

PEMBUATAN SERBUK NIKEL DENGAN
PENGENDAPAN KATODIK ELEKTROLISA

GARAM NIKEL SULFAT

Oleh :
Hendly B.*
P. Nasution*
Rochim S.**

RINGKASAN

Metalurgi serbuk adalah fenomena pembentukan part yang spesifik yang melibatkan teknik pembuatan serbuk, kompaksi, sintering dan proses tambahan yang ditujukan untuk meningkatkan mutu produk part yang akan dibuat. Proses pembuatan serbuk Nikel dan pengendapan katodik elektrolisa (Electrodeposition) merupakan salah satu cara pembuatan serbuk Nikel yang relatif paling mudah dan menghasilkan serbuk yang cukup baik untuk teknik pembuatan part dari serbuk logam tersebut.

I. PENDAHULUAN

Metalurgi serbuk (Powder metallurgy) adalah salah satu proses pembuatan part-part product yang dapat dikembangkan dalam suatu pembuatan part apabila cara lain kurang dapat dipergunakan. Proses teknik metalurgi serbuk memakai bahan baku serbuk logam yang dihasilkan melalui proses tertentu dengan melibatkan teknik pemadatan dengan suatu tekanan (kompaksi) yang diikuti oleh pemanasan (sintering) dalam suatu cetakan tertentu, untuk mendapatkan bentuk part yang akan dihasilkan. Proses metalurgi serbuk pada saat kompaksi menggunakan bahan tambahan sebagai bahan pengikat (dapat berupa unsur logam maupun non logam) untuk memperbaiki kemampuan kompaksinya, dalam kasus tertentu proses kompaksi yang dilakukan, bersamaan dengan proses sinteringnya.

Secara umum, proses metalurgi serbuk hanya bisa digunakan dalam arti efisiensi produksi dan teknisnya, apabila : material produk harus memiliki homogenitas (Keseragaman) yang kontinu dalam persyaratannya, serta hal ini tidak dapat dilakukan dengan cara pemaduan konvensional. Proses ini pun banyak dikenal dalam pembuatan perkakas dari material karbida yang agak sulit dilakukan dalam proses permesinan.

Karena melibatkan bahan baku dalam bentuk serbuk logam maka keberhasilan proses yang diukur dalam pembuatan suatu produk akan sangat dipengaruhi oleh bentuk, ukuran dan parameter-parameter lain yang ada dalam partikel serbuk yang digunakan. Lebih

lanjut parameter-parameter serbuk ini dipengaruhi oleh teknik-teknik pembuatan serbuk yang dipakai serta jenis logamnya.

Awal pembuatan part dalam proses metalurgi serbuk adalah mempelajari karakteristik partikel serbuk logam yang akan dilibatkan dalam proses tersebut, diantaranya :

1. struktur partikel serbuk
2. temperatur leleh dari partikel serbuk
3. plastisitas dan elastisitas partikel serbuk
4. tingkat kemurnian partikel serbuk
5. ukuran partikel rata-rata
6. distribusi ukuran partikel
7. permukaan spesifik partikel (luas permukaan per berat partikel)
8. apparent density
9. aliran material serbuk
10. kondisi gesekan antar serbuk
11. kompresibilitas (mampu kompaksi)

Keseluruhan karakteristik serbuk tersebut, akan sangat dipengaruhi oleh pembuatan yang digunakan dalam menghasilkan serbuk. Maka untuk keperluan tersebut makalah ini meninjau parameter serbuk yang dihasilkan dari proses pengendapan katodik dari reaksi elektrolisa (electrodeposition process) yang dilakukan pada suhu kamar.

Pengamatan lebih lanjut parameter serbuk yang diteliti adalah : Ukuran serbuk (tingkat kehalusannya), distribusi ukuran serbuk yang dihasilkan, bentuk serbuk hasil proses pengendapan katodik serta tingkat kemurnian serbuknya. Teknik-teknik elektrolisa yang digunakan hampir mirip dengan teknik elektrolisa

* STTIB - Metalurgi
** Jurusan Mesin ITB

yang diterapkan dalam proses pelapisan logam, hanya saja untuk menghasilkan produk serbuk menggunakan rapat arus yang lebih tinggi dengan konsentrasi larutan yang lebih pekat agar meningkatkan laju pengendapan di permukaan katoda yang dipakai, dengan menaikkan aktifitas ioniknya selama proses berlangsung.

