

# Pelapisan Permukaan Grafit dengan TiC melalui Proses Difusional

Farah Aulia R., Suasmoro

Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111

E-mail: suasm@physics.its.ac.id

**Abstrak**—Pembentukan lapisan tipis TiC pada permukaan grafit dilakukan dengan menggunakan metode PIRAC (*Powder Imersion Reaction Assisted Coating*) melalui proses difusional. Proses difusi dengan titanium saja tidak menghasilkan lapisan TiC selama difusi 24 jam pada 1000°C dalam atmosfer argon mengalir. Sedangkan dengan penambahan iodium 4% ke dalam serbuk titanium telah terbentuk lapisan tipis TiC selama proses 4 jam. Analisis XRD dengan menggunakan metode *refinement* (pencocokan) Rietveld menunjukkan bahwa lapisan tipis TiC yang diperoleh mempunyai struktur *rocksalt* dengan parameter kisi  $a=b=c=4,318657\text{\AA}$ .

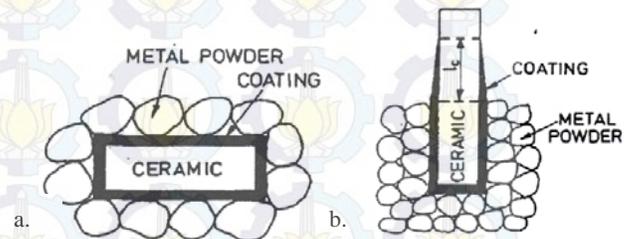
**Kata Kunci**—difusi, lapisan tipis, TiC.

## I. PENDAHULUAN

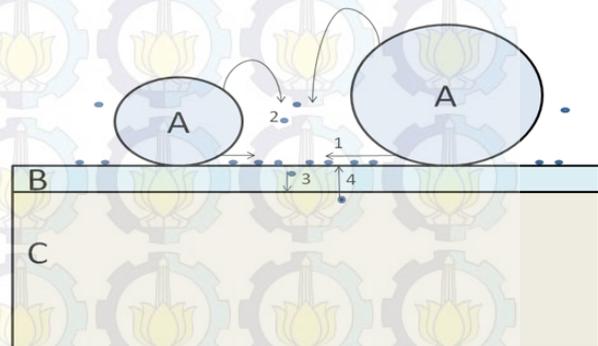
Material refraktori banyak dimanfaatkan dalam bidang industri, untuk reaktor nuklir dan *nozzle rocket*. Semula pada *nozzle rocket* digunakan material grafit yang dimanfaatkan pada pemakaian temperatur tinggi. Akan tetapi pada kenyataannya, material grafit sangat mudah mengalami oksidasi pada temperatur tinggi ( $>400^\circ\text{C}$ ) dalam lingkungan yang mengandung oksigen maupun chlor<sup>[1]</sup>, dan sangat mudah tererosi (kekerasannya 1-2 skala mho) pada saat terkena semburan dari partikel-partikel hasil pembakaran propelan padat. Oleh karena itu untuk mereduksi aspek erosi pada grafit dapat dilakukan proses pelapisan dengan menggunakan material refraktori yang mempunyai ketahanan panas hingga  $3000^\circ\text{C}$  dan ketahanan terhadap goresan (*scratch resistance*). Dalam hal ini material yang paling memungkinkan adalah dari jenis karbida. Titanium karbida merupakan material yang cocok sebagai pelapis grafit dikarenakan ketersediaan serbuk metal titanium dan proses sintesisnya. Titanium karbida (TiC) mempunyai titik leleh  $>3000^\circ\text{C}$  dan mempunyai kekerasan 9 dalam skala mho<sup>[2]</sup>.

TiC merupakan jenis karbida interstitial. Struktur interstitial merupakan ion atau atom dari elemen non metal misalnya karbon untuk menempati celah interstitial dalam kisi logam. Batas maksimum rasio jari-jari antara atom karbon dan metal sebesar 0,59. Titanium memiliki struktur BCC (*Body Centre Cubic*) pada temperatur yang sangat tinggi ( $> 880^\circ\text{C}$ ) dengan  $a_0 = 0,3307\text{ nm}$ . Berdasarkan struktur tersebut, titanium memiliki situs oktahedral yang menyediakan celah untuk atom karbon sehingga secara atomik, atom karbon akan berdifusi ke dalam situs oktahedral titanium dan terbentuk karbida interstitial yaitu titanium karbida<sup>[2]</sup>.

