budka, A. Wierzbicka-miernik, L. Litynska-dobrzynska, and M. J. Szczerba, "Electrochimica Acta Microstructure characteristics and phase transformations of the Ni-P and Ni-P-Re electroless deposited coatings after heat treatment," vol. 209, pp. 183–191, 2016.
- [7] Z. Sharifalhoseini and M. H. Entezari, "Applied Surface Science Enhancement of the corrosion protection of electroless Ni-P coating by deposition of sonosynthesized ZnO nanoparticles," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 351, pp. 1060–1068, 2015.
- [8] V. K. Bulasara, H. Thakuria, R. Uppaluri, and M. K. Purkait, "Journal of Materials Processing Technology Combinatorial performance characteristics of agitated nickel hypophosphite electroless plating baths," *J. Mater. Process. Tech.*, vol. 211, no. 9, pp. 1488–1499, 2011.
- [9] R. Taheri, I. N. A. Oguocha, and S. Yannacopoulos, "The tribological characteristics of electroless NiP coatings," vol. 249, January, pp. 389–396, 2001.
- [10] A.L. Koswara, "Teknik pelapisan pada paduan Al-2024 dengan metode *electroless nickel*," no. 20, pp. 36–41, 2006.

