

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKOMPOSIT PANi/SiO₂ SEBAGAI PELAPIS TAHAN KOROSI

Ahmad Arifudin Zuhri

Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: coolriev@gmail.com

Akhmad Januar H. P., Munasir

Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: januar4pribadi@gmail.com, munasirmsc@yahoo.com

Abstrak

Peristiwa korosi tidak dapat dihentikan dan hanya dapat diperlambat prosesnya. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis komposit PANi/SiO₂ dan menganalisis pengaruh pelapis cat-PANi/SiO₂ sebagai antikoroosi pada permukaan plat baja karbon. Polianilin disintesis menggunakan metode oksidasi kimia dan nanosilika disintesis dari pasir bancar dengan menggunakan metode kopresipitasi sedangkan pembuatan nanokomposit menggunakan metode pencampuran basah (*wet mixing*) dengan pelarut 1-butanol. Persen berat nanosilika yang digunakan sebesar 10%, 20% dan 30%. Serbuk nanosilika, polianilin, dan nanokomposit PANi/SiO₂ dikarakterisasi menggunakan SEM, FTIR, dan XRD. Untuk mengetahui ketahanan korosinya, nanokomposit PANi/SiO₂ dilapiskan pada baja dan diuji menggunakan potensiostat. Hasil pengujian potensiostat menunjukkan bahwa penambahan persen berat SiO₂ sebesar 30% pada nanokomposit PANi/SiO₂ dapat menurunkan laju korosi pada baja dengan hasil terbaik yaitu 0,0005196 mm/tahun.

Kata Kunci: korosi, *wet mixing*, nanokomposit PANi/SiO₂.

Abstract

Corrosion can't be stopped and can only slowed the process. This research has purpose to synthesis PANi/SiO₂ composite and analyze the influence of paint-PANi/SiO₂ as anticorrosive coatings on the surface of carbon steel plate. Polyaniline synthesized using chemical oxidation methods, nanosilica from Bancar's sand synthesized using a coprecipitation method while nanocomposite using wet mixing method with the solvent 1-butanol. Weight percent of nanosilica used was 10%, 20% and 30%. Nanosilica powder, polyaniline, and PANi/SiO₂ nanocomposite were characterized using SEM, FTIR, and XRD. To find corrosion resistance, PANi/SiO₂ nanocomposite coated on steel and tested using a potentiostat. The test results showed that the addition of 30 wt% SiO₂ in nanocomposite PANi/SiO₂, can decrease corrosion rate of steel with the best results is 0.0005196 mm/year.

Keywords: corrosion, wet mixing, PANi/SiO₂ nanocomposite.

PENDAHULUAN

Dalam bidang teknologi dan industri, logam merupakan material yang sangat besar perannya. Akan tetapi dalam kehidupan sehari-hari banyak faktor yang menyebabkan daya guna logam ini menurun. Salah satu penyebab hal tersebut adalah terjadinya korosi pada logam. Peristiwa korosi tidak dapat dihentikan dan hanya dapat diperlambat prosesnya. Dikarenakan sifatnya yang tidak dapat dihentikan inilah maka penelitian mengenai perlindungan korosi terus dilakukan untuk mendapatkan metode perlindungan korosi yang lebih baik (Aulia, 2011).

Teknik pelapisan logam yang saat ini banyak diteliti adalah dengan pencampuran polianilin (PANi) pada cat. Polianilin merupakan polimer konduktif yang digunakan sebagai pelapis antistatik, pelapis inhibisi korosi, tampilan elektrokromik, sensor, light-emitting dioda, kapasitor, baterai ringan, dan membran permeasi gas.

Polianilin mampu menciptakan proteksi katodik melawan lingkungan yang agresif dengan cara menghambat proses oksidasi logam pada mekanisme terjadinya korosi.

