



PENGARUH VARIASI SUHU TERHADAP KARAKTERISTIK STRUKTUR KRISTAL DAN MORFOLOGI LAPISAN NANO TiO₂ PADA PELAPISAN LOGAM ANTI KOROSI DENGAN METODE SOL - GEL *SPIN COATING*

Tesyia Natalia Marpaung dan Karya Sinulingga

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Negeri Medan

[*tesyamarpaung@gmail.com](mailto:tesyamarpaung@gmail.com), karyasinulinggakarya@yahoo.co.id

Diterima: September 2020. Disetujui: Oktober 2020. Dipublikasikan: November 2020

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pelapisan manakah yang terbaik pada sampel logam besi untuk pencegahan korosi dengan menggunakan metode sol gel spin coating. Bahan pelapisan yang digunakan adalah TiO₂ dengan penambahan pengikat resin epoksi dan katalis dengan perbandingan 2 : 4 : 4. Pada proses sintesis TiO₂ bahan utama yang dipakai adalah TiCl₃, aquades dan NH₄OH. Pelapisan ini dilakukan dengan memvariasikan suhu pemanasan yaitu 100 °C, 125 °C, 150 °C selama 1 jam dengan kecepatan putaran dalam pelapisan adalah 3500rpm. Dari hasil pengujian XRD dengan variasi suhu pemanasan struktur kristal yang diharapkan, muncul pada suhu pemanasan 150 °C yaitu struktur kristal tetragonal dengan fasa anatase. Namun dalam penelitian ini belum didapatkan ukuran nano. Dari hasil pengujian SEM diperoleh struktur morfologi pelapisan logam yang tidak merata dimana tampak adanya gumpalan berwarna putih keabuan. Untuk pengujian laju korosi dengan larutan NaCl selama 96 jam diperoleh bahwa sampel yang telah dilapisi lebih tahan terhadap korosi daripada sampel yang tidak dilapisi. Suhu yang paling rendah memberikan laju korosi yang lebih lama. Laju korosi pada sampel besi tanpa pelapisan adalah 0,7350 cm/tahun sedangkan laju korosi pada sampel besi yang dilapisi adalah 0,1919 cm/tahun; 0,4491 cm/tahun; 0,5798 cm/tahun. Dimana masing-masing suhu adalah 100 °C, 125 °C, 150 °C.

Kata Kunci: Metode sol gel, Spin Coating, Uji XRD, Uji SEM, Uji Korosi

ABSTRACT

This study aims to determine which coating is the best in iron metal samples for corrosion prevention using the sol gel spin coating method. The coating material used is TiO₂ with the addition of epoxy resin and hardener binder with a ratio 2: 4 : 4. In the synthesis process of TiO₂ the main ingredients used are TiCl₃, aquades and NH₄OH. This coating is done by varying the heating temperature that is 100 °C, 125 °C, 150 °C for 1 hour with rotation speed in the coating is 3500rpm. From XRD test result with the expected temperature of 150 °C that is a tetragonal crystal structure with an anatase phase. But in this research nano size has not been obtained. From SEM test result obtained uneven metal coating morphology structure where there appear to be grayish white lumps. For testing the corrosion rate with NaCl solution for 96 hours it was found that the coated sample was more resistant to corrosion than the uncoated sample. The lowest temperature gives a longer corrosion rate. Corrosion rate in iron samples without coating is 0.7350 cm/year while the corrosion rate in coated iron samples is 0.1919 cm/year; 0.4491 cm/year; 0.5798 cm/year. Where each temperature is 100 °C, 125 °C, 150 °C.

Keywords: Sol Gel Method, Spin Coating, XRD Test, SEM Test, Corrosion Test

PENDAHULUAN

Permasalahan tentang perkaratan atau korosi merupakan suatu peristiwa yang lazim terjadi pada logam. Korosi merupakan kerusakan yang dihasilkan dari reaksi yang terjadi antara logam dan lingkungannya. Korosi adalah masalah yang serius dalam dunia material dan sangat merugikan karena korosi dapat mengurangi kemampuan suatu konstruksi dalam memikul beban, usia bangunan konstruksi menjadi berkurang dari waktu yang sudah direncanakan.

