

# Pembentukan Lapisan Baja Dengan Cara Elektrolisa Hidrotermal Sebagai Perlindungan Terhadap Korosi

Rizka Zulhijah<sup>1</sup>, Siti Machmudah<sup>1</sup>, Wahyudiono<sup>1</sup>, Heru Setyawan<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Kampus ITS Sukolilo Surabaya, 60111  
INDONESIA

Email : [sheru@chem-eng.its.ac.id](mailto:sheru@chem-eng.its.ac.id)

## Abstrak

Lapisan magnetit pada permukaan baja telah berhasil dibentuk dengan menggunakan metode elektrolisa hidrotermal. Pada penelitian ini digunakan alat reaktor elektrolisa hidrotermal dengan cara melakukan proses anodisasi baja pada daerah suhu (100-200 °C) dan variasi rapat arus listrik 0,1-0,4A/cm<sup>2</sup> dalam waktu 5-60 menit. Konsentrasi larutan juga divariasikan dari 5%-15% NaOH. Sebelum proses elektrolisa dilakukan, oksigen dibuang dengan cara mengalirkan gas nitrogen pada reaktor. Untuk menganalisa lapisan yang terbentuk dilakukan analisa FE-SEM dan XRD. Lapisan magnetit yang terbentuk juga dianalisa ketahanan korosinya dengan menggunakan analisa Cyclic Voltammetry dan polarisasi linear. Pengaruh rapat arus, konsentrasi NaOH, waktu dan suhu proses terhadap lapisan yang terbentuk dipelajari pada penelitian ini. Telah berhasil dibentuk lapisan magnetit dengan metode ini dengan tebal lapisan antara 21-126,71 µm. Lapisan magnetit bertambah tebal seiring dengan kenaikan konsentrasi (sampai batas tertentu), rapat arus (sampai batas tertentu), dan lama waktu elektrolisa, sedangkan suhu elektrolisa tidak berpengaruh secara signifikan terhadap ketebalan yang terbentuk. Dari hasil analisa korosi cyclic voltammetry dan linear polarisasi menunjukkan bahwa lapisan yang terbentuk dapat menghambat terjadinya korosi.

**Kata kunci** : anodisasi, elektrolisa hidrotermal, korosi, magnetit

## 1. PENDAHULUAN

Baja merupakan salah satu jenis logam yang paling banyak pemanfaatannya dalam bidang industri dan kehidupan sehari-hari. Akan tetapi ada sifat baja yang cukup merugikan yaitu baja sangat mudah terkorosi pada kondisi atmosferik, terutama dalam suasana asam, garam, kelembapan udara yang tinggi, bahkan dalam pH netral sehingga dibutuhkan suatu penghalang antara baja dengan lingkungannya. Ada beberapa cara untuk menghambat terjadinya korosi pada baja, yaitu dengan pelapisan pada permukaan baja dengan organik, pengecatan, lilin atau minyak dan dengan oksidanya. Dan metode yang paling efektif untuk melindungi baja dari korosi adalah dengan cara pasivasi baja atau melapisi baja

dengan oksidanya. Saat ini proses pasivasi baja yang sedang dikembangkan adalah teknologi penghitaman (*Blackening Process*) dengan menggunakan cara hydrothermal dimana menggunakan senyawa kimia yang berbahaya terhadap tubuh dan lingkungan seperti nitrat dan hydrazine hydrate untuk mempercepat proses oksidasi dalam membentuk lapisan oksida besi (Zhu, dkk, 2008).

Oleh karena itu, dalam penelitian ini dilakukan pasivasi baja dengan menghasilkan lapisan oksida (*oxide coating*) pada substrat baja untuk menghambat laju korosi dengan cara yang lebih sederhana dan ramah lingkungan, yaitu menggunakan metode elektrokimia. Karena pada prinsipnya pembentukan lapisan oksida pada

permukaan baja merupakan proses elektrokimia yaitu reaksi oksidasi. Bahan utama yang digunakan adalah larutan basa (NaOH) sebagai elektrolit. Pada penelitian ini dipelajari pengaruh voltase, suhu, waktu dan konsentrasi elektrolit terhadap terbentuknya lapisan serta ketahanan lapisan dalam menghambat terjadinya korosi.