Silika (Silikon dioksida) merupakan bahan yang sering dimanfaatkan untuk kebutuhan sehari-hari. Silika digunakan untuk membuat kaca, piranti semikonduktor, absorben dan lain-lain. Silika merupakan senyawa terbanyak penyusun kerak bumi.

Penelitian Shahrir Hasyim dkk (2012), yaitu penambahan PANi pada cat acrylic dapat menghambat laju korosi sebesar 0,34 g/m²h, sedangkan komposit PANi-SiO₂ yang ditambahkan pada cat acrylic dapat menghambat laju korosi hingga 0,17 g/m²h. Selain itu, pada penelitian sebelumnya, Ahmed Al-Dulaimi dkk (2011) dengan penambahan komposit PANi/SiO₂ pada cat, merupakan pelapis terbaik untuk mengurangi massa yang hilang pada logam yang dimasukkan pada 5% NaCl, jika dibandingkan komposit PANi-TiO₂.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Anilin (C₆H₅NH₂) Merck, Amonium Persulfat (NH₄)₂S₂O₈) Merck, HCl 37% (Merck), Aseton, Pasir Bancar, NaOH 99% (Merck), 1-butanol, Baja, Cat (Avian) dan Aquades. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas ukur, gelas kimia (50, 100 dan 250 mL), mortar, cawan keramik, pengaduk magnet (*magnetic stirrer*), pipet, spatula, corong, kertas saring, timbangan digital, saringan, ampelas dan furnace.

Alat Karakterisasi

Sampel dikarakterisasi dengan FTIR spektrometer (Perkin Elmer), analisis difraksi sinar-X (Philips PW 1710), karakterisasi morfologi menggunakan *scanning electron microscope* (FEI Inspect S50), EDAX (Ametex) dan pengujian korosi menggunakan Potensiostat (PGSTAT 302 Metrohm).

Metode Sintesis

Pasir Bancar seberat 4 gr dilarutkan dalam larutan NaOH (7 M) 60 ml sambil diaduk pada temperatur 80⁰ C selama 2 jam untuk membentuk kristal sodium silikat (Na₂SiO₃), kemudian ditambah aquades 250 ml dan disaring. Larutan hasil saringan kemudian ditambah HCl 2M sambil diputar sampai pH7. Setelah terbentuk endapan putih, dibiarkan selama 24 jam. Kemudian dicuci dengan aquades untuk menghilangkan kadar asam, basa dan garam pada sampel tersebut, setelah itu disaring dan silika gel dikeringkan dengan furnace (100⁰ C) selama 24 jam.

Sebanyak 1,82 ml anilin (20 mmol) dilarutkan ke dalam 50 ml HCl 1M dan dibiarkan selama 1 jam. Pada saat yang bersamaan, sebanyak 5,71 gr amonium peroksidisulfat (NH₄)₂S₂O₈ (25mmol) dilarutkan ke dalam 50 ml aquades dan dibiarkan selama 1 jam. Setelah itu kedua larutan dicampurkan dan diaduk kemudian dibiarkan selama 24 jam. Endapan yang terbentuk disaring dengan kertas saring, lalu dicuci dengan 100 ml HCl 0,2M kemudian dilanjutkan pencucian dengan menggunakan aseton 100 ml. Polianilin doping HCl (*emeraldine salt* (ES)) dikeringkan di dalam furnace pada temperatur 60°C selama 20 jam.

Nanokomposit PANi/SiO₂ dibuat dengan metode *wet mixing* menggunakan larutan 1-butanol sebagai pelarut (*solvent*). Nanokomposit dibuat dengan persentase berat *filler* sebesar 10%,20% dan 30%. Serbuk nanosilika dimasukkan kedalam 10 ml larutan 1-butanol dan *distirrer*

selama 2 jam. Setelah itu ditambahkan serbuk polianilin dan *distirrer* selama 2 jam. Nanokomposit PANi/SiO₂ yang terbentuk dikeringkan pada suhu 60 °C selama 24 jam.

