



P-ISSN 0126-3188

E-ISSN 2443-3926

METALURGI

MAJALAH ILMU DAN TEKNOLOGI

VOLUME 31 Nomor 3, DESEMBER 2016

AKREDITASI NO. SK 637/AU3/P2MI-LIPI/07/2015

Pengaruh Aditif Dalam Larutan *Watts Buffer Sitrat* Terhadap Karakteristik Deposit Nikel Pada Proses Pelapisan Baja Karbon Rendah

Penelitian Dan Analisis Metalurgi Pada Cacat Permukaan Lubang Utama Dari Komponen Paduan Aluminium Hasil Permesinan Untuk Bagian Sayap Pesawat Terbang (Aileron)

Struktur Mikro, Sifat Mekanik Dan Ketahanan Korosi Paduan Mg-Zn-Ca yang Dihasilkan Melalui Proses Metalurgi Fisik

Pengaruh Penambahan Karbon Dan Nitrogen Terhadap Mikrostruktur, Kekuatan Tarik Dan Mampu Bentuk Paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni

Pengaruh Penambahan Inhibitor Ekstrak Tembakau Terhadap Laju Korosi Internal Pipa API 5L X-52 Pada *Artificial Brine Water* Dengan Injeksi Gas CO₂

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material
Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia



Penanggung Jawab:
Kapuslit Metalurgi dan Material – LIPI

Dewan Redaksi :
Ketua Merangkap Anggota:
Dr. Ika Kartika, M.T, P2MM - LIPI

Anggota :
Dr. Ir. Djusman Sajuti (P2MM - LIPI, Metalurgi Ekstraksi)
Dr. Ir. Rudi Subagja (P2MM - LIPI, Metalurgi Ekstraksi)
Dr. Ir. Florentinus Firdiyono (P2MM - LIPI, Metalurgi Ekstraksi)
Dr. Ing. Andika W. Pramono, M. Sc (P2MM - LIPI, Fungsional Material)
Dr. Nono Darsono (P2MM - LIPI, Fungsional Material)

Mitra Bestari :
Dr. Ir. Hadi Suwarno, M.Eng (BATAN - Ilmu Material)
Dr. Timotius Pasang (AUT University, New Zealand - Pembentukan Logam)
Dr. Asep Ridwan (Teknik Material – Institut Teknologi Bandung)
Dr. Nofrijon Sofyan (Teknik Metalurgi dan Material – Universitas Indonesia)

Pelaksana Redaksi:
Lia Andriyah, M.Si
M. Yunan Hasbi, S.T
Agus Budi Prasetyo, M.T
Arif Nurhakim, S.Sos
Noor Hidayah, S.Ip
Bahari, BE
Galih Senopati, S.T
Daniel Panghuhutan Malau, M.Si
Rahadian Roberto, A.Md

Penerbit:
Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI Ged. 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangsel Telp: (021) 7560911, Fax: (021) 7560553

Alamat Sekretariat:
Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI Ged. 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangsel
Telp: (021) 7560911, Fax: (021) 7560553
E-mail : metalurgi_magz@yahoo.com

Majalah ilmu dan teknologi terbit berkala setiap tahun, satu volume terdiri atas 3 nomor.

METALURGI

VOLUME 31 NOMOR 3, DESEMBER 2016
P-ISSN 0126-3188
E-ISSN 2443-3926

AKREDITASI : SK 637/AU3/P2MI-LIPI/07/2015

Pengantar Redaksi.....xxv

Abstrak.....xxvii

Pengaruh Aditif Dalam Larutan Watts Buffer Sitrat Terhadap Karakteristik Deposit Nikel Pada Proses Pelapisan Baja Karbon Rendah Bambang Widyanto.dkk.....116-121

Penelitian Dan Analisis Metalurgi Pada Cacat Permukaan Lubang Utama Dari Komponen Paduan Aluminium Hasil Permesinan Untuk Bagian Sayap Pesawat Terbang (Aileron) D. N. Adnyana.....122-129

Struktur Mikro, Sifat Mekanik Dan Ketahanan Korosi Paduan Mg-Zn-Ca Yang Dihasilkan Melalui Proses Metalurgi Serbuk Dhyah Annur. dkk.....130-137

Pengaruh Penambahan Karbon Dan Nitrogen Terhadap Mikrostruktur, Kekuatan Tarik Dan Mampu Bentuk Paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni Fendy Rokhmanto, dkk.....138-149

Pengaruh Penambahan Inhibitor Ekstrak Tembakau Terhadap Laju Korosi Internal Pipa Api 5L X-52 Pada Artificial Brine Water Dengan Injeksi Gas CO₂ Rapli Nur Ahmadi, dkk.....150-156

Indeks

PENGANTAR REDAKSI

Syukur Alhamdulillah Majalah Metalurgi Volume 31 Nomor 3, Desember 2016 kali ini menampilkan 5 buah tulisan.

Tulisan pertama hasil penelitian disampaikan oleh Bambang Widyanto dan kawan-kawan menulis tentang *Pengaruh Aditif Dalam Larutan Watts Buffer Sitrat Terhadap Karakteristik Deposit Nikel Pada Proses Pelapisan Baja Karbon Rendah*. Selanjutnya D. N. Adnyana menulis tentang *Penelitian Dan Analisis Metalurgi Pada Cacat Permukaan Lubang Utama Dari Komponen Paduan Aluminium Hasil Permesinan Untuk Bagian Sayap Pesawat Terbang (Aileron)*. Dhyah Annur dan kawan-kawan menulis tentang *Struktur Mikro, Sifat Mekanik Dan Ketahanan Korosi Paduan Mg-Zn-Ca Yang Dihasilkan Melalui Proses Metalurgi Serbuk*. Selanjutnya Fendy Rokhmanto dan kawan-kawan menulis tentang *Pengaruh Penambahan Karbon Dan Nitrogen Terhadap Mikrostruktur, Kekuatan Tarik Dan Mampu Bentuk Paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni*. Terakhir yaitu Rapli Nur Ahmadi dan kawan-kawan menulis tentang *Pengaruh Penambahan Inhibitor Ekstrak Tembakau Terhadap Laju Korosi Internal Pipa Api 5L X-52 Pada Artificial Brine Water Dengan Injeksi Gas CO₂*.

Semoga penerbitan Majalah Metalurgi volume ini dapat bermanfaat bagi perkembangan dunia penelitian di Indonesia.

REDAKSI

Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.