Untuk melindungi logam dari korosi maka diperlukan suatu sistem perlindungan. Salah satu sistem perlindungan yang relatif sederhana namun cukup terjangkau adalah coating (pelapisan). Beberapa jenis coating yang dapat di aplikasikan untuk bahan logam adalah seng (Zn), besi (Fe), Aluminium (Al), krom (Cr), dan nikel (Ni). Logam-logam tersebut diberi lapisan pada permukaannya sehingga diperoleh sifat yang baru, seperti tahan korosi, anti gores, dan anti lengket. Lapisan yang menempel pada logam akan memisahkan kontak langsung antara logam dengan lingkungan, sehingga resiko terjadinya serangan korosi dapat diminimalkan.

Beberapa metode yang sering digunakan dalam pembuatan lapisan TiO₂ antara lain: Chemical Vapor Deposition (CVD), Physical Vapor Deposition (PVD), Pulsed Laser Deposition (PLD), RF Magnetron Sputtering, Metal Organic Chemical Vapor Deposition (MOCVD), dan Sol Gel Dip Coating. Metode Sol Gel Spin Coating memiliki beberapa keuntungan antara lain: biayanya murah, komposisinya yang homogen, dapat dilakukan pada suhu rendah, tidak menggunakan ruang dengan tingkat kevakuman yang tinggi, serta ketebalan lapisan bisa dikontrol (Perdana,2012).

Penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Sianturi (2012) telah melakukan pelapisan logam dengan menggunakan metode spin coating dengan

memvariasikan kecepatan putar 2500rpm, 3000rpm dan 3500rpm. Pada pelapisan putaran 2500 pelapisan tidak sempurna karena terdapat gelembung udara dan hasil pelapisan yang paling baik adalah pada putaran 3500rpm. Laju korosi yang didapat dari penelitian ini adalah tanpa pelapisan memiliki laju korosi 40,03mpy, pelapisan hanya dengan resin 19,93mpy dan pelapisan resin + TiO₂ adalah 4,81mpy.

Arief (2008) juga telah melakukan penelitian tentang preparasi dan karakteristik lapisan tipis TiO₂ pada permukaan logam dan kaca menggunakan metode sol-gel. Metodologi yang digunakan untuk pelapisan ini adalah metode Sol-Gel dengan harapan dapat menghasilkan lapisan yang sangat tipis. Suhu pembakaran (firing) pada lapisan kaca dan logam yang terbentuk divariasikan 1100°C, 1500°C, 2000°C. Karakterisasi lapisan yang terbentuk dilakukan dengan XRD, SEM, perhitungan sudut kontak dan laju korosi. Sudut kontak rata-rata pada kaca yang dihasilkan dari ketiga variasi suhu tersebut 97,330, 112,330, 1300. Sedangkan laju korosi pada logam untuk masing-masing suhu berturut adalah 2,641 cm/tahun; 3,100 cm/tahun dan 3,402cm/tahun.

METODE PENELITIAN

1. Preparasi Substrat

Preparasi substrat sangat penting karena akan sangat menentukan ikatan dari lapisan terhadap substrat. Kotoran ataupun lapisan minyak yang masih ada pada substrat akan mengakibatkan kerusakan pada pelapisan.

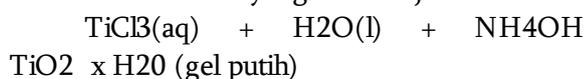
Prosedur preparasi adalah sebagai berikut:

Substrat yang akan digunakan diletakkan pada beaker glass yang berisi aseton (CH₃)₂CO, kemudian dikeringkan dengan kompresor udara (secara alami). Substrat yang akan digunakan diletakkan pada beaker glass yang berisi ethanol 98% dan kemudian dikeringkan, lalu substrat kemudian dikeringkan dengan memanaskannya pada suhu 100°C selama 20 menit. Hal ini dilakukan untuk menguapkan sisa-sisa liquid yang ada pada substrat.

2. Sintesis Titanium Dioksida (TiO₂) dengan Precursor TiCl₃

Penelitian ini akan dilakukan dalam beberapa tahapan, yaitu : Menyiapkan larutan TiCl₃ 15% sebanyak 20 ml, aquades 100ml, NH₄OH 25% 100 ml. Larutan TiCl₃ dicampurkan dengan aquades dan diaduk dengan magnetic stirrer selama 2 jam. Larutan TiCl₃ yang berwarna biru kehitaman akan berubah warna menjadi ungu saat bercampur dengan air. Sambil diaduk, larutan NH₄OH ditambahkan ke dalam larutan sedikit demi sedikit. Larutan akan berubah warna menjadi biru pekat., Larutan diaduk dengan magnetic stirrer dengan putaran 500rpm-600rpm selama 4 jam sampai timbul presipitat berwarna putih. Larutan didiamkan selama satu hari dan akan menghasilkan endapan berwarna putih, kemudian disaring dengan kertas saring serta dicuci dengan air minimal 5 kali. Pencucian dilakukan dengan menambahkan aquades ke dalam larutan untuk menghilangkan larutan NH₄OH yang masih terkandung dalam larutan, Endapan dikeringkan dalam oven dengan temperature 300°C selama 4 jam. Endapan yang telah benar-benar kering dihaluskan hingga menjadi serbuk.