Sebanyak satu gram nanokomposit PANi/SiO₂ ditambahkan kedalam 10 ml cat yang kemudian dicampur homogen. Sampel baja yang sudah dipersiapkan dilapisi dengan campuran cat/PANI-SiO₂ dan dikeringkan pada suhu ruang.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Uji FTIR

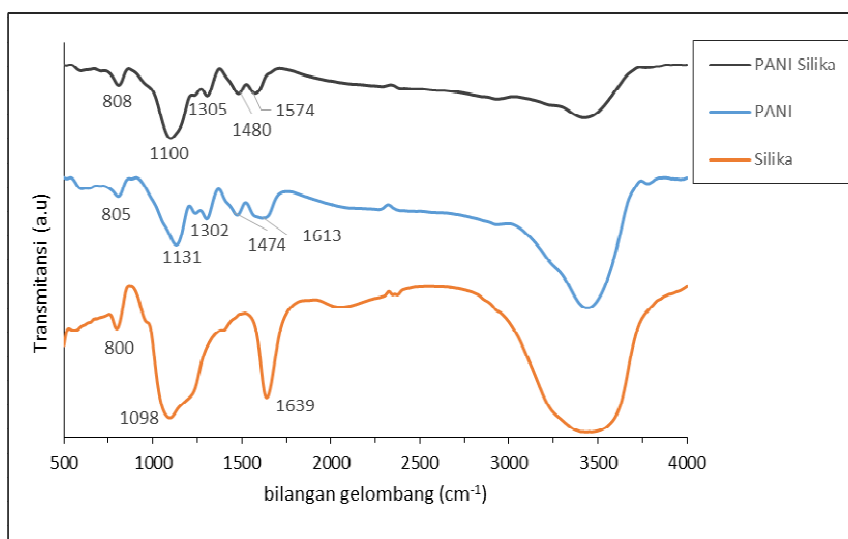
Gambar 1 merupakan hasil pengujian FTIR semua sampel. Hasil FTIR nanosilika menunjukkan pola serapan pada bilangan gelombang 469 cm⁻¹ yang merupakan gugus fungsi Si-O, 800 cm⁻¹ merupakan gugus OH dari Si-O, 1098 cm⁻¹ merupakan gugus Si-O-Si (siloksan), 1639 cm⁻¹ gugus fungsi O-H (molekul air) dan 3463 cm⁻¹ menunjukkan pola serapan dari gugus gugus O-H.

Hasil FTIR Polianilin menunjukkan pola serapan Ikatan C-H pada bilangan gelombang 805 cm⁻¹, bilangan gelombang 1131 cm⁻¹ merupakan ikatan C–N *stretch of benzenoid ring*, 1302 cm⁻¹ merupakan ikatan C–N *stretch of Q-B-Q*. Munculnya penyerapan kuat pada 1131 cm⁻¹ ini merupakan salah satu ciri khas PANi pada kondisi konduktif berupa garam emeraldin (*emeraldine salt*) (Wahyuni, 2012). Bilangan gelombang 1474 cm⁻¹ yang merupakan ikatan C=C *benzenoid ring stretch (N-B-N)* dan bilangan gelombang 1613 cm⁻¹ yang merupakan ikatan C=N *stretch of quinoid ring (N=Q=N)*.