UDC (OXDCF) 553.1

Bambang Widyanto, Dewi Idamayanti (Program Studi Teknik Material Institut Teknologi Bandung)

Pengaruh Aditif Dalam Larutan *Watts Buffer* Sitrat Terhadap Karakteristik Deposit Nikel Pada Proses Pelapisan Baja Karbon Rendah

Metalurgi, Vol 31 No. 3 Desember 2016

Penelitian mengenai substitusi asam borat dalam larutan Watts untuk elektroplating nikel telah dilakukan dengan mempergunakan asam sitrat. Nikel didepositkan pada baja karbon rendah dengan metode elektroplating pada suhu 50 °C, pH 4, dan rapat arus 0,17A/cm² selama 5 menit. Aditif yang digunakan untuk menghasilkan deposit *bright nickel* adalah natrium lauril sulfat sebagai surfaktan, *saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* sebagai *brightener*. Hasil penelitian menunjukkan buffer sitrat dalam larutan Watts meningkatkan kekerasan deposit nikel sampai 431±9 VHN, deposit cenderung lebih getas dan menghasilkan porositas. Natrium lauril sulfat 0,08 g/L efektif dapat menghilangkan porositas, sedikit meningkatkan kekerasan deposit menjadi 482±4 VHN dan cenderung menjadi lebih ulet. Sinergi *saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* (1,5 : 0,15 g/L) sebagai *brightener* menghasilkan permukaan yang *bright* dan meningkatkan kekerasannya lagi sampai 587±6 VHN. Daya rekat deposit nikel pada baja karbon rendah relatif kuat yang telah dibuktikan dengan melakukan *bend test*. Penggunaan *brightener* dapat berperan juga sebagai *grain refinement* pada proses pelapisan ini yang ditunjukkan oleh hasil pengamatan morfologi permukaan deposit, dimana butir yang diamati lebih halus bila dibandingkan dengan hasil pelapisan tanpa *brightener*. Ketebalan deposit yang dihasilkan belum dapat sepenuhnya berada dalam kondisi yang homogen, dimana tebal pada bagian tengah adalah 6,8 – 11 µm dan pada bagian tepi adalah 12 – 33 µm.

Kata Kunci: Lapis listrik nikel, larutan Watts, elektrolit asam borat, elektrolit asam sitrat

The Influence of Additive on Watts Buffer Citrate Solution to The Nickel Deposition Characteristic on Low Carbon Steel Plating Process

Research on the substitution of boric acid with citric acid in Watts electrolyte for nickel electroplating on low carbon steel has been conducted. Nickel was deposited on low carbon steel by electroplating method at 50 °C, pH 4, and the current density 0,17A / cm² for 5 minutes. The additives that used to produce a bright nickel deposit are sodium lauryl sulfate as a surfactant, saccharin and 2-butyne-1,4- diol as a brightener. The results showed Watts citrate buffer solution can increase the hardness of nickel deposits up to 431 ± 9 VHN, deposits tend to be more brittle and generate porosity. Lauryl sulfate 0.08 g / L can effectively eliminate porosity, slightly increase the hardness of the deposit be 482 ± 4 VHN and tend to be more resilient. Synergies saccharin and 2-butyne-1,4-diol (1.5 to 0.15 g/L) as the brightener produces bright surface and harden up to 587 ± 6 VHN. Adhesion to deposit nickel on low carbon steel is relative strong which has been proved by performing bend test. The use of brightener can play a role as well as grain refinement in the coating process. It is shown by the results of morphological observation surface of nickel deposit that deposit grains with brightener is finer than without brightener. The thickness of deposit can not fully be homogeneous which the middle area is thicker 6.8 to 11 µm than the edge 12-33 µm.

Keywords: Nickel electroplating, Watts solution, boric acid electrolyte, citric acid electrolyte

Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.

UDC (OXDCF) 620.16

D. N. Adnyana (Mechanical Engineering, Faculty of Industrial Technology, ISTN)

Penelitian Dan Analisis Metalurgi Pada Cacat Permukaan Lubang Utama Dari Komponen Paduan Aluminium Hasil Permesinan Untuk Bagian Sayap Pesawat Terbang (Aileron)

Metalurgi, Vol 31 No. 3 Desember 2016

Sebuah aileron block hasil proses permesinan dilaporkan memperlihatkan sejumlah sumuran pada dinding bagian dalam dari lubang utama setelah diberi proses anodisasi sulfurik. Aileron block yang cacat tersebut terbuat dari paduan aluminium AA 2618 hasil proses tempa dan dirancang untuk mengakomodasi pergerakan komponen-komponen di dalamnya yang terhubung dengan suatu mekanisme sehingga memungkinkan terjadi gerakan pada *aileron* di bagian sayap pesawat terbang. Untuk menentukan jenis dan faktor-faktor yang mungkin telah menyebabkan terjadinya cacat permukaan pada bagian lubang utama dari aileron block tersebut, maka diperlukan untuk melakukan pengujian dan analisis metalurgi. Sejumlah benda uji disiapkan untuk pengujian laboratoriumnya itu terdiri dari uji makroskopik, analisa komposisi kimia, uji metalografi, uji kekerasan dan uji SEM (*scanning electron microscopy*) yang dilengkapi dengan analisa EDS (*energy dispersive spectroscopy*). Hasil pengujian dan analisis metalurgi yang diperoleh menunjukkan bahwa cacat permukaan yang terjadi pada dinding bagian lubang utama aileron block tersebut utamanya dipengaruhi oleh pembentukan endapan partikel (presipitat) berukuran besar di dalam matrik fasa aluminium aileron block tersebut. Pembentukan partikel/presipitat yang besar tersebut telah menurunkan ikatan koherensi dengan matrik fasa aluminium dan mengakibatkan partikel tersebut mudah terlepas dari permukaan selama proses permesinan dan membentuk/meninggalkan sejumlah lubang sumuran di sana.

Kata Kunci: Aileron block, paduan aluminium AA 2618 hasil tempa, cacat permukaan, presipitat, sumuran

Metallurgical Assesment of Main Bore Surface Defect of A Machined Aluminum Alloy Aileron Block

A newly machined aileron block was reportedly exhibiting several pits on its particular main bore area after it has been subjected to sulfuric anodizing process. This defective machined aileron block was made of aluminum alloy AA 2618 forging, designed to accommodate some moving parts internally and connected to a mechanism that may allow the movement of aircraft aileron. In order to determine type and factors that may have caused the occurrence of surface defect on the main bore area of the machined aileron block, it was considered to perform a metallurgical assessment. A number of specimens were prepared for laboratory examinations which included macroscopic examination, chemical composition analysis, metallographic examination, hardness test and SEM (scanning electron microscopy) examination equipped with EDS (energy dispersive spectroscopy) analysis. Results of the metallurgical assessment obtained show that the surface defect occurred on the main bore area of the machined aileron block is mainly influenced by the presence of large precipitates in the aluminum matrix phase of the aileron block material. Formation of these large precipitates may have reduced their coherency with the matrix phase of the aluminum alloy and hence could easily detach them from the surface during machining and formed several abandoned pits thereon.