II. PEMBUATAN SERBUK LOGAM DENGAN ELEKTROLISA

2.1 Pengendapan Logam

Pengendapan logam dengan cara elektrolisa akan menghasilkan endapan yang melekat pada katoda, melalui suatu pengendalian faktor-faktor proses penting.

Proses elektrolisa untuk memproduksi serbuk logam diklasifikasikan dalam tiga kelompok berdasarkan produk serbuk yang akan dibuat, yakni :

- (a). Pengendapan logam keras dan rapuh, serbuk logam yang akan dihasilkan melalui proses communication mekanis, seperti proses penggerindaan.
- (b). Pengendapan serbuk logam lunak dan spongy, serbuk logam akan dihasilkan dengan suatu proses lanjut pulverisation (pelumatan).
- (c). Pengendapan langsung menjadi serbuk dari larutan elektrolitnya.

Bentuk produk cara pertama tidak cocok untuk keperluan pencetakan (moulding). Tetapi serbuk hasil elektrolisa yang sangat cocok untuk berbagai pemakaian dihasilkan dari dua proses yang terakhir.

Endapan produk yang bersifat keras dan rapuh (getas) akan didapat dengan cara mudah akan tetapi serbuk yang dihasilkan akan berbentuk jarum (needle-like) setelah melalui proses penghancuran, bentuk ini akan sulit dikompaksi dalam kondisi biasa. Kemampuan penekanan serbuk-serbuk ini dapat ditingkatkan dengan menerapkan proses anil.

Variabel-variabel proses yang diperlukan untuk pengendalian sifat kimia dan sifat fisik serbuk dapat dilakukan dalam beberapa cara, diantaranya dengan mengatur :

1. Komposisi elektrolit (konsentrasi logam dan derajat keasaman/PH dari larutan yang dipakai).
2. Temperatur elektrolit pada saat beroperasi.
3. Laju sirkulasi dari elektrolit.
4. Rapat arus yang diberikan pada elektroda.
5. Ukuran dan jenis katoda dan anoda serta jarak antara kedua elektroda saat proses dilakukan.
6. Pengupasan endapan pada katoda.

7. Agent-agent penambah sebagai katalis yang digunakan pada larutan yang dipergunakan.

Hubungan variabel-variabel proses diatas dan sifat serbuk yang dihasilkan memerlukan suatu pengamatan khusus dalam setiap jenis logam.

Pada proses pembuatan serbuk, rapat arus yang digunakan lebih besar dari yang digunakan untuk proses pemurnian logam. (electrorefining dan electrorefining) atau proses pelapisan permukaan (electroplating). Endapan yang akan dihasilkan akan lebih porous dengan timbulnya gas hidrogen pada katoda, hingga memungkinkan mencapai derajat keasaman yang cukup tinggi dengan konsentrasi ion logam yang rendah. Agent penambah yang mengandung zat organik yang cocok dalam bentuk koloid akan berperan sebagai pemusatan kristalisasi dengan memperbaiki formasi kristal-kristal kecil pada pembentukan butir yang lebih besar.

Semua serbuk produk elektrolisa setelah dikupas dari katoda harus dilakukan pencucian dan pengeringan, jika masih ada elektrolit yang melekat pada partikel, tertinggal di permukaan atau dalam rongga partikel, akan menimbulkan oksidasi yang cepat selama berada dalam atmosfer terbuka.

Struktur serbuk produk elektrolisa umumnya berbentuk kristalin dengan bentuk dendritik seperti paku (needle-like). Dengan bentuk seperti itu akan menampilkan mampu cetak yang baik karena partikel-partikelnya akan membentuk ikatan saling menghambat (interlocking) selama proses kompaksi. Proses elektrolisa lebih tepat diterapkan pada pembuatan serbuk paduan dengan cara pengendapan secara simultan dua jenis logam.

2.2 Pelumatan (Crushing dan Milling)

Prinsip proses pengecilan ukuran dengan cara pelumatan (milling) serta penghancuran (Crushing) memiliki karakteristik yang sama, hanya saja dibedakan oleh ukuran serbuk yang dihasilkannya : serbuk yang relatif kasar dihasilkan dalam proses crushing sedangkan serbuk yang relatif lebih halus dihasilkan dengan proses milling. Jenis perlengkapan crushing yang digunakan tergantung pada tingkat malleabilitas logam yang akan dihasilkan, untuk mempermudahnya serbuk logam - sebelum dicrushing biasanya dilakukan : "Embrittlement treatment".