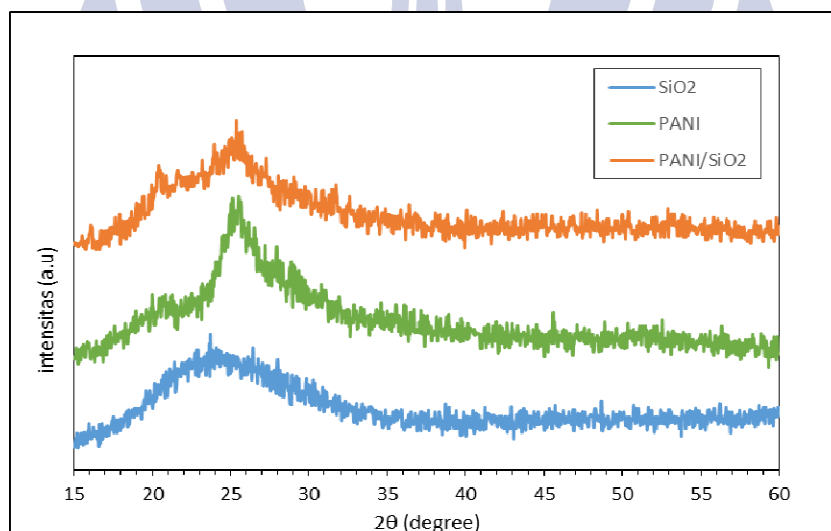
Pola serapan (absorpsi) pada nanokomposit PANi/SiO₂ secara umum cenderung mirip dengan PANi. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan nanosilika tidak merubah struktur matriks. Adanya pola serapan pada bilangan gelombang 1100 cm⁻¹ menunjukkan pola serapan gugus Si-O-Si (siloksan). Hasil ini sesuai dengan penelitian sebelumnya Liu (2008) dan Liu dkk (2011) yang mengindikasikan ciri khas nanosilika didalam matriks polianilin.

Hasil Uji XRD

Gambar 2 menunjukkan pola difraksi nanosilika, polianilin dan nanokomposit PANi/SiO₂. Hasil sintesis dari pasir Bancar menunjukkan SiO₂ yang terbentuk merupakan amorf dengan pola difraksi yang terbentuk intensitas tertingginya hanya 196 counts, dengan puncak melebar pada sudut 2θ=18°, kemudian menurun dan mendatar pada sudut 2θ=36°.



Gambar 1. Hasil pengujian FTIR



Gambar 2. Hasil pengujian XRD

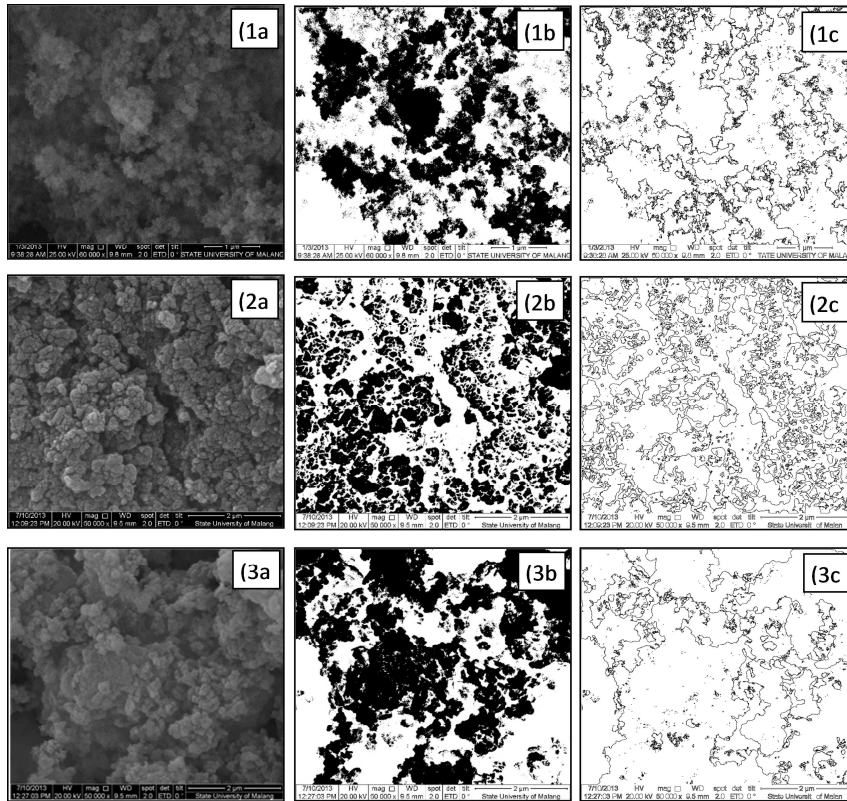
Pada Polianilin (PANI) Pola difraksi yang dihasilkan memperlihatkan tiga puncak pada sudut $2\theta = 15,87^\circ$; $20,78^\circ$; dan $25,64^\circ$. Pola difraksi ini mengindikasikan struktur kristal parsial atau semikristalin dari polianilin. Puncak pada $2\theta=20,78^\circ$ diakibatkan oleh periodisitas yang sejajar terhadap cincin polimer polianilin, sedangkan puncak pada $2\theta=25,64^\circ$ diakibatkan oleh periodisitas yang tegak lurus terhadap cincin polimer polianilin (Maddu, 2008).