Keywords: Aileron block, aluminum alloy AA 2618 forging, surface defect, precipitates, abandoned pits

Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.

UDC (OXDCF) 620.112

Dhyah Annur^a, Franciska P. L^a, Aprilia Erryani^a, M. Ikhlasul Amal^a, Lyandra S. Sitorus^b, dan Ika Kartika^a
(^aPusat Penelitian Metalurgi dan Material, LIPI dan ^bUniversitas Sultan Ageng Tirtayasa, Banten)

Struktur Mikro, Sifat Mekanik, Dan Ketahanan Korosi Paduan Mg-Zn-Ca Yang Dihasilkan Melalui Proses Metalurgi Serbuk

Metalurgi, Vol 31 No. 3 Desember 2016

Magnesium (Mg), dengan kemampuan mampu luruh dan biokompatibilitas, merupakan salah satu logam yang kini dikembangkan sebagai material implan mampu luruh. Namun, penggunaan Mg dalam aplikasi biomedis masih terkendala kekuatan dan ketahanan korosi yang rendah. Pada penelitian kali ini proses metalurgi serbuk dipilih untuk membuat paduan Mg-3Zn-1Ca, Mg-29Zn-1Ca, and Mg-53Zn-4.3Ca (dalam %berat) dengan variasi waktu tahan *sintering* lima jam dan sepuluh jam. Karakterisasi struktur mikro paduan Mg dilakukan dengan menggunakan SEM (*scanning electron microscope*) dan juga XRD (*x-ray diffraction*). Pengujian kuat tekan dilakukan untuk mengetahui nilai kekuatan paduan sedangkan ketahanan korosi dianalisis dengan menggunakan pengujian elektrokimia. Waktu tahan *sintering* selama 10 jam meningkatkan kekuatan mekanik namun menurunkan ketahanan korosi paduan. Laju korosi yang terbaik (0,32 mmpy) ditunjukkan oleh paduan Mg-29Zn-1Ca dan Mg-53Zn-4Ca dengan waktu tahan lima jam. Oleh karena itu, waktu tahan *sintering* yang optimum adalah lima jam untuk menghasilkan paduan Mg-Zn-Ca untuk material implan.

Kata Kunci: Paduan Mg-Zn-Ca, metalurgi serbuk, waktu tahan *sinter*, implan mampu luruh

Microstructure, Mechanical And Corrosion Properties of Mg-Zn-Ca Alloy via Powder Metallurgy

Magnesium (Mg), known for its biodegradable and biocompatible properties, currently is being developed for biodegradable implant material. Unfortunately, application of Mg in biomedical devices was limited due to its low mechanical strength and low corrosion resistance. In this study, powder metallurgy was selected to process Mg-3Zn-1Ca, Mg-29Zn-1Ca, and Mg-53Zn-4.3Ca (in weight%) alloys. Holding time of sintering were varied for five and ten hours. Microstructure of Mg alloy was characterized by SEM (scanning electron microscope) and also XRD (x-ray diffraction). Compression testing was done to show the mechanical strength of Mg alloy, while corrosion resistance was examined through electrochemical testing. This study showed that ten hours of sintering time would increase mechanical properties of Mg alloy but would reduce corrosion resistance. The lowest corrosion rate was 0.32 mmpy given by Mg-29Zn-1Ca alloy and Mg-53Zn-4Ca alloy which were sintered for five hours. Therefore, sintering time for five hours was found to be the optimum time to process Mg-Zn-Ca alloy for biodegradable implant material.

Keywords: Mg-Zn-Ca alloy, powder metallurgy, sintering time, biodegradable implant

Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.

UDC (OXDCF) 553.1

Fendy Rokhmanto^{a,b,*}, Bambang Soegijono^b, Ika Kartika^a (^aPusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI dan ^bProgram Studi Magister Ilmu Material, Departemen Fisika, Fakultas MIPA, UI)

Pengaruh Penambahan Karbon Dan Nitrogen Terhadap Mikrostruktur, Kekuatan Tarik Dan Mampu Bentuk Paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni

Metalurgi, Vol 31 No. 3 Desember 2016

Paduan Co-Cr-Mo banyak digunakan sebagai material implan tulang dan gigi, dimana komposisi paduan mengacu kepada standar material implan ASTM F75. Paduan Co-Cr-Mo memiliki sifat mekanis yang baik, bersifat biokompatibilitas dan memiliki ketahanan korosi yang tinggi. Tujuan penelitian ini adalah melihat pengaruh penambahan karbon dan nitrogen terhadap kekuatan tarik dan mampu bentuk paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni untuk memenuhi aplikasi di atas. Karbon ditambahkan ke dalam paduan sebesar 0,08; 0,15 dan 0,25 %berat, sedangkan nitrogen sebesar 0,2 %berat. Paduan hasil coran (*as cast*) kemudian dihomogenisasi pada temperatur 1200 °C selama 6 jam, lalu dilakukan proses *hot roll* dengan pemanasan awal 1200 °C selama 1 jam dilanjutkan dengan *quenching* dalam media air. Paduan *as cast* maupun *hasil hot roll* kemudian diamati strukturnya dengan menggunakan mikroskop optik dan SEM serta dilakukan uji tarik untuk mengetahui sifat mekanik dan fraktografi patahan. Kekuatan tarik paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni meningkat seiring dengan meningkatnya penambahan karbon dalam paduan, sedangkan penambahan nitrogen meningkatkan mampu bentuk paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni.

Kata Kunci: Paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni, karbon, nitrogen, mikrostruktur, kekuatan tarik, mampu bentuk

Influence of Additional Carbon And Nitrogen on Microstructure, Tensile Strength And Workability of Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni

Co-Cr-Mo alloys are widely used as bone and dental implant materials, where the composition of the alloy refers to the standard ASTM F75. Co-Cr-Mo alloys has good mechanical properties, biocompatibility and high corrosion resistance. Objective of this paper is to investigate the influence of Carbon and Nitrogen on tensile strength and workability of Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni when used to that applications. Carbon is added into the alloys of 0.08; 0.15 and 0.25 (% weight), whereas nitrogen at 0.2 (% weight). As cast ingot homogenized at 1200 °C for 6 h, and then hot rolled with preheating 1200 °C for 1 h and then water quenched. The alloys (as cast and after hot rolling) were characterized with optical microscope and SEM to investigate the microstructure and the tensile test to investigate the mechanical properties and fraktografi. The tensile strength of the alloy Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni increased with the addition of carbon in the alloy, while the addition of nitrogen increased work ability of Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni alloy.