Proses milling merupakan proses yang hampir dapat digunakan pada semua jenis logam paduan. Kerugian pada proses milling dapat ditimbulkan oleh adanya kontaminasi dari perkakas oleh keausan akibat gesekan, serta hasil proses

milling memiliki sifat sulit dalam pencetakannya (mouldabilitynya jelek sekali). Untuk mencegah kerugian tersebut digunakan media pendingin sebagai pelumas.

2.3 Cara Menentukan Bentuk dan Ukuran Serbuk

Cara penentuan ukuran bentuk serbuk dapat dilakukan dengan dua metoda, yaitu pengayakan dan penggunaan mikroskop. Pemakaian mikroskop bila serbuk tergolong dalam klasifikasi sebagai serbuk sub-sieve (325 mesh atau 45-60 mikron). Standar pengukuran serbuk menurut BAEZA, dapat dilihat pada tabel berikut ini :

TABEL 1. Cara Pengujian Ukuran Serbuk (menurut BAEZA)

Cara Pengujian	Ukuran Serbuk
1. Sieve	60 - 100.000
2. Elutriation	05 - 100
3. Sedimentasi	01 - 100
4. Mikroskop	0,3 - 100
5. Turbidimeter	0,2 - 50
6. Ultramikroskop	0,05 - 2,0
7. Electronmikroskop	0,05 - 1,0
8. Adsorption	0,001 - 10

2.3.1 Screen-test (Pengayakan)

Distribusi ukuran partikel dari serbuk logam yang digunakan untuk pencetakan ditentukan dengan cara pengayakan.

Angka kehalusan serbuk dinyatakan dalam standar GFN (Grain Finenes Number)

$$GFN = \frac{E W_n S_n}{E W_n}$$

E W_n = Berat pasir tiap ayak (gram)
E S_n = konstanta pelipat

Harga tetapan S_n disesuaikan dengan ukuran diameter ayak pada tiap lubang ayaknya (lihat tabel 2 berikut).

Tabel 2. Harga Pelipat S_n Untuk Penentuan GFN

Diameter Standar Ayakan (mm)	Harga S _n
1,4	06
1,0	09
0,71	15
0,50	25
0,355	35
0,25	45
0,18	60
0,125	81
0,09	118
0,063	164
alas	275

2.3.2 Bentuk Serbuk

Bentuk serbuk secara umum diklasifikasikan sebagai berikut :

1. Bentuk bulat (spherical)
2. Bentuk yang hampir bulat (semi-spheric)
3. Bentuk tidak teratur (irregular)
4. Bentuk dendritik
5. Bentuk angular
6. Bentuk eliptik
7. Bentuk serpih (flaky)

Dari seluruh bentuk yang ada, yang paling baik untuk proses sinter adalah bentuk angular dan spheric.

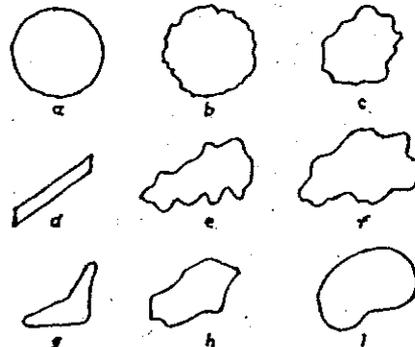


Fig. 1. Various shapes of metal powders.
a = spherical smooth
b = spherical rough
c = equiaxed irregular
d = acicular
e = dendritic
f = elongated, irregular
g = fragmented
h = angular
i = rounded

Gambar 1. Bentuk-bentuk Serbuk (Sketch)

Pengelompokan bentuk serbuk agak sulit diketahui, karena dipengaruhi oleh ratio perbandingan antara luas permukaan dan volume partikelnya, berdasarkan hal tersebut maka bentuk serbuk diklasifikasikan seperti pada gambar 1 di atas.

Berdasarkan analitik statistik menurut G. Herdan, faktor bentuk ditentukan berdasarkan analisa bentuk

rata-ratanya dan bukan ditentukan dari partikel individu serbuk.

Bentuk serbuk yang kompleks menurut H. Hausnerr didasarkan pada ukuran segi empat hasil proyeksi serbuk tersebut dan dihitung luasnya. Sehingga dapat diketahui harga luas proyeksi (A), panjang muka partikel (C), dan ukuran sisi segi empat (a dan b). dari data yang ada maka identifikasi bentuk partikel dapat diketahui lebih pasti. (Lihat contoh gambar 2 berikut ini).