## 2. METODOLOGI

Dalam penelitian ini digunakan satu set reaktor Elektrolisa Hidrotermal, yang dihubungkan dengan catu daya. Di dalam reaktor, terdapat 1 buah beaker glass yang berisi larutan NaOH dengan variasi konsentrasi 5%-15% sebagai larutan elektrolit, dan 2 buah baja berukuran 8 cm x 1 cm sebagai anoda dan katoda dengan jarak 3 cm. Kedua elektroda dihubungkan dengan catudaya sebagai sumber tegangan. Sebelum proses elektrolisa, gas oksigen dibuang dengan mengalirkan gas nitrogen ke dalam rektor. Setelah suhu dinaikkan dan mencapai suhu yang diinginkan, dimana suhu divariasikan antara 100-200 °C, proses elektrolisa dimulai dengan memberikan beda tegangan pada kedua elektroda. Tegangan diset maksimum, dan dilakukan variasi rapat arus 0.1 A/cm<sup>2</sup> – 0.4 A/cm<sup>2</sup>. Proses dilakukan dengan variasi waktu 5 menit sampai 1 jam.

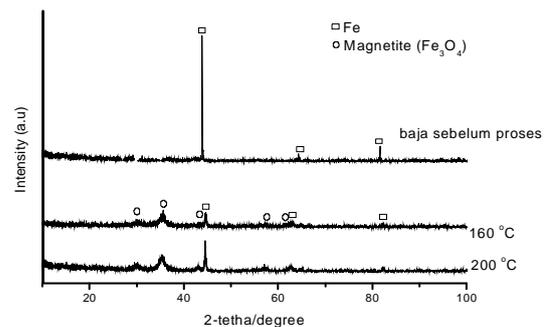
Setelah lapisan magnetit telah terbentuk pada permukaan baja, dilakukan analisa dengan menggunakan analisa FESEM untuk mempelajari morfologi lapisan dan menghitung tebal lapisan magnetit, analisa XRD untuk memastikan bahwa lapisan yang terbentuk adalah magnetit. Untuk mempelajari kemampuan lapisan dalam menghambat korosi dilakukan analisa polarisasi linear, dan *cyclic voltammetry*.

## 3. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

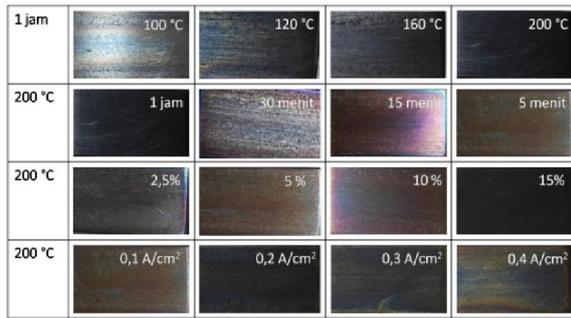
Dengan menggunakan metode Elektrolisa hidrotermal telah berhasil dibentuk lapisan oksida besi berupa magnetit pada permukaan baja dalam waktu yang cukup singkat yaitu 5 menit. Hal ini bisa terlihat dari puncak-puncak pada hasil analisa XRD, seperti pada Gambar 1. Pada hasil XRD untuk baja setelah proses, telah muncul

puncak-puncak pada yang sudut 30,06; 35,45; 37,12; 43,04; 57,7; 62,73; dimana berdasarkan kurva standart magnetit, sudut-sudut tersebut merupakan sudut-sudut puncak pada magnetit. Sedangkan pada baja sebelum proses, tidak muncul puncak-puncak yang merupakan puncak magnetit. Puncak-puncak yang muncul pada sudut 44,60; 64,68; 82,35; 115,66 yang merupakan puncak Fe. Dari Gambar 1 juga dapat dilihat bahwa puncak Fe yang terbentuk pada hasil analisa XRD untuk baja yang telah terlapsi memiliki intensitas yang lebih rendah, yang menunjukkan baja telah tertutupi oleh lapisan magnetit. Lapisan magnetit yang terbentuk memiliki variasi warna dari pelangi hingga hitam. Hasil ini dapat dilihat pada Gambar 2. Dari gambar tersebut terlihat bahwa pada suhu yang rendah dan waktu yang singkat maka lapisan yang terbentuk berwarna pelangi atau dichroic sedangkan pada suhu tinggi dan waktu yang lebih lama lapisan yang terbentuk menjadi gelap dan hitam. Pembentukan lapisan dichroic dan hitam ini juga terjadi untuk anodisasi pada suhu < 100 °C (Burleigh, 2007; Burleigh, 2009). Dengan meningkatkan konsentrasi larutan NaOH, lapisan yang terbentuk menjadi lebih gelap. Warna gelap ini menunjukkan bahwa lapisan magnetit yang terbentuk lebih sempurna. Hal ini terlihat dari hasil analisa XRD yang memiliki puncak magnetit dengan intensitas yang lebih tinggi (Gambar 1).