Keywords: Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni, carbon, nitrogen, microstructure, tensile strength, workability

Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.

UDC (OXDCF) 620.112

Rapli Nur Ahmadi^a, Soesaptri Oediyani^a, Gadang Priyotomo^{b,*} (^aJurusan Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, ^bPusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI)

Pengaruh Penambahan Inhibitor Ekstrak Tembakau Terhadap Laju Korosi Internal Pipa API 5L X-52 Pada *Artificial Brine Water* Dengan Injeksi Gas CO₂

Metalurgi, Vol 31 No. 3 Desember 2016

Crude oil yang mengandung *brine water* dengan kadar NaCl dan HCO₃⁻ yang tinggi serta adanya gas CO₂ yang terlarut dapat meningkatkan potensi korosi pada pipa. Penggunaan inhibitor korosi alami menjadi alternatif baru untuk menyelesaikan masalah tersebut. Bahan alam dipilih sebagai alternatif karena bersifat aman, mudah didapatkan, bersifat *biodegradable*, biaya murah, dan ramah lingkungan. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan ekstrak tembakau terhadap laju korosi dan efisiensi inhibisi yang dihasilkan dengan menambahkan pembaharuan penelitian berupa penginjeksian gas CO₂ secara kontinu yang belum ada pada penelitian sebelumnya. Pengujian pada penelitian ini menggunakan *spectroscopy* untuk mengetahui komposisi kimia sampel baja API 5L X-52, TLC. Densitometri digunakan untuk mengetahui kadar nikotin pada sampel tembakau. *Gamry Potensiostat Type 6.25* digunakan untuk pengujian polarisasi Tafel dan EIS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa data laju korosi baja API 5L X-52 mengalami penurunan dengan penambahan ekstrak tembakau. Penurunan optimum laju korosi terjadi pada penambahan 60 ppm ekstrak tembakau pada larutan ABW 1 sebesar 8,95 mpy dan ABW 2 sebesar 9,87 mpy. Peningkatan optimum efisiensi inhibisi terjadi pada penambahan 60 ppm ekstrak tembakau, untuk larutan ABW 1 sebesar 79,51% dan ABW 2 sebesar 80,94%. Efisiensi inhibisi mulai mengalami penurunan kembali pada penambahan 80 ppm, untuk larutan ABW 1 sebesar 42,32% dan ABW 2 sebesar 68,71%.

Kata Kunci: Baja API 5L X-52, inhibitor korosi, ekstrak tembakau, laju korosi, polarisasi

Effect of Addition of Extracted Tobacco Inhibitor to The Corrosion Rate of Internal Steel Pipe API 5L X-52 in Artificial Brine Water With CO₂ Gas Injection

Crude oil containing brine water with high concentration of NaCl and HCO₃ and the presence of dissolved CO₂ gas may increase the potential for corrosion in the pipeline. The use of natural corrosion inhibitor is one of the alternative to solve these problem. Natural materials were chosen as an alternative because it is safe, readily available, biodegradable, low cost, and environmentally friendly. This study was conducted to determine the effect of tobacco extracts on the rate of corrosion and inhibition efficiency. The novelty of this research is a continuous injection of CO₂ gas that does not exist in previous research. Spectroscopy analysis was conducted to determine the chemical composition of samples of steel API 5L X-52, TLC densitometry was used to determine the levels of nicotine in tobacco sauce. Gamry Potensiostat Type 6:25 was used for testing the corrosion behavior, using the Tafel polarization and EIS methods. The results show that, the corrosion rate of samples decreased with the addition of tobacco extracts. The addition of 60 ppm of tobacco extract in a solution decrease corrosion rate samples at 8.95 mpy in ABW 1 and 9.87 mpy in ABW 2. Optimum inhibition efficiency occurs upon the addition of 60 ppm tobacco extracts, for the solution of ABW 1 by 79.51% and amounted to 80.94% ABW 2. The inhibition efficiency began to decline by the addition of 80 ppm, to 42.32% in ABW 1 by and 68.71% in ABW 2.

Keywords: Steel of API 5L X-52, corrosion inhibitor, tobacco extracts, rate of corrosion, polarization



PENGARUH ADITIF DALAM LARUTAN *WATTS BUFFER* SITRAT TERHADAP KARAKTERISTIK DEPOSIT NIKEL PADA PROSES PELAPISAN BAJA KARBON RENDAH

Bambang Widyanto* dan Dewi Idamayanti
 Program Studi Teknik Material Institut Teknologi Bandung
 Jl. Taman Sari No.10 Bandung
 E-Mail: * bambwid@cbn.net.id

Masuk Tanggal : 21-07-2016, revisi tanggal : 30-08-2016, diterima untuk diterbitkan tanggal 09-01-2017

Intisari

Penelitian mengenai substitusi asam borat dalam larutan Watts untuk elektroplating nikel telah dilakukan dengan mempergunakan asam sitrat. Nikel didepositkan pada baja karbon rendah dengan metode elektroplating pada suhu 50 °C, pH 4, dan rapat arus 0,17A/cm² selama 5 menit. Aditif yang digunakan untuk menghasilkan deposit *bright nickel* adalah natrium lauril sulfat sebagai surfaktan, *saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* sebagai *brightener*. Hasil penelitian menunjukkan buffer sitrat dalam larutan Watts meningkatkan kekerasan deposit nikel sampai 431±9 VHN, deposit cenderung lebih getas dan menghasilkan porositas. Natrium lauril sulfat 0,08 g/L efektif dapat menghilangkan porositas, sedikit meningkatkan kekerasan deposit menjadi 482±4 VHN dan cenderung menjadi lebih ulet. Sinergi *saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* (1,5 : 0,15 g/L) sebagai *brightener* menghasilkan permukaan yang *bright* dan meningkatkan kekerasannya lagi sampai 587±6 VHN. Daya rekat deposit nikel pada baja karbon rendah relatif kuat yang telah dibuktikan dengan melakukan *bend test*. Penggunaan *brightener* dapat berperan juga sebagai *grain refinement* pada proses pelapisan ini yang ditunjukkan oleh hasil pengamatan morfologi permukaan deposit, dimana butir yang diamati lebih halus bila dibandingkan dengan hasil pelapisan tanpa *brightener*. Ketebalan deposit yang dihasilkan belum dapat sepenuhnya berada dalam kondisi yang homogen, dimana tebal pada bagian tengah adalah 6,8 – 11 µm dan pada bagian tepi adalah 12 – 33 µm.