Reaksi kimia yang akan terjadi adalah :



Serbuk TiO₂ yang sudah jadi ditambahkan resin epoksi sebagai pengikat. Perbandingan yang digunakan antara serbuk TiO₂ : resin : hardener adalah 2 : 4 ml : 4ml.

3. Proses Pelapisan (*Coating*)

Setelah sintesis TiO₂ berhasil maka dilakukan pelapisan substrat.

Pelapisan dilakukan dengan menggunakan resin epoksi sebagai pengikat. Perbandingan yang digunakan antara serbuk TiO₂ : resin : hardener adalah 2 : 4 : 4. Cara pelapisan yang digunakan dalam penelitian ini adalah dengan spin coating (teknik putar). Sampel diletakkan pada spin coater (1000rpm – 10000 rpm). Proses pembuatan lapisan dilakukan selama 30detik. Dimana pertama substrat diputar dengan kecepatan 1000rpm

selama 10detik untuk menyebarkan gel keseluruhan permukaan substrat. Kemudian diputar dengan kecepatan 3500rpm selama 20 detik untuk membentuk lapisan yang datar dan homogen. Dalam pelapisan ini gel ditetes sebanyak 20 tetes. Pelapisan dilakukan sebanyak 2 kali agar bahan pelapis menutup secara merata.

4. Pembakaran (*Firing*)

Setelah dilakukan proses pelapisan pada logam, langkah selanjutnya adalah proses pembakaran sampel (*firing*). Langkah-langkah proses pembakaran (*firing*) adalah sebagai berikut :

- Pada sampel A tidak dilakukan pelapisan karena sebagai control.
- Pada sampel B dilakukan pembakaran pada temperatur 100°C
- Pada sampel C dilakukan pembakaran pada temperature 125°C
- Pada sampel D dilakukan pembakaran pada temperature 150°C

Proses pembakaran dilakukan pada sampel B,C dan D selama 1 jam dengan percepatan pembakaran 2°C/menit dengan menggunakan alat silver tube furnace atau oven.

5. Pengujian Korosi

Tujuan dari pengujian korosi adalah untuk mengetahui sifat korosif dari sampel uji, pengujian korosi mengacu pada standard ASTM G103. Menyediakan variasi sampel, yaitu plat yang tidak di coating dan yang di coating dengan Titanium dioksida (TiO₂).

Mengukur volume air dan NaCl dengan perbandingan 6% NaCl dan 96% air, kemudian NaCl dimasukkan dalam air dan diaduk hingga merata. Dalam hal ini setara dengan larutan NaCl 1M. Larutan yang telah diaduk kemudian dipanaskan sampai mendidih, lalu dibiarkan terlebih dahulu selama 10 menit kemudian sampel dimasukkan (ditenggelamkan). durasi total pengujian adalah 96jam (4 hari) dengan waktu penimbangan setiap 24jam (1 hari) sekali.dicatat pertama kalinya terjadi korosi pada sampel. menimbangan dilakukan dengan

mengeluarkan sampel dan mengeringkannya terlebih dahulu. Setelah ditimbang sampel direndam kembali.

6. Teknik Analisis Data

Teknik analisis data dalam penelitian ini adalah dengan menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM). SEM adalah suatu mikroskop electron yang mampu untuk menghasilkan gambar beresolusi tinggi dari sebuah sampel. SEM digunakan untuk menganalisa morfologi dan ketebalan permukaan dari lapisan tipis. Hal ini dilakukan untuk mengetahui keadaan lapisan, apakah retak, pelapisan tidak merata, erosi permukaan atau adanya cacat pada lapisan substart. Gambar yang dihasilkan SEM memiliki karakteristik penampilan tiga dimensi dengan tampilan warna hitam putih.

SEM menerapkan prinsip difraksi electron, dimana pengukurannya sama seperti mikroskop optic. Prinsipnya adalah electron yang ditembakkan akan dibelokkan oleh lensa elektromagnetik dalam SEM.