Pola difraksi nanokomposit PANI/SiO₂ memperlihatkan puncak-puncak yang identik dengan polianilin dan nanosilika. Terjadi sedikit pergeseran puncak yaitu $2\theta = 16,10^\circ$; $20,44^\circ$; dan $25,36^\circ$, dengan penurunan intensitas pada sudut 25° dan peningkatan

intensitas pada sudut 16° dan 20° . Hasil tersebut sesuai dengan penelitian sebelumnya (Liu, 2008).

Hasil SEM dan Analisis Software Image-J

Gambar SEM sampel dianalisis dengan Image-J. Image-J merupakan *software* gratis yang bisa digunakan sebagai alternatif untuk mengetahui diameter sampel dengan mengolah hasil SEM, keakuratan *software* Image-J ini mencapai 80% (Candra dkk, 2011). Hasil pengolahan gambar SEM dengan menggunakan Image-J ditunjukkan pada Gambar 3 (a, b, dan c). Dalam gambar tersebut ditunjukkan hasil pengolahan gambar dengan menggunakan *Threshold* dan *Outline* hasil analisis Image-J.



Gambar 3. Hasil pengolahan SEM dengan image-J
(1) SiO₂ (2) PANi (3) PANi/SiO₂
(a) SEM awal (b) Threshold dan (c) Outline

Tabel 1. Pencocokan gugus fungsi hasil uji FTIR dengan referensi

| Sampel | Luas Permukaan (nm ²) | | | Diameter (nm) | | |
|-----------------------|-----------------------------------|-----------|---------|---------------|-----------|---------|
| | Maksimal | Rata-rata | Minimal | Maksimal | Rata-rata | Minimal |
| Silika | 6.086,566,311 | 1497,77 | 23,611 | 2784,526 | 43,681 | 5,484 |
| Polianilin | 4.647.683,398 | 5.742,86 | 33,542 | 2.433,232 | 85,532 | 6,537 |
| PANi/SiO ₂ | 8.506.588,08 | 3.008,653 | 33,704 | 3.291,871 | 61,909 | 6,552 |

Berdasarkan hasil analisis partikel dengan Image-J diperoleh diameter silika maksimal, rata-rata, dan minimal adalah sebesar 2784,526 nm, 43,681 nm, dan 5,484 nm. Ukuran diameter PANi maksimal, rata-rata, dan minimal adalah sebesar 2433,232 nm, 85,532 nm, dan 6,537 nm. Ukuran diameter nanokomposit PANi/SiO₂ maksimal, rata-rata, dan minimal adalah sebesar 3.291,871 nm, 61,909 nm, dan 6,552 nm.