Proses pelapisan TiC ini dapat dilakukan dengan beberapa



Gambar 1. Skema PIRAC



Gambar 2. Mekanisme pembentukan TiC dengan metode difusional.

cara sputtering, CVD (*Chemical Vapor Deposition*), PVD (*Physical Vapor Deposition*), *spray coating* dan PIRAC (*Powder Imersion Reaction Assisted Coating*)<sup>[3]</sup>. Metode PIRAC dilakukan dengan membenamkan substrat ke dalam serbuk logam (gambar 1)<sup>[4]</sup>. Keunggulan metode ini karena proses pelapisan melalui reaksi kimia, dalam hal TiC antara titanium dan karbon melalui mekanisme difusi sehingga mempunyai ikatan yang kuat<sup>[3]</sup>. Proses PIRAC dilakukan; pertama, substrat grafit dibenamkan dalam campuran titanium-yodium. Kedua, sampel diletakkan ke dalam reaktor berbahan *stainless steel high chrome* yang tertutup. Ketiga, digunakan tekanan rendah tidak melebihi  $10^{-5}\text{ Pa}$  dan perlakuan panas dalam *furnace* dengan temperatur  $800-1000^\circ\text{C}$  dalam keadaan vakum<sup>[3]</sup>.

Tahapan proses difusional pelapisan permukaan grafit dapat dijelaskan seperti berikut<sup>[5]</sup>.

a. Pada tahapan awal ion-ion titanium lepas dari partikel titanium melalui dua kemungkinan, melalui aliran permukaan dan sublimasi dan penguapan. Ion-ion ini tersebar merata di permukaan substrat grafit dan bereaksi membentuk lapisan tipis TiC (mekanisme 1

dan 2 gambar 1)

- b. Setelah beberapa waktu dan lapisan TiC sudah terbentuk, perpindahan ion-ion Ti melalui dua cara yang disebutkan di a tetap berjalan. Untuk tetap bereaksi dan membentuk lapisan TiC, ion Ti dan C berdifusi melalui jaringan kisi TiC masing-masing ion Ti bergerak menuju permukaan substrat sedangkan ion C bergerak menuju ke permukaan (mekanisme 3 dan 4 dalam gambar 1).

Dalam tulisan ini akan dilaporkan proses pelapisan grafit dengan TiC dengan membenamkan (*immersion*) grafit ke dalam serbuk titanium dalam kapsul *stainless steel* dengan atmosfer argon dengan variasi perlakuan adanya penambahan yodium.

II. METODE

Lapisan tipis TiC diperoleh dengan terlebih dahulu menyiapkan grafit yang dipotong berbentuk balok (1x1x0,5 cm) yang mempunyai densitas 2.09-2.23 g/cm<sup>3</sup>, 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%.

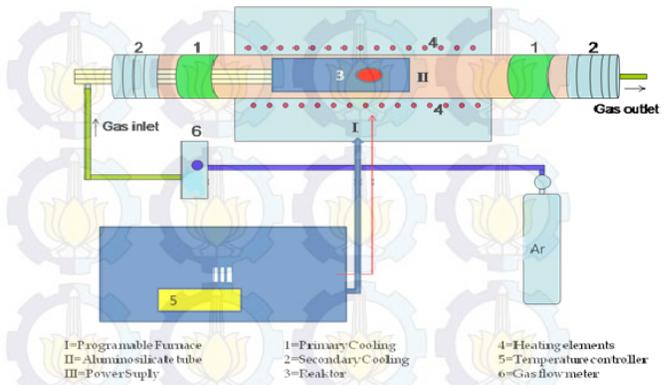
Tahapan eksperimen dilakukan dengan menggunakan dua macam variasi. Pertama grafit dibenamkan kedalam bubuk titanium ditempatkan pada *crucible*, kemudian dipanaskan menggunakan turbular-furnace (gambar 3) dengan temperatur 1000°C dalam atmosfer argon mengalir. Kedua grafit dibenamkan dalam bubuk titanium yang dicampur iodium (4%) dan ditempatkan dalam kapsul kemudian diproses seperti variasi pertama. Persiapan sampel cara kedua ini dilakukan di dalam ‘*gloves box*’ dan kapsul disegel (*sealed*) dengan ZOPaint pada penutupnya. Selama proses ini gas argon tetap mengalir.

