



SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA V  
"Kontribusi Kimia dan Pendidikan Kimia dalam Pembangunan  
Bangsa yang Berkarakter"  
Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS  
Surakarta, 6 April 2013



MAKALAH  
PENDAMPING

KIMIA FISIKA  
(Kode : F-05)

ISBN : 979363167-8

## PROSES MANGANESE PHOSPATING SEBAGAI PERSIAPAN PERMUKAAN PADA APLIKASI COATING DI PELAT BAJA

**M. Fitrullah<sup>1</sup>, P. Tarigan<sup>2</sup>, Wahyudin<sup>3</sup>, dan Yuda Purwa Kusuma<sup>4</sup>**

<sup>1,4</sup>Jurusan Teknik Metalurgi, FT-Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon-Banten

<sup>2,3</sup>Assosiasi Coating Indonesia (Ascoatindo), Bandung-Jawa Barat

\*Keperluan Korespondensi:

Muhammad Fitrullah; Jurusan Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng  
Tirtayasa; Jl. Jenderal Sudirman Km 3 Cilegon, Banten 42435, Indonesia  
Telp: 0254-395502; 376712 ext. 17, Fax: 0254-395440, HP: 081314036547  
E-mail: fitrullah@ft-untirta.ac.id

### ABSTRAK

Penggunaan manganese phosphate lebih banyak diaplikasikan pada pelumasan karena menghasilkan lapisan yang tebal dan substrat yang terlapisi akan lebih tahan aus. Dikarenakan ketebalan yang hampir sama dengan metode phospating lainnya yaitu iron phosphate dan zinc phosphate maka substrat yang telah dilapisi oleh manganese phosphate kemudian di cat supaya bisa diketahui kekuatan pull off nya yang nantinya akan berkaitan dengan adhesi bonding dan ketahanan korosi. Variabel operasi yang digunakan adalah pengontrolan temperatur yaitu temperatur 85°C, 90 °C, 95 °C, konsentrasi manganese phosphate 25%, 30%, 35% dan waktu kosntan yaitu 30 menit. Ketebalan tertinggi didapat pada temperatur 90 °C pada kondisi konsentrasi 30% dengan ketebalan 0,00098 g/cm<sup>2</sup> dan ketebalan terendah didapat pada temperatur 95 °C pada kondisi konsentrasi 35% yaitu sebesar 0,00029. Hasil pengujian pull off didapatkan kekuatan pull off konsentrasi 30% memiliki nilai tertinggi yaitu 4,5 MPa dan yang terendah adalah konsentrasi 25% yaitu sebesar 2,5 MPa. Hasil salt spray pada pengamatan visual memperlihatkan tidak ada cat yang terkelupas tetapi dilihat dari warna korosinya konsentrasi 25% yang tidak terlalu berubah warna maka bisa disimpulkan konsentrasi 25% lebih tahan korosi.

Kata kunci: *Manganese phosphate, cat, pull off*

### PENDAHULUAN

Salah satu cara untuk menghambat laju korosi pada logam adalah dengan pelapisan permukaan (*coating*), seperti: *metal coating*, *organics coating*, dan *anorganics coating*. Prinsipnya ialah memisahkan logam dengan lingkungannya, sehingga tidak terjadi kontak yang

menyebabkan terjadinya proses korosi. Semakin bagus kualitas coating, maka semakin handal juga dalam menghalangi reaksi korosi.

Kualitas coating akan dipengaruhi oleh pre-treatment yang dilakukan sebelum proses coating. Pembersihan permukaan logam dari oksida dan minyak/lemak,

menjadi prosedur dasar dalam pelapisan. Minyak/lemak yang berada dipermukaan disebabkan oleh part (komponen) logam yang selalu dilapisi dengan minyak untuk menghindari terjadinya karat selama menunggu proses lanjutan. Akibatnya, daya kohesi antara partikel cat lebih kuat daripada daya adhesi logam dengan cat. Sehingga, hal ini menyebabkan cat tidak mudah menempel pada logam tanpa media khusus. Pre-treatment ini sangat berguna agar permukaan substrat mengikat kuat dengan pelapisnya. Sebagai tambahan, **pelapisan konversi kimia** menjadi pelengkap dalam pre-treatment sebelum proses coating dilakukan.