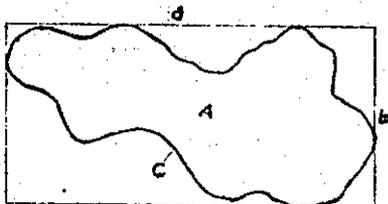


Fig. 3. Rectangle of minimum area drawn around the particle projection.
 a, b = side lengths of the rectangle
 A = area of the particle projection
 C = circumference of the projected particle

Gambar 2. Segi empat minimum hasil proyeksi bentuk partikel

Dari harga pengukuran tersebut akan dapat diketahui faktor ukuran (bulkiness factor y) dalam suatu ratio :

$$y = \frac{A}{a \cdot b}$$

Harga $y=1$ akan menunjukkan terisi penuhnya ruangan segi empat proyeksi. penurunan harga y akan menurunkan harga ukuran butir partikelnya. Untuk penentuan bentuk equiaxial dan panjang partikel bisa dihitung berdasarkan ratio ukuran a dan b, jadi :

$$x = a/b$$

Harga x ini bisa didefinisikan sebagai faktor panjang (Elongation factor), meskipun demikian harga x tidak bisa menentukan bentuk secara langsung. Harga x yang mendekati satu berarti bentuk partikel mendekati equiaxial.

Faktor lain yang menentukan bentuk butir adalah faktor permukaan (surface factor = z). Secara langsung harga z ditentukan berdasarkan formulasi yang mengambil bagian persamaan bentuk spheric, sebagai berikut :

$$z = \frac{C^2}{12,6 A} \quad \text{harga } 12,6 = 4$$

Harga z yang mendekati nilai 1 akan mendekati bentuk spheric dengan permukaan yang halus tetapi dengan meningkatnya kekasaran permukaan akan menaikkan harga z.

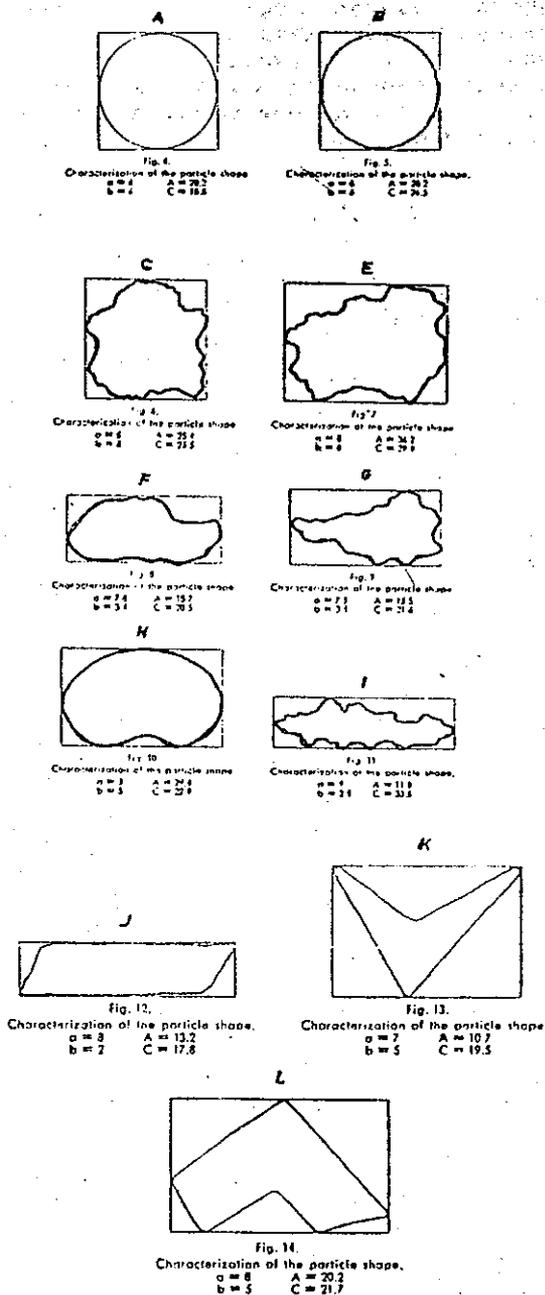
Jadi harga z merupakan faktor penentu harga kekasaran permukaan partikel.