Dengan metode ini, juga telah berhasil diperoleh lapisan magnetit yang bersifat *adherent*. *Adherent* di sini bermakna lapisan yang telah terbentuk, tidak menimbulkan warna pada kapas, jika digoreskan pada kapas (Burleigh, 2007)

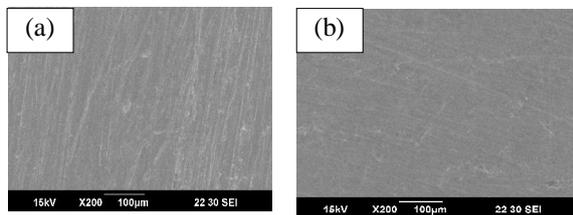


**Gambar 1. Hasil Analisa XRD Baja Sebelum dan Sesudah Elektrolisa**



**Gambar 2. Warna Lapisan Magnetit**

Gambar 3 menunjukkan hasil analisa SEM permukaan baja yang telah terlapsi magnetit dan yang belum terlapsi. Dari Hasil analisa tersebut terlihat bahwa baja yang telah terlapsi dan yang belum terlapsi memiliki morfologi yang hampir sama. Hal ini dikarenakan pada proses pembentukan lapisan magnetit merupakan proses pasivasi dimana Fe yang terkandung dalam baja teroksidasi membentuk lapisan oksida magnetit yang menutupi permukaan baja.



**Gambar 3 Hasil Analisa SEM (a) baja yang tidak terlapsi (b) baja yang terlapsi magnetit**

### 3.1 Pengaruh suhu, waktu proses, rapat arus dan konsentrasi NaOH terhadap ketebalan lapisan magnetit

Dengan menggunakan analisa FESEM pada posisi melintang dapat diukur tebal lapisan yang terbentuk. Dari hasil analisa yang diperoleh dapat terlihat morfologi yang berbeda antara lapisan dengan baja. Sehingga dengan cara ini dapat diukur tebal lapisan magnetit yang terbentuk. Salah satu contoh hasil analisa FE-SEM dapat dilihat pada Gambar 4 dan hasil pengukuran tebal lapisan seluruhnya dapat dilihat pada Tabel 1. Dari hasil tersebut dapat diketahui waktu proses, rapat arus dan konsentrasi elektrolit memberikan pengaruh yang signifikan terhadap ketebalan lapisan yang terbentuk, sedangkan suhu tidak memberikan pengaruh yang cukup signifikan terhadap ketebalan yang terbentuk. Tebal lapisan

magnetit yang terbentuk berkisar antara 126,7-21  $\mu\text{m}$ . Pada variasi suhu proses 100-200  $^{\circ}\text{C}$ , tebal lapisan yang diperoleh sama yaitu 126,7  $\mu\text{m}$ . Pada waktu proses 1 jam, tebal lapisan magnetit yang terbentuk mencapai 126,7  $\mu\text{m}$  dan menurun seiring dengan berkurangnya waktu anodisasi. Gambar 4 menunjukkan hasil FE-SEM lapisan magnetit yang dihasilkan pada variasi lama waktu yang berbeda. Dari gambar tersebut dapat dilihat, untuk lama anodisasi 30, 15 dan 5 menit, lapisan yang terbentuk memiliki struktur yang berlapis-lapis, akan tetapi pada lama anodisasi 1 jam, lapisan magnetit memiliki struktur lapisan yang berbeda, stukturanya lebih padat dan memiliki struktur seperti metal. Dari gambar foto lapisan magnetit (Gambar 2) juga bisa dilihat bahwa pada waktu anodisasi yang lebih lama, warna lapisan adalah hitam dimana lapisan magnetit yang terbentuk lebih sempurna. Hal ini bisa dilihat dari struktur lapisan yang lebih padat. Sedangkan untuk lama anodisasi yang lebih pendek adalah masih bersifat dichroic dan berwarna seperti pelangi. Semakin lama waktu anodisasi, maka semakin maksimal proses pembentukan lapisan magnetit (proses oksidasi logam Fe yang terkandung dalam baja menjadi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ).