Pelapisan konversi kimia berguna untuk mempersiapkan substrat logam agar terjadi suatu reaksi kimia yang merubah permukaan substrat logam menjadi sebuah campuran yang menjadi bagian dari pelapisan. Salah satu metode yang digunakan dari pelapisan konversi kimia ini adalah *phospate coating*. Ada beberapa jenis proses Phosphating yakni Besi (*Iron*), Zinc, Aluminium, dan *manganese phosphate*.

*Manganese phosphate coating* menghasilkan ketebalan yang sangat tinggi seperti zinc fosfat. Karena alasan ini, maka pelapisan konversi kimia dengan menggunakan manganese phosphate banyak diaplikasikan pada proses pretreatment sebelum dilakukan proses pengecatan (coating). Selain dari pada itu, *Manganese phosphate* juga memiliki kemungkinan besar untuk menghasilkan adhesion bonding yang kuat.

Penelitian ini akan mencari pengaruh variasi temperatur dan konsentrasi

terhadap nilai ketebalan lapisan. Di samping itu, juga akan dicari nilai *adhesion bonding* yang setelah diphosfatasi dengan adanya perubahan konsentrasi *manganese phosphate*. Sementara itu, akan dilihat bagaimana ketahanan korosi dan juga struktur kristal yang terbentuk setelah diphosfatasi dengan perubahan konsentrasi *manganese phosphate*.

## METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan dengan menempuh beberapa tahap, yaitu: tahap pertama adalah sampel di bersihkan dengan cuci basa (larutan NaOH) dan cuci asam ( $H_2SO_4$ ) serta dibilas sampai bersih. Kemudian dilakukan pencelupan ke dalam larutan *manganese phosphate* dengan variasi konsentrasi 25%, 30%, dan 35%., variasi temperatur 85 °C, 90 °C dan 95 °C, dan waktu 30 menit.

Tahap kedua, dilakukan pengamatan dengan menggunakan mikroskop elektron (*Scanning electron microscopy/SEM*) untuk menentukan kontur lapisan kristal fosfat yang terbentuk pada substrat. Selanjutnya, dilakukan pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*) guna menentukan komposisi fasa yang terbentuk pada lapisan kristal fosfat. Sementara itu, untuk mengetahui struktur mikro lapisan, dilakukan pengamatan metalografi dengan mikroskop optik. Pengujian lain adalah *salt spray*, yang berguna untuk mengetahui ketahanan korosi. Dan untuk mengetahui kekuatan adhesi lapisan, maka dilakukan pengujian *pull off*.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisa dan pengujian pada penelitian ini terdiri dari, analisa gravimetri untuk mengetahui ketebalan, XRD, SEM, Metalografi, *pull off*, dan *salt spray*.

### 1. Hasil Analisa Gravimetri

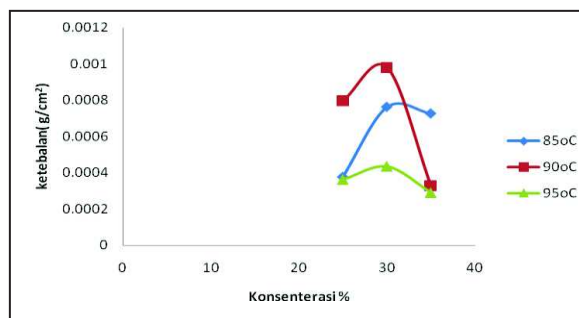
Setelah dilakukan proses *phospating* dikeringkan terlebih dahulu lalu ditimbang. Maka terjadi penambahan berat sehingga ada lapisan phosphate yang terbentuk dimana penambahan berat setelah phosphate dikurangi berat awal sebelum phosphate dengan persamaan:

$$M = \frac{m_2 - m_1}{S} \dots\dots\dots(1)$$

M adalah ketebalan posfat yang terbentuk ( $\text{g}/\text{cm}^2$ ), S adalah luas area ( $\text{cm}^2$ ).  $m_1$  adalah berat awal yaitu berat sebelum di pelapisan(g), dan  $m_2$  berat akhir setelah pelapisan (g). [Fachikov et.all, 2006].

