Pengaruh Komposisi Material Komposit PAni-TiO₂ Yang Disintesis secara Elektrodeposisi Terhadap Laju Korosi Pada Baja Karbon Rendah

Eka Sulistyaningsih^{*a}, Nidia Lestari^a

^a IST AKPRIND, Yogyakarta, 55222, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 16 Oktober 2018

Disetujui 30 Oktober 2018

Key word:

Corrosion

Electrodeposition

Low carbon steel

PAni

TiO₂

Kata kunci:

Baja karbon rendah

Elektrodeposisi

Korosi

PAni

TiO₂

ABSTRACT

The use of carbon steel to meet human needs is increasing every year. Steel is not a rust resistant material, so it can be corrode over time, especially Indonesia is a tropical country that has high rainfall and humidity. Almost all industrial sectors have problems with corrosion. Problems that arise can be in the form of damage, the age of use of goods that do not meet expectations until inadequate safety factors. This study aims to study the effect of low carbon steel coating composition using PAni-TiO₂ composite material. Coating of PAni-TiO₂ composite on low carbon steel was carried out by the electrodeposition method on the acid medium and LiCl salt. TiO₂ is synthesized by the solgel method, while PAni is synthesized by electrochemical polymerization along with electrodeposition. Based on the results of the study of the highest corrosion rate the Plate was produced without inhibitors with a value of 0.007359 mpy, while the lowest corrosion rate was produced by Plate 2 with a value of 0.003666 mpy. The best composition for protecting the Plate from corrosion is 10⁻³ M PAni and 10⁻² M TiO₂.

ABSTRAK

Penggunaan baja karbon untuk memenuhi kebutuhan manusia semakin meningkat tiap tahunnya. Baja bukan termasuk material yang tahan karat, sehingga dapat mengalami korosi seiring berjalannya waktu, terlebih Indonesia merupakan negara tropis yang memiliki curah hujan dan kelembaban yang tinggi. Hampir semua sektor industri mempunyai permasalahan dengan korosi. Permasalahan yang timbul dapat berupa kerusakan, umur pakai barang yang tidak memenuhi harapan sampai pada faktor keamanan yang tidak memadai. Penelitian ini bertujuan mempelajari pengaruh komposisi pelapisan baja karbon rendah menggunakan material komposit PAni-TiO₂. Pelapisan komposit PAni-TiO₂ pada baja karbon rendah dilakukan dengan metode elektrodeposisi pada medium asam dan garam LiCl. TiO₂ disintesis dengan metode solgel, sedangkan PAni disintesis dengan polimerisasi elektrokimia bersamaan dengan elektrodeposisi. Berdasarkan hasil penelitian laju korosi tertinggi dihasilkan Plat tanpa inhibitor dengan nilai 0,007359 mpy, sedangkan laju korosi terendah dihasilkan oleh Plat 2 dengan nilai 0,003666 mpy. Komposisi terbaik untuk melindungi Plat dari korosi adalah 10⁻³ M PAni dan 10⁻² M TiO₂.

*e-mail:

sulistyaningsih@akprind.ac.id

*Telp:

081227044386

Pendahuluan

Kebutuhan baja karbon semakin meningkat seiring meningkatnya kebutuhan manusia terhadap transportasi, perumahan dan sebagainya. Penggunaan baja karbon rendah antara lain sebagai *body* mobil, pipa saluran, bentuk struktur dan lain sebagainya. Baja karbon bukan termasuk material yang tahan karat, sehingga dapat mengalami korosi seiring

berjalannya waktu, terlebih Indonesia merupakan negara tropis yang memiliki curah hujan dan kelembaban yang tinggi. Korosi menyerang hampir semua peralatan yang terbuat dari logam. Mulai dari peralatan dapur, mesin cuci, sampai mesin mobil. Korosi dapat terjadi di rumah, kebun, alat transportasi, industri dan pipa-pipa bawah tanah. Hampir semua sektor industri mempunyai

permasalahan dengan korosi. Misalnya sektor industri logam, industri perhubungan, industri pertambangan dan energi, pekerjaan umum, industri pertanian dan lain sebagainya. Permasalahan yang timbul dapat berupa kerusakan, umur pakai barang yang tidak memenuhi harapan sampai pada faktor keamanan yang tidak memadai.