X-Ray Diffraction (XRD). XRD digunakan untuk melihat struktu Kristal apakah sudah terbentuk atau belum. Hal ini dapat diketahui dengan adanya peak pada spectra. Variasi suhu sangat mempengaruhi pembentukan struktur Kristal. Setiap variable sering menghasilkan struktur yang berbeda.

Laju Korosi. Korosi dapat diketahui ketika suatu logam direndam dengan HCl dan terdapat penambahan massa. Proses korosi (pengkaratan) dapat juga dipandang sebagai proses pembusukan suatu bahan dan proses perubahan sifat suatu bahan akibat pengaruh reaksi dengan lingkungan sekitarnya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Hasil Uji XRD

1.1. Sampel dengan suhu pemanasan 100°C

Pada pelapisan sampel besi dengan suhu pemanasan 100°C didapatkan 2 senyawa yaitu, Fe₃O₄ dan TiO₂ dimana fasa keduanya adalah magnetite dan TiO₂. Sistem kristal dari senyawa Fe₃O₄ adalah kubik dengan sistem kisi a = b = c = 8.40450 Å. Untuk sistem kristal dari senyawa TiO₂ adalah trigonal (hexagonal

axes) dengan sistem kisi a = b = 5.29100 Å c = 6.13300 Å.

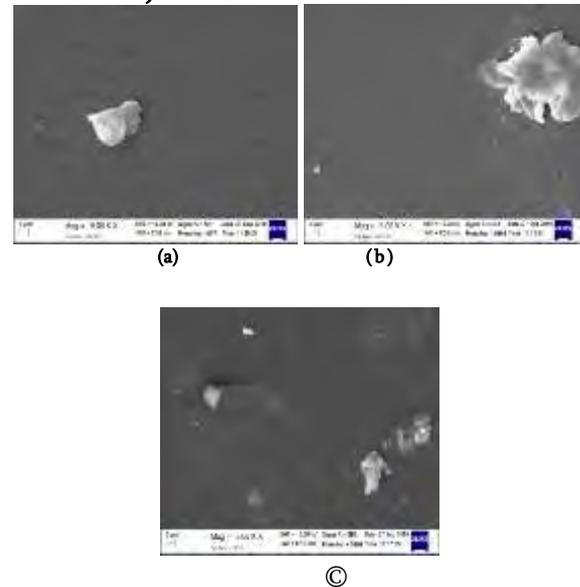
1.2. Sampel dengan suhu pemanasan 125°C

Pada pelapisan sampel besi dengan suhu pemanasan 125°C didapatkan senyawa TiO₂ dengan fasa TiO₂. Sistem kristal nya adalah tetragonal dengan sistem kisi a = b = 3.7800 Å c = 9.51000 Å.

1.3. Sampel dengan suhu pemanasan 150°C

Pada pelapisan sampel besi dengan suhu pemanasan 150°C didapatkan 2 senyawa yaitu, Fe₃O₄ dan TiO₂ dimana fasa keduanya adalah magnetite dan TiO₂. Sistem kristal dari senyawa Fe₃O₄ adalah kubik dengan sistem kisi a = b = c = 8.36850 Å. Untuk sistem kristal dari senyawa TiO₂ adalah tetragonal dengan sistem kisi a = b = 3.7300 Å c = 9.37000 Å.

2. Hasil Uji XRD



Gambar 1. Hasil uji SEM dengan perbesaran 5000x (a) suhu 100°C ; (b) suhu 125°C ; (c) suhu 150°C

Dari hasil foto SEM dengan perbesaran 5000 kali terlihat adanya dua kontras warna yaitu hitam (gelap) dan putih keabuan. Dimana terlihat adanya gumpalan-gumpalan putih keabuan yang diidentifikasi sebagai lapisan TiO₂. Pada pelapisan sampel logam besi dengan pemanasan 100°C dan 125°C dengan perbesaran 5000x tampak bentuk morfologi pelapisan cenderung mirip dengan adanya gumpalan berwarna putih keabuan seperti gelembung udara. Sedangkan pada

pelapisan sampel logam besi dengan suhu pemanasan 150°C dengan perbesaran 5000x gumpalan putih keabuan yang tampak lebih tersebar dan berbentuk seperti pecahan-pecahan. Hal-hal tersebut kemungkinan dapat terjadi karena kenaikan dan penurunan suhu saat pemanasan yang terlalu cepat atau bisa juga karena pencampuran dari bahan antara TiO₂ : resin yang tidak sesuai, dimana TiO₂ yang dipakai terlalu sedikit..