### 2. Pengaruh Temperatur Terhadap Ketebalan Lapisan *Manganese Phosphate*

Dalam hal ini temperatur berperan dalam proses banyaknya endapan yang menempel pada substrat. Penyebab naik turunnya ketebalan atau endapan yang didapat adalah kestabilan reaksi. Reaksi yang terjadi pada proses *phospating* adalah reaksi hidrolis dimana terjadinya pemisahan ion  $\text{H}^+$  dan  $\text{OH}^-$ . Senyawa  $\text{Mn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$  terurai menjadi  $\text{MnHPO}_4$  dan  $\text{H}_3\text{PO}_4$ . Senyawa yang terurai terdiri dari asam lemah dan basa lemah yang menyebabkan hidrolisis total terjadi. Ketika temperatur dinaikkan hanya sejumlah kecil dari senyawa yang terhidrolisis.[Dewi A.Iryani dkk, 2009]



Gambar 1. Grafik pengaruh temperatur terhadap ketebalan lapisan mangan phosphate

Perubahan fosfat primer yang larut menjadi fosfat tersier yang tak larut terjadi dengan regenerasi asam fosfat. Adanya sejumlah asam fosfat bebas dapat menekan hidrolisis dan menjaga kestabilan *bath* untuk mengefektifkan pengendapan lapisan fosfat. Temperatur yang tinggi dapat memudahkan pengendapan fosfat tersier. Oleh karena itu, jumlah asam fosfat yang banyak dibutuhkan pada kondisi temperatur tinggi. [T.S.N. Sankara Narayanan, 2005]

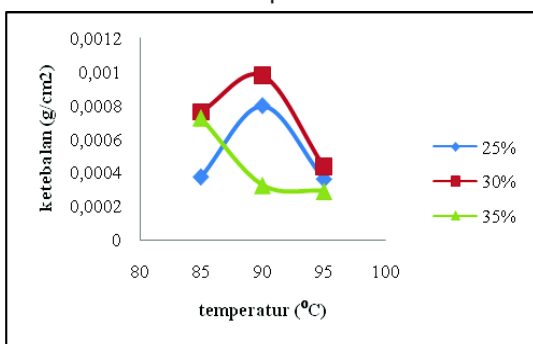
Hasil di atas dapat dinyatakan bahwa kuat arus yang digunakan sangat berpengaruh terhadap hasil berat pelapisan, semakin tinggi kuat arus yang digunakan berat pelapisan akan semakin meningkat. Hal ini disebabkan karena dengan meningkatnya kuat arus listrik yang mengalir maka jumlah ion-ion akan semakin banyak, sehingga ion-ion  $\text{Sn}^{2+}$  akan semakin banyak mengendap pada katoda. Jumlah zat yang dihasilkan pada kuat arus tertentu yang digunakan pada elektroplating dapat ditentukan dengan menggunakan hukum *Faraday* yang menyatakan bahwa jumlah zat yang terdeposisi pada elektroda berbanding

lurus dengan jumlah arus listrik yang mengalir melalui sel elektrolisis.

**3. Pengaruh konsentrasi terhadap Ketebalan Lapisan Manganese Phosphate**

Hubungan antara konsentrasi larutan mangan posfat dengan ketebalan lapisan mangan posfat ditunjukkan pada Gambar 2. Dimana, ketika konsentrasi bertambah maka reaksi akan bergerak ke arah produk sehingga Asam phosphate terbentuk, tetapi karena kondisi larutan adalah basa sehingga asam phosphate yang dihasilkan terlalu sedikit dan phosphate sekunder dan tersier yang diharapkan mengendap pada substrat sangat sedikit sekali. Substrat Fe pun tidak akan bisa memiliki muatan, jika tidak ada asam yang menyerang dan berakibat banyak produk yang menjadi lumpur.