Kata Kunci: Lapis listrik nikel, larutan Watts, elektrolit asam borat, elektrolit asam sitrat

Abstract

Research on the substitution of boric acid with citric acid in Watts electrolyte for nickel electroplating on low carbon steel has been conducted. Nickel was deposited on low carbon steel by electroplating method at 50 °C, pH 4, and the current density 0,17A / cm² for 5 minutes. The additives that used to produce a bright nickel deposit are sodium lauryl sulfate as a surfactant, *saccharin* and *2-butyne-1,4-diol* as a *brightener*. The results showed Watts citrate buffer solution can increase the hardness of nickel deposits up to 431 ± 9 VHN, deposits tend to be more brittle and generate porosity. Lauryl sulfate 0.08 g / L can effectively eliminate porosity, slightly increase the hardness of the deposit be 482 ± 4 VHN and tend to be more resilient. Synergies *saccharin* and *2-butyne-1,4-diol* (1.5 to 0.15 g/L) as the *brightener* produces bright surface and harden up to 587 ± 6 VHN. Adhesion to deposit nickel on low carbon steel is relative strong which has been proved by performing *bend test*. The use of *brightener* can play a role as well as *grain refinement* in the coating process. It is shown by the results of morphological observation surface of nickel deposit that deposit grains with *brightener* is finer than without *brightener*. The thickness of deposit can not fully be homogeneous which the middle area is thicker 6.8 to 11 µm than the edge 12-33 µm.

Keywords: Nickel electroplating, Watts solution, boric acid electrolyte, citric acid electrolyte

1. PENDAHULUAN

Proses lapis listrik (*electroplating*) nikel merupakan metode pengerjaan permukaan yang

ekonomis untuk membentuk deposit nikel pada permukaan logam lain melalui proses elektrolisis. Penggunaan proses lapis nikel tidak hanya untuk aplikasi dekoratif tapi juga

untuk meningkatkan ketahanan abrasi dan korosi pada logam dasar seperti baja karbon rendah. Salah satu logam yang biasa dikenai *electroplating* dengan nikel adalah baja karbon rendah. Tujuannya yaitu meningkatkan nilai dekorasi, melindungi baja terhadap korosi dan meningkatkan kekerasan serta ketahanan aus permukaan baja. Tampilan permukaan lapisan nikel dapat terlihat kusam, sedikit mengkilap atau mengkilap. Karakteristik lapisan nikel yang didepositkan diatur melalui kontrol komposisi elektrolit, penambahan aditif dan kondisi proses. Pada aplikasi industri, biasanya *electroplating* nikel menggunakan larutan *Watts* yang terdiri dari nikel sulfat, nikel klorida dan asam borat sebagai *buffer*. Asam borat selain dapat menyangga pH elektrolit, juga meningkatkan kehalusan permukaan dan keuletan deposit^[1].

Penggunaan asam borat sudah dilarang oleh pemerintah Indonesia dan juga beberapa negara maju seperti Jepang terkait dengan toksisitas lingkungan karena memberikan efek racun terhadap manusia dan lingkungan. Doi dan Mizumoto^[1] sudah merekomendasikan asam sitrat sebagai pengganti asam borat karena lebih murah, tidak beracun dan meningkatkan harga kekerasan deposit nikel sampai 450 VHN.

Konsentrasi penelitian ini difokuskan pada proses lapis listrik nikel untuk aplikasi dekoratif (*bright nickel*) yang mengutamakan penampilan selain ketahanan korosinya. Dalam penelitian ini akan dilakukan kajian mengenai pengaruh asam sitrat sebagai pengganti asam borat dalam larutan *Watts* dan menganalisis pengaruh surfaktan/*wetting agent* yaitu natrium lauril sulfat serta *brightener* yaitu *saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* terhadap sifat deposit nikel pada baja karbon rendah. Karakterisasi yang dilakukan meliputi ketebalan, kekerasan, homogenitas lapisan, morfologi permukaan, dan daya lekat deposit.

2. PROSEDUR PERCOBAAN

A. Bahan

Sebagai katoda diambil baja karbon rendah dengan spesifikasi sesuai dengan Tabel 1 di bawah dalam dimensi 2 cm x 3 cm. Katoda dihaluskan bertingkat dengan ampelas sampai ukuran 1000 kemudian dipoles. Setelah itu dilakukan *degreasing* dengan mempergunakan trikloroetilen dan akhirnya *pickling* dengan HCl 10%.

Anoda yang dipergunakan adalah nikel murni yaitu 99,5% nikel berbentuk kubus

kemudian dirol sehingga dimensi akhirnya 2 cm x 5 cm dengan ketebalan 2 mm.

Tabel 1. Komposisi baja karbon rendah dari pengujian spektrometer emisi

Unsur	%berat	Unsur	%berat
C	0,03831	Cu	0,13917
Si	0,01278	W	0,00110
S	0,00591	Ti	0,00177
P	0,00704	Sn	0,01115
Mn	0,14799	Al	0,03201
Ni	0,04849	Pb	0,00130
Cr	0,03557	Zn	0,00563
Mo	0,00129	Fe	<i>Balanced</i>

Cairan elektrolit *Watts* yang dipergunakan ditunjukkan dalam Tabel 2.

Tabel 2. Cairan dan kondisi proses *electroplating*

Komposisi	Watts	buffer	Watts	buffer
	asam (g/L)	borat (g/L)	asam (g/L)	sitrat (g/L)
(pemanding)				
NiSO ₄ 2H ₂ O	280		280	
NiCl ₂ 2H ₂ O	45		45	
Asam borat	40		-	
Asam sitrat	-		17	
Na-lauril sulfat	0,08		0,08	
<i>Saccharin</i>	0,5 -2,0		0,5 -2,0	
<i>2-butyne-1,4-diol</i>	0,05-0,2		0,05-0,2	
Kondisi proses	pH 4,0 (diatur dengan NaOH 40%), rapat arus 0,17 A/cm ² , suhu 50 °C, waktu <i>plating</i> 5 menit			

Semua bahan mempunyai kemurnian teknis. *Electroplating* dilakukan menggunakan elektrolit *Watts buffer* sitrat dan *Watts buffer* borat sebagai pembanding.