3. Hasil Uji Korosi

Bertepatan dengan tujuan utama pada penelitian ini adalah untuk mengetahui laju korosi yang terjadi pada sampel dengan pelapisan TiO₂.

Tabel 1. Hasil Pengujian Korosi Logam Besi Dengan Variasi Suhu Pembakaran

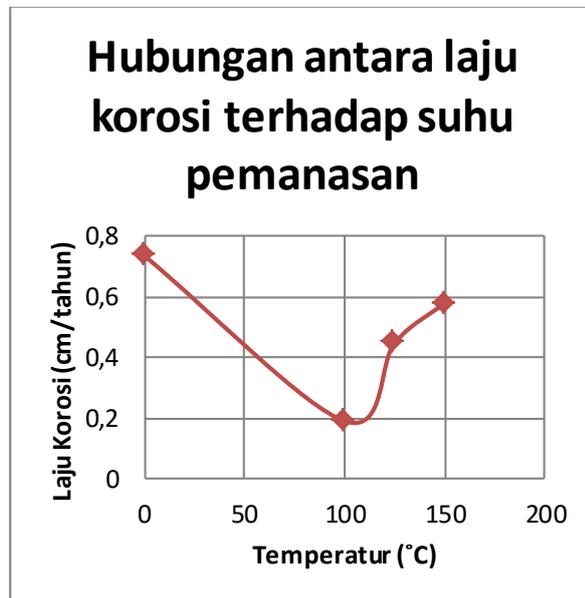
No	Sam	Suhu Pemanasan (°C)	Massa Sebelum Dilapisi	Massa Sesudah Dilapisi	Massa Sesudah Uji Korosi (gr)
1	A	Tidak dilapisi	10,073	9,532	12,167
2	B	100	9,532	9,573	9,620
3	C	125	9,234	9,269	9,379
4	D	150	9,540	9,573	9,715

Dari data table di atas dapat dihitung masing-masing laju korosi yang terjadi pada sampel logam besi dimana korosi dapat dilihat ketika suatu logam direndam dengan larutan bersifat asam atau basa massanya bertambah maka hal tersebut dapat diidentifikasi sebagai proses terjadinya korosi.

Tabel 2. Hasil Perhitungan Laju Korosi

No	Sampel	Temperatur pemanasan (°C)	Laju Korosi (cm/tahun)
1	A	Tidak dilapisi	0,7350
2	B	100	0,1919
3	C	125	0,4491
4	D	150	0,5798

Berdasarkan hasil uji korosi didapatkan bahwa laju korosi tanpa pelapisan lebih cepat dibandingkan laju korosi dengan pelapisan yaitu 0,7350 cm/tahun. Dan pada suhu 150°C logam dengan pelapisan lebih cepat mengalami korosi karena pada suhu yang tinggi besi akan lebih cepat terkorosi yaitu dengan laju korosi 0,5798 cm/tahun.



Gambar 2. Grafik Laju Korosi

KESIMPULAN DAN SARAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat diambil kesimpulan yaitu Titanium dioksida (TiO₂) telah berhasil dibuat dengan penambahan aquades dan NH₄OH ke dalam TiCl₃ dengan suhu pemanasan 300°C selama 4 jam. Namun belum terbentuk ukuran yang diharapkan yaitu nano. Ukuran yang didapatkan dengan pengujian XRD pada pelapisan sampel logam dengan suhu pemanasan 100°C, 125°C, dan 150°C berturut-turut adalah 111,2367 nm; 185,2388nm; 182,1395nm. Pembuatan titanium dioksida (TiO₂) dengan fasa anatase terbentuk pada pelapisan sampel logam dengan suhu pemanasan 150°C. Berdasarkan hasil SEM terlihat pelapisan sampel dengan suhu pemanasan 100°C lebih sedikit terdapat gumpalan nya atau gelembung udaranya yang cenderung pelapisannya lebih merata, sedangkan pelapisan dengan suhu pemanasan