Penambahan konsentrasi akan meningkatkan laju reaksi, tetapi laju reaksi yang bertambah mengakibatkan larutan semakin cepat mencapai kondisi tepat jenuh dan akhirnya mencapai lewat jenuh. Endapan terbentuk apabila kejenuhan dari larutan tersebut terlampaui.



Gambar 2. Grafik pengaruh konsentrasi larutan mangan posfat terhadap ketebalan lapisan mangan posfat yang terbentuk

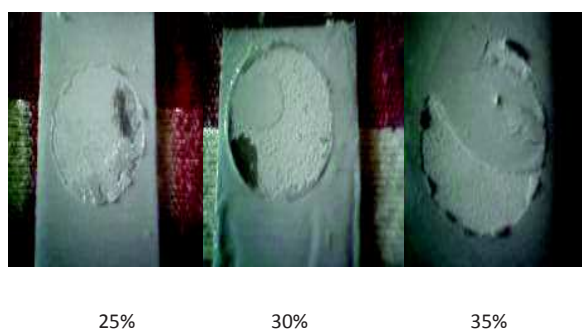
**4. Analisa Pengujian Pull Off**

Pengujian *pull off* bertujuan untuk mengetahui daya rekat yang dimiliki cat. Akan terlihat hasil apakah *adhesive failure* atau *cohesive failure* atau sebagian *adhesive failure* sebagian *cohesive failure*.

Tabel 1. Data hasil pengujian *pull off*

Konsentrasi	Adhesion Bonding (MPa)
25%	2,5
30%	4,5
35%	3

Material adhesive yang digunakan adalah alteco 110 dengan cat epoxy resin dengan waktu curing 7 hari. Tinggi rendahnya nilai *pull off* menunjukkan bahwa seberapa kuat daya adhesi antara substrat dengan cat. hal ini menunjukkan bahwa daya adhesi antara substrat dan primer lebih besar dari pada daya kohesif primer itu karena yang terjadi semua konsentrasi lebih dominan pada *cohesive failure* dimana cat tidak terkelupas sehingga substratnya tidak terlihat total.



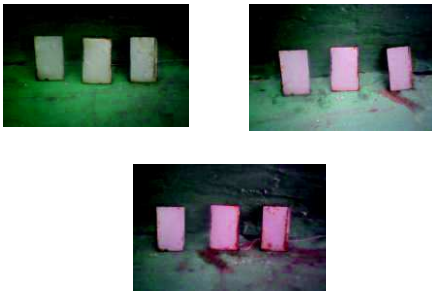
Gambar 3. Hasil pengujian *pull off* dengan konsentrasi 25%, 30%, 35%.

Kohesif failure terjadi jika adhesi pada interface lebih melebihi kohesif dari lapisan cat [Schweitzer, Philip A, 2010]. Beberapa

faktor kemungkinan lemahnya kekuatan kohesif bisa disebabkan mixing yang kurang sempurna karena penggunaan thinner yang berlebih.

### 5. Analisa Salt Spray

Hasil pengujian Salt spray Konsentrasi mangan *phosphate* dari kiri ke kanan 25%, 30%, 35%. Perubahan warna adalah indikasi serangan korosi yang disebabkan semprotan kabut garam. Dikarenakan lapisan catnya lebih tahan korosi maka korosi merambat melalui sisi dari permukaan yang tidak dilapis cat akibatnya terjadi korosi merata.



Gambar 4. Hasil pengujian salt spray konsentrasi 25%, 30%, 35% (a). hari ke-1, (b). hari ke -2, (c). hari ke – 3

Semakin merah warna dari substrat maka substrat tersebut makin terkorosi. Adanya perlakuan rinsing dengan asam kromat mempengaruhi pada ketahanan korosi. Kromat yang berfungsi sebagai sealing atau passivasi memperbaiki ketahanan korosi [Narayanan Sankara, 2005].

