

Analisa XRD dan SEM pada Lapisan Tipis TiC Setelah Uji Oksidasi

Dian Agustinawati, Suasmoro
Jurusan Fisika, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111
E-mail: suasm@its.ac.id

Abstrak— Telah dilakukan uji oksidasi pada material grafit yang telah dilapisi TiC selama 4 menit di udara. Penelitian dilakukan pada sampel grafit yang dilapisi dengan TiC dengan menggunakan metode PIRAC pada suhu 950°C selama 10 jam dalam atmosfer argon mengalir. Pengujian oksidasi dilakukan pada temperatur 980°C di udara dengan waktu pengujian 4 menit dimana setiap 2 menit oksidasi dihentikan. Dari karakterisasi XRD diketahui untuk oksidasi 4 menit ditemukan dua fasa yakni TiC dan TiO₂ sebagai residu. Dari hasil SEM-EDX teramati persebaran unsur karbon, titanium dan oksigen pada lapisan yang berbeda serta diperoleh informasi bahwa oksigen mengoksidasi sampel dengan jalan menembus lapisan TiC secara difusi

Kata Kunci — Oksidasi, TiC, TiO₂

I. PENDAHULUAN

GRAFIT mempunyai ketahanan panas sampai 3700°C sebelum menyublim, sehingga sangat baik untuk pemakaian pada temperatur sangat tinggi. Grafit banyak digunakan untuk material tahan panas diantaranya dalam industri kimia, reaktor nuklir, nosel roket. Akan tetapi, grafit akan teroksidasi pada temperatur tinggi (>400°C) dalam lingkungan yang mengandung oksigen maupun Klor [1], disamping itu mudah tergores karena mempunyai kekerasan yang rendah 1-2 dalam skala mho [2]. Oleh karena itu untuk menutupi kekurangan tadi diperlukan material lain untuk memperbaiki sifat dari grafit tersebut, yaitu dengan pelapisan.

Pada banyak aplikasi bahan yang bisa dilapiskan pada grafit adalah TiC. Titanium karbida (TiC) merupakan material keramik yang banyak digunakan untuk aplikasi struktural karena memiliki tingkat kekerasan yang tinggi (9-9,5 mho), titik leleh yang sangat tinggi (3160°C), koefisien gesek yang rendah, konduktivitas thermal yang baik dan tahan terhadap korosi [2]. Selain itu TiC memiliki sifat mekanik yang bagus [3].

Namun ketahanan material TiC terhadap oksidasi masih belum banyak di-*explore*. Padahal guna pengembangan aplikasi material ini, terutama pada industri kimia, ketahanan TiC terhadap oksidasi perlu untuk diteliti. Selain aplikasi pada industri kimia, TiC banyak digunakan untuk melapisi alat pemotong, gerinda, pelapis tahan aus, segel mesin turbin dan rompi tahan peluru. Selain itu juga titanium karbida berbasis bubuk menunjukkan fasa yang lebih stabil dibandingkan tungsten karbida berbasis bubuk [4].

Proses pelapisan dapat dilakukan dengan beberapa cara

yakni sputtering, CVD (Chemical Vapor Deposition), PVD (Physical Vapor Deposition), spray coating dan PIRAC [4]. Metoda PIRAC mempunyai keunggulan karena proses pelapisan melalui reaksi kimia, dalam hal TiC antara titanium dan karbon melalui mekanisme difusi sehingga mempunyai ikatan yang kuat [4]. Proses PIRAC dilakukan pada rentang suhu 800-1000°C selama minimal 30 menit dalam tekanan atmosfer rendah (tidak lebih dari 10-5 Pa). Untuk mendapatkan lapisan tipis TiC yang baik, selama proses harus dihindari adanya oksigen. Oksigen akan mudah bereaksi dengan titanium membentuk TiO₂. Disamping itu, oksigen juga akan bereaksi dengan karbon pada Grafit membentuk CO/CO₂ [1].

Dalam jurnal ini akan dilaporkan analisa XRD dan SEM dari sampel TiC yang telah dioksidasi pada suhu 980°C selama 4 menit di udara.