B. Karakterisasi

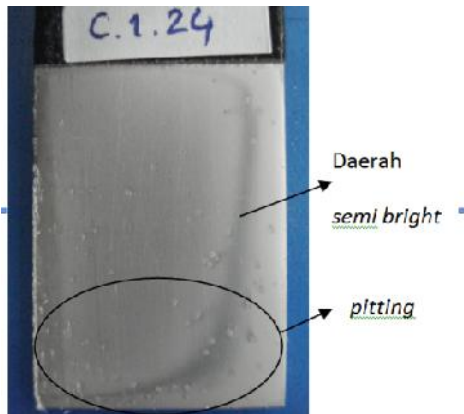
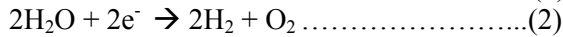
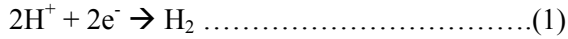
Karakterisasi yang dilakukan pada deposit nikel adalah uji keras dengan *microvickers* pada arah melintang, pengukuran ketebalan dengan mikroskop optik, pengamatan morfologi permukaan dan komposisi deposit dengan SEM-EDS (*scanning electron microscope-energy dispersive spectrometer*), pengujian kualitatif daya rekat dengan *bending test* serta ketahanan korosi dengan *salt spray* dalam lingkungan NaCl 5%.

3. HASIL DAN DISKUSI

A. Pengaruh Asam Sitrat sebagai *Buffer*

Hasil deposisi nikel pada permukaan baja karbon rendah sangat dipengaruhi oleh jenis *buffer*. *Buffer* sitrat menghasilkan banyak cacat berbentuk *pitting* pada deposit nikel. Adanya

pitting diakibatkan oleh menempelnya gelembung gas terutama hidrogen pada permukaan katoda (baja karbon rendah). Hidrogen dihasilkan dari reaksi kompetitif pada katoda berasal dari H^+ atau dari reduksi air melalui reaksi :



Gambar 1. Foto makro deposit nikell menggunakan elektrolit *Watts buffer* sitrat

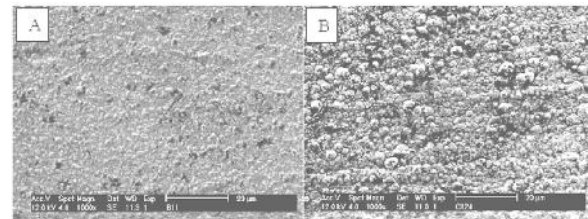
Penggunaan *buffer* borat cenderung menghasilkan sedikit *pitting* dibanding *buffer* sitrat hal ini disebabkan *buffer* borat selain berfungsi sebagai penyangga pH juga dapat menurunkan tegangan permukaan sehingga dapat meminimalisir terikatnya hidrogen pada permukaan baja^[2]. Diduga *buffer* sitrat tidak mempunyai efek menurunkan tegangan permukaan sehingga hidrogen tetap terikat pada permukaan baja.

Adanya hidrogen pada permukaan baja akan menghalangi proses deposisi. Nikel terdepositkan dan tumbuh di sekitar gelembung hidrogen. Daerah tersebut akhirnya akan menghasilkan *pitting* dan menjadi sumber porositas deposit nikell. Menurut Bicelli dkk^[3], porositas deposit nikell berkaitan erat dengan terikatnya hidrogen.

Senyawa sitrat memberikan efek menghalangi proses deposisi nikell pada permukaan katoda (baja). Mekanismenya asam sitrat membentuk senyawa kompleks dengan nikell (disimbolkan dengan $NiCit^-$) yang dapat teradsorpsi pada permukaan katoda (baja) dan menghalangi sisi aktif untuk reduksi Ni^{2+} menjadi Ni.

Melalui pengamatan morfologi permukaan deposit, *buffer* sitrat mempengaruhi terbentuknya ukuran butir. Pada Gambar 2 butir deposit dari *buffer* sitrat menyerupai *cauli flower*. Menurut penelitian Li Chao-qun dkk^[2], butir *cauli flower* ini terdiri dari koloni-koloni

besar yang merupakan akumulasi dari deposit bola-bola halus. Bicelli^[3] menyebutkan asam sitrat berfungsi pula sebagai penghalus butir (*grain refinement*). Butir-butir halus terbentuk karena kecepatan pengintian deposit (*nucleation rate*) lebih tinggi dari kecepatan pertumbuhan butir (*growth rate*).



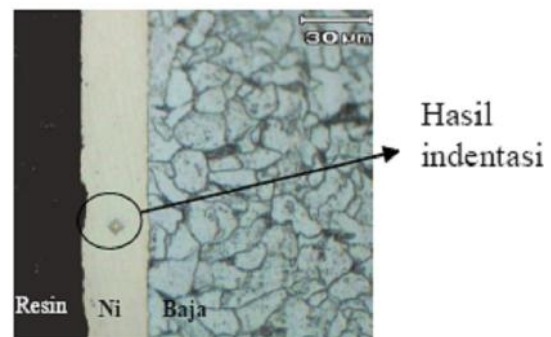
Gambar 2. Hasil SEM deposit nikell menggunakan *buffer* borat 40 g/L(A) dan sitrat 40 g/L (B)

Hal ini menunjukkan asam sitrat lebih efektif menghalangi sisi aktif pertumbuhan butir dari pada asam borat dan cenderung meningkatkan kecepatan pengintian sehingga menghasilkan ukuran butir deposit yang lebih halus. Efek penghalusan butir inilah yang diduga dapat meningkatkan kekerasan deposit nikell secara signifikan. Sesuai dengan persamaan (3) *Hall Petch* yaitu penurunan ukuran butir (d) akan meningkatkan kekerasan material (H).

$$H = H_0 + k.d^{-1/2} \dots\dots\dots(3)$$

Kekerasan deposit nikell dari *buffer* sitrat yang diuji pada arah *cross section* (Gambar 3) mencapai 431 ± 9 VHN, sedangkan deposit nikell dari *buffer* borat 275 ± 18 VHN.

Merujuk pada hasil penelitian yang sudah dilakukan Doi dan Mizumoto^[1] yaitu kekerasan deposit nikell dari *Watts-sitrat* dihasilkan 450 VHN.