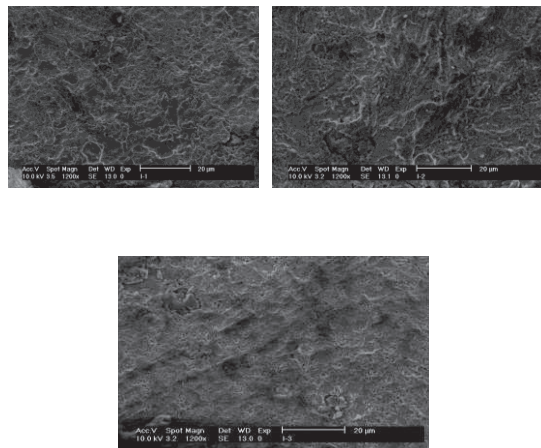
Terlihat bahwa pada konsentrasi 25%, asam kromat banyak yang mengendap pada lapisan substrat sehingga menghasilkan ketahanan korosi yang lebih tinggi

dibandingkan dengan konsentrasi 30% dan 35%.

### 6. Analisa Pengujian SEM

Pengujian SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dan XRD (*X- Ray Diffraction*) secara berurutan untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk seperti apa. Berdasarkan literatur Kristal yang terbentuk dari penelitian menggunakan *manganese phosphate* adalah Kristal *hureaulite* ( $(\text{MnFe})_5\text{H}_2(\text{PO}_4)_4$ ).

Pada proses fosfatasi menggunakan manganese phosphate ini diharapkan terbentuknya kristal *hureaulite* ( $(\text{MnFe})_5(\text{PO}_4)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ). Disebabkan karena penambahan asam kromat yang memiliki konsentrasi yang terlalu tinggi yaitu sebesar 0,55% Penggunaan asam kromat yang dianjurkan untuk 0,025 % - 0,05%.



Gambar 5. Struktur mikro *Manganese Phosphate* perbesaran 1200x. (a). konsentrasi 25%, (b). konsentrasi 30 %, (c). konsentrasi 35%.

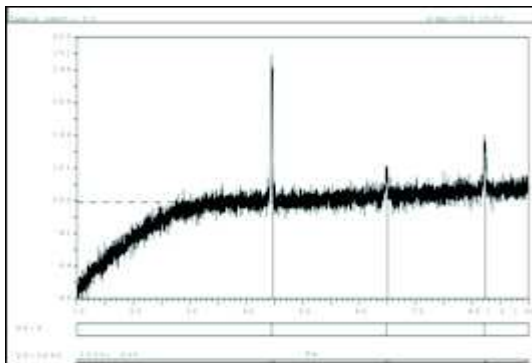
Asam kromat yang seharusnya berperan untuk mengisi rongga – rongga diantara lapisan fosfat yang terbentuk ternyata menutupi lapisan fosfat bahkan

merontokkan sebagian lapisan fosfat yang terbentuk.. Efek ini hanya dapat dipeoleh ketika 20-30% permukaan fosfat berkurang dari substrat. [Shreir.LL, 1994].

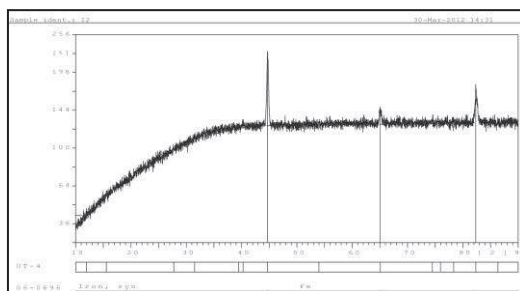
### 7. Analisa Pengujian XRD

Pengujian *X – Ray diffraction* bertujuan untuk mengetahui Kristal apa saja yang terbentuk dan berapa banyak jumlahnya.

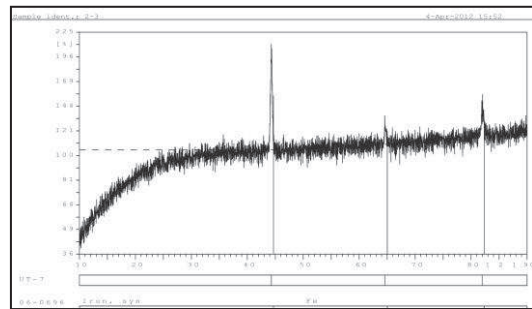
Pengujian dengan XRD memperlihatkan hanya komposisi substrat yang terlihat. Dari hanya komposisi Fe yang terlihat. Komposisi Fe yang terbanyak terdapat pada konsentrasi 25%, kemudian konsentrasi 35%, lalu konsentrasi 30%.