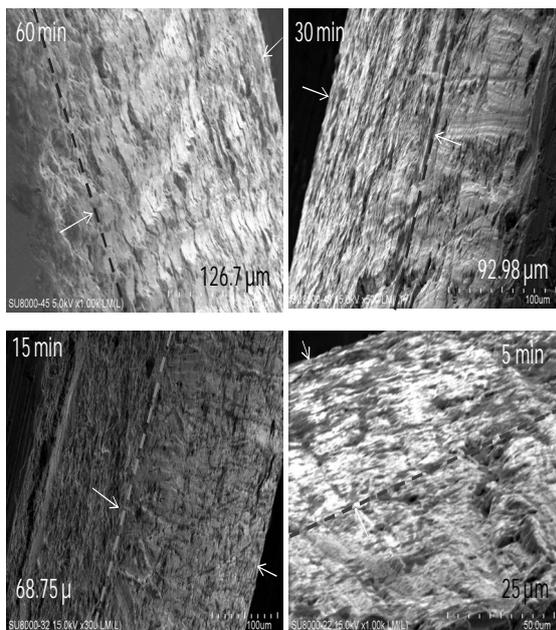
Adapun pengaruh rapat arus pada tebal lapisan yang terbentuk adalah pada rapat arus 0,1  $\text{A}/\text{cm}^2$ , lapisan magnetit yang terbentuk memiliki tebal 25  $\mu\text{m}$  dan meningkat menjadi 181,5  $\mu\text{m}$  pada arus 0,2  $\text{A}/\text{cm}^2$ . Akan tetapi pada arus 0,3  $\text{A}/\text{cm}^2$ , tebal lapisan menurun menjadi 53,42  $\mu\text{m}$  dan meningkat kembali menjadi 43,08  $\mu\text{m}$  pada arus 0,4  $\text{A}/\text{cm}^2$ . Pada dasarnya lapisan magnetit yang terbentuk akan menjadi lebih tebal dengan menaikkan arus pada proses elektrolisa, akan tetapi pada arus yang terlalu besar justru menghambat proses pembentukan lapisan magnetit. Reaksi yang terjadi pada proses elektrolisa dipengaruhi oleh dua proses yaitu difusi ion dari larutan menuju permukaan elektroda dan transfer elektron (Bard, 2001). Pada proses pembentukan magnetit ini, proses difusi yang terjadi adalah difusi ion  $\text{OH}^-$  menuju permukaan elektroda, dimana pada permukaan

elektroda terjadi reaksi oksidasi Fe menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  yang disebabkan oleh adanya transfer elektron.

Dengan demikian ketika proses transfer elektron dan difusi seimbang, magnetit akan terbentuk. Pada rapat arus yang cukup tinggi, maka transfer elektron akan berlangsung sangat cepat dan difusi menjadi sangat lambat, sehingga reaksi pembentukan magnetit akan terhambat. Hal ini mengakibatkan pada rapat arus yang terlalu besar ( $0,3\text{A}/\text{cm}^2$  dan  $0,4\text{A}/\text{cm}^2$ ) maka tebal lapisan pun menjadi lebih tipis. Dari warna lapisan yang terbentuk (Gambar 2) juga bisa dilihat bahwa warna lapisan menjadi lebih gelap ketika arus dinaikkan menjadi  $0,2\text{A}/\text{cm}^2$ , akan tetapi warna lapisan menjadi tidak terlalu gelap pada arus  $0,3\text{A}/\text{cm}^2$  dan  $0,4\text{A}/\text{cm}^2$ .