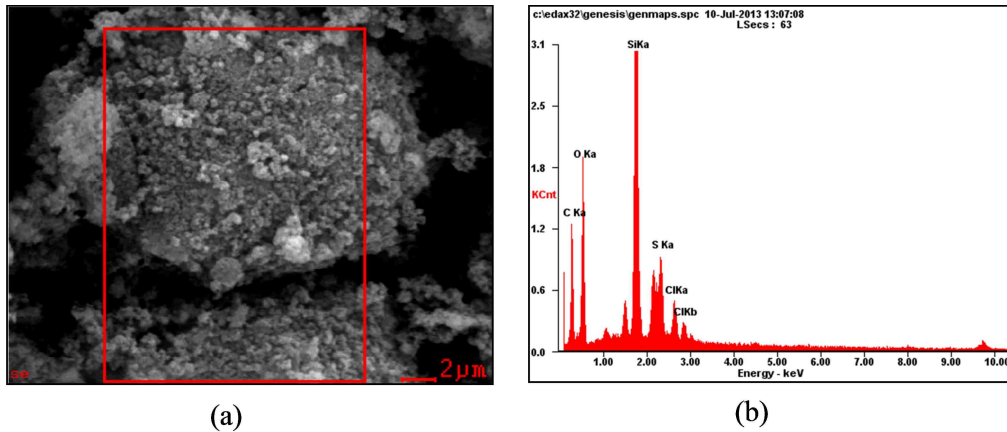
Ukuran diameter maksimal sangat besar sekali merupakan gerombolan dari banyak partikel yang dianggap hanya satu partikel saja oleh *software* image-J, sehingga diameter maksimal yang diperoleh bisa diabaikan karena bukan data yang diperlukan.

Hasil Uji EDX

Pengujian EDX ini dilakukan pada satu spot kotak merah seperti pada gambar 4(a), yang kemudian dapat diketahui spektrum unsurnya seperti terlihat pada gambar 4(b).

Dari hasil pengujian EDX ini juga dapat diketahui persentase masing-masing unsur yang ada pada sampel, seperti ditunjukkan oleh tabel 2.

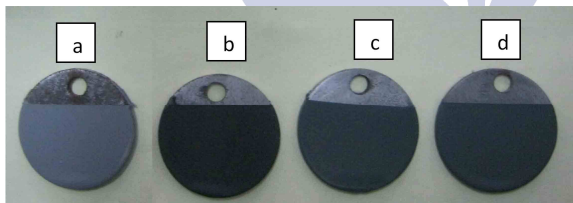
Unsur terbanyak pada sampel adalah unsur karbon (C) yang berasal dari polianilin dengan rumus molekul C₆H₅NH₂ yaitu sebanyak 46,42% berat. Kemudian unsur oksigen (O) sebanyak 29,76% berat atau sekitar 28,43% atom dan unsur silikon (Si) sebanyak 16,96% berat yang keduanya diperkirakan berasal dari silika (SiO₂). Unsur sulfur (S) sebesar 04,09% berat, diperkirakan berasal dari bahan Ammonium Peroxodisulfat ((NH₄)₂S₂O₈). Kemudian adanya unsur klor (Cl) sebesar 02,15% berat diperkirakan berasal dari asam klorida (HCl), yang merupakan bahan untuk sintesis PANi dan nanosilika. Dan yang terakhir adalah unsur natrium (Na) dalam jumlah 00,62% berat diperkirakan berasal dari NaOH.



Gambar 4. (a) Morfologi komposit PANi/SiO₂ perbesaran 10.000x
(b) Spektrum EDX komposit PANi/SiO₂

Hasil Uji Korosi

Komposit PANi/SiO₂ dilapiskan pada baja dan kemudian diuji korosi dengan menggunakan potensiostat dengan medium pengkorosi adalah NaCl 3,5%. Hasil pengujian tersebut merupakan tafel plot polarisasi yang merupakan hubungan log i dengan E (gambar 6) yang merupakan pengolahan dengan software Anova.