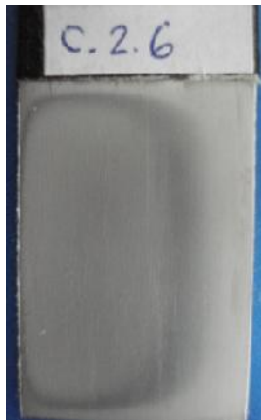


Gambar 3. Hasil indentasi deposit dengan microvickers beban 25 gf. Etsa Nital 2%

B. Pengaruh Natrium Lauril Sulfat sebagai Surfaktan/*Wetting Agent*

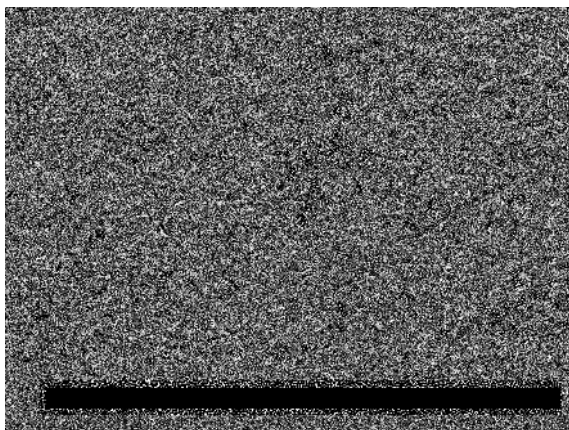
Natrium lauril sulfat merupakan surfaktan anionik yang bekerja menurunkan tegangan

permukaan. Penambahan natrium lauril sulfat dalam elektrolit *Watts buffer* sitrat efektif menurunkan/mengontrol jumlah *pitting* akibat adsorpsi hidrogen pada permukaan baja seperti tampak pada Gambar 4. Konsentrasi natrium lauril sulfat yang ditambahkan mengacu pada penelitian Burzyn'ska dan Rudnik^[2] yaitu 0,08 g/L.



Gambar 4. Foto makro penambahan natrium lauril sulfat 0,08 g/L terhadap permukaan deposit nikel menggunakan elektrolit *Watts buffer* sitrat

Harga kekerasan deposit nikel yang dipengaruhi oleh natrium lauril sulfat sedikit meningkat 482 ± 4 VHN sementara morfologi permukaan deposit (Gambar 5) cenderung berubah terlihat dari pola butir deposit yang berbeda dibandingkan tanpa penambahan lauril sulfat (Gambar 2B).



Gambar 5. Hasil SEM deposit nikel akibat penambahan natrium lauril sulfat 0,08 g/L pada *Watts buffer* sitrat

C. Pengaruh *Saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* sebagai *Brightener*

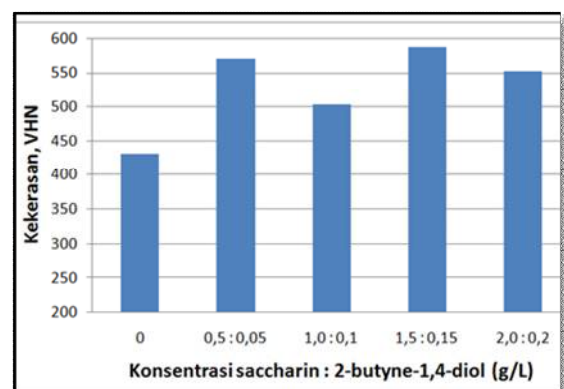
C.1 Pengaruh Terhadap Ukuran Butir dan Kekerasan

Saccharin merupakan *brightener* kelas I sedangkan *2-butyne-1,4-diol* merupakan *brightener* kelas II. Sinergi keduanya dapat

menghaluskan butir, meningkatkan *brightness* juga meningkatkan kekerasan deposit. Sesuai dengan aturan *Hall-Petch*, penurunan diameter butir sebanding dengan peningkatan kekerasannya. *Saccharin* yang teradsorpsi menghalangi difusi permukaan atom dan dapat menurunkan tegangan dalam deposit akibat *2-butyne-1,4-diol* serta mereduksi ukuran butir sampai tingkat nanometer^[2]. Dapat dibuktikan pada Gambar 7, pengaruh dari *brightener saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* menghasilkan ukuran butir deposit sedemikian halusanya.

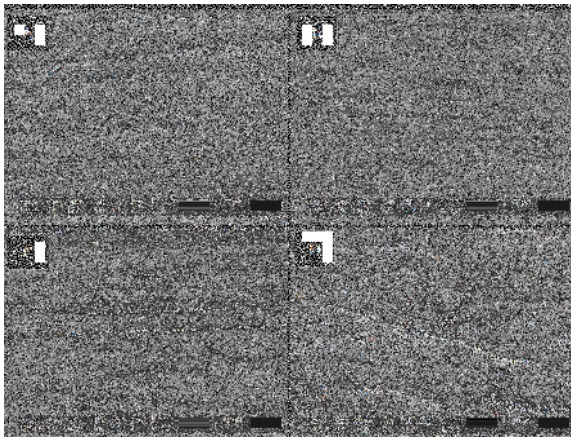
Saccharin mengandung sulfur dan *2-butyne-1,4-diol* mengandung karbon, keduanya ikut terdepositkan (*codeposition*) pada deposit nikel dan berperan sebagai *solid solution strengthener* tetapi dapat menyebabkan *intergranular embrittlement*^[5]. *Embrittlement* terjadi karena pembentukan lapisan getas nikel sulfida pada batas butir^[4]. Namun demikian kehadiran sulfur maupun karbon dalam deposit nikel tidak dapat ditentukan secara kuantitatif dengan EDS yang terintegrasi pada alat SEM. Pengujian EDS dilakukan pada deposit *Watts-sitrat* yang mengandung *brightener* dan hasilnya menunjukkan bahwa deposit mengandung 100% nikel. Dapat disimpulkan bahwa peningkatan kekerasan deposit dapat diakibatkan oleh pengaruh *brightener* melalui mekanisme reduksi ukuran butir (*grain refinement*), juga adanya *solid solution strengthener* dari kodeposisi sulfur dan karbon.

Bertambahnya konsentrasi *brightener* meningkatkan kekerasan deposit nikel ditunjukkan pada Gambar 6. Kekerasan tertinggi dari deposit *Watts-sitrat* 587 ± 6 VHN pada konsentrasi *brightener saccharin* : *2-butyne 1,4-diol* (1,5 : 0,15)g/L.



Gambar 6. Pengaruh *brightener* terhadap kekerasan deposit nikel dari *Watts buffer* sitrat

Peningkatan harga kekerasan deposit nikel sebagai akibat semakin halusanya butir deposit (Gambar 7).