Gambar 6. Hasil XRD konsentrasi *Manganese Phosphate* 25%



Gambar 7. Hasil XRD konsentrasi *Manganese Phosphate* 30%

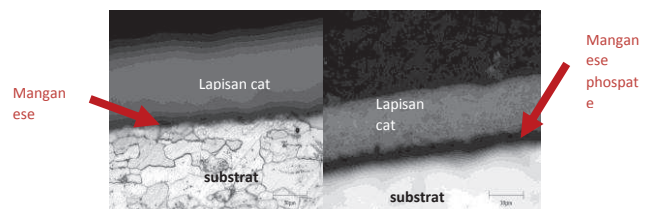


Gambar 8. Hasil XRD konsentrasi *Manganese Phosphate* 35%

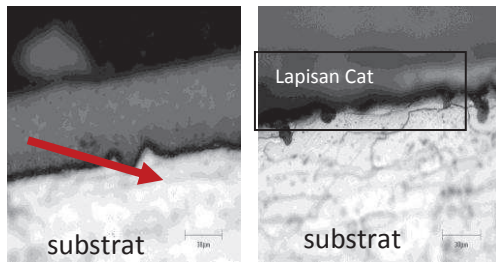
Kristal *hureaulite* tidak terlihat karena adanya rinsing menggunakan asam kromat dengan konsentrasi yang berlebihan yaitu sebesar 0,55% dan melebihi standard sehingga mengakibatkan tertutupnya lapisan fosfat dan lapisan yang terbentuk pun sangat tipis sekali. Jika dilihat dari grafik XRD lapisan fosfat dan unsur kromat dari proses sealing berada di ruas sebelah kiri dari puncak tertinggi dari intensitas Fe. Bidang yang terbentuk adalah bidang (010), (011), (030).

### 8. Analisa Pengamatan Metalografi

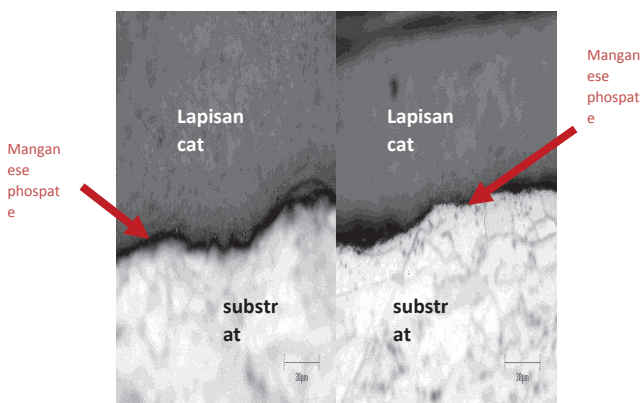
Pada pengamatan metalografi ini adalah mengamati lapisan yang terbentuk dimana metalografi dilakukan bukan pada substrat permukaan melainkan dari samping permukaan.



Gambar 9. Struktur lapisan coating konsentrasi 25% perbesaran 500x



Gambar 10. Struktur lapisan coating konsentrasi 30% perbesaran 500x



Gambar 11. Struktur lapisan coating konsentrasi 35% perbesaran 500x

Ketebalan pada setiap konsentrasi berbeda – beda, ini disebabkan karena reaksi yang tidak stabil menyebabkan banyaknya posfat sekunder dan tersier menjadi lumpur dan tidak mengendap pada substrat. Terbentuknya *pit* atau *porous* yang terjadi pada substrat karena banyaknya senyawa asam fosfat yang menyerang substrat sehingga mengikis substrat dan menyebabkan terjadinya *porous* sehingga posfat sekunder dan tersier dapat masuk ke dalam substrat. Permukaan dari besi terlarut selama proses *manganese phosphate coating*, membentuk rongga pada

permukaan dari *base materialnya*. [Asai, et al.2000].