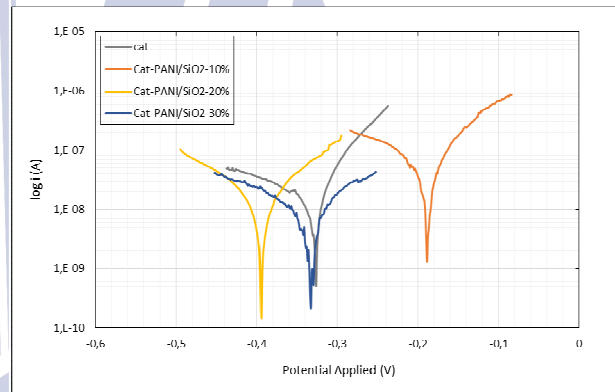


Gambar 5. Pelapisan pada baja (a) Cat, (b) Cat-PANi/SiO₂-10%, (c) Cat-PANi/SiO₂-20% (d) Cat-PANi/SiO₂-30%

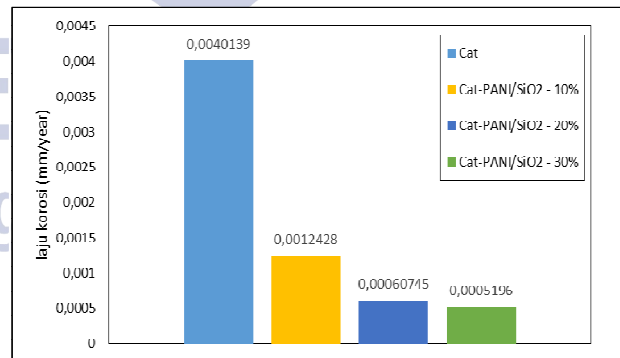
Dengan software anova juga diketahui arus korosi (I_{corr}), tegangan korosi (E_{corr}), dan laju korosi (*corrosion rate*) yang diperlihatkan oleh tabel 2.

Tabel 2. Data hasil pengujian korosi pada baja

| Lapisan Pelindung Baja | Arus korosi (I_{corr}) (nA) | Laju Korosi (mm/tahun) |
|--------------------------------|---------------------------------|------------------------|
| Cat | 120,900 | 0,00401390 |
| Cat-PANi/SiO ₂ -10% | 85,5650 | 0,00124280 |
| Cat-PANi/SiO ₂ -20% | 31,3660 | 0,00060745 |
| Cat-PANi/SiO ₂ -30% | 25,0410 | 0,00051960 |



Gambar 6. Tafel plot polarisasi hasil pengujian laju korosi



Gambar 7. Diagram laju korosi pada baja dengan masing-masing lapisan pelindung

Berdasar gambar 7 terlihat bahwa penambahan nanokomposit dengan 10% berat SiO₂ mampu menurunkan laju korosi dibanding hanya pelapis cat yaitu dari 0,0040139 mm/tahun menjadi 0,0012428 mm/tahun. Nanokomposit dengan 20% dan 30% berat SiO₂

menunjukkan hasil yang sangat bagus, yaitu dapat menurunkan laju korosi hingga sebesar 0,00060745 mm/tahun dan 0,0005196 mm/tahun.

Media korosi yang digunakan adalah NaCl 3,5% akan terionisasi menjadi ion Na⁺ dan Cl⁻. Ion-ion pengkorosi Cl⁻ akan terus bergerak dalam larutan NaCl, sehingga ion-ion yang bergerak menghasilkan arus listrik. Pada bahan polimer biasa atau bahan polimer yang bersifat isolator misalnya cat, ion-ion korosif tersebut akan dapat dengan mudah mengkorosi bahan dikarenakan ion-ion Cl⁻ tidak dapat mengalir pada saat bertumbukan dengan elektron pada bahan. Sedangkan pada bahan polimer konduktif, ion-ion korosif yang bertumbukan dengan bahan, mentransferkan energinya pada elektron bahan dan mengalirkannya. Sehingga ion-ion korosif tidak secara langsung mengkorosi bahan (Permana, 2010).