II. URAIAN PENELITIAN

Lapisan tipis TiC diperoleh dengan terlebih dahulu menyiapkan grafit yang dipotong berbentuk balok (1x1x0,5 cm) yang mempunyai densitas 2.09-2.23 g/cm³, titanium metalik powder > 98% dan iodine 'sublimated for analysis' keduanya disuplai dari Merck, dan ZO-paint. Kapsul yang dipakai terbuat dari Stainless Steel 316. Atmosfer reaksi adalah gas argon dengan kemurnian 99,999%.

Grafit dibenamkan dalam bubuk titanium yang dicampur iodium (4%) dan ditempatkan dalam kapsul kemudian dipanaskan pada suhu 950°C selama 10 jam di dalam turbulen furnace. Penyiapan sampel di dalam 'gloves box' dan sambungan antara badan dan tutup kapsul di-*seal*. Selama proses ini gas argon tetap mengalir.

Pengujian oksidasi dilakukan dengan cara terlebih dahulu sampel yang telah dilapisi TiC diikat menggunakan kawat krom. Kemudian sampel yang telah terikat dimasukkan ke dalam furnace yang telah di-*setting* pada suhu ±980°C. Oksidasi dilakukan selama 4 menit dengan setiap 2 menit oksidasi dihentikan.



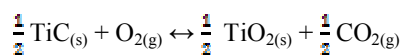
Gambar 1. Gloves Box (kiri) dan Tabung Reaktor (kanan)

Karakterisasi hasil oksidasi dilakukan menggunakan perangkat XRD Philips X’pert dengan radiasi CuK α . Analisis fasa yang terbentuk dilakukan dengan search-matched, sedangkan analisis kristalografi dengan metoda pencocokan puncak difraksi eksperimen dan model (*refinement* Rietveld) menggunakan software Rietica. Untuk mengetahui topografi sampel dan persebaran unsur dilakukan karakterisasi menggunakan SEM-EDX.

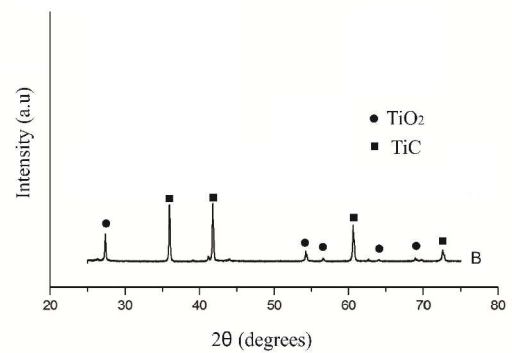
III. HASIL DAN DISKUSI

Grafit berhasil dilapisi dengan TiC. Hal ini dapat dilihat dari perubahan warna sampel yang semula hitam menjadi abu-abu keemasan. Sampel yang telah dilapisi TiC ini selanjutnya diuji korosi pada suhu $\pm 980^{\circ}\text{C}$ selama 4 menit. Setelah 2 menit pertama ketika dikeluarkan dari furnace sampel berubah warna menjadi putih. Dan ketika oksidasi dilanjutkan kembali selama 2 menit warna putih tadi menjadi lebih tegas.

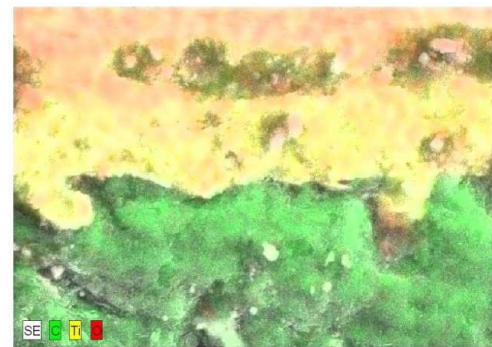
Untuk mengetahui fasa apakah lapisan berwarna putih pada lapisan terluar TiC tadi maka dilakukan uji XRD. Sebelum di XRD sampel terlebih dahulu dipoles sehingga lapisan berwarna putih menipis namun tidak sepenuhnya hilang. Hal ini dilakukan dengan harapan pada saat pengujian XRD masih teridentifikasi fasa TiC. Pola difraksi yang diperoleh selanjutnya dianalisa kualitatif menggunakan software match! Dan diperoleh hasil sebagaimana gambar 2. Dari analisa ini diketahui bahwa untuk oksidasi 4 menit lapisan TiC belum sepenuhnya teroksidasi, hal ini ditunjukkan dengan masih teridentifikasinya fasa TiC. Selain itu ditemukan fasa lain yakni TiO $_2$ yang merupakan lapisan tipis berwarna putih hasil oksidasi sebelumnya. Peristiwa oksidasi ini dapat dituliskan dalam persamaan reaksi kimia sebagai berikut:



Berdasarkan hasil analisa kuantitatif dengan menggunakan software rietica dapat diketahui bahwa fasa TiC memiliki struktur kristal rocksalt dengan parameter kisi $a=b=c=4.3167 \pm 0.0006 \text{ \AA}$. Sedangkan TiO $_2$ memiliki struktur kristal rutile dengan parameter kisi $a=b=4.5966 \pm 0.0009 \text{ \AA}$, $c=2.9622 \pm 0.0006 \text{ \AA}$.



Gambar 2. Pola difraksi sampel setelah oksidasi 4 menit



Gambar 3. Hasil SEM-EDX sampel setelah oksidasi 4 menit

Hasil uji XRD ini diperkuat dengan hasil SEM-EDX yang telah dilakukan, gambar 3. Dari gambar ini terlihat bahwa sampel terdiri atas 3 lapisan. Ketebalan rata-rata lapisan TiO $_2$ dan TiC setelah oksidasi dapat dihitung dengan mencari rata-rata ketebalan di lima titik untuk masing-masing lapisan. Dengan cara demikian, berdasarkan gambar 3 diperoleh rata-rata ketebalan TiO $_2$ adalah 169,412 μm dan TiC adalah 243,529 μm .

Dari gambar 3 juga diperoleh informasi mengenai daerah persebaran unsur karbon, titanium dan oksigen. Daerah berwarna merah merupakan daerah persebaran unsur oksigen, hijau untuk unsur karbon dan kuning untuk unsur titanium. Dari mapping tersebut dapat dipastikan bahwa daerah merah merupakan lapisan TiO $_2$ yang terbentuk akibat oksidasi, daerah kuning merupakan lapisan TiC yang belum habis teroksidasi dan daerah hijau merupakan lapisan grafit. Dari gambar 4 juga dapat diketahui mekanisme oksidasi pada TiC yakni oksigen mengoksidasi lapisan TiC terluar dan membentuk lapisan oksida TiO $_2$. Selanjutnya oksigen berdifusi menembus lapisan oksida tersebut menuju permukaan TiC untuk kemudian bereaksi kembali. Demikian seterusnya hingga lapisan TiC habis.

IV. KESIMPULAN DAN RINGKASAN

TiC teroksidasi pada suhu $\pm 980^{\circ}\text{C}$ dalam atmosfer udara bebas. Hasil oksidasi dari TiC berupa TiO $_2$ yang memiliki struktur kristal rutile dengan parameter kisi $a=b=4.5966 \pm 0.0009 \text{ \AA}$, $c=2.9622 \pm 0.0006 \text{ \AA}$. Dari hasil SEM-EDX dapat diketahui persebaran unsur titanium, oksigen dan karbon pada

sampel. Dari data SEM-EDX ini dapat diketahui pula bahwa oksigen mengoksidasi sampel TiC dengan cara berdifusi.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis D.A. mengucapkan terima kasih kepada Direktorat Pendidikan Tinggi, Departemen Pendidikan dan Kebudayaan Republik Indonesia yang telah memberikan dukungan finansial melalui Beasiswa Bidik Misi tahun 2010-2014.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Suasmoro, M. Zainuri, D. Agustinawati, F. A. Rahmawati, and Budiana, "Pelapisan Grafit dengan Titanium Karbida dengan Metoda PIRAC (Powder Immersion Reaction Assisted Coating)," *29-30 Nop 2012*.
- [2] D. H. J. Musil, M. Misina, A. J. Bell, and V. Studnicka, "Nanocrystalline Titanium Carbide Thin Films Deposited by Reactive Magnetron Sputtering," *1998*, vol. 48, Sep. 1997.
- [3] K. Nuilek, N. Memongkol, and S. Niyomwas, "Production of Titanium Carbide from Ilmenite," *8 May 2008*.
- [4] Xiaowei Yin, I. Gotman, L. Klinger, and E. Y. Gutmanas, "Formation of Titanium Carbide on Graphite Via Powder Immersion Reaction Assisted Coating," *2005*, pp. 107–114, Jan. 2005.