150 °C gumpalan putihnya lebih tersebar keseluruh permukaan sampel. Dari hasil pengujian korosi terbukti bahwa dengan pelapisan TiO₂ dapat menghambat laju korosi pada sampel. Sampel tanpa pelapisan laju korosinya 0,7350 cm/tahun ; pelapisan dengan suhu pemanasan 100 °C laju korosinya 0,1919 cm/tahun ; pelapisan dengan suhu pemanasan 125 °C laju korosinya 0,4491 cm/tahun ; pelapisan dengan suhu pemanasan 150 °C laju korosinya 0,5790 cm/tahun. Laju korosi yang tertinggi terjadi pada sampel tanpa pelapisan yaitu 0,7350 cm/tahun dan yang terendah pada sampel dengan suhu pemanasan 100 °C yaitu 0,1919 cm/tahun

DAFTAR PUSTAKA

- Afandi, Y.K., Arief, I.S., dan Amiadji, (2015), Analisa Laju Korosi pada Pelat Baja Karbon dengan Variasi Ketebalan Coating, *Jurnal Teknik ITS*, 4(1):1-5
- Anggraeni, N.D., (2008), Analisa SEM (Scanning Electron Microscopy) dalam Pemantauan Proses Oksidasi Magnetite Menjadi Hematite, *Seminar Nasional-VII*, 50-56
- Arief, S., Alif, Nancy, W., (2008), Pembuatan Lapisan Tipis TiO₂ -Doped Logam M (M= Ni, Cu Dan Zn) Dengan Metoda Dip-Coating Dan Aplikasi Sifat Katalitiknya Pada Penjernihan Air Rawa Gambut, *J. Ris. Kim.*, 2(1):1-16
- Byranvand, M.M., Kharat, A.N., Fatholahi, L. Beiranvand, Z.M., (2013), A Review On Synthesis Of Nano-TiO₂ Via Different Methods, *JNS*, 3:1-9
- Cheng, X.L., Zhao, H., Huo, L.H., Gao, S., Zhao, J.G., (2004), ZnO Nano Particulate Thin Film: Preparation, Characterization And Gas Sensing Property. *Elsevier Sensor and Actuators B*, 102: 248-252.
- Febriana, D., (2012), Karakteristik Struktur Kristal Dan Morfologi Lapisan TiCl₄ Pada Logam Dengan Metode Sol-Gel Dip Coating, Skripsi, FMIPA, Unimed, Medan
- Purwanto, R., Prajitno, G., (2013), Variasi Kecepatan dan Waktu Pemutaran Spin Coating dalam Pelapisan TiO₂ untuk Pembuatan dan Karakterisasi Prototipe DSSC dengan Ekstraksi Kulit Manggis (*Garcinia Mangostana*) sebagai Dye Sensitizer, *JURNAL SAINS DAN SENI POMITS*, 2(1):1-7
- Rahman, T., Fadhlulloh, M.A., Nandiyanto, A.D., dan Mudzakir, A., (2014), Review: Sintesis Titanium Dioksida Nanopartikel, *Jurnal Integrasi Proses*, 5(1):15-29
- Ridlwani, M., (2006), Proses Pelapisan Baja Dengan Metode Semburan Kawat Las Oksi-Asitilen, *Jurnal TEKNOIN*, 11(3):211-217
- Setiabudi, A., Hardian, R., Mudzakir, A., (2012), Karakteristik Material, Prinsip dan Aplikasinya dalam Penelitian Kimia, Universitas Pendidikan Indonesia, ISBN : 979978435-2
- Sianturi, N., (2012), Pengujian Struktur Morfologi Lapisan Titanium Dioksida (TiO₂) Sebagai Anti Korosi Pada Permukaan Logam Dengan Menggunakan Metode Spin Coating, Skripsi, FMIPA, Unimed, Medan
- Siregar, M.A., Mukti, H.H., Winsyahputra, R., (2011), Preparasi dan Karakteristik Lapisan Tipis TiO₂ pada Permukaan Logam dan Kaca Menggunakan Metode Sol-Gel, *Jurnal Penelitian Sainika*, 11(2):67-75
- Utomo, B., (2009), Jenis Korosi Dan Penanggulangannya, *KAPAL*, 6(2):138-141
- Wahyuni, T., Syamsudin, Ab., (2014), Pemanfaatan Tanin Ekstrak Daun Jambu Biji Terhadap Laju Korosi Besi Dalam Larutan NaCl 3% *KONVERSI*, 3(1):45-52
- Wardiyari, S., Fisli, A., dan Yusuf, S., (2012), Sintesis Nanokatalis TiO₂ Anatase Dalam Larutan Elektrolit Dengan Metode Sol Gel, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 15(3):153-157