Penambahan silika dapat membuat lintasan tambahan sehingga elektron membutuhkan waktu yang lebih lama untuk merusak lapisan cat tersebut. Disamping ada penambahan lintasan pengkorosian, SiO₂ juga merupakan bahan keramik yang bersifat absorben. Bahan keramik merupakan bahan yang tahan korosi, sedangkan absorben merupakan sifat menyerap molekul air yang dimiliki silika karena strukturnya yang berpori. Jadi, elektron akan sangat sulit mengkorosi lapisan PANi/SiO₂ sehingga laju korosi menjadi sangat kecil.

PENUTUP

Simpulan

Berdasarkan hasil dan pembahasan yang telah dilakukan dalam penelitian ini, dapat diambil kesimpulan bahwa :

- Nanokomposit PANi/SiO₂ yang terbentuk mempunyai ukuran 6,537 – 85,53 nm. Secara umum, berdasarkan hasil pengujian FTIR menunjukkan bahwa karakteristik PANi dan SiO₂ masih nampak pada komposit PANi/SiO₂. Dibandingkan dengan pola difraksi PANi, pada nanokomposit PANi/SiO₂ terjadi penurunan intensitas pada sudut 25° dan peningkatan intensitas pada sudut 16° dan 20° dengan homogenitas unsur pada nanokomposit sangat bagus, terlihat dengan hasil EDX, kandungan unsur karbon (C) sebesar 46,42% berat, unsur oksigen (O) sebanyak 29,76% berat dan unsur silikon (Si) sebanyak 16,96% berat.
- Semakin besar persen (%) berat nanosilika pada komposit PANi/SiO₂ yang digunakan sebagai pelapis baja, laju korosi pada baja semakin menurun dengan hasil terbaik sebesar 0,0005196 mm/tahun yaitu pada pelapis PANi/SiO₂-30%.

Saran

Untuk mendapatkan hasil yang lebih baik dan tepat sasaran maka disarankan untuk melakukan hal berikut:

- Melakukan sintesis PANi dengan menggunakan metode polimerisasi interfasial agar diperoleh nanofiber PANi;
- Pada sintesis nanosilika, endapan silika yang terbentuk dicuci dengan aquades yang lebih banyak agar Na⁺ dan Cl⁻ tidak tersisa, sehingga kemurnian silika sintesis meningkat;
- Membuat nanokomposit PANi-SiO₂ dengan metode yang lain, misalnya *polimerisasi in-situ* dan *dry-mixing*.

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Dulaimi, A. (2011). Corrosion Protection of Carbon Steel Using Polyaniline Composite with Inorganic Pigments. *Sains Malaysiana*, 757–763.
- Candra K., Thomas B. W., dan Perdamean S. 2011. *Analisis Ukuran Partikel Menggunakan Free Software Image-J*. Seminar Nasional Fisika Pusat Penelitian Fisika-LIPI 2011. ISSN:2088-4.
- Hasyim, S., Khan, M. I., & Al-Dulami, A. A. (2010). *Evaluation of Polyaniline Composites and Nanostructures as anti-corrosive pigments for Carbon Steel*. Johor: UTM Malaysia.
- Liu, P. (2008). Preparation and Characterization of Conducting Polyaniline/Silica Nanosheet Composites. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 9-13.
- Maddu, A. (2008). Sintesis dan Karakterisasi Nanoserat Polianilin. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, Vol. 1 No.2.
- Permana, A. (2010). *Sintesis Bahan Nano Komposit Polianilin (PANI)-TiO₂ dan Karakterisasinya sebagai Pelapis Tahan Korosi*. SKRIPSI (tidak dipublikasikan).
- Ying Dan Liu, dkk.(2011). Fabrication of semiconducting polyaniline/nano-silica nanocomposite particles and their enhanced electrorheological and dielectric characteristics. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 17-22.