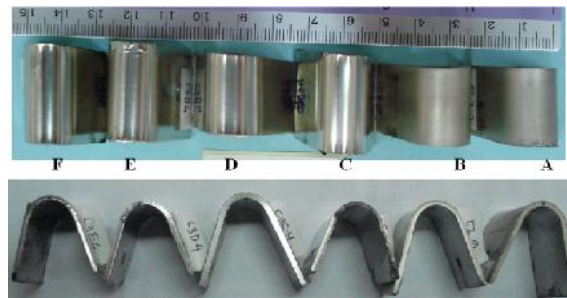
Gambar 7. SEM morfologi deposit nikel dari Watts sitrat mengandung natrium lauril sulfat 0,08 g/L + *brightener saccharin : 2-butyne 1,4-diol* [A] (0,5:0,05), [B] (1,0:0,1), [C] (1,5:0,15) [D] (2,0:0,2) g/L

C.2 Pengaruh Terhadap Daya Rekat Deposit

Daya rekat deposit diuji dengan metode *bend test* seperti pada Gambar 8. *Bend test* merupakan salah satu pengujian kualitatif terhadap daya rekat dan tingkat keuletan deposit^[1]. Hasil pengujian menunjukkan deposit nikel *Watts-sitrat* terikat relatif kuat pada baja, bagian yang mengalami *bending* tidak retak. Retak hanya terjadi pada bagian tepi dan merupakan daerah yang paling tebal deposit nikelnya. Dari hasil *bend test*, asam sitrat selain meningkatkan kekerasan juga menyebabkan deposit nikel menjadi getas sedangkan asam borat menghasilkan deposit yang lebih ulet dari asam sitrat. Diduga penggetasan deposit *Watts-sitrat* diakibatkan oleh adanya *hydrogen embrittlement* dan *stress* yang tinggi seperti hasil penelitian Doi dan Mizumoto^[1] bahwa larutan *Watts* tanpa aditif akan menghasilkan *stress* yang lebih tinggi pada deposit. Dengan penambahan natrium lauril sulfat, deposit *Watts-sitrat* menjadi lebih ulet. Deposit nikel dari *Watts-sitrat* yang mengandung *brightener saccharin : 2-butyne-1,4-diol* (0,5:0,05 g/L) juga cenderung lebih ulet dibandingkan deposit nikel tanpa aditif, tetapi pada *brightener saccharin : 2-butyne-1,4-diol* (2,0 : 0,2 g/L) terjadi pengelupasan bagian tepi dan deposit menjadi lebih getas. Diduga pada konsentrasi *brightener* tersebut terjadi peningkatan *stress* dan peningkatan nikel sulfida pada batas butir sehingga menyebabkan *intergranular cracking*^[6-7].

Ketebalan deposit yang dihasilkan tidak merata, bagian tengah 6,8 – 11,0 μm , bagian tepi 12,0 – 33,0 μm . Dari hasil pengukuran ketebalan deposit, adanya aditif tidak mempengaruhi terhadap kecepatan deposisi. Hal ini dibuktikan dengan ketebalan deposit

yang dihasilkan baik dengan atau tanpa aditif relatif sama.



Gambar 8. Hasil *bend test* deposit nikel *Watts-sitrat*. [A] Tanpa aditif, [B] mengandung 0,08 g/L Na-lauril sulfat, [C-F] mengandung 0,08 g/L Na-lauril sulfat dan *brightener saccharin : 2-butyne-1,4-diol* dengan perbandingan: [F] (0,5:0,05), [C] (1,0:0,1 g/L), [D] (1,5:0,15 g/L), [E] (2,0:0,2 g/L)

Berdasarkan mekanisme pembentukan deposit, atom nikel hasil reduksi yang teradsorpsi permukaan baja akan berdifusi terlebih dahulu pada sisi tumpukan atom, sisi tangga atom, sudut, dan tepi karena pada daerah ini terdapat medan listrik yang paling tinggi sehingga kecepatan deposisi pun menjadi lebih tinggi dari pada daerah datar dan menghasilkan deposit yang lebih tebal^[3].

4. KESIMPULAN

Substitusi asam borat oleh asam sitrat sebagai *buffer* dalam larutan *Watts* dapat menghasilkan kekerasan secara signifikan mencapai 431 ± 9 VHN. Peningkatan kekerasan terjadi dengan mekanisme *grain refinement*. Natrium lauril sulfat efektif sebagai surfaktan, mereduksi *pitting* akibat hidrogen dan meningkatkan kekerasan deposit nikel *Watts-sitrat* sampai 482 ± 4 VHN. Sinergi *brightener saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* dapat menghasilkan deposit *Watts-sitrat bright homogen*, menghaluskan butir dan meningkatkan kekerasan sampai 587 ± 6 VHN pada komposisi *saccharin : 2-butyne-1,4-diol* (1,5 : 0,15 g/L). Daya lekat deposit relatif kuat, deposit *Watts-sitrat* tanpa aditif cenderung lebih getas. Penambahan natrium lauril sulfat meningkatkan keuletan deposit. Semakin tinggi konsentrasi *brightener* cenderung menghasilkan deposit yang getas pula.

UCAPAN TERIMAKASIH

Terima kasih sebesar-besarnya kepada Koordinator Laboratorium Metalurgi, Program Studi Teknik Material ITB yang telah memberikan kesempatan luas untuk melakukan

penelitian ini, dan juga kepada para teknisi laboratorium yang telah membantu membuat percobaan yang dilakukan, sehingga penelitian ini dapat memberi hasil yang memuaskan.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Doi, T. and Mizumoto, K., "Bright Nickel Plating from Nickel Citrate Electroplating Baths," *Tokyo Metropolitan Industrial Technology Research Institute.*, 2004.
- [2] Li Chao-qun, Li Xin-hai, Wang Zhi-xin, Guo, Hua-jun, "Nickel Electrodeposition from Novel Citrate Bath," *Trans Nonferrous Met. Soc. China.*, Vol. 17, pp. 1300-1306, 2007.
- [3] Bicelli, L.P., Bozzini, B., Mele, C., D'Urzo, L., "A Review Of Nanostructural Aspects Of Metal Electrodeposition," *Int. J. Electrochem. Sci.*, Vol. 3, pp. 356 – 408, 2008.
- [4] Kim, S.H., Sohn, H.J., Joo, Y.C., Yim, T.H., Lee, H.Y., Kang, T., "Effect of Saccharin Addition on The Microstructure of Electrodeposited Fe-36 wt.% Ni alloy," *Surface & Coatings technology.*, Vol. 199, pp. 43-48, 2005.
- [5] Dini, J.W., "Electrodeposition : The Materials Science Of Coatings & Substrates," by *Noyes Publications, United States of America.*, 1993.
- [6] Burzyn'ska, L. and Rudnik, E., "The Influence of Electrolysis Parameters on The Composition and Morphology Of Co-Ni Alloys," *Hydrometallurgy.*, Vol. 54, pp. 133–149, 2000.
- [7] Chauhan, K.S. and Lakra, S.K., "Effect Of Substrate Texture On Electroplating, Bachelor Of Technology In Metallurgical And Materials Engineering," *National Institute Of Technology Rourkela.*, 2010.