Proses korosi tidak dapat dihentikan tetapi lajunya dapat dikurangi, sehingga penelitian untuk mengatasi korosi terus dilakukan. Berbagai cara telah dilakukan untuk mengurangi laju korosi, salah satunya dengan pemakaian inhibitor. Penggunaan polimer konduktif sebagai bahan pelindung korosi menjadi salah satu alternatif yang sedang banyak diteliti dikarenakan polimer konduktif memiliki keistimewaan dibanding jenis polimer yang lain.

Salah satu jenis polimer konduktif yang banyak digemari adalah polianilin. Salah satu penelitian tentang penggunaan PANi adalah penelitian yang dilakukan oleh Le [1]. Le melakukan pelapisan yang berbeda ke dalam 316L baja, dengan memvariasikan jumlah siklus voltametri (2-, 3- dan 4- siklus) dengan elektropolimerisasi dalam larutan 0,1 M H_2SO_4 berisi florida. TiO_2 merupakan semikonduktor tipe-n yang mampu menghambat proses reduksi dari oksigen pada mekanisme terjadinya korosi. Nanostruktur Titania dalam lapisan film tipis berperan sebagai nanomaterial penting dari sudut pandang teknologi dalam mempertahankan sifat seperti kestabilan kimia dan potoelektrokimia. TiO_2 memiliki peranan di beberapa industry, antara lain sebagai komposit pelapis untuk self-cleaning jendela, elektrolisis air untuk konversi energi dan sebagai material anti korosi [2]. Berdasarkan kemampuan yang dimiliki oleh polianilin dan TiO_2 , pembuatan komposit polianilin (PANi)- TiO_2 diharapkan dapat menjadi alternatif bahan pelindung korosi.

Berdasarkan permasalahan tersebut, diperlukan sebuah penelitian mengenai kemampuan komposit polianilin PANi- TiO_2 sebagai bahan pelapis baja karbon, maka penelitian ini akan mensintesis komposit PANi- TiO_2 dengan metode elektrodposisi. Komposit PANi- TiO_2 diharapkan memiliki kemampuan yang tinggi untuk menekan laju korosi karena

mengkombinasikan PANi yang menekan laju oksidasi dan TiO_2 yang menekan laju reduksi. Penelitian ini memvariasikan komposisi nano komposit PANi- TiO_2 untuk mengetahui pengaruh komposisi nanokomposit terhadap efektivitas inhibitor. Penentuan performa material di lingkungan dilakukan uji *weight loss* untuk menganalisis laju korosi.

Bahan dan Metode

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah plat baja karbon, anilin, Ti-IP *Titanium(IV) Isopropoxide* 97% sebagai precursor, kalium persulfat, H_2SO_4 , lithium klorida (LiCl), HCl 37%, aquades, etanol *pa*, NH_3 , NaOH, n-butanol, pertalite, kertas Whattman, *silica gel*. Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: alat-alat gelas, *magnetic stirrer*, penyaring Buchner, pH meter, neraca analitik, amplas, bak perendaman, cawan petri, cawan porselin, *muffle furnace*, satu set alat elektrodposisi, XRD, alat potong plat baja, mesin bor dan mata bor ukuran 4mm, batu gerinda jenis woven, kain poles, *langsol*, *hair dryer*.

Sintesis TiO_2

Sintesis TiO_2 dilakukan dengan metode sol gel. Mula-mula titanium tetra-isopropoxida (TTIP) dicampur dengan etanol di dalam sebuah gelas *beaker* dan diaduk secara simultan selama ~30 menit. Pada saat yang sama membuat larutan lain yang terdiri atas campuran aquades dan asam klorida di dalam etanol yang kemudian ditambahkan tetes demi tetes (*dropwise*) ke dalam larutan pertama tersebut untuk proses hidrolisis. Larutan ini terus diaduk secara seksama selama ~1 jam. Konsentrasi TTIP di dalam larutan sol dibuat konstan sebesar 0,4 M dengan rasio air terhadap TTIP (atau rasio hidrolisis, *Rw*) sebesar 0,82. Keasaman (pH) larutan tersebut dijaga agar tetap konstan sekitar ~1-2 untuk mendapatkan larutan jernih yang stabil untuk waktu lama. Kemudian larutan jernih yang diperoleh dituang ke atas cawan petri untuk mendapatkan lapisan tipis yang dibiarkan mengering pada suhu ruang selama 1 minggu, dan dilanjutkan dikeringkan di dalam oven pada temperatur 60 °C selama 24 jam. Pengeringan secara bertahap ini menghasilkan

serpihan-serpihan tipis transparan yang dapat dilepaskan dari cawan petri dengan cara dikerik. Serpihan-serpihan ini kemudian digerus di dalam mortar menghasilkan serbuk halus berwarna putih untuk selanjutnya dianil untuk mengkonversi

hasil hidrolisis prekursor titanium tetra-isopropoxida menjadi nanopartikel TiO₂. Proses anil konvensional dilakukan di dalam oven pemanas pada temperatur 150 °C selama 2 jam.