Dari data x, y dan z maka bentuk partikel dapat terbagi lebih luas menjadi 14 bentuk sesuai harga faktor x, y, z nya. (Lihat gambar dan tabel berikut).

Tabel 3. Data ukuran dimensi relatif penentuan bentuk partikel serbuk

Relative Dimensions and Caharacteristic Data of Powder Particles of Various Shapes.

Shape No.	Relative Dimensions.				Particle characteristics.		
	a	b	A	C	x	y	z
A	6	6	28,2	18,8	1	0,78	1
B	6	6	28,2	26,5	1	0,78	1,98
C	6	6	25,4	25,5	1	0,71	2,04
E	8	6	36,2	29,4	1,34	0,76	1,89
F	7,6	3,4	18,7	20,5	2,23	0,72	1,77
G	7,5	3,8	15,5	21,6	1,97	0,54	2,2
H	8	5	29,4	22,9	1,6	0,74	1,4
I	9	2,5	11,8	33,5	3,6	0,52	7,5
J	8	2	13,2	17,8	4,0	0,83	1,89
K	7	5	10,7	19,5	1,4	0,31	2,8
L	8	5	20,3	21,7	1,6	0,5	1,84

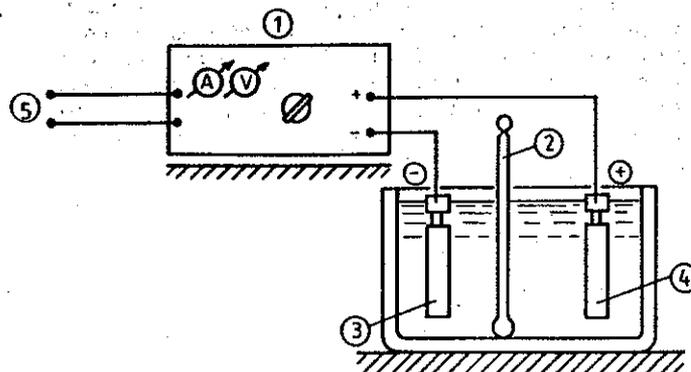


Gambar 3. Karakteristik bentuk partikel

III. HASIL PERCOBAAN

3.1 Percobaan Pengendapan Nikel Dengan Elektrolisa Garam Nikel Sulfat

Percobaan pengendapan Nikel dengan menggunakan larutan garam NiSO_4 dan NiCl_2 dilakukan dengan suatu reaksi elektrolisa umum dengan menggunakan rapat arus yang lebih tinggi dari proses elektrolisa untuk pelapisan. Skema percobaan dapat dilihat pada gambar berikut ini :



Gambar 4. Skema percobaan pengendapan Nikel

Komposisi larutan elektrolit yang dipergunakan, adalah sebagai berikut :

- Nikel-Sulfat (NiSO_4) = 30%
- Nikel-Klorid (NiCl_2) = 1,5%
- Asam Borat (HBO_3) = 1,20%
- Pelarut = air