Karakterisasi hasil *coating* dilakukan menggunakan perangkat XRD Philips X’pert dengan radiasi CuK $\alpha$ . Analisis fase yang terbentuk dilakukan dengan *search-matched*, sedangkan analisis kristalografi dengan metoda pencocokan (*refinement*) Rietveld menggunakan software Rietica. Selain itu, adanya lapisan juga dapat diketahui dari karakterisasi SEM-EDX.

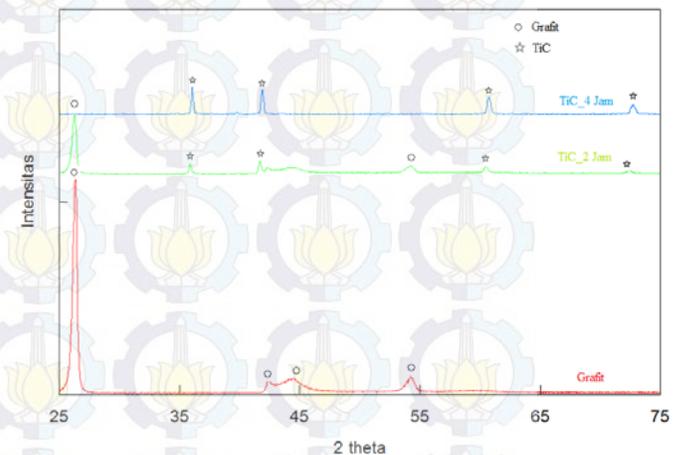
III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil proses pelapisan variasi pertama yang dilaksanakan dengan temperatur 1000°C selama 24 jam untuk grafit tidak diamati adanya pelapisan TiC karena secara fisis terlihat terdapat bagian grafit yang terkisis. Dengan tidak berhasilnya melapiskan TiC pada variasi pertama ini dapat disimpulkan bahwa Ti belum dapat bereaksi di permukaan grafit.

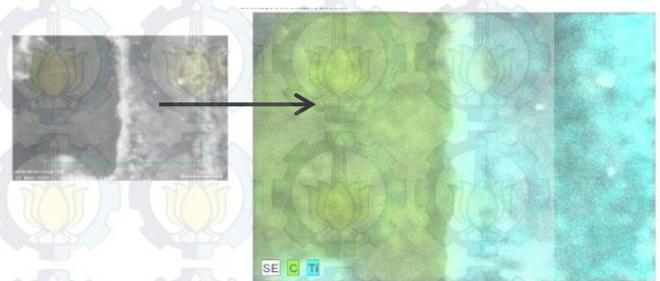
Dengan cara kedua, pelapisan dilakukan dengan temperature 1000°C selama 4 jam dan diperoleh data XRD seperti Gambar 4. Waktu pelapisan 2 jam menunjukkan sudah adanya fasa TiC yang terbentuk, sedangkan selama 4 jam pola difraksi sinar X menunjukkan pola difraksi fasa tunggal TiC. Data ini menunjukkan bahwa penambahan yodium (4%)



Gambar 3. Controlable Turbular Furnace dengan atmosfer gas mengalir



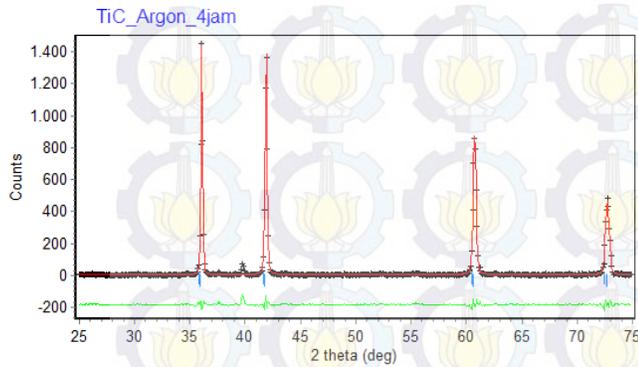
Gambar 4. Pola XRD dan hasil identifikasi pada sample grafit dan TiC yang Diproses dalam Atmosfer Argon Selama 4 Jam.