Preparasi Sampel

Preparasi sampel diawali dengan memotong lembaran plat baja karbon rendah menjadi berukuran 3 cm x 5 cm. Setelah plat dipotong, dilanjutkan pencucian plat menggunakan air dan kemudian direndam dengan HCl dengan tujuan menghilangkan kotoran-kotoran yang menempel. Selanjutnya plat baja dihaluskan menggunakan gerinda berjenis woven dengan tujuan agar saat elektrodeposisi, material komposit dapat melapisi dengan sempurna. Setelah itu sampel dicuci kembali dan dikeringkan, dan sampel siap dielektrodeposisi.

Elektrodeposisi Komposit PAni-TiO₂

Proses elektrodeposisi ini didasarkan pada penelitian Abaci & Ness [3]. Sampel plat baja yang sudah selesai dipreparasi, dilapisi dengan komposit PAni-TiO₂ dilakukan secara elektrokimia yaitu dengan elektrodeposisi pada sampel selama 10 menit. Sampel yang dibuat berjumlah 4 buah, di mana 1 buah adalah sampel tanpa inhibitor, sedangkan 4 buah dengan variasi komposisi PAni-TiO₂. Larutan elektrolit yang digunakan adalah larutan Asam Sulfat dan LiCl. Setelah sampel dielektrodeposisi, sampel ditimbang dan dicatat sebagai berat awal. Perbandingan komposisi PAni-TiO₂ disajikan dalam tabel 1.

Tabel 1. Perbandingan komposisi PAni-TiO₂.

Sampel	PAni (M)	TiO ₂	H ₂ SO ₄ + NaCl	pH
Plat baja 1	10 ⁻⁴	10 ⁻¹	250 mL	1
Plat baja 2	10 ⁻³	10 ⁻²	250 mL	
Plat baja 3	10 ⁻²	10 ⁻³	250 mL	
Plat baja 4	10 ⁻¹	10 ⁻⁴	250 mL	

Proses Korosi

Proses korosi dilakukan dengan merendam sampel yang tanpa inhibitor dan pake inhibitor di dalam larutan asam sulfat dan garam NaCl selama 12 hari.

Perhitungan laju korosi

Setelah direndam, sampel dibersihkan dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C, kemudian ditimbang sebagai berat akhir. Laju korosi dilakukan dengan metode kehilangan berat sesuai persamaan (1), sedangkan Efisiensi Inhibisi dinyatakan dalam persamaan (2)[4, 5].

$$Mpy = 534W/DAT \dots\dots\dots(1)$$

dimana :

W = berat yang hilang (mg)

D = density benda uji korosi (g/cm³)

A = luas permukaan (in²)

T = waktu, hour (jam)

$$\text{Efisien Inhibisi} = \frac{V_{ko} - V_{ki}}{V_{ki}} \times 100\% \quad (2)$$

dimana :

V_{ko} = Laju reaksi korosi tanpa inhibitor

V_{ki} = Laju reaksi korosi dengan inhibitor

Hasil dan Pembahasan

Hasil Sintesis TiO₂

Proses penelitian ini diawali dengan sintesis TiO₂ dengan metode sol gel. TiO₂ ini disintesis dari *Titanium Tetra (IV) Isopropoxide* yang direaksikan dengan etanol dan HCl. Dalam proses sol gel ini, *Titanium Tetra (IV) Isopropoxide* menggunakan etanol dilarutkan membentuk sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar dari pada sol). Sol yang terbentuk kemudian ditambah dengan air deionisasi tetes demi tetes dan diaduk selama 5 jam. Gel terbentuk kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu 60°C selama 24 jam seperti pecahan kaca. Substrat ini kemudian dikerik untuk dipanaskan pada suhu tinggi dengan tujuan memperbaiki kristalinitasnya. Substrat ini

disajikan pada gambar 1. Serbuk putih diperoleh dari pengeringan substrat pada suhu 150°C selama 2jam.

Gambar 1. Substrat yang kering setelah pemanasan 60°C seperti pecahan kaca.