Tabel 4. Persiapan Proses Elektrolisa

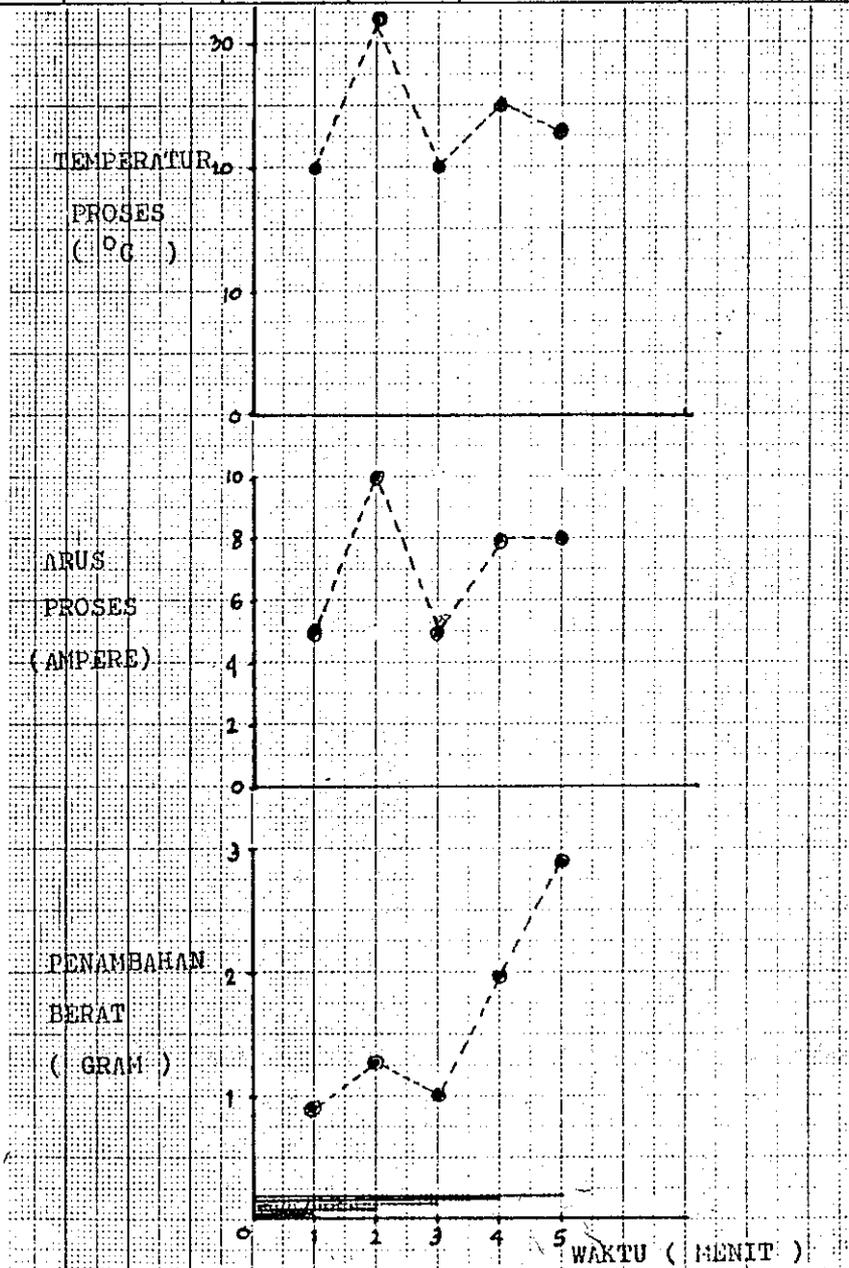
	KATODA	ANODA
1. Benda Kerja	Stainless steel aus tenitik	Nikel murni
2. Luas celup (cm^2)	2x(2,5x5)	2x(4x7,5)
3. Berat awal (gr)	6,790	-

Proses persiapan permukaan untuk benda kerja katoda adalah mengikuti langkah kerja sebagai berikut :

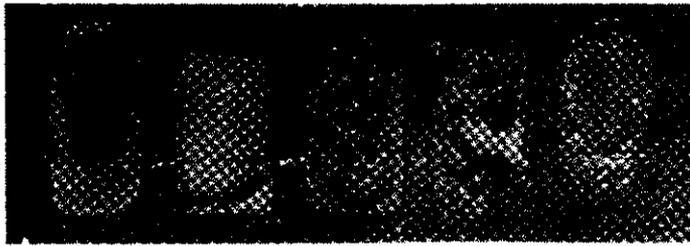
1. **DEGREASING** : Menggunakan larutan alkohol 5% untuk menghilangkan lemak dan minyak.
2. **PEMBILASAN** : Dengan air bersih
3. **PICKLING** : Pencucian asam menggunakan asam nitrat (HNO_3) 10%
4. **PEMBILASAN** : Menggunakan air bersih

Tabel 5. Hasil Pengamatan

No.	Waktu (menit)	Arus (Amp)	Suhu (°C)	Berat akhir Katoda (gr)	Penambahan Berat (gr)
1.	1	5	20	7,7016	0,9170
2.	3	5	20	7,8395	1,0495
3.	5	8	23	9,6912	1,0495
4.	4	8	25	8,7872	2,9012
5.	2	10	32	8,0890	1,2990



Gambar 5a. Hubungan antara temperatur, arus, penambahan berat dan waktu



Gambar 5b. Hasil elektrolisa Nikel

3.2 Pemeriksaan Parameter Serbuk

Setelah dilakukan pengelupasan Nikel dari hasil pengendapan Katoda hasil elektrolisa, kemudian dilakukan pemeriksaan serbuk yang dihasilkan. Pada tabel dibawah ini dilampirkan hasil pemeriksaan Komposisi Kimia.