## KESIMPULAN

Penelitian ini menghasilkan beberapa kesimpulan, yaitu sebagai berikut:

1. Tidak selamanya pengaruh temperatur memiliki hubungan linear terhadap ketebalan, dan juga tidak selamanya konsentrasi berhubungan linear terhadap ketebalan. Dari penelitian ini didapatkan hasil yang paling tebal yaitu pada temperatur 90°C pada kondisi konsentrasi 30% yaitu menghasilkan ketebalan maksimal 0,00098 g/cm<sup>2</sup> dan ketebalan minimum dihasilkan pada temperatur 95°C kondisi konsentrasi 35% yaitu sebesar 0,00029 g/cm<sup>2</sup>.
2. Berdasarkan *adhesion bonding* maka konsentrasi 30% adalah yang terbaik karena menghasilkan kekuatan *pull off* sebesar 4,5 MPa dan yang paling rendah adalah konsentrasi 25% dengan kekuatan *pull off* sebesar 2,5 MPa.
3. Berdasarkan ketahanan korosinya dengan mengamati secara visual tidak ada cat yang terkelupas untuk semua konsentrasi, tetapi pengamatan secara visual membuktikan konsentrasi 25% memiliki ketahanan korosi lebih tinggi karena warnanya tidak semerah seperti konsentrasi 30% dan 35% .
4. Penggunaan asam kromat dengan konsentrasi yang tinggi akan mengakibatkan tertutupnya struktur mikro dan pembentukan kristalnya kristalnya.

**DAFTAR REFERENSI**

- [1]. Asai, Y., N. Motohashi, Y. Sakaki. 2000. *Anti – Peeling Polling Bearing with Manganese Phospate Coating*. Japan.
- [2]. *Coating and Manitenace magazine vol V, No.09 November 2011*. Bandung
- [3]. Crain, Henry. 1975. *Improved Manganese Phospate Coating*. Illinois
- [4]. Fachikov, L., et al. 2006. *Zinc – manganese phospating of Carbon Steels Characteristic Solution and Coating*. University of Chemical Technology and Metallurgy. Bulgaria
- [5]. Iriyani, dewi dkk. 2009, *Hidrolisis Residu Rumput Laut Limbah Industril Karagenan (Eucheuma spinosum) Untuk Menghasilkan Glukosa Sebagai Bahan Baku Bioetanol*. Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Lampung . Bandar lampung
- [6]. Mussalam, ling. 2005. *Lapis Lindung Cat, Cara Ampuh Melawan Karat*. Serpong: LIPI
- [7]. Narayanan, Sankara TSN. 2005. *Surface Pretreatment By Phospate Coating - A Review*. 2005
- [8]. Schweitzer, Philip A. 2010. *Fundamental of Corrosion*. CRC Press. London
- [9]. Seamon, Gale. *Pre – Treatment and Surface Preparation for Liquid Systems*. Freemont industries. Minnesota. America
- [10]. Sheir, L.L., R.A Jarman, G.T Bursten. 1994. *Corrosion Control third edition*. Oxford: Butterworth – Heinemann Ltd.
- [11]. *Surface coating Vol 2- Paints and Their Applications*. The educational Books. Australia.
- [12]. Tarigan et all. *Modus – modus Kegagalan Coating Hasil Uji Pull – off Pada Pelat Stainless Steel yang Dicoating dengan Epoxy Primer*.

**TANYA JAWAB**

**Nama Pemakalah** : M. Fitrullah

**Nama Penanya** : Medyan

**Pertanyaan** : bagaimana menentukan tebal dari posphate?

**Jawaban** : secara manual, karena belum ada lat di laboratorium

**Nama Penanya** : Gatot Tri Mulyani

**Pertanyaan** :

- Apakah pengujiannya hanya dilakukan daya pekat saja?
- Bagaimana ketahanan terhadap bahan lainnya? Dan pengujian lain?

**Jawaban** : yang baru diteliti adalah pull off.