Mekanisme reaksi yang terjadi sintesis TiO_2 ditunjukkan pada gambar 2.

Gambar 2. Mekanisme reaksi sintesis TiO_2

Produk TiO_2 yang dihasilkan adalah berupa serbuk berwarna putih. Untuk menyelidiki keberhasilan sintesis dilakukan analisis produk menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD). XRD merupakan teknik yang digunakan dalam karakterisasi material untuk mendapatkan informasi tentang struktur dan ukuran partikel dari material kristal maupun nonkristal. Data yang diperoleh dari karakterisasi XRD berupa difraktogram yang berupa peak-peak pada sudut tertentu. Difraktogram juga menggambarkan harga intensitas dan panjang celah sudut 2θ tertentu. Difraktogram yang dihasilkan dari hasil

karakterisasi menggunakan XRD kemudian dianalisis lebih lanjut dengan cara membandingkan pola difraksinya dengan pola difraksi standar yang terdapat pada data *Powder Diffraction File (PDF)* (Maryanti, 2008). Hasil analisis serbuk menggunakan XRD disajikan pada Gambar 3.

Gambar 3. Hasil karakterisasi serbuk TiO_2 menggunakan XRD

Keberhasilan sintesis ditandai dengan adanya puncak tertinggi pada sudut sekitar 25° . Dari analisis lampiran JCPDS puncak tersebut merupakan puncak TiO_2 dengan bidang hkl (101). Sesuai dengan tujuan karakterisasi, maka jenis material yang terbentuk pada substrat merupakan lapisan TiO_2 .

Hasil Elektrodeposisi

Proses elektrodeposisi dalam penelitian ini diawali dengan preparasi sampel. Proses preparasi yaitu proses inspeksi keseluruhan kondisi spesimen yang akan di elektrodeposisi. Setelah inspeksi dilakukan, spesimen yang akan dilapisi ditempatkan pada rig yang disesuaikan dengan bentuk dan dimensi spesimen tersebut. Pada preparasi ini mula-mula plat dipotong kemudian dibersihkan dan direndam menggunakan HCl. Perendaman HCl ini berfungsi untuk melarutkan kotoran atau senyawa lain yang mungkin menempel di plat. Setelah itu, plat dikeringkan menggunakan *hair dryer* dan dihaluskan menggunakan gerinda. Setelah plat baja siap digunakan maka plat baja dilapisi menggunakan metode elektrodeposisi.

Pelapisan plat baja dilakukan dengan elektrodeposisi. Proses elektrodeposisi termasuk proses elektrolisis. Elektrolisis adalah peristiwa penguraian zat elektrolit oleh arus

searah. Saat proses elektrodposisi, pada anoda dan katoda terjadi perubahan potensial akibat adanya aliran arus listrik searah. Larutan elektrolit yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan Asam sulfat dan LiCl. Lapisan tipis hasil elektrodposisi dipengaruhi oleh beberapa variabel diantaranya adalah rapat arus, suhu, waktu deposisi, pengadukan, keasaman larutan (pH), konsentrasi larutan, potensial listrik dan substrat. Sintesis Polianilin dilakukan dengan polimerisasi anilin secara elektrokimia menghasilkan produk dalam bentuk film yang melapisi plat baja. Penggunaan asam H_2SO_4 sebagai larutan elektrolit juga bertujuan mempercepat polimerisasi. Adanya penambahan asam pada proses polimerisasi akan membentuk anilin-asam yang lebih larut dalam larutan polimerisasi, menciptakan suasana asam, dan berperan sebagai dopan bagi polianilin sehingga banyak terbentuk ion-ion SO_4^{2-} yang dapat meningkatkan konduktivitas listriknya [6]. Keberhasilan polimerisasi adalah plat baja dengan inhibitor memiliki warna kekuningan dan lebih mengkilat dibandingkan plat tanpa inhibitor.

Perbandingan visual plat baja tanpa dan dengan inhibitor yang siap digunakan disajikan dalam gambar 4.

a. Plat baja tanpa inhibitor b. Plat baja dengan inhibitor

Gambar 4. Plat baja tanpa dan dengan inhibitor yang siap digunakan

Hasil Korosi

Sampel plat yang telah dielektrodposisi kemudian dikorosi selama 12 hari. Hasil pengamatan terjadinya korosi pada baja karbon dalam lingkungan garam dan asam sulfat (NaCl 0,1 M (H_2SO_4) 0,1 M) dapat dilihat pada gambar 5.