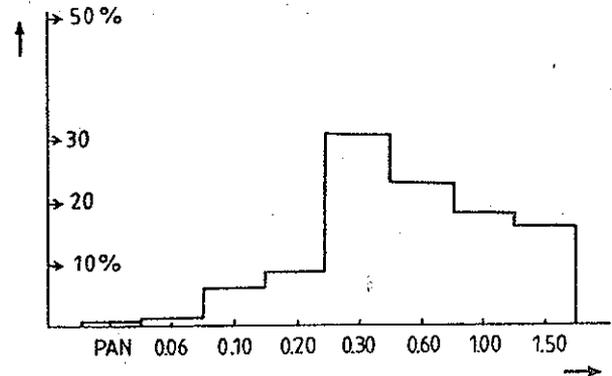
Tabel 6. Pemeriksaan Komposisi Kimia

	Analisa % Berat
Kemurnian Nikel :	94,3954
Unsur pengotor :	5,6046
Jumlah :	100,0000

Untuk melakukan pengamatan terhadap ukuran serbuk dan distribusi ukurannya, maka dilakukan analisa ayak sebagai berikut :

Tabel 7. Hasil Pemeriksaan Pengayakan

Ukuran ayak (mm)	Pelipat (Sn)	Berat (gr)	% (x)
Pan(alas)	275	0,0686	0,24
0,06	164	0,2415	0,87
0,10	118	1,5668	5,71
0,20	60	1,9977	7,27
0,30	45	8,4654	30,84
0,60	25	6,2262	22,68
1,00	9	4,7088	17,15
1,50	6	4,1874	15,25
J U M L A H		27,4624	100,00



Gambar 6. Distribusi ukuran serbuk Nikel hasil elektrolisa

Dari data hasil pengayakan (screening) maka harga Angka Kehalusan butir (GFN) dapat diketahui :

$$GFN = \frac{E Wn Sn}{E Wn} \quad E Wn. Sn = 967,316$$

$$GFN = \frac{E Wn Sn}{E Wn} \quad E Wn = 27,4624$$

$$GFN = 35,22$$

Hasil pengamatan dan pemeriksaan bentuk butir dari mikroskop dapat dilihat pada gambar berikut (gambar 7). bentuk partikel Nikel memiliki bentuk dendritik dan mendekati bentuk panjang irregular.



Gambar 7. Bentuk partikel Nikel hasil pengendapan katodis elektrolisa (100x)

IV. PEMBAHASAN

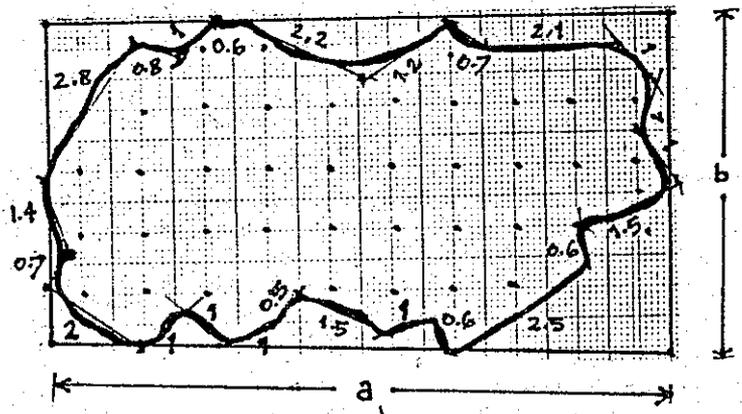
Berdasarkan pengamatan pada proses elektrolisa larutan garam Nikel-Sulfat dan Nikel-Klorida, dengan penambahan bahan aktivator Asam Borat untuk menghasilkan serbuk Nikel, maka kesulitan yang tak dapat dihindari adalah pemakaian rapat arus yang relatif tinggi sehingga dalam waktu proses tertentu temperatur larutan elektrolit akan meningkat. Kendala lain adalah terjadinya pembentukan suatu lapisan Nikel yang berupa lapisan tipis pada permukaan katodik, sebelum terjadinya pembentukan serbuk Nikel yang lebih halus. Lapisan ini akan sulit dilumatkan pada proses permesinan disebabkan oleh uletnya logam Nikel. Dengan pemakaian arus rectifier yang tepat dengan waktu proses yang tertentu, lapisan ini kemudian mengelupas sendiri sehingga lapisan Nikel yang baru dapat terbentuk pada bagian permukaan yang bebas (terkelupas) tadi (Lihat gambar 5.).

Pada proses pengupasan endapan Nikel pada logam katoda, (Stainless steel austenitik) agak sukar karena endapan terikat relatif kuat di permukaan katoda.