Gambar 5. Hasil SEM-EDX lapisan TiC pada substrat grafit dengan holding time selama 4 jam

menghasilkan uap yodium di dalam kapsul dan mempercepat reaksi Ti dengan C. Proses pelapisan selama 2 jam masih menunjukkan bahwa TiC mulai terbentuk tetapi masih sangat tipis sehingga pola difraksinya masih teramati adanya puncak difraksi grafit.

Adanya lapisan TiC yang terbentuk juga dapat diketahui berdasarkan karakterisasi SEM-EDX, diperoleh gambar 5. Terlihat bahwa lapisan yang mengandung titanium



Gambar 6. Hasil *refinement* pada sample TiC *holding time* 4 Jam dalam atmosfer argon.

ditunjukkan berwarna biru sedangkan substrat grafit ditunjukkan berwarna hijau. Hal ini menunjukkan bahwa lapisan TiC sudah terbentuk di atas permukaan grafit

Lebih lanjut, dilakukan analisis XRD dengan metode *refinement* (pencocokan) Rietveld menggunakan software Rietica untuk lapisan tipis TiC yang terbentuk diperoleh bahwa TiC *holding time* 4 jam mempunyai struktur *rocksalt* dengan parameter kisi  $a = b = c = 4.318657 \text{ \AA}$ . Dari gambar 5 dan terlihat bahwa data terukur dan terhitung yang digunakan memiliki kecocokan dan bisa dipastikan bahwa grafit telah terlapis TiC.

Tabel 1. Perbandingan hasil *refinement* titanium karbida proses 2 jam dan 4 jam

Variasi <i> Holding Time</i>	4 jam	2 jam
Faktor R Bragg	0,04	0,45
Rwp	5,18	19,20
GOF	0,02641	0.1338
Parameter Kisi	$a = b = c = 4.318657 \text{ \AA}$	$a = b = c = 4.320796 \text{ \AA}$

#### IV. KESIMPULAN

Berdasarkan eksperimen yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa lapisan tipis TiC terbentuk pada permukaan grafit ketika dilakukan penambahan yodium pada suhu  $1000^{\circ}\text{C}$  dengan *holding time* diatas 2 jam. Iodium berfungsi sebagai katalis yang mempercepat reaksi antara atom Ti dan atom C.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Bapak Prof. Dr. Suasmoro, DEA selaku dosen pembimbing dan tim riset dalam laboratorium keramik Fisika ITS serta semua pihak yang terlibat dalam eksperimen ini.

#### DAFTAR PUSTAKA

[1] Becker. P, F.Glenk, M. Kormann, N. Popovska, B.J.M. Etzold, Chlorination of titanium carbide for the processing of nanoporous carbon: Akinetic study, Chem. Eng. Journal 159 (2010) 236–241

[2] Pierson, Hugh O. 1996. Handbook of Refractory Carbides and Nitrides. New Jersey: Noyes Publication.

[3] Yin et al. 2005. Formation of Titanium Carbide on Graphite via Powder Immersion Reaction Assisted Coating. *Material Science and Engineering A* 396 (2005) 107-114

[4] Gutmanas et al. 1992. Coating of Non Oxide Ceramics by Interaction with Metal Powders. *Material Science and Engineering A* 157 (1992) 233-241

[5] Suasmoro, M. Zainuri, F. A. Rahmawati, and Budiana, "Pelapisan Grafit dengan Titanium Karbida dengan Metoda PIRAC (Powder Immersion Reaction Assisted Coating)," 29-30 Nop 2012.