Gambar 5. Sampel/spesimen setelah mengalami korosi

Berdasarkan pengamatan, sampel yang paling berat mengalami korosi adalah sampel Plat tanpa inhibitor. Hal ini selaras dengan perhitungan laju korosi, Plat tanpa inhibitor memiliki laju korosi tertinggi. Hal ini dikarenakan pada plat tanpa korosi, garam dan asam langsung merusak permukaan. Bahan aditif berupa senyawa organik memberikan pengaruh jika bahan tersebut mengadsorpsi pada permukaan logam dan tidak mempunyai afinitas terhadap air maka akan menghasilkan pengaruh inhibitor yang kuat. Jika bahan aditif organik mengadsorpsi permukaan logam dan mempunyai afinitas terhadap air maka akan mempercepat proses elektrodposisi. Oleh karena itu penambahan senyawa organik lebih cenderung memberikan pengaruh dalam hal mempercepat terbentuknya deposit sehingga menghasilkan deposit yang lebih tebal [7]. Dengan demikian dapat melindungi specimen dari korosi. Meski demikian, laju korosi terendah diperoleh pada perbandingan PAni- TiO_2 yang relatif sebanding karena memberikan nilai konduktivitas yang tinggi sehingga dapat melindungi katoda dengan baik. Hasil perhitungan laju korosi disajikan dalam tabel 2,

sedangkan efisiensi inhibisi disajikan dalam tabel 3.

Table 2. Laju Korosi Spesimen

Sampel	Berat Awal (mg)	berat Akhir (mg)	Kehilangan Berat (mg)	Luas (inchi ²)	Laju Korosi (mpy)
Tanpa inhibitor	9633	9433	200	6,46	0,007359
Plat 1	10967	10767	200	6,46	0,007354
Plat 2	10400	10300	100	6,48	0,003666
Plat 3	9667	9533	133	5,94	0,005331
Plat 4	10400	10300	100	6,44	0,00369

Table 3. Efisiensi inhibisi

Sampel	Efisiensi (%)
Plat 1	0,06
Plat 2	100,73
Plat 3	38,02
Plat 4	99,39

Efisiensi inhibisi PANi-TiO₂ dihasilkan berbeda-beda tergantung pada komposisi inhibitor. Pada tabel dapat dilihat bahwa efisiensi inhibisi tertinggi dihasilkan pada plat 2, dapat mencapai 100%. Sedangkan efisiensi terendah dihasilkan pada plat 3 dengan nilai 38.02%.

Ucapan terimakasih

Penulis menyampaikan terimakasih kepada DRPM DIKTI yang telah membiayai penelitian ini melalui skema Penelitian Dosen Pemula Pendanaan 2018.

Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian laju korosi tertinggi dihasilkan Plat tanpa inhibitor dengan nilai 0,007359 mpy, sedangkan laju korosi terendah dihasilkan oleh Plat 2 dengan nilai 0,003666 mpy. Komposisi terbaik untuk melindungi Plat dari korosi adalah 10⁻³ M PANi dan 10⁻² M TiO₂.

Daftar Pustaka

1. Le, D.; Yoo, Y.; Kim, J.; Cho, S.; Son, Y., Corrosion characteristics of polyaniline-coated 316L stainless steel in sulphuric acid containing fluoride. *Corrosion science* **2009**, 51, (2), 330-338.
2. Di Paola, A.; García-López, E.; Marcì, G.; Palmisano, L., A survey of photocatalytic materials for environmental remediation. *Journal of hazardous materials* **2012**, 211, 3-29.
3. Abaci, S.; Nessark, B., Characterization and corrosion protection properties of composite material (PANi+ TiO₂) coatings on A304 stainless steel. *Journal of Coatings Technology and Research* **2015**, 12, (1), 107-120.
4. Fontana, M. G., *Corrosion engineering*. Tata McGraw-Hill Education: 2005.
5. Kumar, S. A.; Sankar, A.; Rameshkumar, S., Oxystelma esculentum leaves extracts as corrosion inhibitor for mild steel in acid medium. *International journal of scientific & technology research* **2013**, 2, (9), 55-58.
6. Chomari, M. N.; Kusumawati, D. H., Variasi Molaritas H₂SO₄ pada Polianilin/H₂SO₄. *Sains & Matematika* **2016**, 1, (1).
7. Hasegawa, M. Fundamental analysis of electrochemical copper deposition for fabrication of submicrometer interconnects. Thesis, Waseda University, Jepang: 18 pH= 5 pH= 9, 2007.