Bentuk serbuk hasil endapan katodik ini agak sukar dilakukan proses crushing dan milling, disebabkan keuletannya yang sangat tinggi. Bentuk proses milling yang akan diterapkan pada serbuk harus diperhitungkan secermat mungkin. Hal ini dimaksudkan agar memperoleh serbuk Nikel yang lebih halus dan dapat memenuhi persyaratan. Produk serbuk Nikel yang dihasilkan dengan cara electrodeposition memiliki tingkat kehalusan yang relatif kasar. Harga GFN = 35 (diameter partikel rata-ratanya sekitar 0,30 - 0,60 mm) dengan distribusi yang cukup baik untuk keperluan kompaksi sebagai proses lanjutan pembuatan part dengan teknologi metalurgi serbuk (Lihat Gbr. 6 dan Tabel 7).

Dilihat dari bentuk partikelnya yang relatif dendritik dan cenderung elongation irregular, maka mampu cetaknya kurang baik. Mengingat pada bricket hasil kompaksi akan timbul banyak rongga sehingga dapat menimbulkan prosentase pengkerutan (Shrinkage) yang tinggal pada saat sintering, serta memberikan kemungkinan terbentuknya cacat rongga lebih besar.

Untuk memastikan bentuk partikel serbuk Nikel hasil proses elektrolisa, maka dilakukan proyeksi pengukuran partikel pada gambar 8, seperti di bawah ini.



Gambar 8. Proyeksi partikel serbuk Nikel

Dari pengamatan gambar 8 maka dapat diketahui harga-harga :

$$\begin{aligned} a &= 10 & A &= 39 \\ b &= 5,5 & C &= 30,8 \quad 31 \\ & & & \text{(berdasarkan perkiraan ukuran)} \end{aligned}$$

maka harga :

$$\begin{aligned} x &= a/b = 10/5,5 \\ &= 1,82 \\ \text{faktor panjang yang dimiliki} \\ \text{partikel} &= 1,82 \\ y &= A/(axb) = 39/(10 \times 5,5) \\ &= 0,71 \\ \text{Faktor ukuran partikel} &= 0,71 \\ & \text{(hampir memenuhi seluruh ruangan} \\ & \text{segi empat)} \\ z &= C^2/12,6A = (31)^2/(12,6 \times 39) \\ &= 961/491,4 \\ &= 1,9 \\ \text{Faktor permukaan partikel} &= 1,9 \end{aligned}$$

Berdasarkan pada tabel 3 maka partikel dapat digolongkan ke dalam kelompok F (dendritik) dengan hasil pendekatan angka-angka faktor tersebut di atas.

V. KESIMPULAN

Dari hasil pengamatan, dan pemeriksaan pada proses pembuatan serbuk Nikel dengan cara pengendapan katodis proses elektrolisa dengan larutan garam Nikel sulfat, maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Proses pengendapan Nikel pada katoda terjadi dalam suatu reaksi elektrolisa, sebagai berikut :
Katoda(-), reaksi reduksi Nikel-Sulfat menjadi Nikel :



2. Endapan serbuk yang dihasilkan memiliki tingkat kemurnian yang cukup tinggi (94%) dengan bentuk dendritik serta relatif kasar (GFN 35). Serbuk sukar dihaluskan dengan proses communitation karena partikelnya relatif ulet.
3. Hasil serbuk Nikel akan memiliki mampu kompaksi yang baik walaupun demikian pada saat proses sinteringnya meninggikan kemungkinan terjadinya cacat rongga dengan penyusutan yang tinggi.
4. Proses elektrolisa sebaiknya menggunakan menggunakan rapat arus yang maksimum dengan konsentrasi larutan yang digunakan cukup pekat dengan memakai larutan asam yang cukup tinggi.
5. Proses pembuatan serbuk Nikel dengan metoda elektrolisa relatif paling

mudah dilakukan.

DAFTAR PUSTAKA

1. Liddel.D.M, Handbook of non-ferro metallurgy McGraw Hill, New York 1945.
2. Goetzell, Treatise on powder metallurgy-Interscience Publisher, New York 1945.
3. Potters, Electro Chemistry , Pergamon perss, England 1945.
4. Hausner.H, Latest development in characteristic of powder-Oxford & IBH publishing, 1970.
5. Indian Institut Technology, Powder metallurgy and material strength-tening, ITT Kharagpur, India, 1970.