Tebal lapisan magnetit menjadi meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi elektrolit

(NaOH) pada proses anodisasi. Pada NaOH 2.5% diperoleh lapisan magnetit dengan ketebalan  $21,38\ \mu\text{m}$ , serta  $25\ \mu\text{m}$ ,  $27,27\ \mu\text{m}$ ,  $41,09\ \mu\text{m}$  untuk konsentrasi NaOH 5%, 10% dan 15%. Pada konsentrasi elektrolit yang tinggi maka laju reaksi pada proses pembentukan magnetit juga akan meningkat sehingga lapisan yang terbentuk juga akan menjadi lebih tebal.



**Gambar 4. Hasil Analisa FESEM Lapisan Magnetit yang Dibentuk Pada Variasi Waktu Proses**

**Tabel 1. Hasil Pengukuran Tebal Lapisan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$**

Suhu ( $^{\circ}\text{C}$ )	Konsentrasi NaOH(%)	Rapat Arus ( $\text{A}/\text{cm}^2$ )	Waktu (menit)	Tebal Lapisan ( $\mu\text{m}$ )	
200	2.5	0.1	5	21	
			60	126.7	
			30	92.98	
	5	0.1	15	68.75	
			5	25	
			0.2	5	181.5
			0.3	5	53.42
			0.4	5	43.08
			10	5	27.27
	15	0.1	5	41.09	

### 3.2 Karakteristik Perlindungan Korosi

Untuk menganalisa kemampuan lapisan dalam menghambat terjadinya korosi pada baja dapat dilakukan dengan analisa *Cyclic Voltammetry* (CV) dan polarisasi linear. Gambar 5 menunjukkan hasil analisa CV pada baja yang telah terlapisi magnetit pada permukaannya pada berbagai kondisi suhu dan dibandingkan dengan baja yang belum terlapisi. Pada proses ini, arus anodik naik seiring dengan kenaikan potensial, dan mencapai nilai maksimum ( $I_{\text{max}}$ ) ketika reaksi terjadi. Reaksi yang terjadi merupakan reaksi terlarutnya ion dalam larutan. Dari kurva tersebut terlihat bahwa terjadi penurunan puncak kurva pada baja yang telah terlapisi magnetit jika dibandingkan dengan baja yang tidak dilapisi magnetit. Penurunan puncak kurva di sini menunjukkan bahwa terjadi pasivasi pada baja.

Tabel 2 menunjukkan nilai  $I_{\text{max}}$  hasil analisa CV untuk masing-masing kondisi. Dari hasil tersebut dapat dilihat bahwa dengan kenaikan waktu dan suhu anodisasi, maka ketahanan korosi semakin baik, terlihat dari semakin rendahnya nilai  $I_{\text{max}}$ . Hal ini juga terlihat dari warna lapisan (Gambar 2) yang menjadi semakin gelap pada suhu dan waktu yang lebih tinggi. Kenaikan konsentrasi NaOH dari 5% sampai 10% menghasilkan nilai  $I_{\text{max}}$  yang semakin rendah. Akan tetapi, pada konsentrasi 15% NaOH, nilai  $I_{\text{max}}$  menjadi tinggi. Hal ini kemungkinan pada konsentrasi tersebut sudah berada di luar daerah pH yang sesuai untuk pembentukan magnetit. Fenomena yang sama juga dapat dilihat pada pengaruh rapat



lapisan. Lapisan magnetit yang terbentuk pada permukaan baja dapat melindungi baja dari korosi.

## 5. PUSTAKA

1. Bard, Allen J. and Faulkner, L. R. (2001), *Electrochemical Methods: Fundamental and Applications*, 2<sup>nd</sup> ed. John Wiley & Sons, Inc.
2. Burleigh, T. D., Dotson, T.C., Dotson, K.T., Gabay, S.J., Sloan, T.B., Ferrel, S.G., (2007) "Anodizing Steel in KOH and NaOH Solutions". *Journal of Electrochemical Society*, 154 (10) C579-C586
3. Burleigh, T.D., Schmuki, P., Virtanen. S., (2009) "Properties of Nanoporous Anodic Oxide Electrochemically Grown on Steel in Hot 50% NaOH". *Journal of Electrochemical Society*, 156 (1) C45-C53
4. Zhu, H., Cao, F., Zuo, D., Zhu, L., Jin, D., Yao, K. (2008) " A New Hydrothermal Blackening Technology for Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Coatings of Carbon Steel". *Applied Surface Science* 254, 5905-5909.